

**DOKUZ EYLÜL ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**DENTAL UYGULAMALAR İÇİN OPAK  
PORSELEN TOZ ÜRETİMİ VE  
KARAKTERİZASYONU**



**Gözde TÜNAYDIN**

**Eylül, 2016  
İZMİR**

**DENTAL UYGULAMALAR İÇİN OPAK  
PORSELEN TOZ ÜRETİMİ VE  
KARAKTERİZASYONU**

**Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü  
Yüksek Lisans Tezi  
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı**

**Gözde TÜNAYDIN**

**Eylül, 2016  
İZMİR**

## YÜKSEK LİSANS TEZİ SINAV SONUÇ FORMU

GÖZDE TÜNEYDİN tarafından hazırlanan YRD.DOÇ.DR AYLİN ZİYLAN ve DOÇ.DR. MÜCAHİT SÜTÇÜ yönetiminde hazırlanan “DENTAL UYGULAMALAR İÇİN OPAK PORSELEN TOZ ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU” başlıklı tez tarafımızdan okunmuş, kapsamı ve niteliği açısından bir Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.



Yrd.Doç.Dr. Aylin ZİYLAN

(Yönetici)



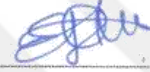
Doç.Dr. Mücahit SÜTÇÜ

(Yönetici)



Yrd. Doç. Dr. Isıl BİRLİK

(Jüri Üyesi)



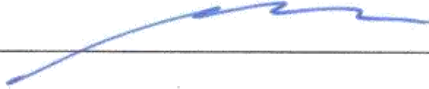
Yrd. Doç. Dr. Esra DOKUMACI

(Jüri Üyesi)



Doç. Dr. Emre YALANMAÇ

(Jüri Üyesi)



Prof. Dr. Ayşe OKUR

Müdür

Fen Bilimleri Enstitüsü

## TEŞEKKÜR

Yüksek lisans çalışmam sırasında her türlü desteği ve fedakarlığı esirgemeyen, bilgi ve tecrübelerinden yararlandığım, tezimi büyük bir titizlikle yöneten tez danışmanlarım Sayın Yrd.Doç.Dr. Aylin ZİYLAN ve Doç.Dr. Mücahit SÜTÇÜ'ye sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Araştırmalarım boyunca çalışma imkânı sunan, destek ve yardımlarını esirgemeyen, Sayın Seval YAĞIMLI başta olmak üzere ATLAS-ENTA DİŞÇİLİK SAN. TİC. A.Ş. ve yönetimine teşekkürlerimi bir borç bilirim.

Çalışmam boyunca beni hiçbir zaman yalnız bırakmayan ve sabırla destek olan aileme ve eşim Erdem TÜNAYDIN'a teşekkür ederim.

Gözde TÜNAYDIN

# DENTAL UYGULAMALAR İÇİN OPAK PORSELEN TOZ ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

## ÖZ

Bu çalışmanın amacı, dişilikte kullanılan metal destekli porselen restorasyonlardan biri olan ve metal yüzeyine uygulanan ilk katman olan opak porselen toz kompozisyonlarının geliştirilmesi, üretim süreçlerinin belirlenmesi, test ve karakterizasyonunun yapılmasıdır. Bu çalışmada, metal altlık ile ısıl genleşme katsayısı uyumunu sağlamak için en az iki farklı tür frit üretilmiştir. Opak porselen tozunun hazırlanmasında, kullanılacak olan frit türlerinin kompozisyonlarının belirlenmesi, üretilmesi ve karakterizasyonunun yapılması birinci derecede önemlidir. Bu nedenle, opak porselen kompozisyonlarının ısıl genleşme katsayısını ayarlamak için, ısıl genleşme katsayıları farklı olan kristalin ve amorf içerikli olmak üzere iki tür frit opak porselen toz kompozisyonlarında kullanılmıştır. Ayrıca, opak toz kompozisyonlarının içeriğini oluşturan ve örtücülük görevini yapan opaklaştırıcıların türü (titanium oksit, kalay oksit, seryum oksit, zirkonyum oksit, zirkonyum silikat) ve bu oksitlerin tekli, ikili ve üçlü kombinasyonları bu çalışmada incelenmiştir. Geliştirilen frit ve opak porselen tozlarının özelliklerini (tane boyutu, faz içeriği, ısıl genleşme katsayısı, opaklık ölçümleri) belirlemek için karakterize edilmiş ve bu karakteristik özellikler ürün kalitesi ile doğrudan ilgili olduğundan her üretim prosesi aşamasında ölçülmüştür. Geliştirilen opak porselen tozlarının kullanılabilirliği diş teknisyenleri tarafından metal altlıklara uygulanarak test edilmiştir. Üretilen opak toz kompozisyonlarından G1-1, G1-4, G6-5 ve G6-12 kodlu tozların en iyi sonucu verdiği görülmüştür. Bu numunelerden G6-5 kodlu numune ise en beğenilen kompozisyon olduğu için uygun renk pigmentleri ile renklendirilmiş ve ticari Vita VMK Master opak tozu ile kıyaslanmıştır. Sonuç olarak, bu tez çalışması kapsamında, metal destekli altlıklar için ticarileşme potansiyeli olan ve yerli bir üretim olan opak porselen kompozisyonları geliştirilmiştir.

**Anahtar kelimeler:** Diş porseleni, metal altlık, opak porselen tozu, frit, lōsit, opaklık, ısıl genleşme katsayısı, mikroyapı

# **PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF OPAQUE PORCELAIN POWDER FOR DENTAL APPLICATIONS**

## **ABSTRACT**

The aim of this study was to develop opaque porcelain powder compositions that are used as a metal support porcelain restoration and the first layer applied to the metal surface, to determine their fabrication processes and do their related tests and characterizations. In this study, two different types of frits were produced in order to adjust the thermal expansion coefficient of the opaque porcelain powder with respect to metal substrate. In the preparation of opaque porcelain powder, determination of the composition of the frit types, its production and characterization are of primary importance. For this reason, two different types of frits, one being crystalline and the other was amorphous, with different thermal expansion coefficients, were used to adjust the thermal expansion coefficient of the opaque porcelain powder compositions. Besides, the type of the opacifiers (titanium oxide, cerium oxide, zirconium oxide, zirconium silicate) that were used in the opaque powder compositions and had the role of masking the metal, and their combinations as single, double or triple were investigated in this study. Characterization tests were performed in order to determine the properties (grain size, phase contents, thermal expansion coefficient, opacity) of the developed frit and opaque powder compositions. These tests were repeated for each production step as the characteristic properties were directly related to the product quality. Also, the usability of the developed opaque porcelain powders on the application to the metal substrate was tested by the dental technicians. The best results obtained from the produced opaque powder compositions belonged to G1-1, G1-4, G6-5 and G6-12 coded powders. Among these powders, G6-5 coded one was selected as the best composition and it was colored with suitable pigments and compared to the commercialized Vita VMK Master opaque powder. As a result, within the scope of this study, locally produced opaque porcelain powder compositions that have the potential of commercialization were developed for metal substrate supports.

**Keywords:** Dental porcelain, metal substrate, opaque porcelain powder, frit, leucit, opacity, thermal expansion coefficient, microstructure



## İÇİNDEKİLER

	<b>Sayfa</b>
YÜKSEK LİSANS TEZİ SINAV SONUÇ FORMU .....	ii
TEŞEKKÜR .....	iii
ÖZ .....	iv
ABSTRACT .....	v
ŞEKİLLER LİSTESİ .....	xi
TABLolar LİSTESİ .....	xiv
<b>BÖLÜM BİR - GİRİŞ .....</b>	<b>1</b>
<b>BÖLÜM İKİ - LİTERATÜR TARAMASI .....</b>	<b>3</b>
2.1 Diş Hekimliğinde Porselenin Yeri .....	3
2.2 Dental Porselenlerin Sınıflandırılması .....	3
2.2.1 Kullanım Bölgelerine Göre .....	4
2.2.2 Pişirme Isılarına Göre .....	7
2.2.3 Bileşimlerine Göre. ....	8
2.3 Metal Destekli Porselen Sistemler .....	10
2.3.1 Metal Alaşımlar .....	10
2.3.2 Metal Alaşımların Sınıflandırılması .....	11
2.3.3 Metal Alaşımlar Üzerinde Kullanılan Porselenler .....	13
2.3.3.1 Metal Alt Yapılarda Kullanılan Dental Porselen Katmanları .....	13
2.3.3.2 Metal Yüzeyinin Hazırlanması .....	16
2.3.3.3 Metal-Porselen Bağlantısı .....	17
2.4 Metal Destekli Porselen Sistemlerde Kullanılan Hammaddeler .....	19
2.4.1 Feldspat Grupları .....	19
2.4.2 Kuvars .....	19
2.4.3 Kaolen .....	19
2.4.4 Diğer Hammaddeler .....	20
2.4.5 Opaklaştırıcılar .....	20
2.4.6 Renk Pigmentleri .....	21



2.5 Dental Porselen Tozu Üretimi ve Literatürdeki Çalışmalar .....	21
2.6 Lössit Kristal Fazı .....	22
2.6.1 Lössit Kristalizasyonu .....	23
2.6.2 Lössit ve Lössit Porselenlerinin Hazırlanması .....	26
<b>BÖLÜM ÜÇ - MATERYAL VE YÖNTEM .....</b>	<b>28</b>
3.1 Kullanılan Hammaddeler .....	28
3.1.1 Frit Hammaddeleri .....	28
3.1.1.1 Feldspat .....	28
3.1.1.2 Ferro 3110 Frit .....	28
3.1.1.3 Ferro 3249 Frit .....	29
3.1.1.4 Amonyum Biflorit .....	29
3.1.1.5 Lityum Karbonat .....	29
3.1.1.6 Potasyum Karbonat .....	29
3.1.1.7 Sodyum Karbonat .....	30
3.1.1.8 Amonyum Fosfat .....	30
3.1.2 Opak Porselen Toz Hammaddeleri .....	30
3.1.2.1 Kalay Oksit .....	30
3.1.2.2 Yitriya Stabil Zirkonya .....	30
3.1.2.3 Zirkonyum Silikat .....	31
3.1.2.4 Seryum Oksit .....	31
3.1.2.5 Titanyum Dioksit .....	31
3.2 Yöntem .....	31
3.2.1 Opak Porselen Diş Tozunun Üretim Aşamaları ve Karakterizasyonu ...	32
3.2.1.1 Feldspat Hammaddesinin Ön İşlemleri .....	32
3.2.1.2 Frit Türüne Göre Formülasyon Hazırlama .....	32
3.2.1.3 Frit Türlerinin Üretimi .....	35
3.2.1.4 Frit Tozlarının Hazırlanması .....	36
3.2.2 Opak Porselen Toz Üretimi .....	37
3.2.2.1 Beyaz Opak Porselen Toz Kompozisyonlarının Hazırlanması .....	37
3.2.2.2 Renkli Opak Porselen Diş Tozu Üretimi .....	43

3.2.3 Metal Yüzeyine Uygulama İşlemleri .....	43
3.3 Karakterizasyon .....	44
3.3.1 X-Işını Floresans (XRF) Analizi .....	44
3.3.2 X-Işını Kırınım (XRD) Analizi .....	44
3.3.3 Tane Boyutu Dağılımı Analizi .....	44
3.3.4 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve EDS Analizleri .....	45
3.3.5 Spektrofotometrik Analiz .....	46
3.3.6 Dilatometrik Analiz .....	46
3.3.7 Mikro Sertlik .....	47
3.3.8 Feldspatın Elek Bakiyesi Kontrolü .....	48
<b>BÖLÜM DÖRT - DENEYSSEL SONUÇLAR .....</b>	<b>49</b>
4.1 Feldspat Hammaddesine ve Üretilen Fritlere Yapılan Analizler .....	49
4.1.1 X-ışını Floresans (XRF) Analizi .....	50
4.1.1.1 K-Feldspat Hammaddesinin XRF Analizi .....	50
4.1.2 X-Işını Kırınım (XRD) Analizi .....	51
4.1.2.1 K-Feldspat Hammaddesinin XRD Analizi .....	51
4.1.2.2 Üretilen Fritlerin XRD Analizleri .....	51
4.1.3 Tane Boyutu Analizi .....	54
4.1.3.1 K-Feldspatın Elek Bakiyesi Sonucu .....	54
4.1.3.2 Üretilen Fritlerin Tane Boyutu Analizleri .....	54
4.1.4 Üretilen Fritlerin Dilatometrik Analizleri .....	56
4.1.5 Üretilen Fritlerin Spektrofotometrik Analizleri .....	56
4.1.6 Üretilen Fritlerin Mikroyapısal Analizleri .....	57
4.2 Vita VMK master marka Opak Porselen Diş Tozuna, Üretilen Opak Porselen Tozlarına ve Bu Tozlardan Üretilen Numunelere Yapılan Analizler.....	59
4.2.1 Metal Yüzeyine Uygulanan Vita VMK Master Marka Opak Porselen Diş Tozu ve Üretilen Opak Porselen Diş Tozlarının Pişme Sonrası Davranışları ..	60
4.2.2 Vita VMK Master Marka Opak Porselen Diş Tozunun Kimyasal (XRF) Analizi .....	66
4.2.3 X-Işını Kırınım (XRD) Analizi .....	67

4.2.3.1 Vita VMK Master Opak Porselen Diş Tozunun XRD Analizi .....	67
4.2.3.2 Üretilen Opak Porselen Tozlarının XRD Analizi .....	68
4.2.4 Tane Boyutu Dağılımı Analizi .....	70
4.2.5 Dilatometrik Analizler .....	72
4.2.6 Spektrofotometrik Analizler .....	74
4.2.7 Mikroyapısal Analizler .....	76
4.2.7.1 Optik Mikroskop Analizi .....	76
4.2.7.2 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi .....	77
4.2.7.3 Enerji Dağılımlı X-ışını (EDS) Analizi .....	82
4.2.8 Mikro Sertlik .....	88
<b>BÖLÜM BEŞ - SONUÇLAR VE ÖNERİLER .....</b>	<b>90</b>
<b>KAYNAKLAR .....</b>	<b>93</b>

## ŞEKİLLER LİSTESİ

	Sayfa
Şekil 2.1 Kron kaplama uygulaması .....	5
Şekil 2.2 Köprü kaplama uygulaması .....	5
Şekil 2.3 İnley ve onley uygulaması .....	6
Şekil 2.4 Porselen lamine .....	7
Şekil 2.5 Metal altlık kron üzerindeki seramik katmanlar .....	14
Şekil 2.6 Sıvının katıyı ıslatması .....	18
Şekil 2.7 Lösit tek kristali ve tetragonal lösit kristal yapısı .....	23
Şekil 2.8 $K_2O-Al_2O_3-SiO_2$ üçlü faz .....	24
Şekil 2.9 $K_2O-Al_2O_3-SiO_2$ üçlü faz sisteminde birincil kristalin faz alanları .....	25
Şekil 2.10 $K_2O - Al_2O_3 - SiO_2$ faz sisteminde bulunan $SiO_2 - K_2O \cdot 4SiO_2 - K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$ üçgenindeki ve $K_2O \cdot SiO_2 - K_2O \cdot 2SiO_2 - K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$ üçgenindeki kristalizasyon yolları .....	26
Şekil 2.11 Farklı yöntemlerle sentezlenmiş tetragonal ve iğnemsî formdaki lösit kristallerinin SEM görüntüleri .....	27
Şekil 3.1 Opak porselen dış tozu üretim akış şeması .....	33
Şekil 3.2 Frit üretim prosesi .....	34
Şekil 3.3 Numunelerin fırınlanma rejimi için kullanılan vakum fırını .....	42
Şekil 3.4 a) Metal yüzeyine su ile karıştırılmış opak porselen dış tozunun fırça ile uygulanması, b) metal yüzeyinin opak ile tamamen kaplanması, c) kurutma sonrası, d) pişirme sonrası opak porselen katmanın oluşması ....	43
Şekil 4.1 K-Feldspat hammaddesinin XRD analizi .....	51
Şekil 4.2 Üretilen K1 kodlu fritin XRD analizi .....	52
Şekil 4.3 Üretilen titanyum oksit katkılı K2 kodlu fritin XRD analizi .....	52
Şekil 4.4 Üretilen K3 (zirkonyum silikat katkılı), K4 (yitriya stabilize zirkonya) ve K5 (kalay oksit katkılı) kodlu fritlerin XRD analizleri .....	53
Şekil 4.5 Üretilen A1 kodlu fritin XRD analizi .....	53
Şekil 4.6 Üretilen K1 kodlu fritin tane boyut dağılımı analizi .....	55
Şekil 4.7 Üretilen K2 kodlu kristalin fritin tane boyut dağılımı analizi.....	55
Şekil 4.8 Üretilen A1 kodlu amorf fritin tane boyut dağılımı analizi .....	55
Şekil 4.9 Üretilen K1 kodlu fritin farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüleri .....	57

Şekil 4.10 Üretilen K2 kodlu fritin farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüleri .....	58
Şekil 4.11 K1 ve K2 kodlu fritlerin genel görünümünden alınan EDS analiz bölgeleri .....	59
Şekil 4.12 (a) G1-1, (b) G1-4, (c) G6-12, (d) G6-5 (renklendirilmiş), ve (e) Vita VMK master opak porselen diş tozlarının metal altyapı üzerine uygulanıp pişirildikten sonraki görüntüleri .....	66
Şekil 4.13 Ticari Vita opak porselen diş tozunun XRD analiz sonucu .....	67
Şekil 4.14 G1-1 kodlu opak porselen tozunun XRD analizi .....	68
Şekil 4.15 G1-4 kodlu opak porselen tozunun XRD analizi .....	69
Şekil 4.16 G6-5 kodlu opak porselen tozunun XRD analizi .....	69
Şekil 4.17 G6-12 kodlu opak porselen tozunun XRD analizi .....	70
Şekil 4.18 Ticari Vita opak porselen diş tozun tane boyut dağılımı .....	71
Şekil 4.19 (a) G1-1 ve (b) G1-4 kodlu opak porselen tozlarının tane boyutu dağılımı .....	71
Şekil 4.20 (a) G6-5 ve (b) G6-12 kodlu opak porselen tozlarının tane boyutu dağılımı .....	72
Şekil 4.21 Vakum ortamda fırınlama sonrası üretilen metal altlık-opak porselen katman-dentin porselen katmandan oluşan numunelerin kesitlerinden 100X büyütmede alınmış optik mikroskop görüntüleri: (a) Vita, (b) G1-1, (c) G1-4, (d) G6-5 ve (e) G6-12 .....	77
Şekil 4.22 Vakum ortamda fırınlama sonrası üretilen metal altlık-Vita opak porselen katman-dentin porselen katmandan oluşan numunenin kesitinden farklı büyütmelelerde alınmış SEM görüntüleri .....	78
Şekil 4.23 Vakum ortamda fırınlama sonrası üretilen metal altlık-G1-1 opak porselen katmandan oluşan numunenin kesitinden farklı büyütmelelerde alınmış SEM görüntüleri .....	79
Şekil 4.24 Vakum ortamda fırınlama sonrası üretilen metal altlık-G1-4 opak porselen katmandan oluşan numunenin kesitinden farklı büyütmelelerde alınmış SEM görüntüleri .....	80
Şekil 4.25 Vakum ortamda fırınlama sonrası üretilen metal altlık-G6-5 opak porselen katmandan oluşan numunenin kesitinden farklı büyütmelelerde alınmış SEM görüntüleri .....	81

Şekil 4.26 Vakum ortamda fırınlama sonrası üretilen metal altlık-G6-12 opak porselen katmandan oluşan numunenin kesitinden farklı büyütmelelerde alınmış SEM görüntüleri .....	82
Şekil 4.27 Kullanılan metal altlığın EDS analiz bölgesinin SEM görüntüsü .....	83
Şekil 4.28 Ticari ürün Vita opak porselen katmanın EDS analiz bölgeleri .....	84
Şekil 4.29 G1-1 kodlu opak porselen katmanın EDS analiz bölgeleri .....	85
Şekil 4.30 G1-4 kodlu opak porselen katmanın EDS analiz bölgeleri .....	86
Şekil 4.31 G6-5 kodlu opak porselen katmanın EDS analiz bölgeleri .....	87
Şekil 4.32 G6-12 kodlu opak porselen katmanın EDS analiz bölgeleri .....	88



## TABLolar LİSTESİ

	<b>Sayfa</b>
Tablo 2.1 Metal alaşımların kimyasal kompozisyonu ve ısıl genleşme katsayıları ..	12
Tablo 3.1 Frit türlerine göre hazırlanan harman reçeteleri .....	34
Tablo 3.2 Frit üretimi için uygulanan ergitme rejimi .....	36
Tablo 3.3 Frit üretimi için uygulanan ikinci ısıl işlem rejimi .....	36
Tablo 3.4 G1 grubu opak porselen toz kompozisyonları .....	38
Tablo 3.5 G2 grubu opak porselen toz kompozisyonları .....	39
Tablo 3.6 G3 grubu opak porselen toz kompozisyonları .....	40
Tablo 3.7 G4 grubu opak porselen toz kompozisyonları .....	40
Tablo 3.8 G5 grubu opak porselen toz kompozisyonları .....	41
Tablo 3.9 G6 grubu opak porselen toz kompozisyonları .....	41
Tablo 3.10 Beyaz ve renkli opak toz kompozisyonu için uygulanan vakum fırın rejimi .....	42
Tablo 3.11 A2 renkli opak porselen toz reçetesi .....	43
Tablo 3.12 Karakterizasyon için hazırlanan pelet formundaki fritlere uygulanan vakum fırını rejimleri .....	45
Tablo 4.1 K- Feldspat hammaddesinin XRF analizi .....	50
Tablo 4.2 K-Feldspatın elek bakiyesi sonucu .....	54
Tablo 4.3 Üretilen fritlerin tane boyutlarının D10, D50 ve D90 değerleri .....	55
Tablo 4.4 Üretilen fritlerin dilatometrik analiz sonuçları .....	56
Tablo 4.5 Üretilen fritlerin spektrofotometrik analizi .....	57
Tablo 4.6 K1 ve K2 kodlu fritlerin EDS analizi .....	59
Tablo 4.7 Metal yüzeyine uygulanan Vita VMK master ve beyaz opak porselen dış tozu değerlendirme kriterleri .....	60
Tablo 4.8 Metal yüzeyine uygulanan Vita VMK opak porselen dış tozunun değerlendirme sonuçları .....	61
Tablo 4.9 Metal yüzeyine uygulanan G1 kodlu opak porselen tozlarının değerlendirme sonuçları .....	61
Tablo 4.10 Metal yüzeyine uygulanan G2 kodlu opak porselen tozlarının değerlendirme sonuçları .....	62

Tablo 4.11	Metal yüzeyine uygulanan G3 kodlu opak porselen tozlarının değerlendirme sonuçları .....	63
Tablo 4.12	Metal yüzeyine uygulanan G4 kodlu opak porselen tozlarının değerlendirme sonuçları .....	64
Tablo 4.13	Metal yüzeyine uygulanan G5 kodlu opak porselen tozlarının değerlendirme sonuçları .....	64
Tablo 4.14	Metal yüzeyine uygulanan G6 kodlu opak porselen tozlarının değerlendirme sonuçları .....	65
Tablo 4.15	Ticari Vita VMK master marka opak porselen tozunun XRF analizi ....	66
Tablo 4.16	Opak porselen tozlarının tane boyutlarının D10, D50 ve D90 değerleri .	70
Tablo 4.17	Üretilen tüm beyaz opak porselen diş tozlarının ısıl genleşme katsayıları.. .....	73
Tablo 4.18	Seçilen beyaz opak porselen diş tozlarının dilatometrik analiz sonuçları .. .....	74
Tablo 4.19	Opak porselen kompozisyonlarının spektrofotometrik analiz sonuçları .... .....	75
Tablo 4.20	Vita VMK master ve renklendirilmiş G6-5 kodlu denemenin spektrofotometrik analizi sonuçları .....	76
Tablo 4.21	Metal altlığın elementel EDS analizi sonucu .....	83
Tablo 4.22	Vita opak porselen katmanın elementel EDS analizi sonucu .....	84
Tablo 4.23	G1-1 kodlu opak porselen katmanın elementel EDS analizi sonucu .....	85
Tablo 4.24	G1-4 kodlu opak porselen katmanın elementel EDS analizi sonucu .....	86
Tablo 4.25	G6-5 kodlu opak porselen katmanın elementel EDS analizi sonucu .....	87
Tablo 4.26	G6-12 kodlu opak porselen katmanın elementel EDS analizi sonucu ....	88
Tablo 4.27	Opak porselen numunelerin ortalama mikrosertlik (HV1) değerleri .....	89



## BÖLÜM BİR

### GİRİŞ

Diş porselenleri metal desteksiz (tam porselen) ve metal destekli olmak üzere ikiye ayrılmaktadır. İlk grup porselenler adından anlaşılacağı üzere metal bir altyapı üzerine değil seramik bir altyapı üzerine ya da herhangi bir altyapı olmadan tüm porselen blokların CAD/CAM sistemleri ile işlenmesi sonucu elde edilen diş porselenleridir. Yapılan araştırmalara göre ülkemizde diş porselenleri arasında kullanımı ilk sırada olan grup metal destekli porselen dişlerdir. Metal destekli porselen dişler günümüzde uzun süreli dayanımlarından ve ekonomik olmalarından dolayı yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu grup porselenler, adından da anlaşıldığı gibi metal bir kaide üzerine porselenin uygun bir yöntem ile uygulanması sonucu elde edilen protez çeşididir. Ancak, metal kaidenin rengi gri olup porselenden yansıdığı için diş renginin bozulması ve özellikle ön dişlerde estetik açıdan istenilen sonuçların elde edilememesi gibi bazı riskler de içerebilmektedir. Ayrıca, seramik ve metalin ısıl genişleme davranışları açısından uyumsuzluğu söz konusu olabilir. Bu grup protezler metal altlık, opak porselen, dentin porselen ve insizal porselen olmak üzere 4 katmandan oluşmaktadır. Yukarıda bahsedilen bazı risklerden dolayı metalin hemen üzerindeki katman olan opak porselen diş tozların metali çok iyi bir şekilde örtmesi, metal alt yapıya iyi bir şekilde tutunması ve üzerine uygulanacak olan diğer porselen tabaka ve metal altyapı arasında ısıl genişleme olarak uygun bir ısıl genişleme uyumuna sahip olması gerekmektedir.

Bu tez kapsamında metal altlıklar için uygun opak porselen toz kompozisyonlarının geliştirilmesi amaçlanmıştır. Tezin içeriğinde ikinci bölüm olarak metal altyapılar için kullanılan dental porselenlerin literatürdeki yeri ve yapılmış olan çalışmalar hakkında bilgiler sunulmuştur. Bu kapsamda kullanılan hammaddeler tanıtılmış ve bu hammaddelerden üretilen fritler ve porselen toz üretim safhaları açıklanmıştır. Üçüncü bölümde çalışmada kullanılan hammaddeler ve yöntem açıklanarak karakterizasyon aşamaları tanıtılmıştır. Dördüncü bölümde deneysel sonuçlar verilmiştir. Bu bölümde hammadde ve üretilen fritlerin analiz sonuçları ile opak porselen tozların karakterizasyon sonuçları ve metal üzerindeki

davranışlarına yönelik analizler yer almaktadır. Son bölümde genel değerlendirmeler yapıp ileriki çalışmalara yön verecek öneriler sunulmuştur.



## BÖLÜM İKİ

### LİTERATÜR TARAMASI

#### 2.1 Diş Hekimliğinde Porselenin Yeri

Dişçilik uygulamalarında porselenler doğal görünümlü diş restorasyonları olarak renk, estetik, dayanım, opasite, saydamlık gibi önemli avantajlarından dolayı yaygın olarak kullanılmaktadır. Diş porselenlerinin en büyük dezavantajı ise gevreklikleridir. Günümüzde seramik diş restorasyonlarının temel olarak tam seramik ve metal-seramik olmak üzere iki farklı türü vardır. Tam seramik sistemler genel olarak geleneksel metalin yerine en az bir ilave porselen katmanlı seramik bir yapıdan oluşmaktadır. Seramik sistemler yüksek mekanik özelliklere sahip hacimce %50'den fazla kristal içerikli seramik bir fazdan üretilirler (Aydın, 2007). Genellikle kullanılan tam seramik sistemler feldspatik porselenler, lösit, lityum silikat, alümina, zirkonya ve zirkonya kompozit seramiklerdir. Son yıllarda çok daha ilgi duyulan bu sistemler, daha doğal saydamlık sağlayabilmekte ve bu nedenle estetik görünümü geliştirilebilmektedir.

Bununla birlikte, dişçilikte metal esaslı restorasyonlar hâlâ yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu sistemlerde doğal dişleri taklit etmek için, sulu bir bulamaç formunda porselen tozu birkaç katman halinde sırayla bir metal altlığa uygulanarak fırında metal alaşımı üzerine birleştirilir. Bu katmanlar üç farklı saydamlık seviyelerine sahiptir. İlk uygulanan katman olan opak porselen katmanı koyu renkli metal alt-tabakanın maskelenmesi amacıyla kullanılmaktadır. Ara katman olarak adlandırılan dentin, yapay diş yapısının ana yapısını oluşturmak ve aynı zamanda porselene saydamlık sağlamak için kullanılmakta, üstteki en saydam katman ise insizal porselen olarak tanımlanmaktadır. Her bir katman, uygun özellikleri elde etmek için bir elektrik ya da vakum fırını içinde yaklaşık 900-1000°C aralığında fırınlanıp katmanlar halinde birleştirilmekte ve birbirini örtmektedirler. Diş porselenleri, renk, dayanım, saydamlık, ısıl şok direnci ve ısıl genişleme katsayısı gibi istenen özellikleri elde etmek için çeşitli şekillerde birleştirilen birçok frit veya bileşenlerin karışımlarından oluşmaktadır.

Bu tez çalışmasında, metal-seramik diş sistemlerinde kullanılan porselen katmanlardan biri olan opak porselen diş tozu kompozisyonlarının üretilmesi ve karakterizasyonu amaçlanmıştır.

## 2.2 Dental Porselenlerin Sınıflandırılması

Dental porselenleri kullanım yerlerine, pişirme ısılarına ya da içeriklerine göre farklı şekillerde sınıflandırmak mümkündür.

### 2.2.1 Kullanım Bölgelerine Göre

#### a. Sabit ve Hareketli Diş Protezleri:

Estetik Diş hekimliğinde protez dişler, kaybolan dişlerin ve dokuların, çiğneme fonksiyonlarını, konuşmaya katkılarını ve estetiğini iade ederken mevcut dokuların da sağlığının korunmasına yardımcı olmak üzere yapılan malzemelerdir. Protezler sabit ve hareketli olarak ikiye ayrılır (protez çeşitleri, doğru protez kullanımı b.t).

Sabit Protezler: Bir veya birden fazla dişin eksikliğini gidermek için, hasta ağzına yerleştirildikten sonra yerinden doktor müdahalesi olmadan çıkarılamayan protezlerdir. Sabit protezler ikiye ayrılır: Bunlar kron ve köprülerdir (sabit protezler, b.t).

Kron: Çürümüş, kırılmış veya aşırı madde kaybına uğramış olan dişlerin küçültülüp kaplanarak dişle sabitlenmesi işlemidir (Kaya, 2008). Şekil 2.1'de kron kaplama uygulaması görülmektedir.



Şekil 2.1 Kron kaplama uygulaması (Kaya, 2008)

**Köprü:** Bir veya birden fazla diş eksikliği varsa ve eksik bölgenin her iki tarafında da sağlıklı dişler mevcutsa, bu iki yakadaki dişlerden destek alınarak eksik dişlerin tamamlanmasına yönelik bir restorasyondur. Köprü protezleri de kron protezleri gibi dişlere yapıştırılarak sabit kalmaları sağlanır (Kaya, 2008). Şekil 2.2’de köprü kaplama uygulaması görülmektedir.



Şekil 2.2 Köprü kaplama uygulaması (Kaya, 2008)

***Hareketli Protezler:*** Bir veya daha fazla diş eksikliği tedavisinde kullanılan, hastanın rahatlıkla istediği zaman takıp çıkarabildiği üzerinde eksik dişlerinin yer aldığı protezlerdir. 5 tip hareketli protez vardır.

**Klasik Parsiyel Protezler:** Tutuculuğunu ağızda kalan dişlere tutunan kroşe (çengel) ile sağlayan halk arasında da çengelli protez denen protez çeşididir.

**Hassas Bağlantılı Protezler:** Birden fazla diş eksikliğinde kullanılan tutuculuğunu ağızda kalan doğal dişlere yapılan kronlardan alan kroşesiz hareketli protezlerdir.

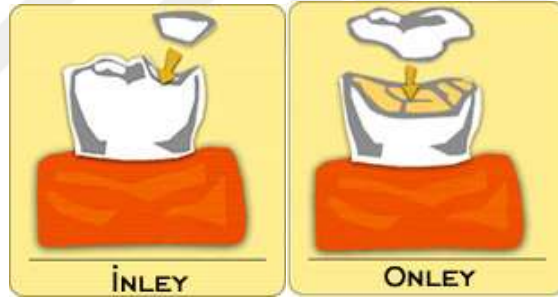
**Tam Protezler:** Doğal dişlerin tamamının eksik olduğu hastalara uygulanan hareketli protezlerdir. Halk arasında takma diş olarak bilinir.

İmmediat Protezler: İmplant tedavisi uygulanacak olan veya tüm dişleri çekilmesi gereken hastalara cerrahi işlem sonrası uygulanan geçici hareketli protezlerdir.

Diş Üstü Protezler: Ağızda var olan bir süre sonra çekilmesi düşünülen diş veya kök üzerine uygulanan tutuculuğunu protezin içinde kalan dişlere yapılan başlıklardan alan protezlerdir. Dışarıdan bakıldığında tam protezler gibi görülmektedir (kaç çeşit hareketli protez vardır, b.t.).

*b. İnley ve Onley*

İnley ve onleyler hasar görmüş dişte dolgu ile kron (kaplama) arasında bir çözüm üretir. Eğer dolguyu destekleyebilecek kadar yeterli diş yapısı bulunmadığı hallerde ama dişi kron ile kaplayacak kadar da zarar görmemiş haldeyse inley ya da onleylerden faydalanılır. Onleyler inleylere göre daha geniş alanı kapsamaktadır (Kaya, 2008).



Şekil 2.3 İnley ve onley uygulaması (Kaya, 2008)

Şekil 2.3'de gösterildiği gibi inlayler sadece dişin çiğneyici yüzeyine yani dişin yüzeyindeki tepecik (tüberkül) aralarına yapılan dolgulardır. Onleyler ise dişin yan yüzeylerini içine alan daha geniş dolgulardır (Aydın, 2007).

*c. Veneer Kronlarda Kullanılanlar (lamineler)*

Tırnak kalınlığında bir porselen tabakanın dişin ön yüzüne yapıştırılması tekniğidir. Bu tabaka istenen renkte, boy ve formda özel olarak hazırlanabilir. Bu yöntem sadece problemlili dişe uygulanır yani porselen kron uygulamasındaki gibi, sağ ve solundaki dişlerin kesilmesine gerek yoktur. Dişin sadece ön yüzeyinden çok

ince bir diş tabakası kaldırılır ve hazırlanan porselen lamine Şekil 2.4'te görüldüğü gibi kompozit esaslı reçine yapıştırıcılar (simanlar) ile dişe tutunmaları sağlanır (Aydın, 2007).



Şekil 2.4 Porselen lamine (Kaya, 2008)

### 2.2.2 Pişirme Isılarına Göre

#### a. Yüksek Isı Porseleni

Yüksek ısı porselenlerinin pişme sıcaklığı, 1290 °C – 1370 °C arasındadır. İçerikleri % 75 – 85 Feldspat, % 12 – 22 Kuvars ve % 2 – 5 Kaolin ihtiva ederler. Bu tür porselenlere, ergitici maddeler katılmamaktadır. Yapıları oldukça homojendir. Küçülme oranları yaklaşık %15'tir. Yüksek ısı porselenleri; yüksek ışık geçirgenliği, yüzey sertliği ve pişme esnasında bünyesinin kararlı bir şekilde şeklini koruması nedeniyle, aranan bir malzeme türüdür. inlay, jaket kron ve köprü protezlerinde başarı ile kullanılmaktadır (Aydın, 2007; Bulduk, 2002).

#### b. Orta Isı Porseleni

Orta ısı porselenleri, 1090°C ile 1260°C sıcaklıkları arasında pişirilirler. İçerikleri %60 Feldspat, %30 Kuvars, %2 Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, %5 CaCO<sub>3</sub>, %1 Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>2</sub>, %2 K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> ihtiva eder.

Orta ısı porselenlerinde kaolin oranı çok azdır ya da hiç bulunmamaktadır. Bu yüzden yüksek ısı porselenlerine göre daha düşük sıcaklıkta ergirler. Daha düşük pişirim ısısına sahip olduklarından yüksek ısı porselenleri kadar yüksek mekanik sertliğe ve darbe dayanımı değerlerine sahip değildirler.

Bunun yanında, yüksek ısı porselenlerinden farklı olarak ergitici madde içerebilirler ve %15'den fazla küçülme oranına sahiptirler. İnlay, jaket-kron ve köprü protezlerinin yapımında kullanılırlar (Aydın, 2007; Bulduk, 2002,).

### *c. Düşük Isı Porseleni*

Düşük ısı porselenleri 750–1070°C arasında pişirilirlir. Kompozisyonları %12 feldspat, %60 kuvars, %11  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ , %8  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , %8  $\text{CaCO}_3$ , %1  $\text{K}_2\text{CO}_3$ 'dan oluşur. Pişme süreleri oldukça kısadır. %30-35 küçülme oranına sahiptirler. Kaolin içerikleri çok çok azdır ya da hiç yoktur. Ancak bunun yanı sıra alkali oranları %95'lere kadar ulaşmaktadır. Pişirme işlemi bitip soğuduklarında mikro yapılarının daha camsı ve daha homojen oldukları görülmektedir. Ayrıca daha az kuvars kristaline sahiptirler. Jaket-kron, metal destekli kronlar, çeşitli boya ve parlatma tozlarında kullanılırlar (Aydın, 2007).

## **2.2.3 Bileşimlerine Göre**

### *a. Metal Desteksiz Porselen*

Metal desteksiz diş porselenleri metal yerine seramik bir altlık ile desteklenebilir şekilde ya da tamamen desteksiz olarak kullanılmaktadır. Metal desteksiz diş porselenleri ilk kez kullanılmaya başlandığında kırılma dayanımları oldukça düşüktü bu yüzden tek kron uygulamaları tavsiye edilmekte, köprü protezler için önerilmemektedir. Ancak günümüzde farklı uygulanmalarıyla çok üyeli köprülerde dahi rahatlıkla tercih edilebilmektedir. Ayrıca başlarda maliyetlerinin yüksekliğinden dolayı bu grup diş porselenleri rağbet görmemiş ancak teknolojik gelişmeler sayesinde fiyatları düşmüş ve günümüzde yaygınlaşmaya başlamıştır. Metal desteksiz diş porselenlerini başlıca iki gruba ayırabiliriz. Bunlar;

Desteksiz Diş Porseleni: Desteksiz diş porselenlerinin kullanımı henüz çok yaygın değildir. Lössit ( $\text{KAlSi}_2\text{O}_6$ ) kristalleri içerirler ve kırılma dayanımı yaklaşık 160 MPa'dır. Bu sebeple, genellikle köprü uygulamalarından ziyade ön dişlerde tek kron uygulamalarında kullanımları tavsiye edilmektedir. Genellikle cam-seramik ingot veya CAD-CAM tekniği ile şekillendirilen blok formunda üretilmektedirler. Bu



bloklar ölçülere göre otomatik olarak işlenir ve yüzeyleri görünümün daha parlak olması ve pürüzsüz hale gelmesi için sırlanır. Cam-seramik ingotlardan diş yapımında ise; diş hekiminden gelen ölçülere göre mumdan model hazırlanır. Daha sonra bu model uygun kalıp malzemesiyle kaplanır. Cam pelet ile birlikte pres özelliğine sahip diş porseleni fırını içerisindeki yuvalarına yerleştirilir. Sıcaklığın artması ile model mum yanar ve sistemden uzaklaşır. Böylelikle kalıp içerisinde boşluk oluşur. 1000-1200°C aralığında cam pelet eriyerek basınçla da birlikte kalıp içerisini doldurur. Daha sonra, fırın soğutulur, ürün fırından çıkartılır ve nihai ürüne makyaj ve yüzeyinin daha iyi olması için sırlama işlemi uygulanır.

Seramik Destekli Diş Porseleni: Metal destek kullanımı yerine bir seramik desteğin kullanıldığı ve bu destek altlıkların üzerlerinin porselen tabakaları ile kaplanarak diş formunun elde edildiği protez çeşitleridir. Temel olarak seramik destek (çekirdek veya kor), opak, dentin ve mine (insizal veya enamel) olmak üzere 4 farklı tabakadan oluşmaktadırlar. Yine yüzeyin daha pürüzsüz ve parlak görünmesi için de sırlama işlemi yapılır. Seramik destek olarak, sinterlenmiş zirkonya, sinterlenmiş alümina, cam emdirilmiş alümina, cam emdirilmiş alümina-zirkonya ve farklı cam-seramik sistemlerinin kullanımına yönelik çeşitli çalışmalar yapılmaktadır. Seramik destek üzerine uygulanacak porselenlerin ısıl genleşme katsayıları ile seramik altlıkların ısıl genleşme katsayıları uyum içinde olmalıdır ve genellikle çeşidine göre  $7-10 \times 10^{-6} 1/^{\circ}\text{K}$  arasında değişmektedir (Kaya, 2008).

#### *b. Metal Destekli Porselen*

Metal destekli porselen restorasyonları; porselenin mükemmel estetik özellikleri ile altlık olarak kullanılan metal alaşımın mekanik özelliklerinin bileşimini içermektedir ve yaygın olarak bu grup diş porselenler kullanılmaktadır. Metal seramik porselenler feldspatik porselenlerin içeriklerine benzerler ve yüksek miktarda lösit içerirler ve Feldspatik porselenlerden farklı olarak ısıl genleşme katsayıları yüksektir. Isıl genleşme katsayılarını yükseltmek için bileşimlerinde yüksek oranda alkali kullanılır. Alkali içeriklerinin yanı sıra bünyelerinde oluşan lösitin varlığı da ısıl genleşme katsayılarını önemli ölçüde artırır ve metal alt yapınıninkine yakın bir değere yaklaştırır. Bu sayede kullanılan metal altlık ile uyum

sağlanır. Ayrıca lösit varlığı porselen yapıyı kuvvetlendirir. Ancak içeriklerindeki yüksek alkali oranları yüzünden devitrifiye olma eğilimleri vardır (Aydn, 2007).

### **2.3 Metal Destekli Porselen Sistemler**

Ağız içinde kullanılan, dışın doğal görünümüne sahip, bioinert bir malzeme olan ve estetik açıdan pek çok avantaja sahip porselenin, düşük gerilim direncinden dolayı kullanımını sırasında bu dezavantajı ortadan kaldırmak amacıyla ciddi bir önlem olarak metal alt yapı ile kullanımını kaçınılmaz olmuştur. Bu metal-porselenden oluşan bu kombine yapı metalin yüksek basma dayanımına ve porseleninde estetik avantajlarına sahiptir. Ancak, bu kombine yapının başarısı metal-porselen bağlantısına önemli derecede bağlıdır. Bu yüzden porselenin yapısı kadar metal alaşımda çok önemlidir (Dinçer ve Nalbant, 1988).

#### **2.3.1 Metal Alaşımlar**

Dental uygulamalarda kullanılan porselenlerin dezavantajlarını ortadan kaldırmak amacıyla kullanılan metal alt yapıların aşağıdaki özelliklere sahip olması beklenmektedir;

- a. Metal alaşımının rahatça şekillendirilebilmesi için döküm işlemine uygun olması gerekmektedir.
- b. Yüksek mekanik özelliklere, korozyon dirençlerine sahip olmalıdır.
- c. Porselen ile birlikte kullanımını sırasında tekrarlı ısı işlemlere dayanıklı olması gerekmektedir.
- d. Porselen ile birlikte iyi bir bağlantı kurması gerekmektedir.
- e. Ergime derecesinin porseleninkinden en az 150°C yüksek olmalıdır.
- f. Porselenle ısı işlemleri sırasında porselene renk veren metal ve metal oksitleri içermemesi gerekmektedir.

Genellikle metal alaşımlara mekanik özelliklerini artırmak ve porselenle uygun bir bağ oluşturmaları için, modifiye edici elementler eklenir. Bunlar genellikle

indiyum, kalay, berilyum, krom, demir, nikel, molibden ve oksitleridir (Combe, 1975).

### 2.3.2 Metal Alaşımların Sınıflandırılması

Metal alaşımları kıymetli, yarı kıymetli ve kıymetsiz metal alaşımları olmak üzere 3 grupta incelenebilir.

#### a) Kıymetli metal alaşımları

- Platin-paladyum grubu: Yüksek ısıl dayanımına sahiptirler. Platin, paladyum, gümüş ve az miktarda rutenyum içerirler.
- Altın-platin grubu: Düşük ısı porselenleri ile birlikte kullanılırlar. Platin ve paladyum içeriği yüksek olan altın alaşımlarıdır ve az miktarda demir, indiyum, kalay içerirler.

#### b) Yarı kıymetli metal alaşımları

Bunlar kıymetli metaller ile kıymetsiz metallerin farklı oranlarda karıştırılması ile elde edilen alaşımlar olup çok çeşitlidirler.

#### c) Kıymetsiz metal alaşımları

Kıymetsiz metal alaşımları nikel-krom, krom-kobalt, nikel-kobalt gibi alaşımlardan oluşmaktadır. Fakat iyi bağlanabilme ve fiziksel özelliklerinden, ayrıca ekonomik olmasından dolayı nikel-krom alaşımları uygulamada en fazla kullanılan alaşımdır.

Nikel - Krom Alaşımları: Metal altyapılı dental porselenlerde kullanılan kıymetsiz alaşımlar, tek parça döküm protez alaşımlarına benzer ve başlıca içerikleri nikel (%60-80) - krom (%10-20) şeklindedir. Ni-Cr alaşımlarının yapısal özellikleri, modifiye edici alaşım elementlerinin katılmasıyla değiştirilebilir. Bu alaşımların genellikle molibden, kobalt, kalay, demir, alüminyum, silikon, manganez, karbon, titanyum, niobyum, boron ve berilyum elementleri ihtiva ettikleri görülmektedir (Akın, 1983).

Nikel-krom alaşımların özellikleri aşağıda verilmiştir:

- Dayanım ve sertlikleri yüksektir,
- Döküm özellikleri iyidir,
- Özgül ağırlıkları altın alaşımların yarısı kadardır,
- Elastiklik modülü altın alaşımlardan 2-2.5 kat yüksektir.

Nikel-krom alaşımların avantajları şu şekildedir:

- Yüksek dirence sahip olmalarından dolayı alt yapının daha ince hazırlanabilmesini sağlar,

- Deformasyon dirençleri büyüktür,
- Metal-porselen restorasyonlar için artan bir dayanım sağlar,
- Altın alaşımlara kıyasla çok daha ekonomiktirler.

Nikel-krom alaşımların dezavantajları şu şekildedir:

- Kron kenarlarının kısa ve düzensiz olması,  
- Pişim sırasında oluşan aşırı oksitlerin porselenle olan bağlantıyı zayıflatması ve rengini etkilemesi,

- Nikele duyarlı hastalarda alerjik veya toksik etkisinin görülmesidir. Nikel-krom esaslı alaşımların, nikel alerjisine neden olması bu alaşımların kullanımını sınırlar. Ancak nikelli alaşımlar çok daha ekonomiktir (Moffa, Lugassy, Guckes ve Gettleman, 1973).

Tablo 2.1'de genel olarak dental laboratuvarlarda en yaygın kullanılan metal altyapı alaşımlarının kimyasal kompozisyonu ve ısıl genleşme katsayıları verilmiştir. Genel olarak kullanılan metal alaşımlarının ısıl genleşme katsayıları yaklaşık  $14 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$  civarındadır.

Tablo 2.1 Metal alaşımların kimyasal kompozisyonu ve ısıl genleşme katsayıları

Metal	Co	Ni	Cr	Mo	Si	C	W	Fe	Nb	V	Mn	CTE ( $10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ )
Örnek 1	kalan	-	25	1	1	0,04	9	1	2	2	-	14,1
Örnek 2	-	kalan	25	11	1,5	-	-	-	-	-	<0,1	14

### ***2.3.3 Metal Alařımlar Üzerinde Kullanılan Porselenler***

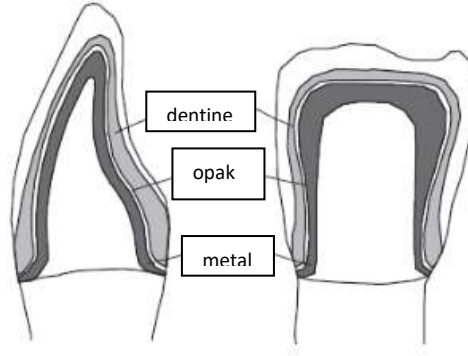
Metal alt yapılarda kullanılan porselenler feldspat esaslı porselenler olup içeriklerinde lösit kristal fazı ve bir miktar amorf yapı ihtiva ederler, ayrıca alkali içerikleri zengindir. Ergime dereceleri metal alt yapınınkinden en az 150°C düşüktür ve en fazla 960°C’de ısıl işlem görürler. Bu sıcaklığın üzerindeki derecelerde yumuşama, parlama, akma ve ergime eğilimine girerler. 500°C’deki ısıl genleşme katsayıları 12,0-13,5\*10<sup>-6</sup>/°C aralığındadır.

Metal alt yapılarla birlikte kullanılan dental porselenlerden beklenen genel özellikler aşağıda sıralanmıştır:

- Metal ile uyumlu olan uygun bir pişme ısısında olmalıdırlar.
- Metal alt yapı ile homojen ve kuvvetli bir tutunma sağlamalıdır.
- Doğal diş görünümüne yakın estetik görünüme sahip olmalıdır.
- Metal yüzeyine rahat uygulanabilmeli, yarı mamul haldeyken kendini taşıyabilmeli, fırınlama aşamasına geçerken şeklini koruyabilmelidir.
- Pişirme sırasında ve kullanımı sırasında zaman ile renk deęiřtirmemelidir.
- Kullanımı sırasında su emmemeli, ağız içindeki mekanik etkenlere karşı dirençli olmalıdır.

#### ***2.3.3.1 Metal Alt Yapılarda Kullanılan Dental Porselen Katmanları***

Dişçilikte metal esaslı porselen restorasyonlarda doğal dişleri taklit etmek için, kullanılan porselen tozları sulu bir bulamaç formuna getirilip birkaç katman halinde sırayla bir metal altlığa uygulanarak fırınında metal alařımı üzerine birleřtirilir. Bu katmanlar üç farklı saydamlık seviyelerine sahip olmalarından dolayı opak, dentin ve insizal olarak tanımlanmaktadır. Şekil 2.5’te metal altlık malzemesi üzerine uygulanan porselen katmanların şematik hali gösterilmektedir.



Şekil 2.5 Metal altlık kron üzerindeki seramik katmanlar (Mrazova, 2009)

Metal alt yapılar üzerinde kullanılan dental porselen katmanlar aşağıda açıklanmaktadır:

a) **Opak porselen katmanı:** Metalin hemen üzerindeki katmandır. Opak katman koyu renkli metal altlığın maskelenmesi amacıyla kullanılır. Uygun bir likit ile karıştırılıp kremi bir kıvamda fırça ile uygulanır. Üzerine uygulanacak diğer katmanlar ile metal arasında bir geçiş tabakasıdır. Bu yüzden ısıl genleşme katsayısı değeri ve ergime derecesi metal ve dentin tabakası arasında bir değerde olmalıdır. Işık geçirgenliği neredeyse sıfır olmalıdır. Metal yüzeyinde uygulandıktan sonraki kalınlığı yaklaşık 0,2-0,5 mm aralığında olmalı ve metali tamamen kapatması gerekir. Metal ile temasta bulunan bu katman metale iyi tutunmalıdır. Aksi takdirde oluşan zayıf tutunma tüm yapıyı olumsuz etkileyecektir.

b) **Dentin porselen katmanı:** Opak porselen katmanın üzerinde yer alan dişe ana şeklini veren katmandır. Ara katman olan dentin, yapay diş yapısının ana yapısını oluşturmak ve aynı zamanda porselene saydamlık sağlamak için kullanılır. Isıl genleşme katsayısı ve ergime derecesi opak porselen katmandan daha düşük olup, ışık geçirgenliği ise daha yüksektir. Daha yüksek ışık geçirgenliği sayesinde dişin doğal transparan görünümüne uygun bir yapı oluşturur. Opak porselene göre daha parlak ve pürüzsüzdür. Ayrıca renk tonu da daha açıktır.

c) **İnsizal porselen katmanı:** Üstteki en saydam tabaka ise insizal porselen olarak tanımlanır. Dentin porselen katman uygulaması bittikten hemen sonra fırınlama işleminden önce dişin son şeklini vermek için uç kısımlarına

uygulanan katmandır. Dentin katmanı ile aynı anda ısıtılma girer, bu yüzden ısıtılma genleşme katsayısı ve ergime derecesi dentin ile birebir aynıdır. Ancak aralarındaki tek fark ışık geçirgenliğidir. Dişin doğal olarak uç kısımlara doğru transparanlaşan görüntüsüne uygun olarak ışık geçirgenliği en fazla olduğu katmandır. Parlak ve pürüzsüz oluşu dentine tabakası ile aynı değerdedir.

d) **Sır porselen katmanı:** Dişin şekillendirme ve ardından pişirme işlemi bittikten sonra, sır porselen tozu uygun bir likit ile karıştırılıp oldukça ince bir tabaka halinde diş yüzeyine uygulanır. Bu katman dentin ve insizalin istenen parlaklık özelliğine sahip olmaması durumunda uygulanabilir. Bu işlemin belli başlı sebepleri şunlardır:

i. Diş teknisyeni pişirme sonrası porselen diş üzerinde uygun olmayan fazlalıkları almak için frez kullanabilir. Bu uygulamadan sonra oluşan mat görüntüyü gidermek için yüzeye sırlama işlemi yapılır.

ii. Hasta ağızındaki provadan sonra hastayı rahatsız eden porselen dişin sorunlu kısımlarını gidermek için frez kullanılabilir. Yine bu uygulamadan sonra oluşan mat görüntüyü gidermek için yüzeye sırlama işlemi yapılır.

iii. Porselen diş görünümünün hastanın doğal dişlerine uyumunu sağlamak amacıyla diş üzerinde makyaj uygulaması gereksinimi olabilir. Bu nedenle spesifik bölgelere sır porselen tozuna uygun renkli ürünler karıştırılıp uygulanır.

Her bir porselen katman, uygun özellikleri elde etmek için, bir elektrik ya da vakum fırını içinde yaklaşık 800 ila 1000°C aralığında fırınlanır. Diş porselenleri, renk, dayanım, saydamlık, ısıtılma şok direnci ve ısıtılma genleşme katsayısı gibi istenen özellikleri elde etmek için birçok frit ve bileşenlerin karışımlarından oluşmaktadır. Porselen katmanların üretiminde kullanılan frit türleri ve üretimi ile kullanılan diğer bileşenler hakkında detaylı bilgi ileriki bölümlerde verilmiştir.

### 2.3.3.2 Metal Yüzeyinin Hazırlanması

Metal altyapılı dental porselen uygulamalarında kullanılacak porselen ve metal alaşım kadar önemli olan diğer bir işlemde metal alt yapının yüzeyinin uygulama öncesi hazırlanma işlemidir. Hazırlık işlemi porselenin metalle bağlantısını önemli derecede etkiler. Bu işlemler metal alaşımın türüne göre ve uygulayıcıya göre farklılıklar gösterebilir. Metal alaşım döküm işleminden sonra revetman artıklarından freze yardımı ile temizlendikten sonra aşağıdaki işlemlerden geçmelidir (Dinçer ve Nalbant, 1988).

i. Kumlama: Bağlanma kuvvetini arttıran kumlama işlemi farklı tane boyutundaki alümina ya da kuvars parçacıklarının 4-6 bar basınç ile metal alt yapı üzerine püskürtülmesi ile yapılır. Bu işlemin en büyük avantajı alt yapının yüzey alanını artırarak tutunma yüzeyini genişletmesidir.

ii. Alaşım yüzeyinin temizlenmesi: Kumlanmış metal yüzeyi genellikle ultrasonik ünite kullanılarak saf su, etil asetat ya da pretil temizleme solüsyonu ile sağlanır. Ayrıca alaşım yüzeyine basınçlı buhar püskürtülmesi kullanılan diğer bir yöntemdir. Yüzey temizlenmesi amacıyla hidroflorik asit de kullanılmaktadır. Fakat asitler, kimyasal bağ için gerekli oksit miktarını azaltacağından uygun değildir. Porselen uygulanırken temizlenmiş metal alaşım yüzeyine dokunulmamalıdır. Aksi halde porselenin yüzeye tutunması zayıflatılmış olur.

iii. Oksidasyon: Metal alaşım yüzeyine porselenin tutunması için bağlantı sağlayacak oksitlerin uygulama öncesi oluşması çok önemlidir. Bu yüzden alaşımlar üretici firmaların tavsiyeleri doğrultusunda 990°C civarındaki sıcaklıklarda vakum altında ön ısıtma işlemine tabi tutularak oksitlendirilir. Tutunmayı artıran oksitlerin oluşmasının dışında oksidasyon işlemi yüzeyin yağlardan ve gazlardan arındırılmasını sağlar. Gazlardan arınma işlemi yüzeyde porozite oluşumu sağlar ve poroziteler porselen bağına katkıda bulunur. Oluşan oksit tabakasının özellikleri aşağıdaki gibi olmalıdır:



- oksitin ısıl genleşme katsayısı alaşımın ve porselenin ısıl genleşme katsayısına uygun olmalıdır.
- oksit, alaşımın yüzeyinde iyi bir adhezyon sağlamalıdır.
- oksit porselen ile reaksiyona girmeli, ancak dayanım, renk ve opasite gibi özelliklerini olumsuz etkilememelidir.

iv. Bağlanma ajanlarının uygulanması: Metal-porselen arasındaki bağlantıyı artırmak amacıyla bağlantı ajanı uygulaması yapılır. Genellikle toz şeklindedir ve uygun bir likit ile karıştırıldıktan sonra yüzeye uygulanır, üretici firmanın önerisine göre kurutulup pişirilir. Bağlantı ajanları çok küçük boyutlarda soy metaller içerebilir, aynı zamanda metalin rengini maskeleyerek estetik görünüme katkı sağlarlar. Bazı araştırmacılar bağlama ajanlarının, metal-porselen bağ dayanımını etkilemediğini savunmaktadır. Bu nedenle bu ajanları estetik özelliklerinden dolayı kaplama ajanı olarak değerlendirirler. Ancak genel düşünce, bağlama ajanlarının uygun metal yüzeyi oluşturarak mekanik yapışmaya ve oksit bağlanmasına yardımcı olmasıdır (Dinçer ve Nalbant, 1988).

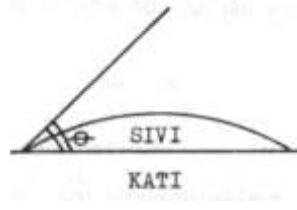
#### 2.3.3.3 Metal-Porselen Bağlantısı

Metal alaşım ve opak porselen bağlantısı genellikle Van der Waals kuvvetleri, sıkışma kuvvetleri, kimyasal bağlantı kuvvetleri ve mekanik bağlantı kuvvetleri gibi mekanizmalarla gerçekleşmektedir.

- Van der Waals Kuvvetleri:

İkincil zayıf kuvvetler olarak tanımlanan bu bağlar moleküller ve atomlar arasındaki elektrostatik çekimle oluşurlar. Bu tip ilişkiye en iyi örnek sıvıların katıları ıslatması verilebilir. Metal üzerindeki opak porselen, sıcak fırın ortamına konulduğunda opak porselen partikülleri yuvarlanarak toplanır ve birleşirler. Bu aşamada porselen metal yüzeyini ıslatmaya başlar. Yükselen ısıda, porselenle ıslanan metal arasında oluşan doğal arayüzeyin şekillenmesi istenir. ıslatmanın yeterliliği yüzey gerilimine bağlıdır. Şekil 2.6'da gösterildiği gibi, katı-sıvı vektörü ile sıvı-gaz

vektörü arasında oluşan açı ıslanmayı belirler. Bu açının küçük olmasıyla daha iyi ıslanma ve kuvvetli bir yapışma sağlanmaktadır (Skinner ve Phillips, 1967).



Şekil 2.6 Sıvının katıyı ıslatması (Dinçer ve Nalbant, 1988)

- Sıkışma Kuvvetleri:

Dental porselenin metale sıkışma kuvvetleri ile tutunması metal yüzeyinin geometrisine ve metal ile porselenin ısıl genleşmelerinin uyumuna dayanmaktadır. Fırınlama sürecinde porselen büzülme devam eder, fakat hiçbir zaman ergiyik veya sıvı hale gelmez. Bu durum metal alaşımın genleşmesi üzerinde önleyici bir etki oluşturur. Kitlenin soğuması sırasında alaşım orijinal boyutlarına dönmeye çalışır ve porselenden daha fazla genleşmeye sahip olduğu için daha çabuk büzülür. Bu büzülme sırasında alaşımında çekme gerilmeleri, porselende ise basma gerilmeleri oluşur (Peyton ve Craig, 1971). Gerilim sonucu oluşan sıkışma kuvvetleri metal alaşımın ısıl genleşme katsayısının porseleninkinden çok az yüksek olmasından kaynaklanır. En yüksek bağlantı değeri ısıl genleşme katsayıları arasındaki farkın  $0,4 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$  olduğu durumda bulunmuştur (Dinçer ve Nalbant, 1988). Aradaki bu farkın artması arayüzeyde istenmeyen kayma gerilmelerinin oluşmasına neden olur. Porselenden daha az genleşme gösteren alaşımlar ise porselen üzerinde istenmeyen çekme gerilmeleri oluştururlar (Skinner ve Phillips, 1967).

- Kimyasal Bağlantı Kuvvetleri:

Fırınlama sırasında metal alaşım içindeki elementler yüzeye doğru göç ederek oksitlenirler ve porselen bünyesindeki oksit bileşenlerle bu oksit tabaka arasında kimyasal bir bağ oluşur. Kimyasal bağ, metal yüzeyindeki  $\text{Fe}^{++}$  atomları ile seramikteki oksijen atomlarının arasında oluşur (Aydın, 2007).

- Mekanik Bağlantı Kuvvetleri:

Uygulama öncesi metal yüzeyindeki hazırlık işlemleri çok önemlidir. Bu aşamada metal yüzeyinin kumlama işlemi sonrasında pürüzlendirilmesi ile seramiğin yüzeye girerek mekanik bir kilitleme oluşmasıdır (Aydın, 2007).

## **2.4 Metal Destekli Porselen Sistemlerde Kullanılan Hammaddeler**

### **2.4.1 Feldspat Grupları**

Porselene doğal bir şeffaflık (transparan) veren esas yapıyı oluşturur. Porselenin içeriğinde % 60'lar seviyesindedir. Sodyum, potasyum ya da kalsiyum silikattır. Bir bağlayıcı niteliğindedir. Fırınlama sırasında ergiyerek içerikteki kuvars ve kaolen gibi yapılara matris oluşturur. Yaklaşık olarak 1200°C civarında ergir ve doğal halde hiçbir zaman saf değildir. Soda formundayken ergime sıcaklığını düşürür, potas formu ise cam yapının viskozitesini artırarak fırlama sırasında oluşan toplanmayı ve piroplastik akmayı azaltır. Bu sayede dışın form kaybetmesini engeller.

### **2.4.2 Kuvars**

Ergime ısısı kullanılan diğer hammaddelere göre daha yüksektir. Yapı da ağırlıkça %10-20 arasında bulunur ve yapıya hem destek olur hem de porselenin dayanımını artırır. Ayrıca ısıl genleşme katsayısının da ayarlanmasına yardımcı olur.

### **2.4.3 Kaolen**

Dehidrate olmuş alüminyum silikattır. Yapışkan bir yapısı olduğundan diğer malzemeleri bir arada tutar. Porselenin modelajına yardımcıdır ve yapıda ağırlıkça %1-5 arasında bulunur. Ergime derecesi yüksektir, opak yapıdadır ve ısıya karşı oldukça dayanıklıdır (Çelik, 2016).

#### **2.4.4 Diğer Hammaddeler**

Frit üretimi sırasında feldspat, kuvars, kaolen gibi hammaddelerin yanı sıra ergimeyi kolaylaştırmak, akışkanlığı kontrol etmek, camlaşmaya yardımcı olmak, ısıl genişleme katsayısının ayarlamak gibi birçok özellik için farklı oksite ihtiyaç duyulmaktadır. Bunlar bünyeye direkt ya da oksit formunda ya da arzu edilen oksit kaynaklı hammaddeler varlığında katılırlar.

Örneğin; Sodyum, potasyum ve kalsiyum oksitler feldspatlardan hariç bünyeye karbonatları ya da nitratları halinde katılabilirler. Ergime sırasında bozunup sodyum, potasyum, kalsiyum oksit oluşur. Bunlar cam yapıcı oksitlerdir. Ayrıca  $\text{SiO}_2$  ağının bütünlüğünü bozup oksijen bağlarını miktarını azaltarak camın yumuşama sıcaklığını düşüren akışkanlaştırıcı olarak görev yaparlar. Bu durumda da porselenin ısıl genişleme katsayısı düşmüş olur.

Bor oksit silika gibi cam oluşturabilen fakat flaks özelliğine sahip bir oksittir. Ergime derecesi oldukça düşüktür bu sebeple erirken bileşimdeki diğer oksitleri de etkileyerek onların daha düşük sıcaklıklarda ergimesini sağlar. Ayrıca ısıl genişleme katsayısını düşürür.

Lityum oksit flaks etkisinden dolayı aranan bir oksittir fakat kristalleşme riskini artırır. Isıl genişleme katsayısını düşürürken termal sok direncini de artırmaktadır.

Magnezyum oksit kaynağı yalnızca magnezyum karbonattır.  $1170^\circ\text{C}$ 'den sonra flaks özelliği gösterir. Ayrıca ısıl genişleme katsayısını düşürmektedir (Aydın, 2007).

#### **2.4.5 Opaklaştırıcılar**

Opaklaştırıcı oksitler; opak porselen tabakada kullanılan metal ya da seramik alt yapıyı maskelemek amacıyla, opak ve incisal tabakalar arasında bir geçiş tabakası olan dentin porselen tabakada ise bu geçişi derecelendirmek amacı ile kullanılır.

Böylelikle dişe daha doğal bir görünüm kazandırır.  $TiO_2$ ,  $ZrO_2$ ,  $CeO_2$ ,  $SnO_2$  ve zirkon gibi oksitler genellikle kullanılan opaklaştırıcılardır.

#### **2.4.6 Renk Pigmentleri**

Opak porselen tabakadan tutunda makyaj ürünlerine kadar, destekli ya da desteksiz tüm dental porselenlerde dişe doğal bir görünüm kazandırmak için renk pigmentlerinin kullanımı kaçınılmazdır. Bunlar genellikle çok ince tanecikli metal oksitlerdir.

### **2.5 Dental Porselen Tozu Üretimi ve Literatürdeki Çalışmalar**

Metal alaşımları üzerinde seramiklerin birleştirilmesi ile ilgili ilk girişimler 18. yüzyıla kadar uzanmaktadır. 1886 yılında Land öncelikle platin folyo üzerine erimiş feldspat esaslı porselen kronları tanıtmıştır. Gerçi, pek çok sorunlardan dolayı bu girişimler uzun yıllar başarısız kalmıştır (Kelly, 1996). 1960'lı yıllar öncesi, metal seramik restorasyonlar için kullanılabilen tek malzeme iridyum veya rutenyum platin alaşımları üzerine eriyerek birleştirilmiş olan 1000-1300°C olgunlaşma sıcaklığına sahip geleneksel diş porselenleri olduğu görülmektedir (Weinstein, 1962). Bu malzemelerin kullanımı tedarik sorunları ve imalat tekniklerinin zorluğundan dolayı sınırlıydı. Ayrıca, bu diş porselenlerinin diğer bir önemli kısıtlaması yaklaşık  $8 \times 10^{-6} K^{-1}$  gibi düşük ısıl genleşme katsayılarının olmasıdır. Bu nedenle metal bir altlığa bağlanması oldukça zordur.

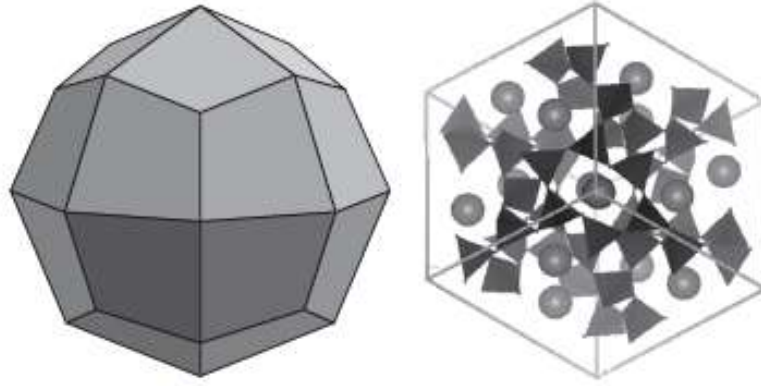
1962'de Weinstein farklı ısıl genleşme katsayılarına ve farklı kompozisyonlara sahip birden fazla cam ve cam-seramik fritlerin karıştırılmasıyla porselen geliştirmiştir (Weinstein, 1962). Geliştirilen bu yöntem ile  $17 \times 10^{-6} K^{-1}$ 'e kadar olan yüksek ısıl genleşme katsayılarına sahip diş porseleni hazırlanmıştır. Bu buluş ile bir metal altlık ile uyumlu olabilecek ısıl genleşme katsayılarına sahip porselen hazırlamak mümkün hale gelmiştir. Weinstein'in çalışmasında porselenin, cam bir matriks ve tetragonal lösit partiküllerinden oluştuğu görülmektedir. Hahn ve Teuchert isimli araştırmacılar, seramikler ile metaller arasındaki kaynaşma ve

birleşme problemini çalışmıştır. Bu araştırmacılar  $K_2O-Al_2O_3-SiO_2$  cam-seramik sisteminde lösit mineralinin yeniden kristalleşme mekanizmasını çalışmışlar ve metal-seramik restorasyonlar için önemini ortaya koymuşlardır (Hahn ve Teuchert 1980). Tetragonal lösit (Şekil 2.7), uygun ısıl genleşme eşleşmesini sağlamak için cam-seramiklerde kritik bir bileşen olarak tanımlanmıştır. Ayrıca, diş porseleninde lösit kristallerinin bulunması, yüksek mukavemet ve dayanımın yanı sıra istenen saydamlık için de avantaj sağlamaktadır.

Günümüzde kullanılan diş seramikleri  $8 \times 10^{-6} K^{-1}$  (alümina seramikler) gibi düşük bir ısıl genleşme katsayısından  $18 \times 10^{-6} K^{-1}$  (lösit katkılı seramikler) gibi yüksek bir ısıl genleşme katsayısına sahip olan geniş ısıl genleşme katsayıları sergilemektedirler. Metal alaşımların ısıl genleşme katsayıları genellikle  $13,5-14,5 \times 10^{-6} K^{-1}$  civarındadır (Satava, 2002). Metal-seramik sistemleri için porselenin ısıl genleşme katsayısı çok önemli olup ya metalin ki ile aynı ya da metalinkinden biraz küçük olması beklenmektedir. Çünkü aksi durumda, soğuma sırasında ısıl genleşme uyumsuzluğundan dolayı porselen katmanlarda gerilimden dolayı çatlaklar oluşabilir. Çatlakların oluşmaması için ısıl genleşme uyumluluğunun sağlanması önemlidir. Çok katmanlı sistemlerin tekrarlı ısıl işlemlerinde porselenin ısıl genleşme katsayısı değerlerinin düştüğü bilinmektedir (Mrazova, 2009).

## 2.6 Lösit Kristal Fazı

Lösit ( $KAlSi_2O_6$ ) kristali, (Si, Al) $O_4$  tetrahedrası ile oluşan bir potasyum alüminyum silikat mineralidir. Bu tetrahedranın herbiri, Şekil 2.7'de gösterildiği gibi tüm oksijenlerini komşularıyla paylaşır. Şekilde tetrahedra  $[SiO_4]^{4-}$ ,  $[AlO_4]^{5-}$  iken, küreler ise  $K^+$  iyonlarıdır. Lösit iki polimorfa sahiptir. Yüksek sıcaklıkta lösitin kararlı formu kübiktir; soğutulurken  $500-600^\circ C$ 'de tetragonal forma bir faz dönüşümü gerçekleşir. Bu dönüşüm hızlı olup tersinir ve süreklidir.



Şekil 2.7 Lössit tek kristali ve tetragonal lössit kristal yapısı (Mrazova, 2009)

### 2.6.1 Lössit Kristalizasyonu

Dişçilikte kullanılan cam-seramikler vikoziyesi yüksek alkali alümina silikat camlardan üretilirler. Lössit, potasyum oksit, alümina, silika ve diğer alkali flaks ve çekirdeklendirici ajanları içeren bileşenlerden inkongruent olarak (uyumsuz şekilde) kristallenir (Mrazova, 2009). Lössit ve lössit içeren frit, potasyum feldspat ( $\text{KAlSi}_3\text{O}_8$ ), albit feldspat ( $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ ) veya nefelin siyanit ( $\text{NaKAlSi}_3\text{O}_8$ ) gibi doğal minerallerin işlenmesiyle üretilir. Lössit kristalizasyonu için, en az ağırlıkça %12 potasyuma ihtiyaç vardır. Geleneksel prosesler ana mineral kaynağının ergime sıcaklığını düşürmek için flaks ajanları olarak  $\text{Li}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$  ya da  $\text{K}_2\text{O}$  gibi ilave alkalilere ihtiyaç duyar. Ayrıca, lössit olgunlaşma sıcaklığını düşürmek veya lössitin uyumsuz kristalizasyonunu başlatmak için genellikle  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{B}_2\text{O}_5$  gibi çekirdeklendirici ajanlar sisteme ilave edilebilir. Porselenler, floresan özellik gösteren ajanların ( $\text{CeO}_2$ ,  $\text{Tb}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$  vb.) yanısıra opaklaştırıcı ve pigmentler (kromatlar, vanatlar ve manganatlar) gibi katkıları da içermektedirler. Porselenin ısıl genleşme katsayısı lössit içeriğinin artırılmasıyla, alkali metal oksitlerin oranının artmasıyla ve  $\text{SiO}_2$  oranının azalmasıyla artırılabilir (Mrazova, 2009).

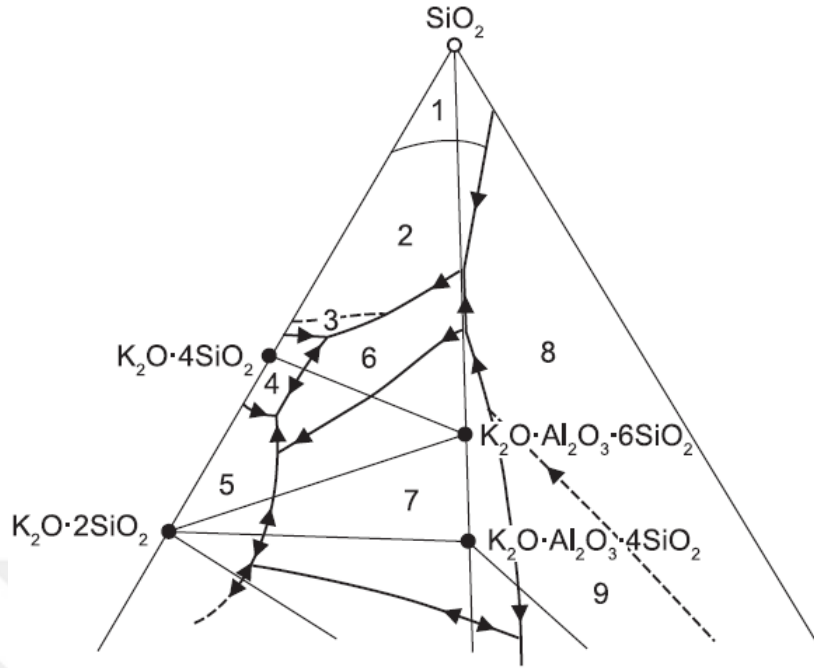
$\text{K}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$  üçlü faz sistemi Şekil 2.8'de gösterilmektedir. Şekil 2.9'da gösterildiği gibi, bu sistem kristobalit (1), tridimit (2), kuvars (3), potasyum tetrasilikat (4), potasyum disilikat (5), potasyum feldspat (6), lössit (7), mullit (8) ve korundum (9) gibi ana faz alanlarını içermektedir. Bu fazlar ok işaretli kalın

çizgilerle birbirinden ayrılırlar ki bu azalan sıcaklık yönünü göstermektedir. Lösit alanında, en düşük sıcaklık 810°C olup 1686°C'ye kadar artar ki, bu lösitin uyumlu ergime noktasıdır. Bağ çizgileri  $K_2O-Al_2O_3-SiO_2$  üçlü faz sistemini üçgen alanlara böler. Diş uygulamaları için lösitin kompozisyonu genellikle silika – potasyum disilikat – lösit ( $SiO_2 - K_2O \cdot 2SiO_2 - K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 4SiO_2$ ) üçlü alt sisteminde bulunur. Lösit cam kompozisyonları çoğunlukla ya silika – potasyum tetrasilikat – potasyum feldspat ya da potasyum tetrasilikat – potasyum disilikat – potasyum feldspat üçgen alanlarında bulunurlar.



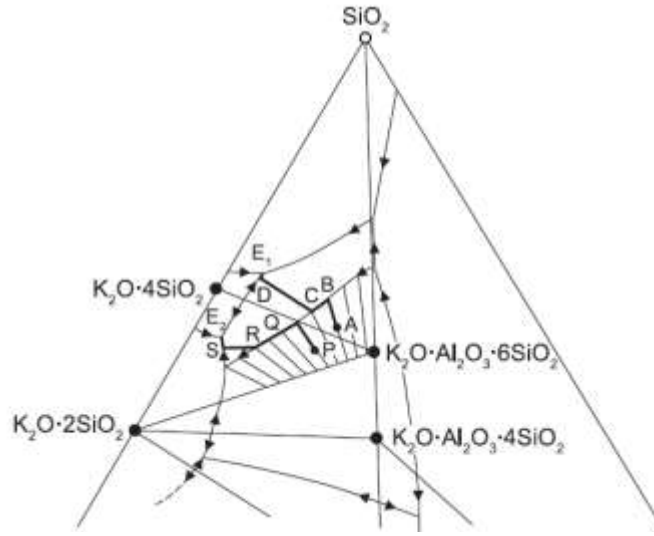
Şekil 2.8  $K_2O-Al_2O_3-SiO_2$  üçlü faz sistemi (Mrazova, 2009)





Şekil 2.9 K<sub>2</sub>O–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–SiO<sub>2</sub> üçlü faz sisteminde birincil kristalin faz alanları (Mrazova, 2009)

Şekil 2.10’da gösterildiği gibi, SiO<sub>2</sub> – K<sub>2</sub>O·4SiO<sub>2</sub> – K<sub>2</sub>O·Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·6SiO<sub>2</sub> üçgeninde yapı, 710°C’de tamamen kristalin olur (üçlü ötektik, E1) ve potasyum tetrasilikat, kuvars ve potasyum feldspat kristallerinden oluşur. İkinci üçgen olan K<sub>2</sub>O·4SiO<sub>2</sub> – K<sub>2</sub>O·2SiO<sub>2</sub> – K<sub>2</sub>O·Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·6SiO<sub>2</sub> sisteminde yapı 695°C’de kristalin olur (üçlü ötektik, E2) ve potasyum tetrasilikat, potasyum feldspat ve potasyum disilikat kristallerinden oluşur. Bu alanlarda bulunan kompozisyonların soğuma sırasındaki kristalizasyon yolları Şekil 2.10’da gösterilmektedir. Soğuma sırasında SiO<sub>2</sub> – K<sub>2</sub>O·4SiO<sub>2</sub> – K<sub>2</sub>O·Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·6SiO<sub>2</sub> üçgeninde ilk lösit kristalleri 1300°C’de görülür. Kristalizasyon yolu AB çizgisiyle devam eder ve B noktasına ulaşınca potasyum feldspat katı fazı görülür. Sıvı fazın kompozisyonu BC sınır çizgisi boyunca devam eder. C noktasında lösit kristalizasyon yolu sınır çizgisinden ayrılarak potasyum feldspat alanına geçer ve D noktasında potasyum tetrasilikat ikinci katı faz olarak görülür, kristalizasyon yolu E1 noktasına kadar devam eder. Bu noktada kuvars, feldpat ve potasyum tetrasilikat dengededir. Bu sistemde, sıvının yüksek viskozitesinden dolayı dengeyi sağlamak çok zordur. Lösit kristalizasyonunda lösit fazı, ergiyiğin hızlı soğutulmasıyla sağlanabilir. Lösit kristalleşmesini ilerletmek için lityum, rubidyum ve sezyum gibi bileşenler sisteme ilave edilebilmektedir (Mrazova, 2009; Satava, 2002).

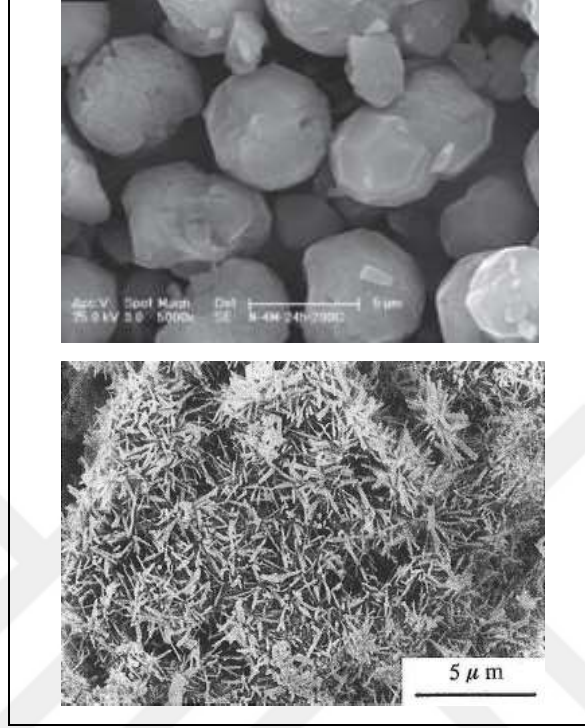


Şekil 2.10  $K_2O - Al_2O_3 - SiO_2$  faz sisteminde bulunan  $SiO_2 - K_2O \cdot 4SiO_2 - K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$  üçgenindeki ve  $K_2O \cdot 4SiO_2 - K_2O \cdot 2SiO_2 - K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$  üçgenindeki kristalizasyon yolları (Mrazova, 2009)

### 2.6.2 Lösit ve Lösit Porselenlerinin Hazırlanması

Bir camdan lösit porselenin hazırlanması geleneksel olarak birkaç adımda gerçekleştirilir. Hammaddeler bilyalı değirmende karıştırılarak yaklaşık  $1300^\circ C$  ve üzeri sıcaklıklarda cam oluşturmak için ergitilir. Ergime sonrası malzeme suda ani şoklanır ve istenen lösit miktarını oluşturmak için yaklaşık  $1000^\circ C$ 'de birkaç saat süreyle yeniden ısıtılır. Sonra, lösit partiküllerinden oluşan cam suda soğutulur ve öğütülür ve ince toz haline getirilir (Sheu, 1994; Hashimoto, 2000). Alkali alumina silikat camlarından lösitin kristalizasyonu kontrol edilemeyen kristalizasyon mekanizmalarıyla oluşur ki bu homojen olmayan mikroyapı ve farklı boyutlu kristallere neden olur. Bu problemlerden dolayı, son yıllarda araştırmacılar lösit ve lösit porselenlerinin üretilme yöntemleri üzerine yoğun araştırmaların yapılmasına odaklanmışlardır (Novotna, 2005; Zhang, 2006). Çoğu araştırmacılar, farklı yöntemlerle farklı özelliklerde lösit ve lösit porselenleri hazırlamışlardır. Ergiyikten lösitin kristalizasyonunda cam matrisi içinde homojen şekilde dağılmış mikronaltı tetragonal lösit kristallerinin porselenin mekanik özelliklerini iyileştirdiği görülmüştür (Zhang, 2008; Kumar, 2015). Literatürde görüldüğü üzere, tetragonal ve iğnemsiz kristal şekillere sahip lösit sol-jel, hidrotermal ve birlikte çökeltme gibi

çeşitli yöntemlerle sentezlenebilmektedir (Şekil 2.11) (Hashimoto 2000; Mrazova 2009).



Şekil 2.11 Farklı yöntemlerle sentezlenmiş tetragonal ve iğnemsî formdaki lösit kristallerinin SEM görüntüleri (Hashimoto 2000; Mrazova 2009)

## BÖLÜM ÜÇ

### METARYAL VE YÖNTEM

Bu çalışmada metal alt yapılı dental uygulamalar için kullanılan opak porselen toz üretimi gerçekleştirilmiş ve ardından bu tozların karakterizasyonu yapılmıştır.

#### 3.1 Kullanılan Hammaddeler

Opak porselen diş tozu üretimi için hazırlanan frit ve beyaz opak porselen tozu üretimi proseslerinde kullanılan hammaddeler ve özellikleri aşağıda açıklanmıştır.

##### 3.1.1 Frit Hammaddeleri

###### 3.1.1.1 Feldspat

Bu çalışmada kullanılan ana hammadde potasyum feldspat ( $K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$ )'tır. Kayaç formunda temin edilmiştir. Feldspat kayaçları frit üretimi prosesinde kullanımı öncesi kırma ve öğütme gibi tane boyut küçültme ön işlemlerine tabi tutulmuştur.

###### 3.1.1.2 Ferro 3110 Frit

Ferro 3110 içeriğinde az miktarda borik asit bulunan yüksek sodalı silika fritidir. Seramik kimyasallarının birlikte eritilip hızlıca soğutulduğu ve öğütülerek ince toz haline getirildiği bir frittir. Ergime sıcaklığı  $810^{\circ}C$ , ısıl genleşme katsayısı  $10,08 \cdot 10^{-6} / ^{\circ}C$ 'dır. Ferro 3110 fritin kimyasal kompozisyonu %6,29 CaO, %2,36  $K_2O$ , %15,24  $Na_2O$ , %3,70  $Al_2O_3$ , %2,64  $B_2O_3$  ve %69,77  $SiO_2$ 'den oluşmaktadır. Alkali içeriğinden dolayı ergitici olarak görev yapar. Ayrıca, üretilecek fritlere bor oksit ve kalsiyum oksit katkısı sağlar (Ferro 3110, b.t).

### 3.1.1.3 Ferro 3249 Frit

Ferro 3249 frit düşük ısı genleşme katsayılı bir magnezya borosilikat fritidir. Ergime sıcaklığı 1038°C, ısı genleşme katsayısı  $4 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 'dir. Bu frit türü içeriğindeki MgO'den dolayı seramiklerde çatlamları düşürmek ve kontrol etmek için kullanılır. İçeriğinde %3,5 CaO, %12,20 MgO, %13,30 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, % 28,90 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve % 42,1 SiO<sub>2</sub> bulunmaktadır. Elde edilen fritlere bor oksit, kalsiyum oksit ve magnezyum oksit katkısı sağlar (Ferro 3249, b.t).

### 3.1.1.4 Amonyum Biflorit

Kimyasal formülü NH<sub>4</sub>(HF)<sub>2</sub>'dir. Frit üretiminde silikat dağılayıcı ajan olarak kullanılır.

### 3.1.1.5 Lityum Karbonat

Kimyasal formülü LiCO<sub>3</sub>'tür. %99 saflıkta firmadan toz halinde temin edilmiştir. 200 mesh (74 µm) altı tane boyutuna sahiptir. Bir alkali olan lityum kaynağıdır. Bu sayede ergimeye yardımcı olmaktadır. Ayrıca lityum karbonat ergime sırasında akıcı hale gelen frit harmanı içerisinde uzaklaşırken eriyik frit harmanının homojen karışmasına da katkı sağlamaktadır.

### 3.1.1.6 Potasyum Karbonat

Kimyasal formülü K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>'tür. %99,5 saflıkta firmadan toz halinde temin edilmiştir. 200 mesh altı tane boyutuna sahiptir. Bir alkali olan potasyum kaynağıdır. Bu sayede ergimeye yardımcı olmaktadır. Ayrıca potasyum karbonat fritin ergimesi ve karbonatın parçalanması sırasında akıcı hale gelen frit harmanının homojen olarak karışmasına da katkı sağlamaktadır.

### *3.1.1.7 Sodyum Karbonat*

Kimyasal formülü  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 'tür. %99 saflıkta firmadan toz halinde temin edilmiştir. 200 mesh altı tane boyutuna sahiptir. Bir alkali olan sodyum kaynağıdır. Frit kompozisyonunun ergimesine yardımcı olmaktadır. Ayrıca, lityum ve potasyum karbonat gibi sodyum karbonatta ergimiş harmanın karışmasına katkı sağlamaktadır.

### *3.1.1.8 Amonyum Fosfat*

Kimyasal formülü  $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4$ 'tür. Amonyum ve fosfat bileşiminden oluşan bir tuz olup frit üretiminde kullanılmaktadır. %99 saflıkta toz halinde Merck firmasından temin edilmiştir. Frit bileşimine fosfor katkısı sağlar.

## **3.1.2 Opak Porselen Toz Hammaddeleri**

### *3.1.2.1 Kalay Oksit*

Kimyasal formülü  $\text{SnO}_2$ 'dir. Toz halinde Eczacıbaşı Firmasından temin edilmiştir. Opak porselen toz üretiminde kullanıldığı için daha ince formda kullanılmaktadır, bu sebeple uygun tane boyutuna getirmek için bilyalı değirmende sulu olarak öğütülmüş ve 335 mesh'lik ( $43 \mu\text{m}$ ) elekten geçirildikten sonra kullanılmıştır. İlgili proseste opaklaştırıcı olarak kullanılmış ve etkileri araştırılmıştır.

### *3.1.2.2 Yitriya Stabil Zirkonya*

Kimyasal formülü  $\text{ZrO}_2$ 'dir. Tosoh firmasından mikronaltı zirkonya tozlarının püskürtmeli kurutma ile üretilmiş granül formundadır. Ortalama tane boyutu (D50) 0,09 mikron, granül tane boyutu 60 mikrondur. İlgili proseste opaklaştırıcı olarak kullanılmış ve etkileri araştırılmıştır.

### 3.1.2.3 Zirkonyum Silikat

Kimyasal formülü  $ZrSiO_4$  Ref-San firmasından 45 mikron ve altı boyutunda temin edilmiştir. İlgili proseste opaklaştırıcı olarak kullanılmış ve etkileri araştırılmıştır.

### 3.1.2.4 Seryum Oksit

Kimyasal formülü  $CeO_2$  Akyol Taş firmasından 45 mikron ve altı boyutunda temin edilmiştir. İlgili proseste opaklaştırıcı olarak kullanılmış ve etkileri araştırılmıştır.

### 3.1.2.5 Titanyum Dioksit

Kimyasal formülü  $TiO_2$ 'dir. %98 saflıkta 45 mikron ve altı boyutunda temin edilmiştir. İlgili proseste opaklaştırıcı olarak kullanılmış ve etkileri araştırılmıştır.

## 3.2 Yöntem

Metal alt yapılı dental uygulamalar için opak porselen diş tozu üretimi sırasında kayaç halinde satın alınan feldspat, frit tozu ve ardından opak porselen diş tozu üretiminin gerçekleştirilmesi için bazı işlemlerden geçirilmiştir. Bu işlemler Şekil 3.1'de gösterilmektedir. Feldspat ve kullanılacak hammaddeler Tablo 3.1'de verilen harman reçetelerine göre kompozisyonlar hazırlanmış ve iç yüzeyi tabular alümina ile kaplanmış alümina esaslı seramik potalara doldurulmuştur. Frit harmanları Tablo 3.2'de verilen fırın rejimlerine göre ergitilmiş ve fırın içerisinde kendi halinde soğumaya bırakılmıştır. Ergimiş frit daha sonra potalardan çıkarılarak kırma işlemine tabi tutulmuştur. Belirli büyüklükteki frit parçaları tekrar potalara doldurulup Tablo 3.3'de verilen fırın rejimlerine uygun şekilde ısıtılmış ardından şoklama için soğuk suya atılmıştır. Şoklanan frit parçaları kurutma fırınına alınmıştır. Kuruyan frit parçaları sırası ile öğütme ve eleme işlemlerine tabi tutulmuş ve toz formunda frit türleri elde edilmiştir.

Elde edilen frit tozları Tablo 3.4-3.9’da verilen beyaz opak porselen toz kompozisyonlarına göre hazırlanmış ve ardından en uygun görülen formülasyon oksit pigmentler ile renklendirilerek A2 renkli opak porselen diş tozu kompozisyonu hazırlanmıştır. Hazırlanan opak porselen toz kompozisyonlarının karakterizasyon işlemleri yapılmıştır.

### ***3.2.1 Opak Porselen Diş Tozunun Üretim Aşamaları ve Karakterizasyonu***

Metal alt yapılar için opak porselen diş tozunun üretim akış şeması Şekil 3.1’de verilmiştir. Bu aşamalar aşağıda detaylı olarak açıklanmaktadır.

#### ***3.2.1.1 Feldspat Hammaddesinin Ön İşlemleri***

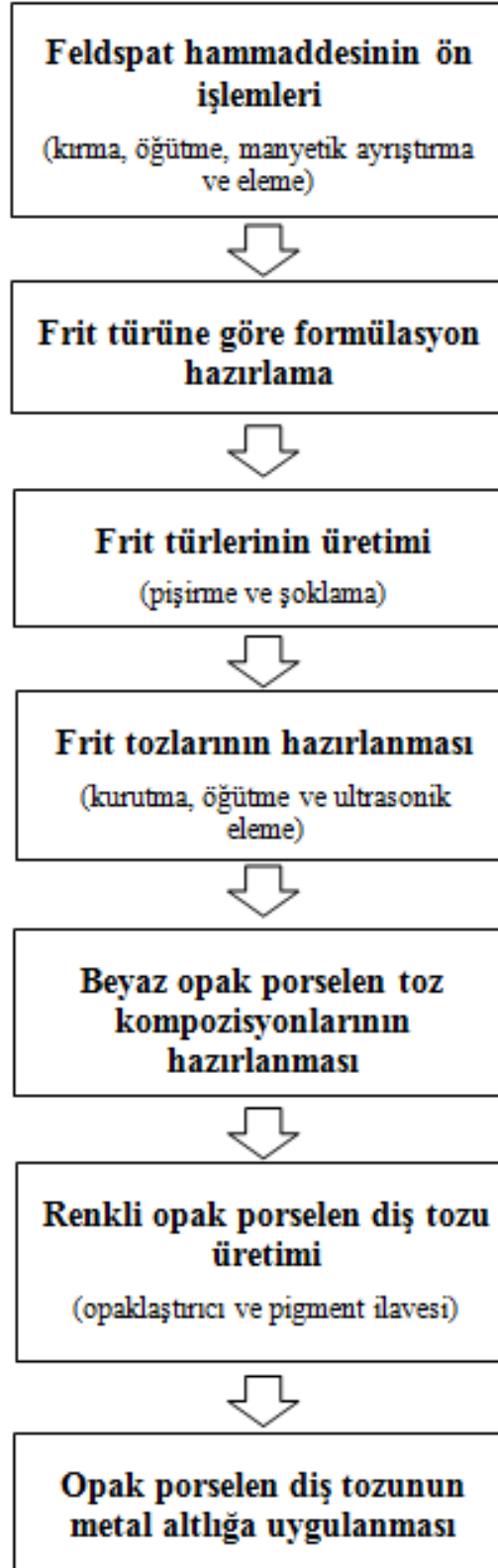
Kayaç halinde temin edilmiş feldspat çeneli kırıcıda kırılmış ve kaba sarsıntılı elekten geçirilmiştir. 2,5 mm’den küçük olan feldspat taşları öğütme işlemi için seramik hazneli bilyeli değirmene alınmıştır. Toz haline gelen feldspat değirmenden boşaltılmıştır. Değirmenden boşaltılan feldspat, oluşan topaklanmaları dağıtmak amacı ile merdaneli kırıcıdan geçirilerek eleme işlemine hazır hale getirilmiş ve 200 mesh (74 mikron) sarsıntılı elekten geçirilmiştir.

Toz haline gelen feldspatın elek bakiyesi ve opasite kontrolleri yapılmış, kullanıma uygunluğu tespit edilmiştir.

#### ***3.2.1.2 Frit Türüne Göre Formülasyon Hazırlama***

Bu çalışmada kristalin (K) ve amorf (A) olmak üzere iki farklı tür frit opak toz üretiminde kullanılmıştır. Bu frit reçeteleri literatür, patent araştırmaları ve yurt dışından ithal edilen Vita VMK master opak porselen diş tozuna yapılan karakterizasyon çalışmalarından elde edilen bilgiler ışığında belirlenmiştir. Kristalin (K1, K2, K3, K4, K5) ve amorf (A1) frit türleri, Tablo 3.1’de verilen harman reçetelerine göre hazırlanmıştır.





Şekil 3.1 Opak porselen diş tozu üretim akış şeması

Kristalin fritler için %50-90 aralığında feldspat, %5'in altında ferro frit 3249, %10'un altında ferro frit 3110, %5-35 aralığında fosfat ve karbonat grupları, %5'in altında amonyum biflorit kullanılmıştır. K1 kodlu kristalin fritte çekirdeklendirici katkısı kullanılmamış ancak K2, K3, K4, K5 kodlu kristalin fritlerde çekirdeklendirici katkı olarak sırası ile titanyum oksit, zirkonyum silikat, yitriya stabilize zirkonya ve kalay oksit kullanılmıştır.

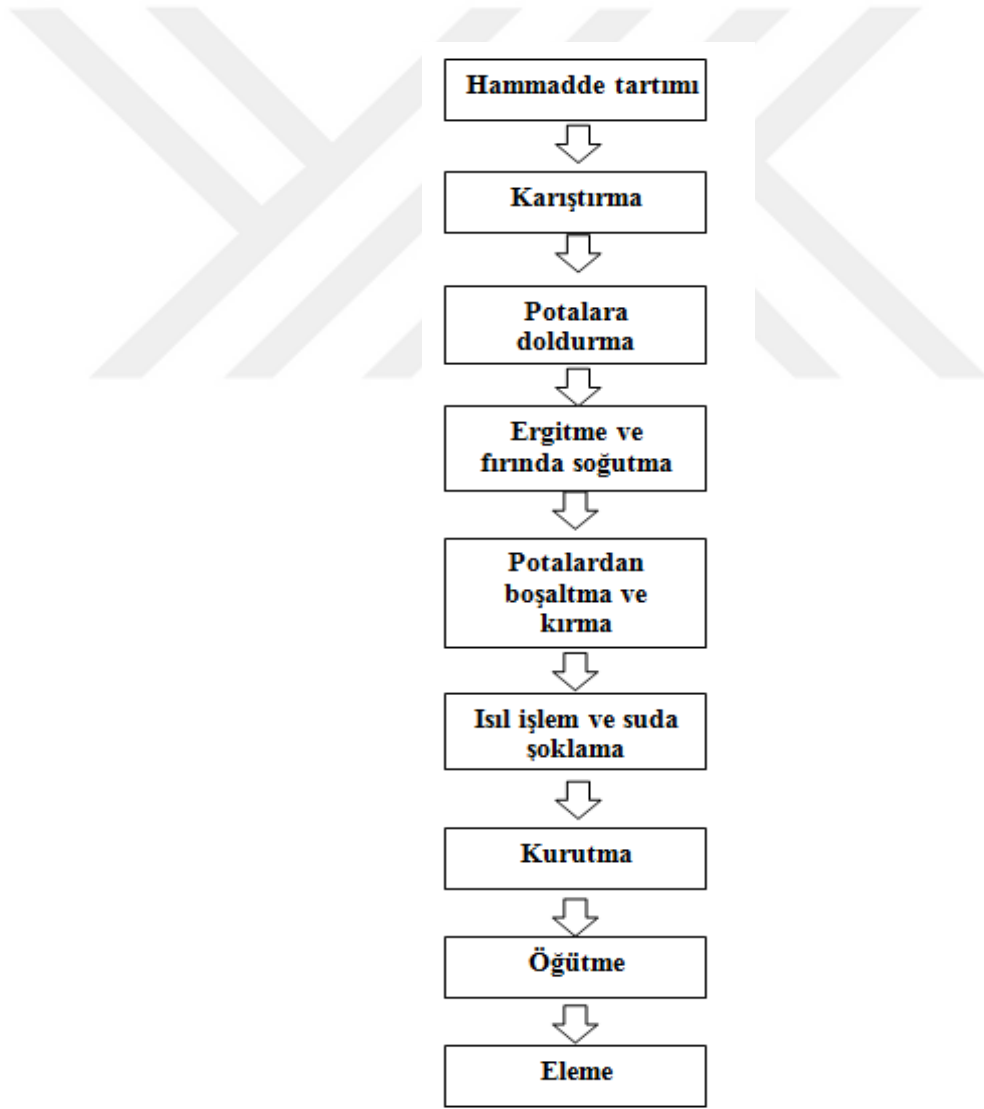
Amorf frit olan A1 kodlu fritte ise %30-70 aralığında feldspat, %30-70 aralığında ferro 3110, ve %5'in altında amonyum biflorit hammaddeleri kullanılmıştır.

Tablo 3.1 Frit türlerine göre hazırlanan harman reçeteleri

Hammaddeler	Kristalin Frit					Amorf Frit
	K 1 (%)	K 2 (%)	K 3 (%)	K 4 (%)	K 5 (%)	A 1 (%)
Feldspat	50-90					30-70
Ferro 3249	<5					0
Ferro 3110	<10					30-70
Amonyum bifloride	<5					<5
Lityum karbonat	<10					0
Potasyum karbonat	<15					0
Sodyum karbonat	<5					0
Amonyum fosfat	<5					0
Titanyum oksit	0	2	0	0	0	0
Zirkonyum silikat	0	0	0	5	0	0
Zirkonya (YSZ)	0	0	2	0	0	0
Kalay oksit	0	0	0	0	2	0

### 3.2.1.3 Frit Türlerinin Üretimi

Frit türlerinin üretimi ve frit tozlarının hazırlanması Şekil 3.2’de şematik olarak gösterilmektedir. Elde edilen fritler iç yüzeyi tabular alümina ile kaplanmış alümina esaslı seramik potalara doldurulmuştur. Tablo 3.2’de verilen ergitme rejimi kullanılarak ergitilmiş ve kendi kendine soğutulmaya bırakılmıştır. Soğuduktan sonra potalardan çıkarılıp el ile kırma işlemine tabi tutulmuştur. Parçalar tekrar potalara doldurulmuş ve Tablo 3.3’ de belirtilen ikinci bir ısıl işlem rejimi uygulanmıştır. Fırından çıkarılan sıcak parçalar soğuk suya dökülerek ani şoklama işlemi gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.2 Frit üretim prosesi

Tablo 3.2 Frit üretimi için uygulanan ergitme rejimi

Frit türü	Fırın işlem süresi (sa)	Maksimum sıcaklık (°C)	Maksimum sıcaklıkta bekleme süresi (sa)
K	16	1200-1300	4
A	16	1150-1250	3

Tablo 3.3 Frit üretimi için uygulanan ikinci ısıl işlem rejimi

Frit türü	Maksimum sıcaklık (°C)	Maksimum sıcaklıkta bekleme süresi (dak.)
K	800-900	45
A	700-800	30

#### 3.2.1.4 Frit Tozlarının Hazırlanması

Şekil 3.2’de gösterilen akış şemasına göre frit tozları hazırlanmıştır. Şoklama işleminden sonra oldukça gevrek hale gelen fritler kırılmış ve 12 saat boyunca 250°C etüvde kurutulmuştur. Ardından bilyeli değirmende 2,5 saat süre ile öğütülmüştür. Öğütme işlemi tamamlanmış frit tozu 335 mesh (43 mikron) elekten sulu olarak elenmiştir. Elenen frit tozu birikintisi 2 gün boyunca sedimentasyona bırakılmış ve üzerinde biriken su çekildikten sonra kurutma fırınında 24 saat 250°C’de bekletilmiştir. Kuruyan frit tozu topaklanmaları gidermek için ikinci kez karıştırıcıdan geçirildikten sonra 270 meshlik (53 mikron) kontrol elekten geçirilmiştir. Bu üretim prosesi kullanılarak 6 farklı tipte frit tozu (K1-K5, A1) üretilmiştir.

Hazırlanan fritlerin (K1, K2, K3, K4, K5 ve A1) ısıl genleşme katsayısı, camsı geçiş sıcaklığı ve yumuşama noktasının tespit edilmesi için dilatometrik, opasite ve L, a, b değerlerinin tespiti için spektrofotometrik ve içerdikleri fazları tespit etmek için x-ışını kırınımı analizleri yapılmıştır. Bu fritlerden K1, K2 ve A1 kodlu fritlere ise bunlara ilave olarak tane boyut dağılımı ve mikro yapı analizleri yapılmıştır.

### 3.2.2 Opak Porselen Toz Üretimi

Opaklaştırıcı oksitelerin etkisini daha doğru anlayabilmek ve bu sayede uygun kompozisyonu bulabilmek amacıyla öncelikle renk pigmentleri olmadan çalışılmış, ideal kompozisyonun bulunması ile seçilen en uygun kompozisyona renk pigmentleri ilave edilerek A2 renginde opak porselen diş tozu üretimi yapılmıştır. Beyaz opak porselen diş tozları metal alt yapı üzerine uygulanarak performansı incelenmiştir.

#### 3.2.2.1 Beyaz Opak Porselen Toz Kompozisyonlarının Hazırlanması

Tablo 3.4-3.9'da verilen beyaz opak toz kompozisyon reçetelerine göre kristalin ve amorf fritler ile opaklaştırıcı hammaddeler tartılıp V-tipi karıştırıcıda yarım saat karıştırılarak homojen hale getirilmiştir.

Tablo 3.4-3.9'da verilen reçeteler 6 farklı grup olarak çalışılmıştır. Bu gruplar G1, G2, G3, G4, G5 ve G6 kodları ile sunulmuştur. Karışımlar aşağıdaki gibidir:

G1: K2 (%60), A1 (%20) ve tekli opaklaştırıcı ilavesi (%20)

G2: K2 (%60), A1 (%20) ve ikili opaklaştırıcı ilavesi (%20)

G3: K2 (%60), A1 (%15) ve ikili opaklaştırıcı ilavesi (%25)

G4: K2 (%60), A1 (%20) ve üçlü opaklaştırıcı ilavesi (%20)

G5: K2 (%60), A1 (%15) ve üçlü opaklaştırıcı ilavesi (%25)

G6: Farklı kombinasyon denemeleri

G1 kodlu grupta kristalin frit oranı %60, amorf frit oranı %20'dir. Opaklaştırıcı ilavesi olarak seryum oksit, titanyum oksit, kalay oksit, zirkonyum oksit ve zirkonyum silikat opaklaştırıcı hammaddeleri ayrı ayrı frit karışımlarına ilave edilerek G1 kodlu beyaz opak porselen toz kompozisyonları hazırlanmıştır.

G2 kodlu grupta da kristalin frit oranı %60, amorf frit oranı % 20'dir. G2 grup karışımlarda toplamda %20 olacak şekilde opaklaştırıcı hammaddelerinin ikili kombinasyonları denenmiştir.

G3 kodlu grupta kristalin frit %60 oranında tutulurken amorf frit oranı %15'e düşürülüp, toplam %25 ikili opaklaştırıcı kombinasyonlarının etkileri tekrar incelenmiştir.

G4 kodlu grupta kristalin frit oranı %60, amorf frit oranı yine %20 oranında tutulmuş ancak bu sefer opaklaştırıcı hammaddelerin üçlü kombinasyonları denenmiştir.

G5 kodlu grupta kristalin frit oranı %60, amorf frit oranı %15'e düşürülmüş ve üçlü opaklaştırıcı hammaddelerin etkileri incelenmiştir.

Son grup olan G6 kodlu grupta ise G1-G5 deneme gruplarından elde edilen sonuçlar doğrultusunda farklı kombinasyonlar denenmiştir.

Tablo 3.4 G1 grubu opak porselen toz kompozisyonları

Örnek no	KRİSTALİN	AMORF	OPAKLAŞTIRICILAR				
	FRİT	FRİT	CeO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	SnO <sub>2</sub>	Y-ZrO <sub>2</sub>	ZrSiO <sub>4</sub>
	(ağ%)	(ağ%)	(ağ%)	(ağ%)	(ağ%)	(ağ%)	(ağ%)
G1-1	60	20	20				
G1-2	60	20		20			
G1-3	60	20			20		
G1-4	60	20				20	
G1-5	60	20					20

Tablo 3.5 G2 grubu opak porselen toz kompozisyonları

örnek no	KRİSTALİN	AMORF	OPAKLAŞTIRICILAR				
	FRİT	FRİT	CeO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	SnO <sub>2</sub>	Y-ZrO <sub>2</sub>	ZrSiO <sub>4</sub>
	(ağ%)	(ağ%)	(ağ%)	(ağ%)	(ağ%)	(ağ%)	(ağ%)
G2-1	60	20	15	5			
G2-2	60	20		5	15		
G2-3	60	20		5		15	
G2-4	60	20		5			15
G2-5	60	20	15			5	
G2-6	60	20		15		5	
G2-7	60	20			15	5	
G2-8	60	20				5	15
G2-9	60	20	15		5		
G2-10	60	20		15	5		
G2-11	60	20			5	15	
G2-12	60	20			5		15
G2-13	60	20	15				5
G2-14	60	20		15			5
G2-15	60	20			15		5
G2-16	60	20				15	5
G2-17	60	20	5	15			
G2-18	60	20	5		15		
G2-19	60	20	5			15	
G2-20	60	20	5				15

Tablo 3.6 G3 grubu opak porselen toz kompozisyonları

örnek no	KRİSTALİN	AMORF	OPAKLAŞTIRICILAR				
	FRİT	FRİT	CeO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	SnO <sub>2</sub>	Y-ZrO <sub>2</sub>	ZrSiO <sub>4</sub>
	(ağ%)	(ağ%)	(ağ%)	(ağ%)	(ağ%)	(ağ%)	(ağ%)
G3-1	60	15	15	10			
G3-2	60	15		10	15		
G3-3	60	15		10		15	
G3-4	60	15		10			15
G3-5	60	15	15			10	
G3-6	60	15		15		10	
G3-7	60	15			15	10	
G3-8	60	15				10	15
G3-9	60	15	15		10		
G3-10	60	15		15	10		
G3-11	60	15			10	15	
G3-12	60	15			10		15
G3-13	60	15	15				10
G3-14	60	15		15			10
G3-15	60	15			15		10
G3-16	60	15				15	10
G3-17	60	15	10	15			
G3-18	60	15	10		15		
G3-19	60	15	10			15	
G3-20	60	15	10				15

Tablo 3.7 G4 grubu opak porselen toz kompozisyonları

örnek no	KRİSTALİN	AMORF	OPAKLAŞTIRICILAR				
	FRİT	FRİT	CeO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	SnO <sub>2</sub>	Y-ZrO <sub>2</sub>	ZrSiO <sub>4</sub>
	(ağ%)	(ağ%)	(ağ%)	(ağ%)	(ağ%)	(ağ%)	(ağ%)
G4-1	60	20		5	5	10	
G4-2	60	20	5		5	10	
G4-3	60	20		5		10	5
G4-4	60	20	5	5		10	



Tablo 3.8 G5 grubu opak porselen toz kompozisyonları

Test no	KRİSTALİN FRİT	AMORF FRİT	OPAKLAŞTIRICILAR				
	K2 (ağ%)	A1 (ağ%)	CeO <sub>2</sub> (ağ%)	TiO <sub>2</sub> (ağ%)	SnO <sub>2</sub> (ağ%)	Y-ZrO <sub>2</sub> (ağ%)	ZrSiO <sub>4</sub> (ağ%)
G5-1	60	15	10	5		10	
G5-2	60	15	5	5		15	
G5-4	60	15		5	15		5
G5-5	60	15	15	5		5	
G5-6	60	15		10	5	10	
G5-7	60	15		5	5	15	
G5-8	60	15	5		5	15	
G5-9	60	15	10		5	10	

Tablo 3.9 G6 grubu opak porselen toz kompozisyonları

Test no	KRİSTALİN FRİT	AMORF FRİT	OPAKLAŞTIRICILAR				
	K2 (ağ%)	A1 (ağ%)	CeO <sub>2</sub> (ağ%)	TiO <sub>2</sub> (ağ%)	SnO <sub>2</sub> (ağ%)	Y-ZrO <sub>2</sub> (ağ%)	ZrSiO <sub>4</sub> (ağ%)
G6-1	58	17	15	5		5	
G6-2	60	12,5	15	7,5		5	
G6-3	58	17	10			15	
G6-4	55	15	15	7,5		7,5	
G6-5	55	20	10			15	
G6-6	55	20			10	15	
G6-7	55	20	10	7,5		7,5	
G6-8	55	20	10	5		10	
G6-9	55	20	15	5		5	
G6-10	55	20	15	2,5		12,5	
G6-11	55	20	5		5	15	
G6-12	55	20	12,5	2,5		10	

Hazırlanan bu kombinasyonlardan karakterizasyon çalışmaları için toz, pelet ve çubuk formunda numuneler hazırlanmıştır. Ayrıca, hazırlanan bu tozların metal alt yapı üzerine uygulanması yapılmıştır. Pelet, çubuk ve metal-opak porselen toz kaplanmış numunelerin vakum fırınında (Şekil 3.3) üretilmesi için Tablo 3.10'da verilen vakum fırın rejimi uygulanmıştır.



Şekil 3.3 Numunelerin fırınlanma rejimi için kullanılan vakum fırını (Kişisel arşiv, 2015)

Tablo 3.10 Beyaz ve renkli opak toz kompozisyonu için uygulanan vakum fırın rejimi

Başlama sıcaklığı (°C)	Ön kurutma süresi (dak)	Isıtma hızı (°C/dak)	Maksimum sıcaklık (°C)	Maksimum sıcaklıkta bekleme süresi (dak)	Vakum başlangıç sıcaklığı (°C)	Vakum bitiş sıcaklığı (°C)
500	6	60	960	1	500	955

Hazırlanan bazı beyaz opak porselen tozların (G1-1, G1-4, G6-5, G612) faz içeriğini tespit etmek için X-ışını kırınımı (XRD) analizi yapılmıştır.

Dilatometrik, spektrofotometrik, mikroyapı analizi ve mekanik karakterizasyonu için pelet ve çubuk formundaki numuneler kullanılmıştır.

Tozlar metal alt yapıya uygun teknikler kullanılarak kaplanmış ve metal üzerindeki davranışları gözlemlenmiştir. Kaplama sonrası metal-porselen bağlantısını incelemek için ise bu yapıların kesitten mikroyapısal olarak optik ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) incelemesi yapılmıştır.

### 3.2.2.2 Renkli Opak Porselen Diş Tozu Üretimi

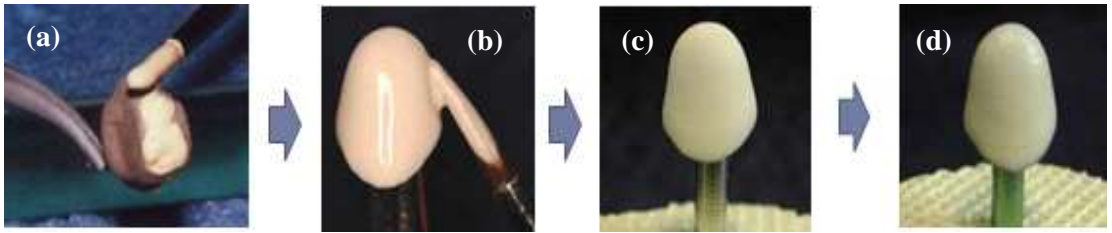
Elde edilen beyaz opak porselen toz kompozisyonlarından en beğenilen numune Tablo 3.11’de verilen A2 renk reçetesine göre farklı pigmentlerle renklendirilmiştir. Hazırlanan bu renkli opak porselen diş tozu ’da Tablo 3.10’daki vakum fırın rejimine göre sinterlenmiştir.

Tablo 3.11 A2 renkli opak porselen toz reçetesi

Beyaz opak toz (%)	Pembe pigment (%)	Sarı pigment (%)	Siyah pigment (%)
96,80	0,78	2,42	0,006

### 3.2.3 Metal Yüzeyine Uygulama İşlemleri

Üretilen opak porselen diş tozlarının diş laboratuvarında metal destekli altyapı yüzeyine uygulanması Şekil 3.4’de verilmiştir. Bu işlem de ilk olarak metal yüzeyinin kumlanması ve oksitlendirilmesi yapılmaktadır. Ardından su ile karıştırılmış opak porselen diş tozu fırça ile metal yüzeyine sürülüp, kurutulmuş ve vakum fırınında uygun rejimde (Tablo 3.10) sinterlenmiştir. Bu işlemlerden sonra opak porselen katmanı dentin ve insizal porselen uygulamaları için hazır hale getirilmiştir.



Şekil 3.4 a) Metal yüzeyine su ile karıştırılmış opak porselen diş tozunun fırça ile uygulanması, b) metal yüzeyinin opak ile tamamen kaplanması, c) kurutma sonrası, d) pişirme sonrası opak porselen katmanının oluşması

### **3.3 Karakterizasyon**

Referans malzemesi olan Vita VMK master marka opak porselen diř tozunun, üretilen frit tozları ve beyaz opak porselen diř tozlarının karakterizasyon işlemleri yapılmıřtır.

#### **3.3.1 X-Iřını Floresans (XRF) Analizi**

Vita VMK master marka opak porselen diř tozunun ve K-feldspatın kimyasal kompozisyonu belirlemek amacı ile XRF analizi yapılmıřtır. XRF analizleri tozlar řekillendirilmeksizin Rigaku ZSX Primus 2 marka cihaz ile ODTÜ Merlab'ta yapılmıřtır.

#### **3.3.2 X-Iřını Kırınım (XRD) Analizi**

Vita VMK master marka opak porselen diř tozuna, bu çalıřma sırasında elde edilen frit tozları (K1, K2, K3, K4, K5 ve A1) ile bazı beyaz opak porselen diř tozlarına (G1-1, G1-4, G6-5 ve G6-12), içeriklerindeki fazları belirlemek amacı ile XRD analizi yapılmıřtır. XRD analizleri tozlar řekillendirilmeksizin Bruker D2 Phaser marka cihaz ile İzmir Katip Çelebi Üniversitesinde yapılmıřtır.

#### **3.3.3 Tane Boyutu Dağılımı Analizi**

Vita VMK master marka opak porselen diř tozunun ve bu çalıřma sırasında üretilen frit tozlarından bazılarına (K1, K2 ve A1) ve bazı beyaz opak porselen diř tozların (G1-1, G1-4, G6-5 ve G6-12) tane boyutu dağılımını tespit etmek için, tane boyut dağılımı analizi Horiba marka cihaz ile Dokuz Eylül Üniversitesi maden mühendisliđi bölümü cevher hazırlama ve zenginleřtirme laboratuvarında yapılmıřtır.

### 3.3.4 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve EDS Analizleri

Vita VMK master marka opak porselen diş tozunun, bu çalışma sırasında üretilen bazı frit (K1 ve K2), bazı beyaz opak porselen diş tozlarının (G1-1, G1-4, G6-5 ve G6-12) ve çalışmada kullanılan metal alt yapının morfolojilerini tespit etmek, ayrıca metal-opak porselen-dentin katmanlarının ara yüzey bağlantısının mikroyapısal olarak incelenmesi için taramalı elektron mikroskobu (JEOL-JSM 6060) ile Dokuz Eylül Üniversitesi Metalurji Malzeme Mühendisliği Bölümü karakterizasyon laboratuvarında Jeol 6060 marka cihaz ile yapılmıştır. SEM ve EDS analizi için frit tozları 4'er gram tartılmış 28,5 mm çapında çelik kalıpta 3,5 bar basınç ile disk şeklinde preslenmiş ve sinterlenmiştir (Tablo 3.12). Sinterlenmiş frit diskleri kırılmış ve kırık yüzeyleri %5'lik HF ile dağlanmıştır. HF kalıntılarından uzaklaştırmak amacıyla saf su ile yıkanmış ve inceleme yapmak üzere bakalite alınmıştır. Vita VMK master opak porselen diş tozu ve üretilen beyaz opak porselen diş tozları uygun likit ile karıştırılarak krem kıvamına getirilmiş, fırça ile metal alt yapı üzerine uygulanmış ve sinterlenmiştir (Tablo 3.10). Porselen kaplanmış metal altlık numunelere metalografik numune hazırlama işlemleri uygulanmıştır. Elmas hassas kesme bıçağı ile numuneler kesilerek kesit alınmış ve bu kesitler soğuk kalıplama yöntemiyle kalıba alınarak yüzeyi zımparalama ve parlatma işlemleri ile parlatılmıştır. Parlatılmış yüzeyler %5'lik HF ile kimyasal olarak dağlanıp saf su ile temizlendikten sonra mikroskobik karakterizasyon işlemleri için hazır hale getirilmiştir.

Tablo 3.12 Karakterizasyon için hazırlanan pelet formundaki fritlere uygulanan vakum fırını rejimleri

Frit tipi	Başlama sıcaklığı (°C)	Ön kurutma süresi (dak)	Isıtma hızı (°C/dak)	Maksimum sıcaklık (°C)	Maksimum sıcaklıkta bekleme süresi (dak)	Vakum başlangıç sıcaklığı (°C)	Vakum bitiş sıcaklığı (°C)
Kristalin frit	627	3	38	990	0	627	990
Amorf frit	627	3	38	904	0	627	904

### 3.3.5 Spektrofotometrik Analiz

Vita VMK master marka opak porselen diř tozunun, bu alıřma sırasında retilen frit (K1, K2, K3, K4, K5 ve A1) ve bazı beyaz opak porselen diř tozlarının (G1-1, G1-2, G1-3, G1-4, G1-5, G2-11, G2-19, G3-11, G3-19, G4-2, G6-5, G6-12) opasiteleri ve L,a,b, deęerlerini tespit etmek amacı ile spektrofotometrik analizleri yapılmıřtır. Tozlar 4'er gram tartılmıř ve 28,5 mm apındaki elik kalıpta 3,5 bar basın ile disk řeklinde preslenmiř ve uygun sıcaklıklarda piřirilmiřtir (Tablo 3.12 ve Tablo 3.10). Spektrofotometrik analiz Minolta marka spektrofotometre ile Atlas-Enta Diřilik San. Tic. A.ř.'de yapılmıřtır.

### 3.3.6 Dilatometrik Analiz

alıřma sırasında retilen tm numunelerin (G1-1, G1-2, G1-3, G1-4, G1-5, G2-11, G2-19, G3-11, G3-19, G4-2, G6-5, G6-12 hari) ısıl genleřme katsayıları teorik olarak ařaęıdaki formle gre hesaplanmıřtır (Kartal, 1988). Teorik olarak ısıl genleřme katsayısının (CTE) hesaplanması;

$$\alpha_H = \alpha_1 \cdot X_1 + \alpha_2 \cdot X_2 + \alpha_3 \cdot X_3 + \dots \quad (3.1)$$

X : oksidin aęırlık cinsinden kimyasal bileřimindeki yzde miktarı,  
 $\alpha$  : oksite ait ısıl genleřme katsayısı.

Bu formle gre;

ncelikle K2 ve A1 kodlu fritler dilatometre cihazı ile llmř, forml kullanılarak G1-1, G1-2, G1-3, G1-4 ve G1-5 kodlu tekli opaklařtırıcı oksit ieren denemeler hazırlanmıř ve tek tek tm opaklařtırıcı oksitlerin CTE deęerleri hesaplanmıřtır.

Buna gre kullanılan opaklařtırıcı oksitlerin CTE deęerleri;

CeO<sub>2</sub>: 11,23\*10<sup>-6</sup>/°C

TiO<sub>2</sub>: 8,05\*10<sup>-6</sup>/°C

SnO<sub>2</sub>: 4,13\*10<sup>-6</sup>/°C

ZrO<sub>2</sub>: 2,86\*10<sup>-6</sup>/°C

ZrSiO<sub>4</sub>: 0,2\*10<sup>-6</sup>/°C olarak hesaplanmış ve Tablo 4.17’de verilen teorik ısı genleşme katsayıları değerleri oluşturulmuştur.

Ayrıca;

Vita VMK master marka opak porselen diş tozunun, bu çalışma sırasında üretilen fritlerin (K1, K2, K3, K4, K5 ve A1) ve seçilen opak porselen tozlarının (G1-1, G1-2, G1-3, G1-4, G1-5, G2-11, G2-19, G3-11, G3-19, G4-2, G6-5, G6-12) ısı genleşme katsayılarını, camsı geçiş noktalarını ve yumuşama noktalarını tespit etmek amacı ile dilatometrik analizleri yapılmıştır. Tozlar 3,5’ar gram tartılmış, 54 \* 7,8 \* 6,3 boyutlarındaki çelik kalıplarda 3,5 bar basınç ile preslenmiş ve elde edilen çubuk şeklindeki numuneler uygun sıcaklıklarda sinterlenmiştir (Tablo 3.12 ve Tablo 3.10). Dilatometrik analizler Orton marka yatay dilatometre ile Atlas-Enta Dişçilik San. Tic. A.Ş.’de yapılmıştır.

### 3.3.7 Mikro Sertlik

Vita VMK master marka opak porselen diş tozundan üretilen opak porselenin ve bu çalışma sırasında üretilen opak porselen tozlardan üretilen opak porselenlerin (G1-1, G1-4, G6-5, G6-12) sertlik değerlerini belirlemek ve mekanik dayanım açısından fikir sahibi olunması için parlatılmış porselen numune yüzeylerine mikrosertlik testi uygulanmıştır. Yüzeyi parlatılmış numunelere 9,8 N’luk yük altında (HV1: 1kgf) 5 adet ölçüm alınarak vickers izi sertlik testi uygulanmıştır. Sertlik değerleri aşağıdaki denklem kullanılarak, oluşan her bir izin diagonal uzunluğundan hesaplanır (ASTM C1327-03, 2003).

$$HV = 1,854 P / d^2 \quad (3.2)$$

Burada; HV Vickers sertliğini, P uygulanan yükü (kgf) ve d(d<sub>1</sub>\*d<sub>2</sub>) ortalama diagonal uzunluğunu (d<sub>1</sub> ve d<sub>2</sub> = köşegen uzunlukları, mm) göstermektedir.

### 3.3.8 Feldspatın Elek Bakiyesi Kontrolü

Toz haline gelmiş feldspat 20 gram tartılıp, elek sisteminde ilk olarak 25 mikronluk elek ile 5 dakika boyunca vakuma maruz bırakılmıştır. Elek üzerinde kalan toz tartılmış ve kaydı alınmıştır. Ardından elek üstünde kalan bu miktar 32 mikronluk elekte 5 dakika süresince tekrar vakuma maruz bırakılmış ve elek üstü tekrar tartılmıştır. Son olarak bu işlem 64 mikronluk elek içinde yapılmıştır.

Elek bakiyesi hesaplanması için aşağıdaki formüller kullanılmıştır:

$$x = (a-m)/m*100 \quad (3.3)$$

$$y = (b-a)/m*100 \quad (3.4)$$

$$z = (b-c)/m*100 \quad (3.5)$$

m: ilk toz ağırlığı (g)

a: 25 mikronda kalan elek üstü miktarı (g)

b: 32 mikronda kalan elek üstü miktarı (g)

c: 64 mikronda kalan elek üstü miktarı (g)



## **BÖLÜM DÖRT**

### **DENEYSEL SONUÇLAR**

Bu çalışmada hedef ülkemizde üretimi bulunmayan ve yurt dışından temin edilen, dental uygulamalarda kullanılan opak porselen diş tozlarının üretimini gerçekleştirmektir. Bu hedef doğrultusunda metal ve dentin katmanı arasında kullanılan opak porselen katmanının metali tamamen örtmesi, metal yüzeyine iyi tutunması ve metal ile uyumlu ısıl genleşme katsayısına sahip olması gerekmektedir.

Opak porselen diş tozu üretimi için ilk olarak uygun hammaddeler temin edilmiş ve fritlerin üretiminde kullanılan potasyum feldspat ana hammaddesinin karakterizasyonu yapılmıştır. Ardından bu üretim için kullanılacak kristalin ve amorf fritlerin kompozisyonları belirlenerek üretimleri yapılmış ve karakterize edilmiştir. Elde edilen sonuçlar doğrultusunda bir kristalin ve bir amorf frit seçilerek opak diş tozu üretiminde kullanılmıştır.

Opak porselen diş tozu üretiminde opaklaştırıcı katkıların metal üzerindeki etkilerini gözlemek için kristalin ve amorf fritlere tekli, ikili ve üçlü kombinasyonlar şeklinde opaklaştırıcı katkılardan seryum oksit, titanyum oksit, yitriya stabilize zirkonya, zirkonyum silikat ve kalay oksit ilave edilmiştir. Yapılan bu gözlemler sonucunda metal alt yapı ile uyum içerisinde olan kombinasyonlar belirlenmiş ve karakterizasyonları yapılmıştır.

Bu çalışmada diş hekimleri ve teknisyenleri tarafından piyasada tercih edilen ve yaygın olarak kullanılan Vita VMK master marka opak porselen diş tozu referans olarak alınmıştır.

#### **4.1 Feldspat Hammaddesine ve Üretilen Fritlere Yapılan Analizler**

Çalışmada ana hammadde olarak kullanılan K-feldspat hammaddesinin kimyasal kompozisyonunu belirlemek için X-ışını floresans (XRF) analizi, faz içeriğini tespit

etmek için X-ışını kırınımı (XRD) analizi ve tane inceliğini belirlemek için elek bakiyesi kontrolü yapılmıştır.

Üretilen fritlere ise, oluşan fazları tespit etmek için XRD analizi, tane boyut dağılımı, ısıl genleşme davranışlarını belirlemek için dilatometrik analiz, opaklık derecesini tespit etmek için spektrofotometrik analiz, mikroyapısal incelemeleri için SEM analizi yapılmıştır.

#### **4.1.1 X-ışını Floresans (XRF) Analizi**

##### **4.1.1.1 K-Feldspat Hammaddesinin XRF Analizi**

K-feldspat hammaddesinin kimyasal kompozisyonunu gösteren XRF analizi sonucu Tablo 4.1’de verilmiştir. Analiz sonucu feldspat hammaddesi ağırlıkça % 63,3 silisyum oksit, % 19,3 alüminyum oksit, %14,5 potasyum oksit ve %2,42 sodyum oksit gibi ana bileşenleri içermektedir. Ayrıca demir oksit içeriğinin azlığı (ağırlıkça %0,04) porselenin beyazlığı açısından oldukça önemli bir yer teşkil etmektedir.

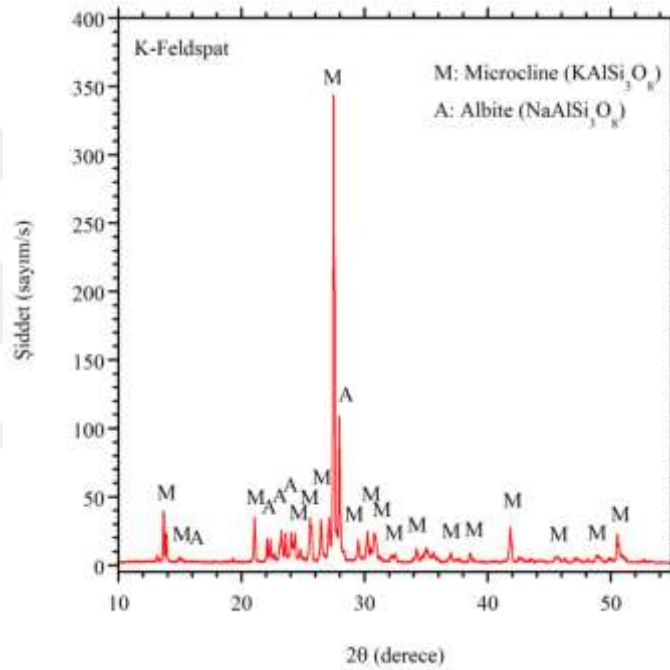
Tablo 4.1 K- Feldspat hammaddesinin XRF analizi

<b>Bileşenler</b>	<b>% ağı.</b>
SiO <sub>2</sub>	63,3
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	19,3
K <sub>2</sub> O	14,5
Na <sub>2</sub> O	2,42
CaO	0,18
Rb <sub>2</sub> O	0,12
MgO	0,09
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,04

## 4.1.2 X-Işını Kırınımı (XRD) Analizi

### 4.1.2.1 K-Feldspat Hammaddesinin XRD Analizi

Çalışmanın ana hammaddesi olan K-feldspat hammaddesinin faz içeriğini gösteren XRD analizi sonucu Şekil 4.1’de verilmiştir. Buna göre, K-feldspat hammaddesinin mikroklin ( $\text{KAlSi}_3\text{O}_8$ ) ve albit ( $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ ) kristal fazlarından oluştuğu görülmektedir.

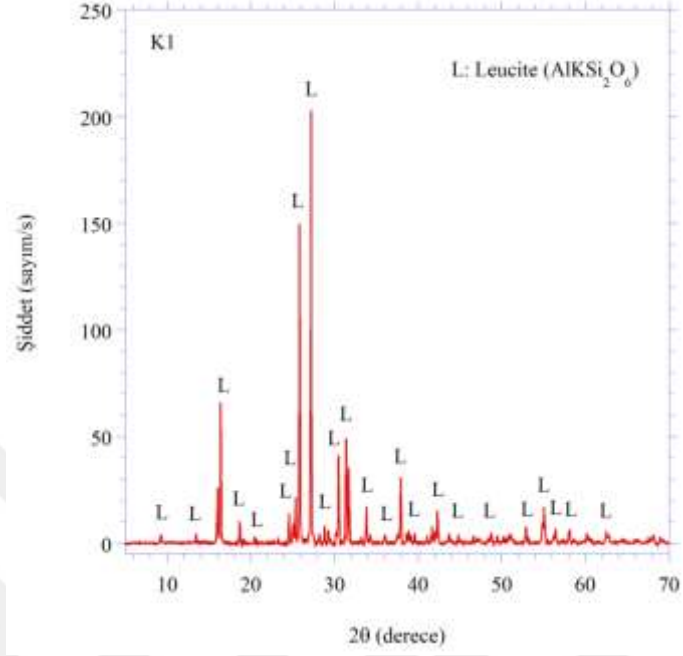


Şekil 4.1 K-Feldspat hammaddesinin XRD analizi

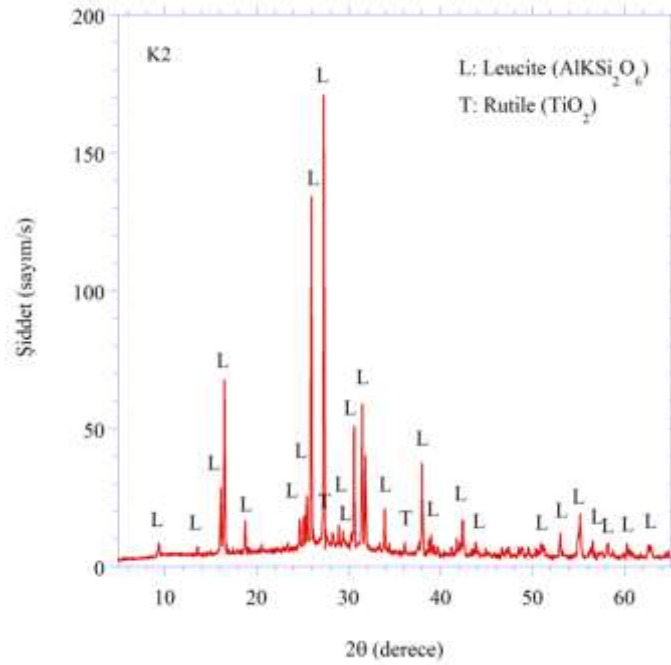
### 4.1.2.2 Üretilen Fritlerin XRD Analizleri

Şekil 4.2 ve 4.3’de K1 ve K2, Şekil 4.4’de K3, K4 ve K5 kodlu kristalin fritlerin, Şekil 4.5’de ise A1 kodlu amorf fritin XRD analizi sonuçları verilmiştir. Öncelikle elde edilen tüm kristalin fritlerde lösit fazı oluştuğu görülmektedir. Faz analizlerinden de anlaşılacağı üzere çekirdeklendirici oksitler olan titanyum oksit (K2), zirkonyum silikat (K3), yitriya stabilize zirkonya (K4) ve kalay oksitin (K5) lösitin oluşmasında çekirdeklendirici oksit içermeyen fritle (K1) benzer etkiye sahip

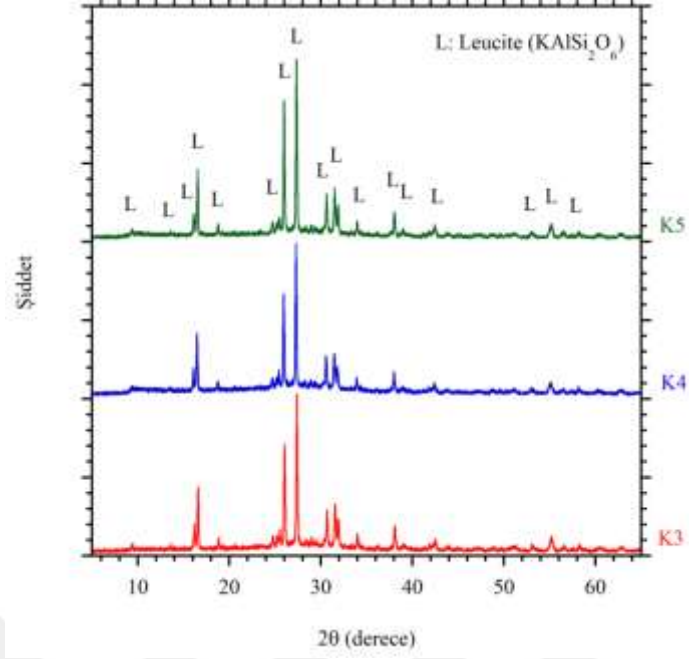
olduđu grlmstr. Ayrıca, kullanılan tm ekirdeklendirici ilavelerin 10° - 40° aralıđında ok az bir amorf faz ieriđinin oluřumuna da neden olduđu grlmektedir.



Şekil 4.2 retilen K1 kodlu fritin XRD analizi

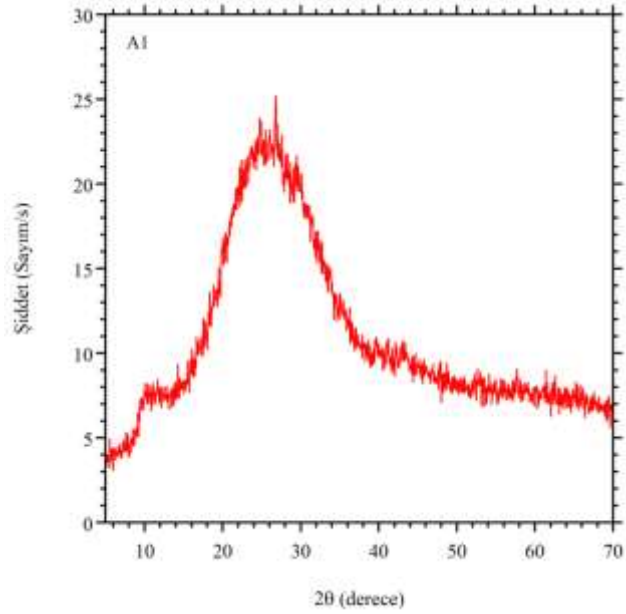


Şekil 4.3 retilen titanyum oksit katkılı K2 kodlu fritin XRD analizi



Şekil 4.4 Üretilen K3 (zirkonyum silikat katkılı), K4 (yitriya stabilize zirkonya) ve K5 (kalay oksit katkılı) kodlu fritlerin XRD analizleri

A1 kodlu fritin XRD sonucu bu fritin amorf yapıda olduğunu göstermektedir (Şekil 4.5). Bu amorf içerikli frit tozu, opak porselen diş tozu üretiminde kristalin frit ile birlikte kullanılmak üzere üretilmiştir.



Şekil 4.5 Üretilen A1 kodlu fritin XRD analizi

### 4.1.3 Tane Boyutu Analizi

Çalışmada kullanılan ana hammadde olan K-feldspata elek bakiyesi ile dilatometrik verilere göre seçilen K1, K2 ve A1 kodlu fritlere tane boyutu dağılımı analizi yapılmıştır.

#### 4.1.3.1 K-Feldspatın Elek Bakiyesi Sonucu

K-feldspatın elek bakiyesi sonucuna göre toz boyutunun 63 µm altında olduğu görülmüştür (Tablo 4.2). Hatta tane boyutu inceliği açısından bakıldığında büyük bir oranının 25 µm altında olduğu görülmüştür.

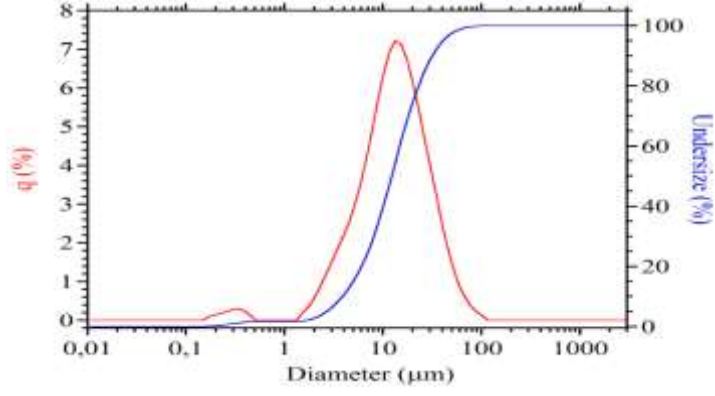
Tablo 4.2 K-Feldspatın elek bakiyesi sonucu

Tane boyutu (µm)	%
25	77,34
45	19,94
63	0
74	0

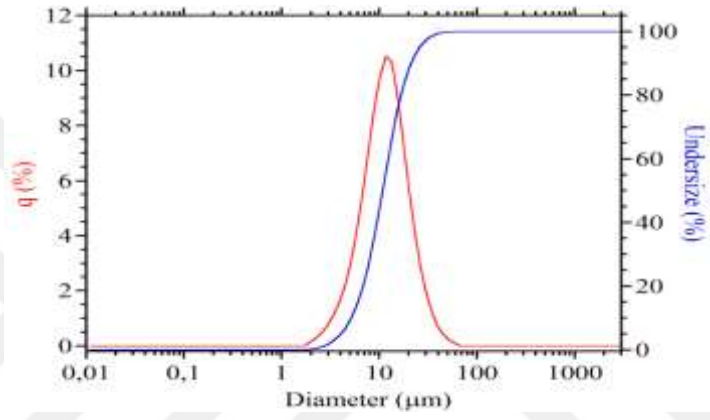
#### 4.1.3.2 Üretilen Fritlerin Tane Boyutu Analizleri

Tablo 4.3'te opak porselen tozu üretiminde kullanılan kristalin içerikli (K1) (K2) ve amorf içerikli (A1) fritlerin tane boyutlarının D10, D50 ve D90 değerleri verilmiştir. Ayrıca bu fritlerin tane boyutu dağılımlarını gösteren grafikleri Şekil 4.6-4.8'de görülmektedir.

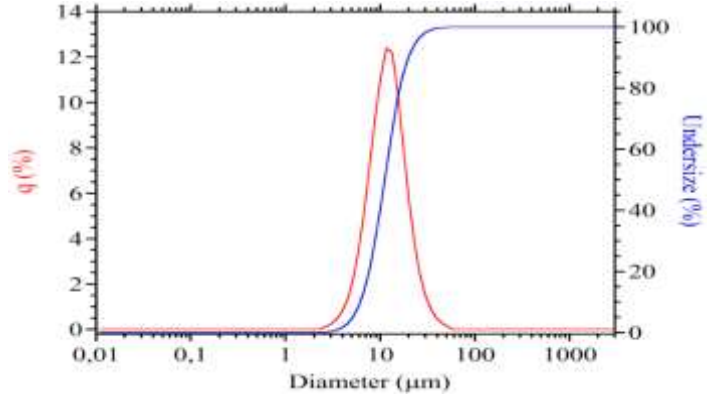
Analiz sonuçlarına göre, K2 kodlu fritin K1 kodlu frite göre daha ince ve daha dar bir dağılım aralığına sahip olduğu görülmekte, bunun nedeninin içeriğinde az miktarda bulunan amorf fazdan kaynaklandığı düşünülmektedir. Bunun öğütülebilirliğe kısmen olumlu etkisinin olduğu gözlemlenmiştir. A1 kodlu amorf fritin daha ince ve dar dağılıma sahip olması bu görüşü desteklemektedir.



Şekil 4.6 Üretilen K1 kodlu fritin tane boyut dağılımı analizi



Şekil 4.7 Üretilen K2 kodlu kristalin fritin tane boyut dağılımı analizi



Şekil 4.8 Üretilen A1 kodlu amorf fritin tane boyut dağılımı analizi

Tablo 4.3 Üretilen fritlerin tane boyutlarının D10, D50 ve D90 değerleri

Numune kodu	K1	K2	A1
D10	3,86	5,17	6,12
D50	12,41	10,88	11,17
D90	31,66	21,15	19,73

#### 4.1.4 Üretilen Fritlerin Dilatometrik Analizleri

Elde edilen frit kompozisyonlarının dilatometrik analiz sonuçları Tablo 4.4'te verilmiştir. Bu analiz sonucuna göre, üretilen K1 ve K2 kodlu kristalin fritlerin ısı genleşme katsayıları lösitin ısı genleşme katsayısına ( $18-20 \cdot 10^{-6} 1/^{\circ}\text{C}$ ) çok yakındır. Çekirdeklendirici oksitlerin üretilen fritlerin ısı genleşme katsayısına olan etkisi açısından bakıldığında, literatürde belirtilen lösit fazının ısı genleşme katsayısına en yakın olan titanyum oksit katkılı K2 kodlu frit olduğu görülmüştür. Hem bu sebeple hem de tane boyutu dağılımı analizi sonuçları göz önünde bulundurularak, opak porselen diş tozu üretim süreçlerinde kristalin K2 kodlu frit kullanımı tercih edilmiştir.

Ayrıca A1 kodlu fritin ısı genleşme katsayısı amorf faza uygun bir şekilde oldukça düşüktür. A1 kodlu frit, kristalin frit ile birlikte kullanılırken dolgu görevi yapmasının yanı sıra opak porselen diş tozunun ısı genleşme katsayısını düşürmektedir. Bu sayede metal alt yapımına uyumlu bir ısı genleşme katsayısı elde edilmesini sağlamaktadır.

Tablo 4.4 Üretilen fritlerin dilatometrik analiz sonuçları

Numune kodu	K1	K2	K3	K4	K5	A1
CTE ( $\cdot 10^{-6} /^{\circ}\text{C}$ )	18,31	18,37	17,25	16,57	17,09	8,83
T <sub>g</sub> ( $^{\circ}\text{C}$ )	426	441	447	454	439	606
T <sub>s</sub> ( $^{\circ}\text{C}$ )	544	563	586	623	579	649

#### 4.1.5 Üretilen Fritlerin Spektrofotometrik Analizleri

Elde edilen frit kompozisyonlarının spektrofotometrik analiz sonuçları Tablo 4.5'te verilmiştir. Sonuçlara göre fritlerin opasite değerleri %75-85 aralığında değişmektedir.



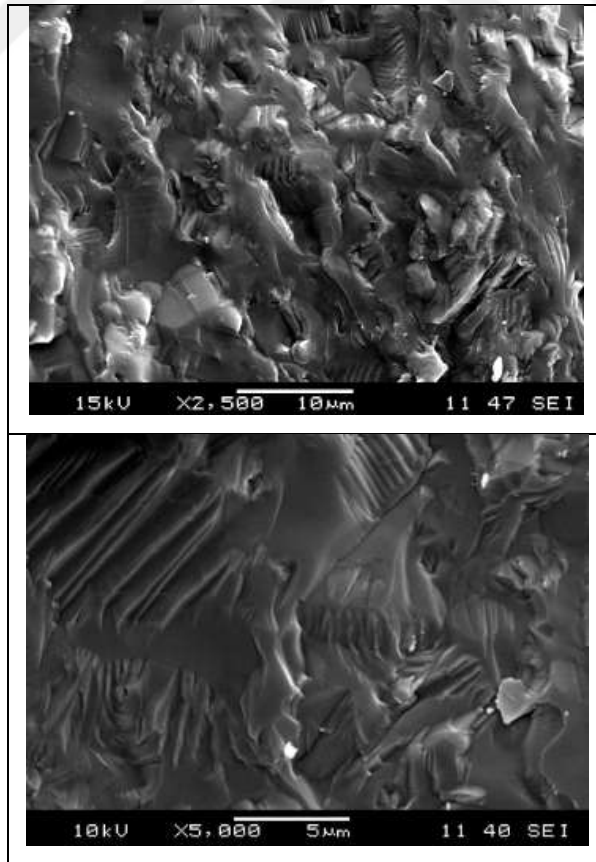
Fritlerin opak porselen diř tozu üretiminde opaklık deęerleri birinci derecede önemli deęildir. %99 ve üzeri opaklık seviyesi opak porselen diř tozu üretiminde opaklařtırıcı oksitlerin kullanımı ile saęlanabilmektedir.

Tablo 4.5 Üretilen fritlerin spektrofotometrik analizi

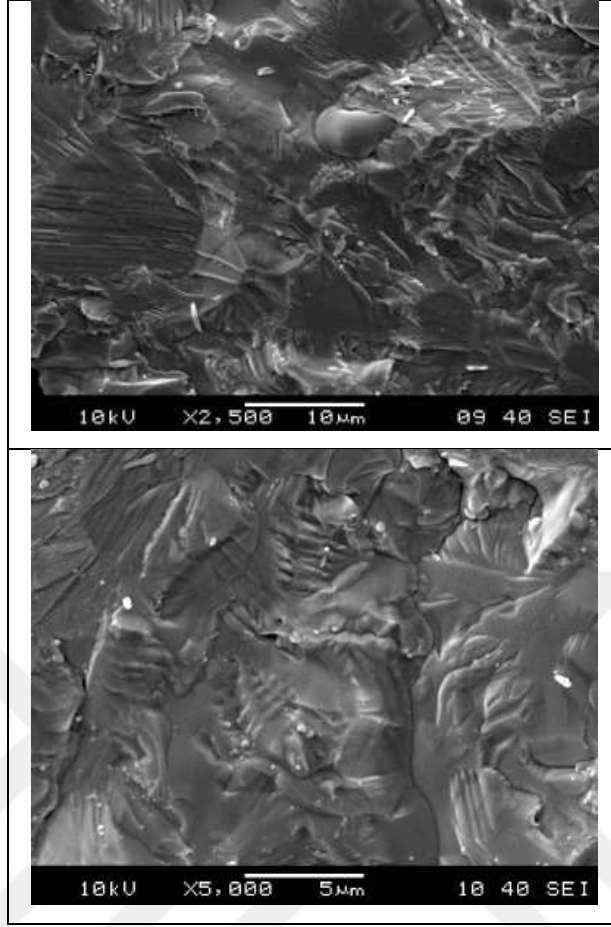
Numune kodu	K1	K2	K3	K4	K5	A1
Opasite (%)	76,38	77,86	78,02	84,26	75,42	75,67

#### 4.1.6 Üretilen Fritlerin Mikroyapısal Analizleri

Şekil 4.9 ve 4.10'de K1 ve K2 kodlu kristalin frit numunelerinin kırık yüzeylerinden çekilmiř SEM görüntüleri verilmektedir. İki fritte de homojen bir şekilde daęılmış olarak görünen tabakalı yapılar görülmektedir. Üretilen bu fritlerin mikroyapı görüntüleri literatürde de belirtilen lösit kristal içerięine sahip olan seramiklerin mikroyapıları ile benzerlik göstermektedir.

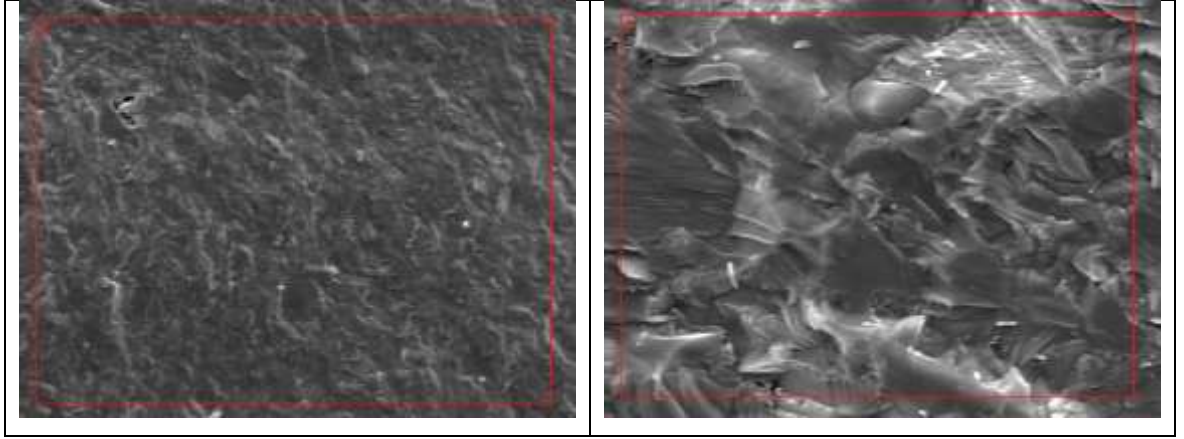


Şekil 4.9 Üretilen K1 kodlu fritin farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüleri



Şekil 4.10 Üretilen K2 kodlu fritin farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri

Şekil 4.11’de K1 ve K2 kodlu kristalin fritlerin kimyasal içeriğini belirlemek için yapılan EDS analizlerinin alındığı bölgelerin SEM görüntüleri verilmiştir. Fritlerin elementel analizini gösteren EDS analiz sonuçları Tablo 4.6’da verilmiştir. Bu analiz sonuçlarına göre, üretilen fritlerin potasyum alümina silikat içerikli olduğu ayrıca K2 kodlu fritte  $TiO_2$  katkısının varlığı görülmektedir.



Şekil 4.11 K1 ve K2 kodlu fritlerin genel görünümünden alınan EDS analiz bölgeleri

Tablo 4.6 K1 ve K2 kodlu fritlerin EDS analizi

Elementler	K1 frit		K2 frit	
	% mol	% ağı.	% mol	% ağı.
O	29,03	18,16	21,68	12,77
Al	10,64	11,22	11,73	11,65
Si	43,79	48,08	48,77	50,43
K	11,35	17,34	13,95	20,08
Na	4,22	3,79	2,83	2,39
Ca	0,77	1,21	0,84	1,47
Ti	-	-	0,65	1,15

#### 4.2 Vita VMK Master Marka Opak Porselen Diş Tozuna, Üretilen Opak Porselen Tozlarına ve Bu Tozlardan Üretilen Numunelere Yapılan Analizler

Referans olarak alınan Vita VMK master marka ticari opak porselen diş tozu ve çalışmada elde edilen tüm beyaz opak porselen diş tozları ilk olarak metal alt yapıya uygulanmış ve pişim sonrası davranışları incelenmiştir. Metal alt yapının kimyasal kompozisyonu belirlemek için SEM-EDS analizi yapılmıştır. Vita VMK master marka opak porselen diş tozuna ve metal üzerindeki davranışlarına göre seçilen numunelere; kimyasal analiz (XRF), faz analizi (XRD), tane boyut dağılımı, ısıl genişleme davranışlarını belirlemek için dilatometrik analiz, opaklık dereceleri ve

L,a,b değerlerini tespit etmek için spektrofotometrik analiz, mikroyapısal incelemeleri için kesitten optik mikroskop ve SEM, ve mekanik karakterizasyonu için mikro sertlik analizleri yapılmıştır.

#### **4.2.1 Metal Yüzeyine Uygulanan Vita VMK Master Marka Opak Porselen Diş Tozu ve Üretilen Opak Porselen Diş Tozlarının Pişme Sonrası Davranışları**

Hazırlanan beyaz opak porselen diş tozu denemeleri ve Vita VMK master marka ticari opak porselen diş tozu metal yüzeyine uygulandıktan sonra uygun sıcaklıkta pişirilip (Tablo 3.10) yüzeydeki davranışları değerlendirilmiştir (Tablo 4.7). Bu değerlendirme Tablo 4.8-4.14’de verildiği gibi; çatlama, gözenek, örtücülük ve parlaklık/matlık durumuna göre incelenip değerlendirilmiştir. Bu kriterler değerlendirilirken;

Değerlendirmede kullanılan puanlamada üç yıldız (\*\*\*) en iyi özelliği, tek yıldız (\*) ise olumsuz sonucu yansıtmaktadır. Detaylandırılmış değerlendirme kriterleri Tablo 4.7’de verilmektedir:

Tablo 4.7 Metal yüzeyine uygulanan Vita VMK master ve beyaz opak porselen diş tozu değerlendirme kriterleri

	<b>Çatlama</b>	<b>Gözenek</b>	<b>Örtücülük</b>	<b>Parlaklık/matlık</b>
***	Çatlamanın olmaması	Gözenek içermemesi	Metal yüzeyini tamamen örtmesi	Yüzeyde ideal mat bir görüntü oluşturması
**	Kabul edilebilir ince çizgi	Kabul edilebilir gözenek	Keskin köşeler hariç örtmesi	Kabul edilebilir yarı mat olması
*	Kabul edilemez çatlak	Kabul edilemez seviyede gözenek	Yüzeyi örtmemesi	Parlak olması

Metal yüzeyine uygulanan tüm porselen diş tozları bu puanlamaya göre, diş teknisyenleri ile birlikte değerlendirilmiştir. Vita VMK master marka opak porselen diş tozu ve 6 farklı grup olarak hazırlanan beyaz opak porselen diş tozlarına ait

değerlendirme sonuçları Tablo 4.8-4.14’de verilmiştir. Değerlendirmenin olumlu olması içinse her bir kriterden en az iki yıldız alması gerektiği belirlenmiştir. Değerlendirmeleri olumlu olan numunelerin karakterizasyonları (XRD, tane boyutu dağılımı analizi, dilatometrik, spektrofotometrik ve mikro yapı analizi) yapılmış ve ideal görüntüye en yakın olan, yani kriterlerin tamamından üç yıldız alan G6-5 kodlu numune uygun renk pigmentleri ile renklendirilmiştir.

Tablo 4.8’de referans olarak kullanılan Vita VMK master marka opak porselen dış tozunun metal yüzeyine uygulanıp fırınlanması sonucunda yüzeydeki davranışının değerlendirilmesi verilmiştir.

Tablo 4.8 Metal yüzeyine uygulanan Vita VMK opak porselen dış tozunun değerlendirme sonuçları

Örnek no	Çatlama	Gözenek	Örtücülük	Parlaklık/matlık
Vita	***	***	***	***

Tablo 4.9’da yer alan G1 grubuna ait denemelerde opaklaştırıcı oksitler, frit kombinasyonları ile tek tek kullanılmıştır (Tablo 3.4). Bu grupta K2 kodlu kristalin frit %60, A1 kodlu amorf frit %20 ve opaklaştırıcı oksitler %20 oranında bulunmaktadır. En iyi sonuç G1-1 ve G1-4 kodlu örnekler aittir. G1-2 kodlu numunenin puanlaması yüksek olmasına rağmen yüksek TiO<sub>2</sub> içeriğinden dolayı istenmeyen koyu sarı bir görünümde olduğundan kullanıma uygun olmadığı belirlenmiştir.

Tablo 4.9 Metal yüzeyine uygulanan G1 kodlu opak porselen tozlarının değerlendirme sonuçları

Örnek no	Çatlama	Gözenek	Örtücülük	Parlaklık/matlık
<b>G1-1</b>	***	***	**	**
G1-2	***	***	**	***
G1-3	***	**	**	*
<b>G1-4</b>	***	**	**	**
G1-5	***	*	**	**

G2 grubunda opaklaştırıcı oksitlerin frit karışımları ile ikili kombinasyonları denenmiştir. K2 kodlu frit %60, A1 kodlu frit %20 ve toplam opaklaştırıcı oksit oranı ise %20 seviyelerinde tutulmuştur. Tablo 4.10’da bu gruba ait değerlendirme sonuçları yer almaktadır. G2-11 ve G2-19 kodlu denemeler bu grubun en iyi sonuçları olarak tespit edilmiştir.

Tablo 4.10 Metal yüzeyine uygulanan G2 kodlu opak porselen tozlarının değerlendirme sonuçları

Örnek no	Çatlama	Gözenek	Örtücülük	Parlaklık/matlık
G2-1	***	*	***	**
G2-2	***	**	*	*
G2-3	***	***	**	**
G2-4	***	***	*	*
G2-5	***	*	**	**
G2-6	***	**	*	**
G2-7	***	*	**	**
G2-8	***	*	*	**
G2-9	***	*	**	**
G2-10	***	***	*	**
<b>G2-11</b>	***	***	**	**
G2-12	***	*	*	**
G2-13	***	*	***	**
G2-14	*	***	**	**
G2-15	***	*	**	**
G2-16	***	*	**	**
G2-17	***	*	***	**
G2-18	***	*	**	**
<b>G2-19</b>	***	***	**	**
G2-20	***	*	*	**

Tablo 4.11’de G3 grubuna ait değerlendirme sonuçları verilmiştir. Bu grupta frit karışımları ile opaklaştırıcı oksitlerin yine ikili kombinasyonları kullanılmış, ancak amorf frit oranı azaltılıp toplam opaklaştırıcı oksit oranı artırılmıştır. Bu deneme

grubunda K2 kodlu frit %60, A1 frit %15 ve toplam opaklaştırıcı oksit oranı %25 seviyesinde tutulmuştur. Bu gruptaki en iyi sonuçların G3-11 ve G3-19 kodlu denemelere ait olduğu gözlemlenmiştir.

Tablo 4.11 Metal yüzeyine uygulanan G3 kodlu opak porselen tozlarının değerlendirme sonuçları

Örnek no	Çatlama	Gözenek	Örtücülük	Parlaklık/m atlık
G3-1	***	**	*	***
G3-2	***	***	*	***
G3-3	***	**	*	**
G3-4	***	**	*	***
G3-5	***	**	*	***
G3-6	***	***	*	**
G3-7	***	***	*	**
G3-8	***	***	*	**
G3-9	***	**	*	**
G3-10	***	**	*	**
<b>G3-11</b>	***	***	**	***
G3-12	***	**	*	**
G3-13	***	*	*	**
G3-14	***	**	*	**
G3-15	***	**	*	**
G3-16	***	***	*	**
G3-17	***	**	*	**
G3-18	***	**	*	**
<b>G3-19</b>	***	***	**	***
G3-20	***	*	*	**

Tablo 4.12’de G4 kodlu, frit karışımları ile birlikte opaklaştırıcı oksitlerin üçlü kombinasyonlarının kullanıldığı deneme sonuçları verilmiştir. K2 kodlu frit %60, A1 kodlu frit %20 ve toplam opaklaştırıcı oksit oranı %20 seviyelerinde tutulmuştur (Tablo 3.7). Bu gruptaki en iyi sonucun G4-2 kodlu deneme olduğu gözlemlenmiştir.

Tablo 4.12 Metal yüzeyine uygulanan G4 kodlu opak porselen tozlarının değerlendirme sonuçları

Örnek no	Çatlama	Gözenek	Örtücülük	Parlaklık/matlık
G4-1	***	***	*	**
<b>G4-2</b>	***	***	**	**
G4-3	***	**	*	**
G4-4	***	***	*	**

Tablo 4.13’de frit karışımları ile birlikte opaklaştırıcı oksitlerin üçlü kombinasyonlarının kullanıldığı G5 kodlu deneme grubuna ait sonuçlar yer almaktadır. K2 kodlu frit %60, A1 kodlu frit %15 toplam opaklaştırıcı oksit oranı %25 seviyelerinde tutulmuştur (Tablo 3.8). Bu gruptaki yapılan denemelerin sonuçlarının tamamın beklenen seviyede olmadığı belirlenmiştir.

Tablo 4.13 Metal yüzeyine uygulanan G5 kodlu opak porselen tozlarının değerlendirme sonuçları

Örnek no	Çatlama	Gözenek	Örtücülük	Parlaklık/matlık
G5-1	***	**	*	**
G5-2	***	**	*	**
G5-3	***	*	*	*
G5-4	***	**	*	***
G5-5	**	**	*	***
G5-6	**	***	*	**
G5-7	***	*	*	**
G5-8	***	*	*	**
G5-9	**	**	*	*

Tablo 4.14 G6 kodlu son optimizasyon grubuna ait sonuçların değerlendirmesini içermektedir. Tekli, ikili ve üçlü kombinasyonların tümünün değerlendirilmesi sonucu elde edilen çalışma grubudur. K2 kodlu frit %55-60 aralığında, A1 kodlu frit %12,5-20 aralığında ve opaklaştırıcı oksitler %25-30 aralığında kullanılarak opak porselen dış tozu kombinasyonları oluşturulmuştur (Tablo 3.9). Bu gruptaki en iyi

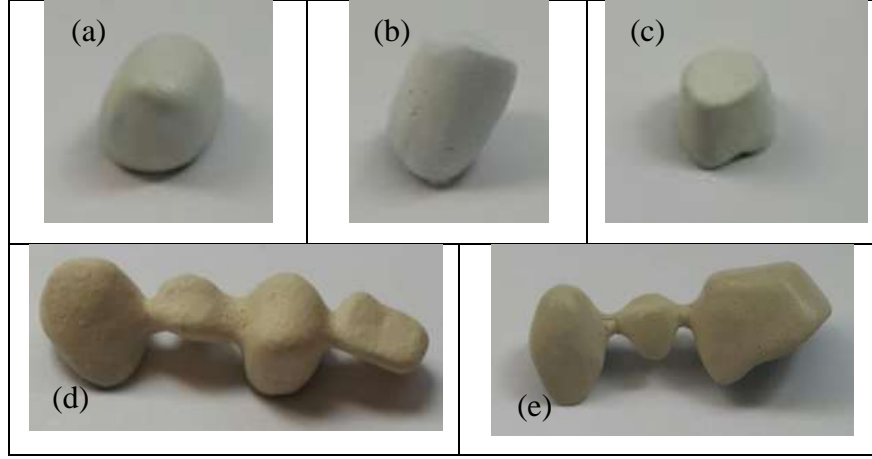


sonuçların G6-5 ve G6-12 kodlu denemeler olduğu gözlemlenmiştir. Ayrıca G6-5 kodlu denemenin bu çalışmanın en iyi sonucu olduğu tespit edilmiştir ve bu kompozisyon oksit pigmentler ile renklendirilmiştir (Tablo 3.11).

Tablo 4.14 Metal yüzeyine uygulanan G6 kodlu opak porselen tozlarının değerlendirme sonuçları

Örnek no	Çatlama	Gözenek	Metal üstündeki davranış (Örtücülük, yansıma)	Parlaklık matlık
G6-1	*	*	*	**
G6-2	*	*	*	***
G6-3	***	**	*	**
G6-4	**	**	*	***
<b>G6-5</b>	***	***	***	***
G6-6	*	***	*	**
G6-7	***	*	***	**
G6-8	***	*	*	**
G6-9	***	*	**	**
G6-10	*	**	*	***
G6-11	***	**	*	*
<b>G6-12</b>	***	***	**	**

Üretilen 6 grup porselen tozların metal üzerine uygulaması yapıp metal üzerindeki davranışları gözlemlendiğinde G1-1, G1-4, G2-11, G2-19, G3-11, G3-19, G4-2, G6-5, G6-12 kodlu numunelerin diğerlerine göre daha iyi olduğu belirlenmiştir. Ayrıca bu belirlemede diş teknisyeninin porselen diş tozlarını metal üzerine uygulama kolaylığı da göz önünde bulundurulmuştur. Sonuç olarak ticarileşme potansiyeli daha yüksek olan G1-1, G1-4, G6-5, G6-12 kodlu numunelerin daha detaylı karakterizasyonu yapılmış Şekil 4.12’de metal altyapı üzerine uygulandıktan sonra pişirilmiş görüntüleri verilmtilir.



Şekil 4.12 (a) G1-1, (b) G1-4, (c) G6-12, (d) G6-5 (renklendirilmiş), ve (e) Vita VMK master opak porselen diş tozlarının metal altyapı üzerine uygulanıp pişirildikten sonraki görüntüleri (Kişisel arşiv, 2015)

#### 4.2.2 Vita VMK Master Marka Opak Porselen Diş Tozunun Kimyasal (XRF) Analizi

Vita VMK master marka opak porselen diş tozunun kimyasal kompozisyonunu gösteren XRF analizi sonucu Tablo 4.15’de verilmiştir. Bu analize göre, bu opak porselen tozu potasyum ve sodyum içeren alümina silikat yapıdan oluşmakta, seryum oksit, titanyum oksit ve zirkonyum oksit gibi opaklaştırıcı katkıları içerdiği görülmektedir.

Tablo 4.15 Ticari Vita VMK master marka opak porselen tozunun XRF analizi

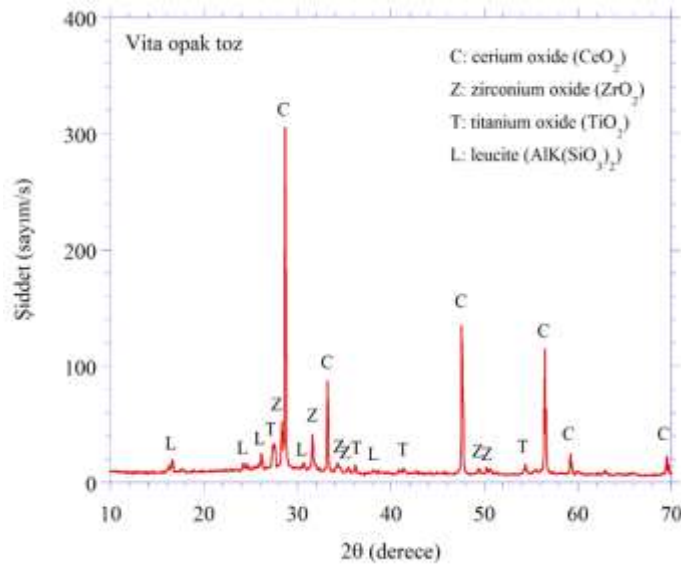
Bileşenler	% ağı.	Bileşenler	% ağı.
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	12,2	TiO <sub>2</sub>	8,13
SiO <sub>2</sub>	38,8	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,58
K <sub>2</sub> O	9,12	SnO <sub>2</sub>	0,42
Na <sub>2</sub> O	5,45	ZnO	0,10
CaO	1,24	Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,11
BaO	0,44	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,09
CeO <sub>2</sub>	15,0	F	1,45
ZrO <sub>2</sub>	6,86		

Vita VMK master marka opak porselen diř tozunun ieriđini oluřturan oksit bileřenlerinin potasyum feldspat ( $KAlSi_3O_8$ ) esaslı olduđu grlmektedir. Bunun yanısıra opak porselen diř tozu opaklařtırıcı oksit olarak nemli miktarda  $CeO_2$ ,  $TiO_2$ ,  $ZrO_2$  ve az miktarda diđer oksitleri iermektedir.  $ZrO_2$ ,  $TiO_2$ ,  $CaO$  gibi oksitlerin lsit kristal fazının kristallenmesini bařlatmak iin ekirdeklendirme ajanı olarak kullanıldıđı bilinmektedir. Ayrıca  $TiO_2$  cam frit iinde stabilize edici ve ergitici olarak ta kullanılmaktadır.

### 4.2.3 X-Iřını Kırınım (XRD) Analizi

#### 4.2.3.1 Vita VMK Master Marka Opak Porselen Diř Tozunun XRD Analizi

Vita VMK master marka opak porselen diř tozunun XRD analizi sonuları Őekil 4.13'de verilmiřtir. Yapılan XRD analizi sonularına gre ise, bu ticari opak tozundaki ana kristal fazların seryum oksit ( $CeO_2$ ), zirkonyum oksit ( $ZrO_2$ ), titanyum oksit ( $TiO_2$ ) ve lsit ( $KAlSi_2O_6$ ) olduđu grlmektedir. Bu sonular kimyasal analiz sonuları ile de uyuřmaktadır.  $CeO_2$ ,  $ZrO_2$  ve  $TiO_2$ 'in XRD analizinde baskın faz olarak ayrı ayrı gzlenmesi bu oksitlerin opak toz karıřımında fritin yanında opaklařtırıcı oksit katkısı olarak kullanıldıđını gstermektedir.

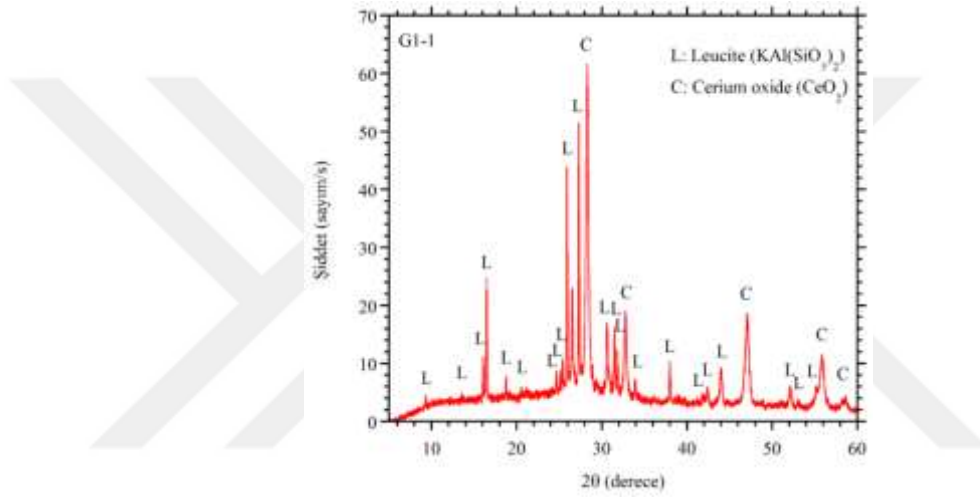


Őekil 4.13 Ticari Vita opak porselen diř tozunun XRD analiz sonucu

#### 4.2.3.2 Üretilen Opak Porselen Tozlarının XRD Analizi

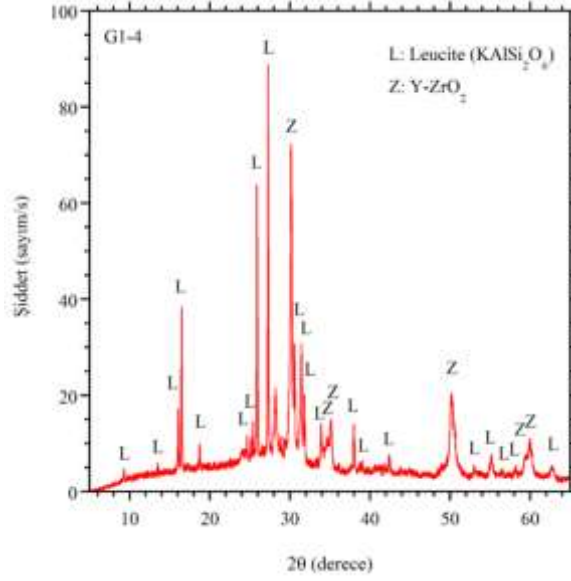
Belirlenen karışımlar sonucunda üretilen G1-1, G1-4, G6-5, G6-12 kodlu opak tozların XRD analizi sonuçları Şekil 4.14-4.17’de verilmiştir.

Şekil 4.14’deki XRD analiz sonucuna göre, G1-1 kodlu opak porselen tozunun lösit ve seryum oksit kristal fazlarını içerdiği, bunun yanısıra amorf fazında toz içeriğinde bulunduğu görülmektedir.

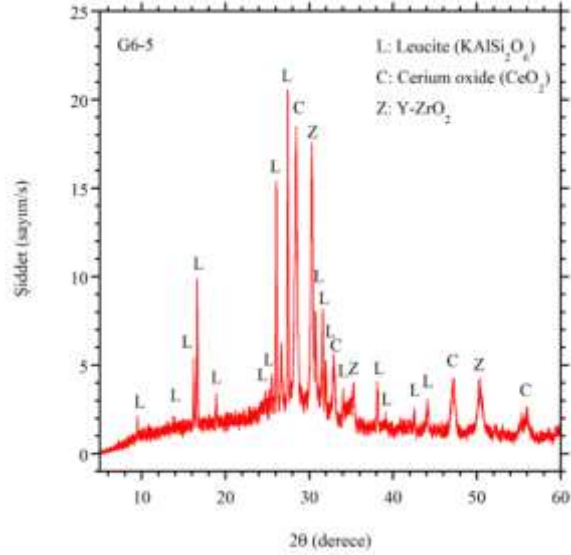


Şekil 4.14 G1-1 kodlu opak porselen tozunun XRD analizi

Şekil 4.15’deki G1-4 kodlu opak porselen tozunun XRD analiz sonucuna göre, üretilen opak tozun lösit ve yitriya stabilize zirkonyum oksit kristal fazlarını içerdiği, bunun yanısıra amorf fazında toz içeriğinde bulunduğu görülmektedir.

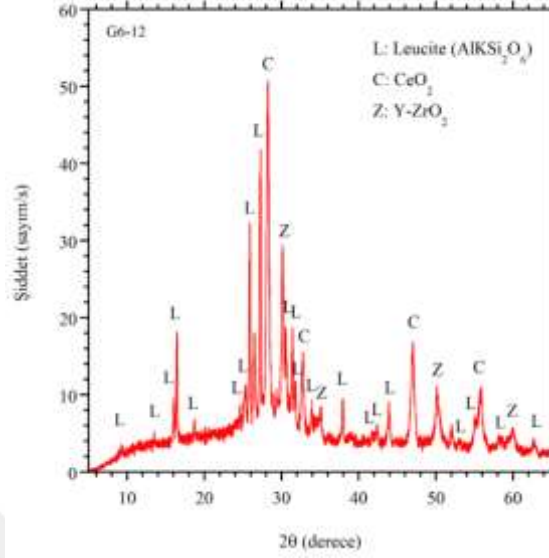


Şekil 4.16'deki XRD analiz sonucuna göre, G6-5 kodlu opak porselen tozunun kristal faz olarak lösit, seryum oksit ve zirkonyum oksit fazlarını içerdiği, bunun yanısıra amorf fazında toz içeriğinde bulunduğu görülmektedir.



Şekil 4.17'deki XRD analiz sonucuna göre, G6-12 kodlu opak porselen tozunun kristal faz olarak seryum oksit, lösit ve zirkonyum oksit fazlarını içerdiği, bunun

yanısıra amorf fazında toz içeriğinde bulunduğu görülmektedir. Bu kompozisyon içerisinde %2,5 TiO<sub>2</sub> olmasına rağmen, XRD analizinde tespit edilememiştir.



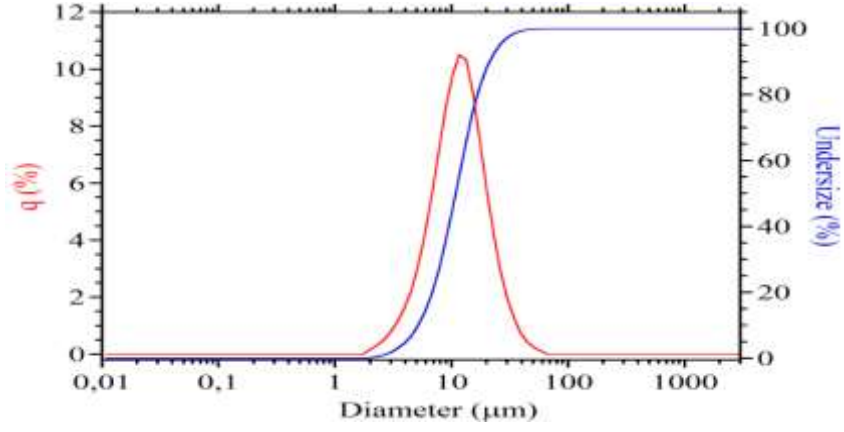
Şekil 4.17 G6-12 kodlu opak porselen tozunun XRD analizi

#### 4.2.4 Tane Boyutu Dağılımı Analizi

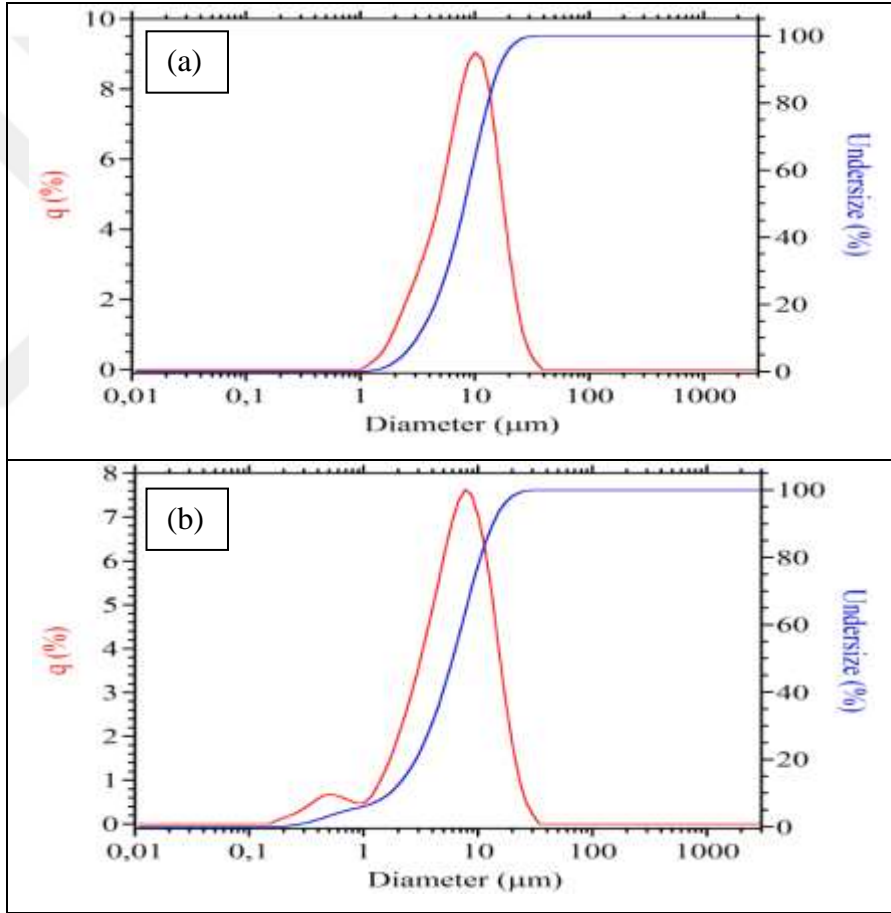
Vita opak porselen dış tozunun, G1-1, G1-4, G6-5 ve G6-12 kodlu tozların tane boyutlarının D10, D50 ve D90 değerleri Tablo 4.16’de, yine aynı tozların tane boyutu dağılım grafikleri Şekil 4.18-4.20’de verilmiştir. Seçilen denemelerde D50 değerlerinin 10 mikron altı olduğu görülmektedir. Tane boyut dağılımlarına ait grafikler incelendiğinde, CeO<sub>2</sub> katkılı opak tozun tek dağılımlı olduğu, ZrO<sub>2</sub> katkılı tozların ise ikili ve üçlü dağılıma sahip olduğu görülmektedir. Bu geniş dağılımın nedeninin granül formundaki zirkonyum oksit tozunun nano partiküllerden oluşmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Tablo 4.16 Opak porselen tozlarının tane boyutlarının D10, D50 ve D90 değerleri

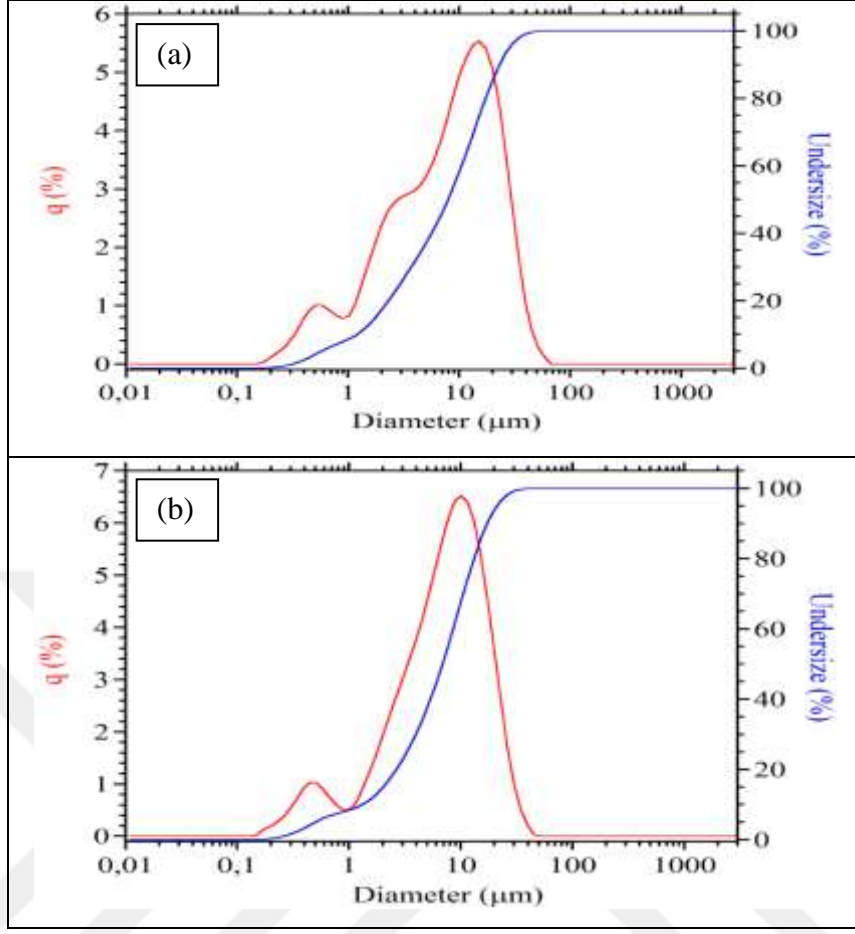
Numune kodu	Vita	G1-1	G1-4	G6-5	G6-12
D10	2,7	3,10	1,67	1,19	1,31
D50	5,47	8,15	6,05	8,06	6,93
D90	9,67	16,03	13,41	23,03	17,18



Şekil 4.18 Ticari Vita opak porselen dış tozun tane boyut dağılımı



Şekil 4.19 (a) G1-1 ve (b) G1-4 kodlu opak porselen tozlarının tane boyutu dağılımı



Şekil 4.20 (a) G6-5 ve (b) G6-12 kodlu opak porselen tozlarının tane boyutu dağılımı

#### 4.2.5 Dilatometrik Analizler

Üretilen beyaz opak porselen diş tozu kompozisyonlarının teorik olarak hesaplanan ısıl genleşme katsayılarının sonuçları Tablo 4.17’te verilmiştir. Tablo 4.18’de ise seçilen (hazırlanan 6 grup beyaz opak toz kompozisyonu içindeki en iyi numuneler) beyaz opak porselen diş tozlarından hazırlanan çubuk formundaki preslenmiş ve vakum fırında uygun rejimde (Tablo 3.10) pişirilmesiyle elde edilen numunelerin ısıl genleşme katsayıları (CTE), camsı geçiş sıcaklığı ( $T_g$ ) ve yumuşama sıcaklıkları ( $T_s$ ) verilmektedir. Üretilen numunelerin ısıl genleşme katsayılarının en düşük 12,1 ile en yüksek 15,0 aralığında olduğu ve çoğu numunenin CTE değerlerinin de  $13-14 \cdot 10^{-6}$  civarında olduğu görülmektedir. Elde edilen bu CTE değerlerinin metal altlıkların ısıl genleşme katsayılarına yakın olması metal ile uyumlu olacağını göstermektedir.



Tablo 4.17 Üretilen tüm beyaz opak porselen dış tozlarının teorik olarak hesaplanan ısıl genleşme katsayıları

Numue	CTE	Numune	CTE	Numune	CTE	Numune	CTE	Numune	CTE
G2-1	14,88	G3-1	14,84	G4-1	13,57	G5-1	14,16	G6-1	13,55
G2-2	13,81	G3-2	13,78	G4-3	13,53	G5-2	13,74	G6-2	13,96
G2-3	13,62	G3-3	13,58	G4-4	14,04	G5-3	13,38	G6-3	13,52
G2-4	13,22	G3-4	13,18			G5-4	14,58	G6-4	13,55
G2-6	14,14	G3-6	13,84			G5-6	13,39	G6-6	13,52
G2-7	13,56	G3-7	13,26			G5-7	13,55	G6-7	13,55
G2-8	12,96	G3-8	12,66			G5-8	13,96	G6-8	13,96
G2-9	14,69	G3-9	14,45			G5-9	13,52	G6-9	13,52
G2-10	14,20	G3-10	13,97					G6-10	13,55
G2-13	14,49	G3-13	14,06						
G2-14	14,01	G3-14	13,57						
G2-15	13,42	G3-15	12,99						
G2-16	13,23	G3-16	12,80						
G2-17	14,56	G3-17	14,68						
G2-18	13,98	G3-18	14,10						
G2-20	13,38	G3-20	13,50						

Tablo 4.18 Seçilen beyaz opak porselen dış tozlarının dilatometrik analiz sonuçları

Numuneler	CTE (*10 <sup>-6</sup> /°C)	T <sub>g</sub> (°C)	T <sub>s</sub> (°C)
Vita	13,32	555	702
G1-1	15,04	451	864
G1-2	14,39	605	949
G1-3	13,62	501	623
G1-4	13,36	556	709
G1-5	12,83	519	672
G2-11	13,57	556	689
G2-19	12,96	559	696
G3-11	13,42	564	699
G3-19	13,72	539	950
G4-2	13,19	547	702
G6-5	13,46	544	713
G6-12	13,36	541	703

Tekli opaklaştırıcı oksit ilaveli G1-1 - G1-5 kodlu numunelerde, CeO<sub>2</sub> kullanılan G1-1 kodlu numunenin CTE değeri en yüksek ve bunu sırası ile TiO<sub>2</sub> içeren G1-2, SnO<sub>2</sub> içeren G1-3, Y-ZrO<sub>2</sub> içeren G1-4 ve ZrO<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> içeren G1-5 kodlu numuneler takip etmektedir (Tablo 4.18).

G1-4, G6-5 ve G6-12 kodlu numunelerin dilatometrik analiz sonuçları Vita VMK master numunesi ile kıyaslandığında, sonuçların birbirlerine yakın oldukları Tablo 4.18'da görülmektedir.

#### 4.2.6 Spektrofotometrik Analizler

Elde edilen beyaz opak toz kompozisyonlarının ve referans standart beyaz rengin spektrofotometrik analizleri Tablo 4.19'da verilmiştir. Tabloda belirtilen L değeri açıklık anlamındadır ve L=0 siyahı, L=100 beyazı ifade etmektedir. a kırmızı/yeşil anlamında olup +a kırmızılığı, -a yeşilliği gösterir. b değeri ise sarı/mavi anlamındadır, +b sarılığı, -b maviliği göstermektedir.

Elde edilen beyaz opak porselenin L, a, b değerleri referans standart beyaz ile kıyaslanmıştır. Standart beyaz numunenin L değeri; 96,20, a değeri; -0,56, b değeri ise 2,23 olarak ölçülmüştür. Bu sonuçlara göre opak porselen kompozisyonlarının tamamı %100'e yakın opaklık derecesindedir. L değerleri 88,81 - 98,01 aralığında, a değerleri -3,13 - -0,15 aralığında b değerleri ise 0,84 - 12,51 aralığında değişkenlik göstermektedir.

Tablo 4.19 Opak porselen kompozisyonlarının spektrofotometrik analiz sonuçları

Numuneler	% opasite	L	a	b
Standart beyaz	100	96,20	-0,56	2,23
G1-1	100	95,02	-0,29	5,13
G1-2	100	91,77	-3,13	12,51
G1-3	99,86	93,41	-0,55	2,79
G1-4	100	98,01	-0,42	0,84
G1-5	99,97	88,81	-0,26	3,93
G2-11	100	95,96	-0,25	1,95
G2-19	99,86	95,84	-0,56	3,54
G3-11	99,19	95,60	-0,15	2
G3-19	100	95,11	-0,28	4,07
G4-2	100	95,00	-0,58	3,81
G6-5	100	95,82	-0,26	3,93
G6-12	100	95,74	-0,21	4,57

Elde edilen renkli G6-5 kodlu opak porselen kompozisyonunun ve Vita VMK master marka opak porselen diş tozunun opaklık ve L, a, b değerleri Tablo 4.20'de verilmiştir.

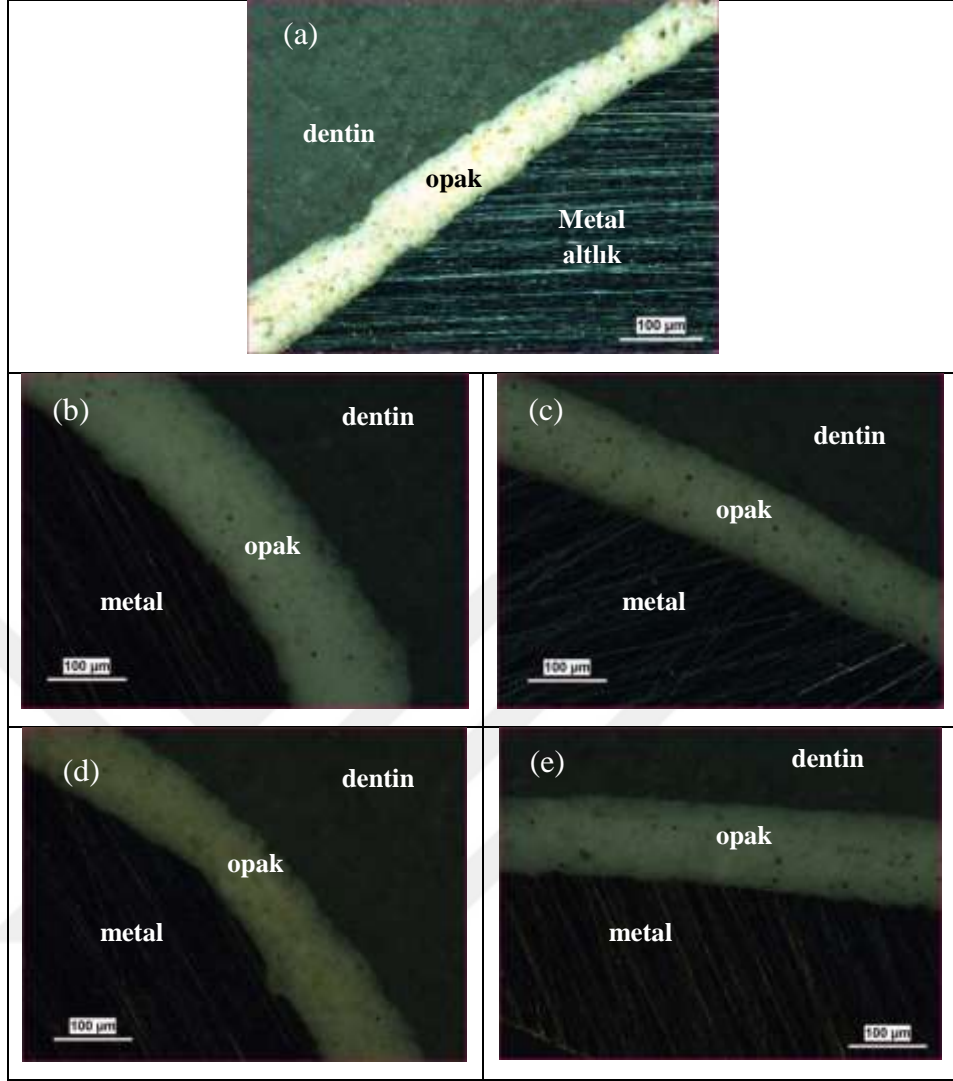
Tablo 4.20 Vita VMK master ve renklendirilmiş G6-5 kodlu denemenin spektrofotometrik analizi sonuçları

Numuneler	% opasite	L	a	b
Vita VMK master	100	85,42	2,44	15,14
G6-5 (renkli)	100	86,65	2,65	15,50

#### **4.2.7 Mikroyapısal Analizler**

##### *4.2.7.1 Optik Mikroskop Analizi*

Şekil 4.21’da metal altlık yüzeyine uygulanan Vita VMK master marka ve ticarileşme potansiyeli daha yüksek olarak seçilmiş olan opak porselen diş tozlarının fırınlama sonrası oluşan opak porselen katmanları ve bu opak porselen katmanlar üzerine uygulanan dentin porselen katmanının fırınlama sonrası oluşan yapısının metalografik numune hazırlama işlemleri ile hazırlanmış ve optik mikroskop ile 100X büyütmede alınmış kesit görüntüleri gösterilmektedir. Optik mikroskop görüntülerinden görüldüğü gibi, metal ve dentin katman arasında yer alan ve açık renkte görünen opak porselen katmanların kalınlıkları yaklaşık olarak 70-100 mikron aralığındadır. Opak porselen katmanların metal yüzeyini iyi ıslattığı ve iyi bir tutunmanın gerçekleştiği görülmektedir. Ayrıca, opak katmanların dentin katmanı ile de tamamen temas halinde olduğu ve iyi bir bağlanmanın gerçekleştiği açıkça görülmektedir.

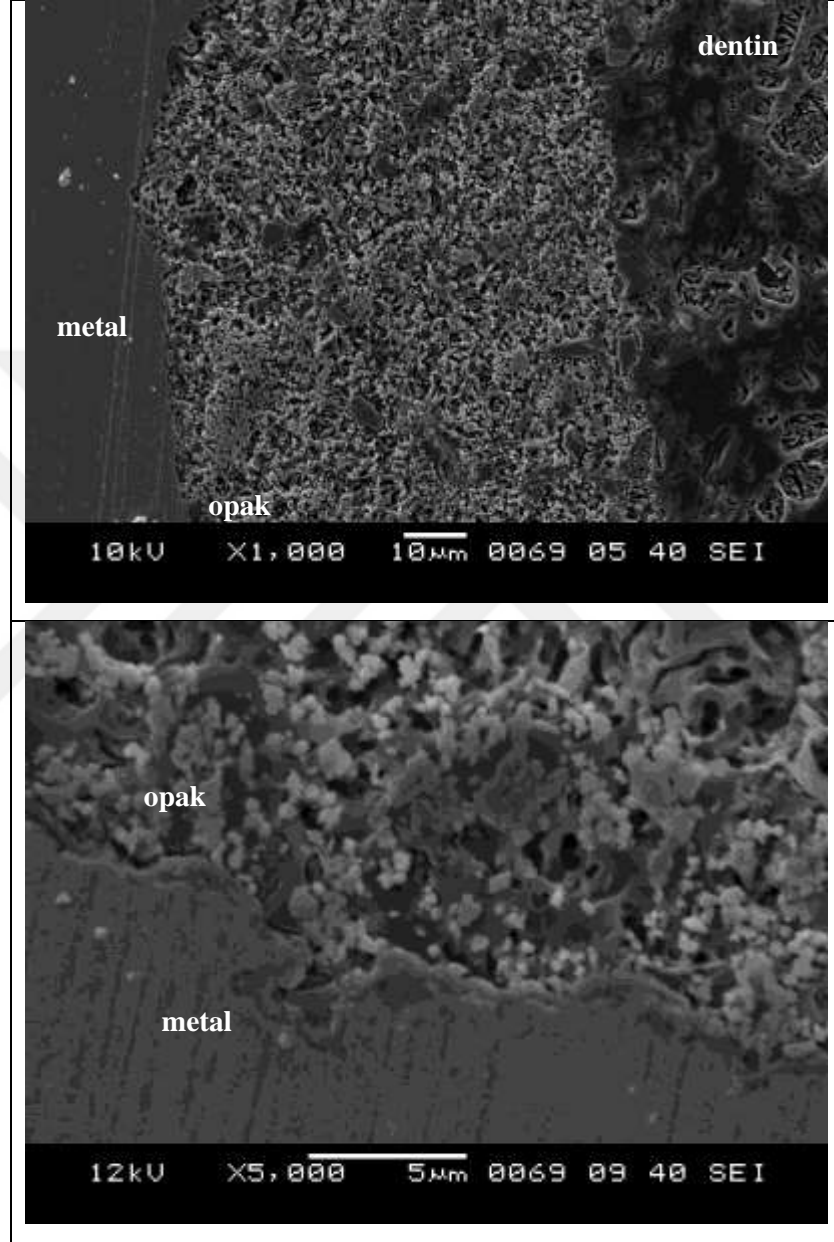


Şekil 4.21 Vakum ortamda fırınlama sonrası üretilen metal altlık-opak porselen katman-dentin porselen katmandan oluşan numunelerin kesitlerinden 100X büyütmede alınmış optik mikroskop görüntüleri: (a) Vita, (b) G1-1, (c) G1-4, (d) G6-5 ve (e) G6-12

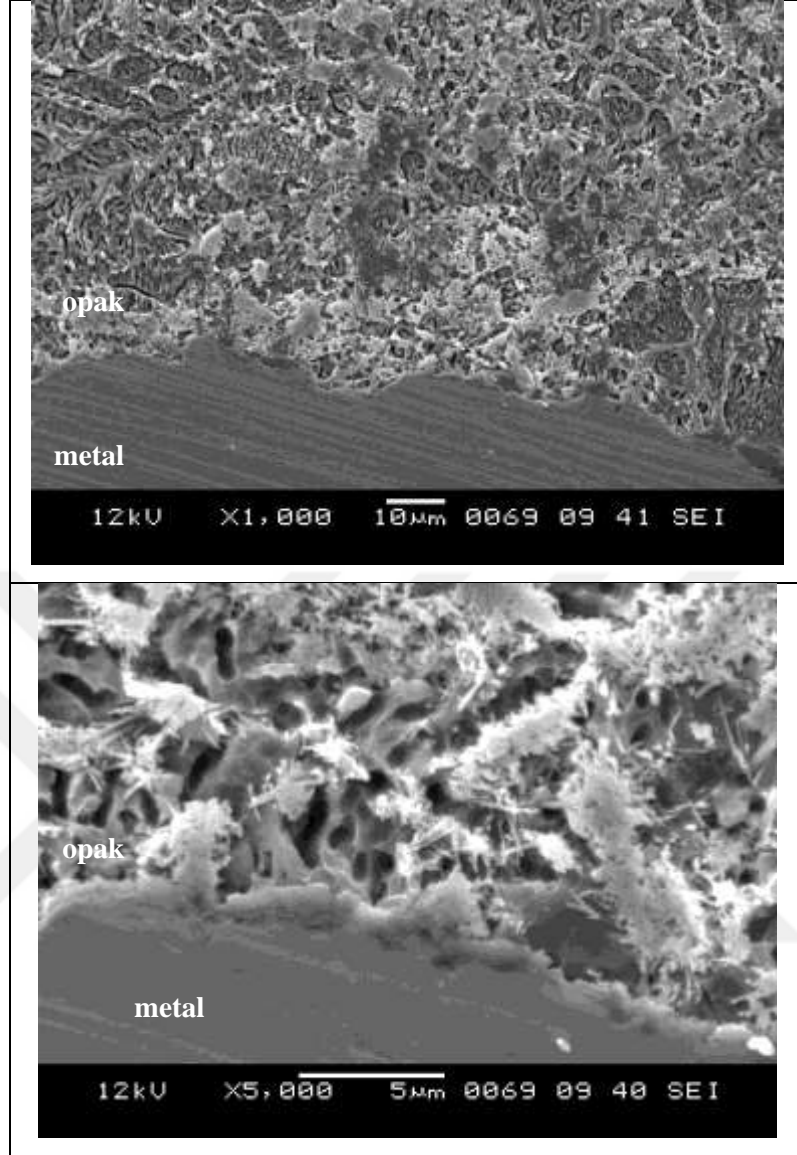
#### 4.2.7.2 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi

Şekil 4.22-4.26'de metal altlık yüzeyine uygulanan Vita VMK master ve ticarileşme potansiyeli daha yüksek olarak seçilmiş opak porselen diş tozlarının (sırasıyla Vita, G1-1, G1-4, G6-5 ve G6-12) vakum fırında fırınlamasıyla oluşan opak porselen katmanlarının %5'lik HF çözeltisiyle dağlanmış olan kesitlerinden farklı büyütmelerde alınmış SEM görüntüleri gösterilmektedir. Buna göre, metal altlığı iyi derecede ıslatan opak porselen katmanın mikroyapısında camsı matris

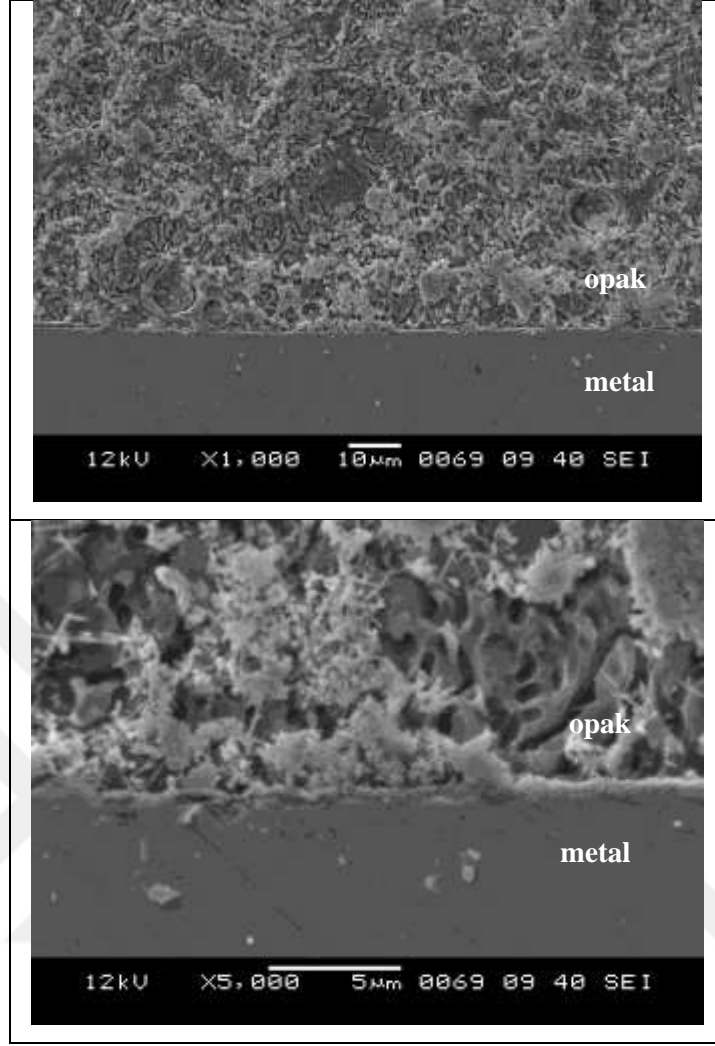
içinde l6sfit kristalleri (koyu renkte lamelli b6lgeler) ile toz ięerięini oluřturan opaklařtırıcı katkıların (aęık renkli taneler) porselen b6nyesinde homojen olarak daęıldıęı g6r6lmektedir.



řekil 4.22 Vakum ortamda fırınlama sonrası 6retilen metal altlık–Vita opak porselen katman–dentin porselen katmandan oluřan numunenin kesitinden farklı b6y6tmelerde alınmıř SEM g6r6nt6leri

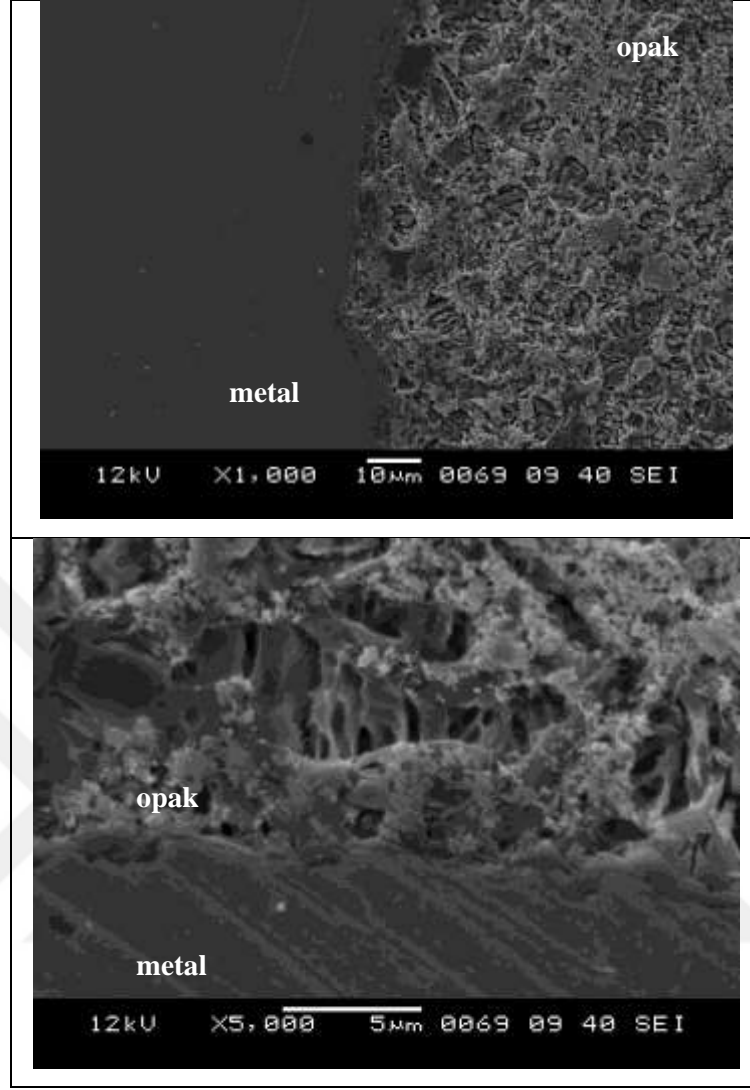


Şekil 4.23 Vakum ortamda fırınlama sonrası üretilen metal altlık-G1-1 opak porselen katmandan oluşan numunenin kesitinden farklı büyütmelerde alınmış SEM görüntüleri

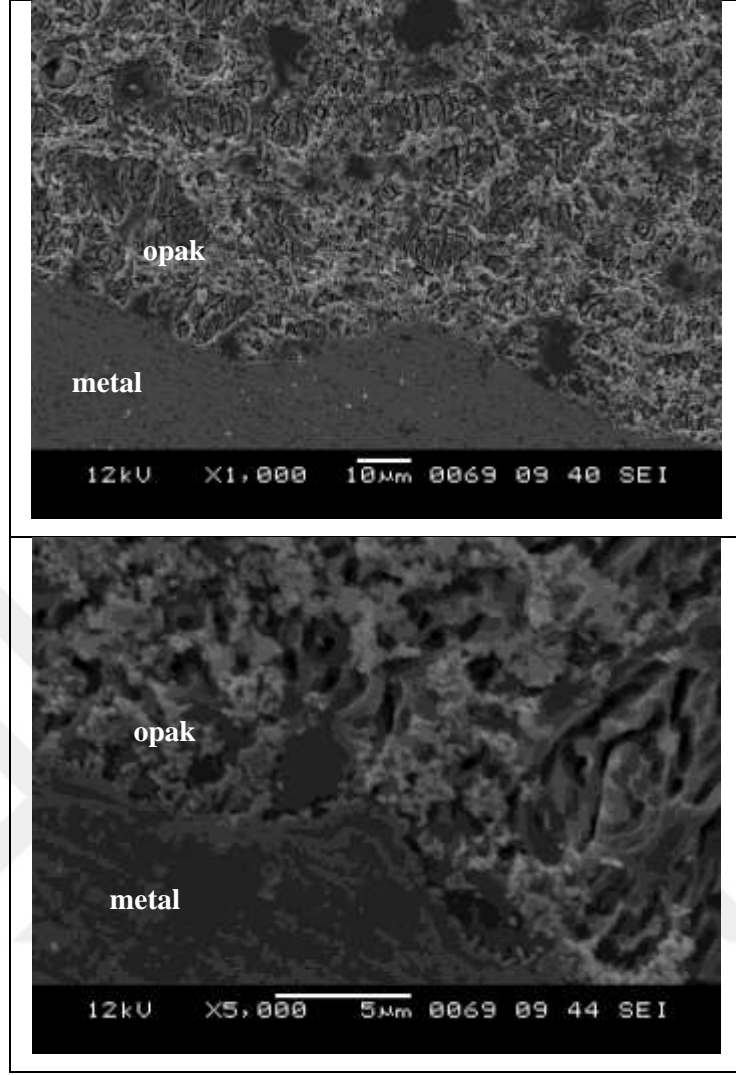


Şekil 4.24 Vakum ortamda fırınlama sonrası üretilen metal altlık-G1-4 opak porselen katmandan oluşan numunenin kesitinden farklı büyütmelerde alınmış SEM görüntüleri





Şekil 4.25 Vakum ortamda fırınlama sonrası üretilen metal altlık-G6-5 opak porselen katmandan oluşan numunenin kesitinden farklı büyütme ölçeklerinde alınmış SEM görüntüleri



Şekil 4.26 Vakum ortamda fırınlama sonrası üretilen metal altlık-G6-12 opak porselen katmandan oluşan numunenin kesitinden farklı büyütme oranlarında alınmış SEM görüntüleri

#### 4.2.7.3 Enerji Dağılımlı X-ışını (EDS) Analizi

Kullanılan metal altlığın Şekil 4.27’te gösterilen SEM bölgesine uygulanan EDS analizine göre (Tablo 4.21) Ni-Cr-Mo alaşımı olduğu görülmektedir.



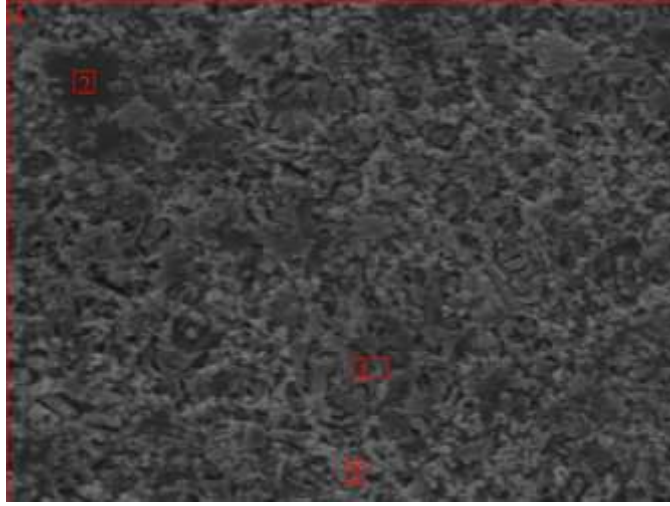
Şekil 4.27 Kullanılan metal altlığın EDS analiz bölgesinin SEM görüntüsü

Tablo 4.21 Metal altlığın elementel EDS analizi sonucu

Element	% mol	% ağı.
Cr	32,34	27,95
Ni	47,90	46,73
Mo	14,06	22,42
Co	0,42	0,42
Si	5,26	2,45

Şekil 4.28-4.32’de sırasıyla Vita VMK master, G1-1, G1-4, G6-5 ve G6-12 kodlu opak porselen katmanların farklı bölgelerine EDS analizi uygulanan SEM bölgeleri gösterilmektedir. Bu bölgelerden alınan EDS analiz sonuçları ve bu beş opak porselenin farklı EDS bölgelerinin %molce ve %ağırlıkça elementel dağılımları sırasıyla Tablo 4.22-4.26’te verilmiştir.

Şekil 4.28’deki Vita opak porselen numunesinde, 1 ve 2 nolu bölgelerin potasyum alümina silikat içeriğine, 3 nolu bölgedeki açık renkli partiküllerin ise opaklaştırıcı içeriğe sahip olduğu görülmektedir. 4 nolu analiz ise tüm mikroyapının analizini temsil etmektedir (Tablo 4.22).

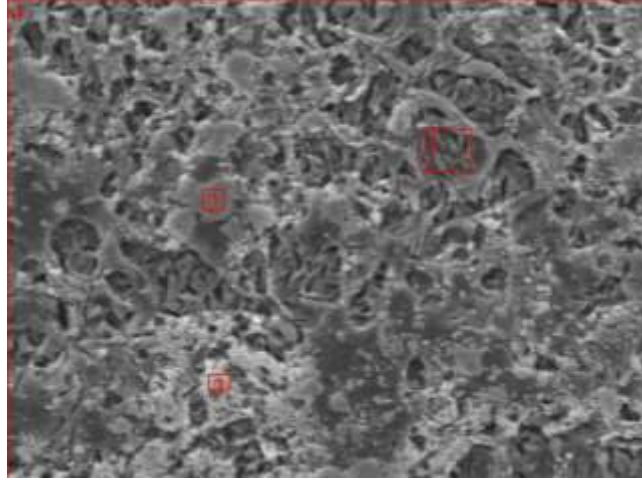


Şekil 4.28 Ticari ürün Vita opak porselen katmanın EDS analiz bölgeleri

Tablo 4.22 Vita opak porselen katmanın elementel EDS analizi sonucu

Elementler	1. bölge		2. bölge		3. bölge		4. bölge	
	% mol	% ağı.	% mol	% ağı.	% mol	% ağı.	% mol	% ağı.
Al	15,49	12,88	15,42	13,2	2,86	0,83	12,49	7,35
Si	59,5	51,51	60,39	53,8	14,61	4,42	47,78	29,28
K	15,01	18,09	16,03	19,88	3,12	1,31	10,4	8,87
Fe	0,40	0,69	0,29	0,51	-	-	0,16	0,19
Na	3,64	2,58	3,19	2,32	1,51	0,37	3,32	1,66
Ti	3,03	4,47	2,84	4,31	9,26	4,77	8,96	9,36
Zr	1,93	5,43	1,38	4,01	28,94	28,43	7,78	15,49
Ce	1,01	4,35	0,43	1,93	39,66	59,84	9,08	27,77

Şekil 4.29'deki G1-1 nolu opak porselen numunesinde, 1 nolu bölgenin potasyum alümina silikat içeriğine, 2 ve 3 nolu bölgelerdeki açık renkli partiküllerin ise opaklaştırıcı oranı yüksek içeriğe sahip olduğu görülmektedir. 4 nolu analiz ise tüm mikroyapının analizini temsil etmektedir. (Tablo 4.23).

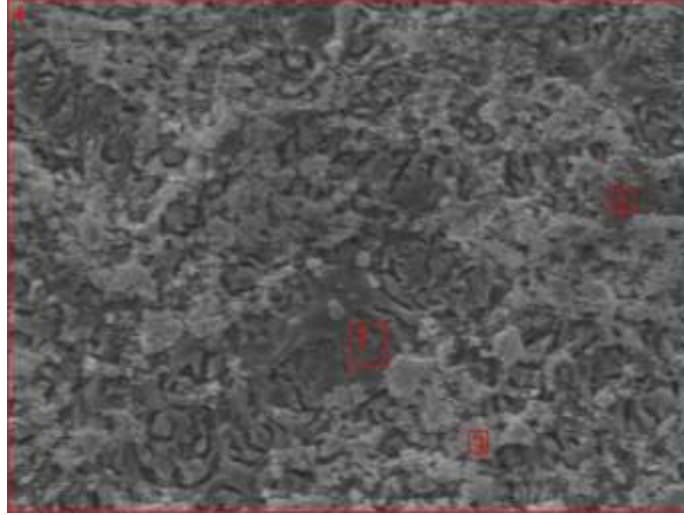


Şekil 4.29 G1-1 kodlu opak porselen katmanın EDS analiz bölgeleri

Tablo 4.23 G1-1 kodlu opak porselen katmanın elementel EDS analizi sonucu

Elementler	1. bölge		2. bölge		3. bölge		4. bölge	
	% mol	% ağı.	% mol	% ağı.	% mol	% ağı.	% mol	% ağı.
Al	16,68	14,14	2,72	0,86	5,32	3,36	11,91	8,08
Si	56,67	50,03	38,71	12,87	53,22	24,6	60,27	42,54
K	22,63	27,81	3,52	1,63	7,27	4,68	13,13	12,90
Na	1,84	1,33	2,28	0,61	2,27	0,86	3,54	2,04
Ti	0,195	0,29	0,84	0,47	0,87	0,69	0,57	0,68
Zr	1,48	4,27	3,65	3,94	5,01	7,53	2,61	5,99
Ce	0,47	2,11	46,44	77,04	23,96	55,27	7,5	26,41
Sn	-	-	1,80	2,54	2,04	3,99	0,44	1,32

Şekil 4.30'deki G1-4 nolu opak porselen numunesinde, 1 ve 2 nolu bölgelerin potasyum alümina silikat içeriğine, 3 nolu bölgenin opaklaştırıcı ile zengin olan içeriğe sahip olduğu görülmektedir. 4 nolu analiz ise tüm mikroyapının analizini temsil etmektedir (Tablo 4.24).

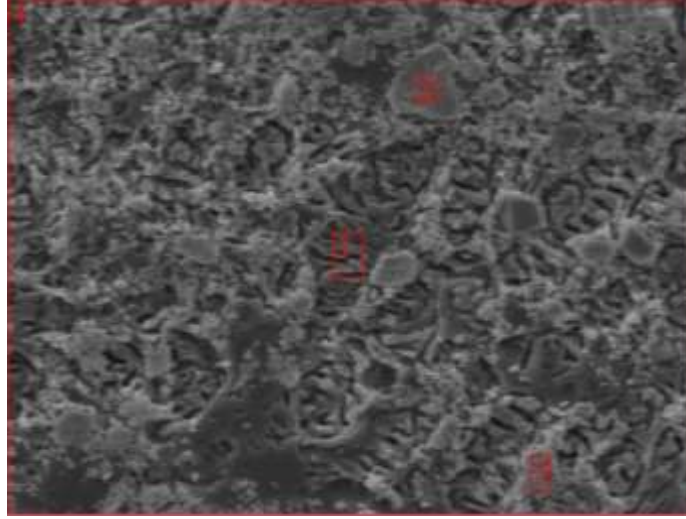


Şekil 4.30 G1-4 kodlu opak porselen katmanın EDS analiz bölgeleri

Tablo 4.24 G1-4 kodlu opak porselen katmanın elementel EDS analizi sonucu

Elementler	1. bölge		2. bölge		3. bölge		4. bölge	
	% mol	% ağı.	% mol	% ağı.	% mol	% ağı.	% mol	% ağı.
Al	18,55	15,33	10,37	7,98	3,75	1,36	10,77	6,37
Si	55,03	47,33	62,30	49,88	35,35	13,93	50,54	31,10
K	22,24	26,63	11,89	13,26	6,75	3,56	13,88	11,89
Na	0,77	0,54	5,93	3,89	2,26	0,70	2,89	1,45
Ti	0,45	0,66	0,93	1,28	0,84	0,54	0,90	0,95
Zr	2,09	5,85	7,19	18,70	23,31	28,68	14,77	29,54
Ce	0,84	3,63	0,68	2,73	25,59	48,36	5,36	16,46
Sn	-	-	0,66	2,25	2,10	3,37	0,85	2,21

Şekil 4.31'deki G6-5 nolu opak porselen numunesinde, 1 nolu bölgenin potasyum alümina silikat içeriğine, 2 ve 3 nolu bölgelerin opaklaştırıcı ile zengin olan içeriğe sahip olduğu görülmektedir. 4 nolu analiz ise tüm mikroyapının analizini temsil etmektedir (Tablo 4.25).

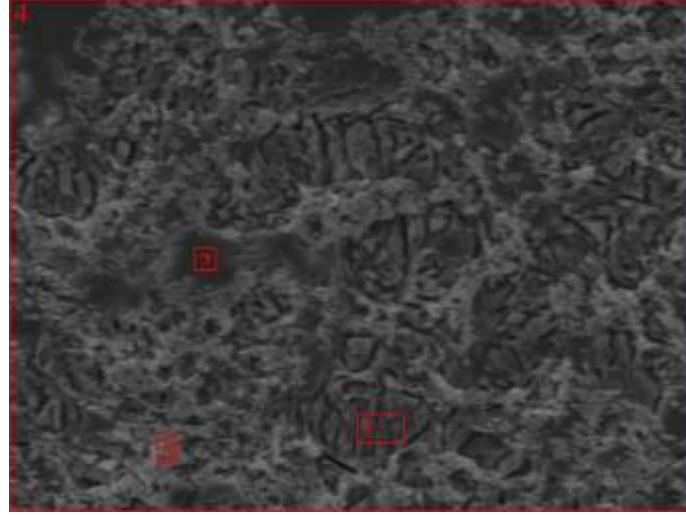


Şekil 4.31 G6-5 kodlu opak porselen katmanın EDS analiz bölgeleri

Tablo 4.25 G6-5 kodlu opak porselen katmanın elementel EDS analizi sonucu

Elementler	1. bölge		2. bölge		3. bölge		4. bölge	
	% mol	% ağı.	% mol	% ağı.	% mol	% ağı.	% mol	% ağı.
Al	18,15	14,81	0,04	0,01	5,15	2,25	10,68	6,05
Si	54,11	45,95	-	-	38,94	17,76	49,01	28,91
K	23,06	27,22	1,73	0,54	7,12	4,52	12,43	10,21
Na	0,77	0,54	1,20	0,22	3,62	1,35	2,53	1,22
Ti	0,20	0,29	2,74	1,04	0,65	0,50	0,46	0,46
Zr	3,12	8,61	12,21	8,89	33,93	50,26	18,95	36,32
Ce	0,603	2,54	78,24	87,54	8,5	19,33	4,68	13,77
Sn	-	-	1,22	1,16	2,07	3,99	1,21	3,03

Şekil 4.32'deki G6-12 nolu opak porselen numunesinde, 1 nolu bölgenin potasyum alümina silikat içeriğine, 3 nolu bölgenin opaklaştırıcı ile zengin olan içeriğe sahip olduğu görülmektedir. 4 nolu analiz ise tüm mikroyapının analizini temsil etmektedir. (Tablo 4.26).



Şekil 4.32 G6-12 kodlu opak porselen katmanın EDS analiz bölgeleri

Tablo 4.26 G6-12 kodlu opak porselen katmanın elementel EDS analizi sonucu

Elementler	1. bölge		2. bölge		3. bölge		4. bölge	
	% mol	% ağı.	% mol	% ağı.	% mol	% ağı.	% mol	% ağı.
Al	19,53	16,40	8,20	10,22	3,45	1,40	10,50	6,35
Si	54,30	47,47	45,30	56,46	28,55	12,08	49,18	30,90
K	23,4	28,47	15,90	19,81	5,8	3,41	13,64	11,95
Na	0,31	0,22	3,03	3,77	2,88	0,99	2,76	1,42
Ti	0,20	0,31	0,93	1,15	0,76	0,54	0,69	0,74
Zr	1,75	4,98	6,19	7,71	56,79	78,03	21,85	44,66
Ce	0,48	2,12	0,68	0,84	1,02	2,16	0,63	1,97
Sn	-	-	-	-	0,72	1,29	0,72	1,93

#### 4.2.8 Mikro Sertlik

Vita VMK master opak porselen tozu ve bu çalışmada üretilen ve detaylı karakterizasyon için seçilmiş olan G1-1, G1-4, G6-5 ve G6-12 kodlu porselen tozlarından hazırlanan pelet numunelerinden mikro sertlik değerleri Tablo 4.27’de verilmektedir. Bu sonuçlara göre Vita VMK master opak porselenin sertlik değeri



yaklaşık olarak 571 HV1 değerinde olduğu tespit edilmiştir. Bu çalışmada üretilen opak porselenlerin sertlik değerleri ise yaklaşık olarak 502-626 HV1 aralığında ölçülmüştür. Üretilen numunelerin referans alınan numune ile kıyaslandığında referans numune ile yakın değerlere sahip olduğu görülmüştür.

Tablo 4.27 Opak porselen numunelerin ortalama mikrosertlik (HV1) değerleri

Numuneler	Mikrosertlik (HV1) değeri	Standart sapma
Vita	571	±22
G1-1	502	±125
G1-4	626	±74
G6-5	593	±53
G6-12	551	±35

## BÖLÜM BEŞ

### SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Tez çalışması kapsamında dental uygulamalarda kullanılan metal altyapılar için opak porselen diş tozu kompozisyonları geliştirilerek opak porselen tozlar üretilmiş ve bu tozların karakterizasyonu yapılmıştır. Üretilen opak porselen tozlarının metal altlık üzerine uygulanması ve fırınlanmasıyla metal yüzeyindeki pişme davranışları incelenerek opaklık derecesi, ısıl genişleme uyumu, metale tutunması ve mikroyapı incelenmesi yapılmıştır. Opak porselen diş tozun metal yüzeyine uygulanması ve fırınlanması sonrası metal ile iyi tutunmuş ve metal altlığı tamamen örtmüş olması birinci derecede önemlidir. Bununla birlikte porselen tozun metal yüzeyine kolay uygulanabilmesi, çatlaksız ve düzgün bir yüzeye sahip olması gibi özelliklerde tozun kullanımı ve performansı açısından oldukça önem taşımaktadır.

Bu amaç doğrultusunda öncelikli olarak porselen tozun ana bileşenlerini oluşturan amorf ve kristalin olmak üzere iki farklı frit üretimi gerçekleştirilmiştir. Bu frit türlerinden kristalin olanlara titanyum oksit, zirkonyum silikat, yitriya stabilize zirkonya ve kalay oksit gibi opaklaştırıcı oksitlerden az bir miktar (ağ.%2-5) eklenerek kristalin frit üretiminde kristal faz oluşumuna, frit rengine ve fritin işlenebilirliğine (kıрма, öğütme, eleme vd.) etkileri incelenmiştir.

Opak porselen diş tozu üretimi için elde edilen uygun kristalin ve amorf frit tozları ile birlikte titanyum oksit, zirkonyum silikat, yitriya stabilize zirkonya, kalay oksit ve seryum oksit gibi tekli, ikili ve üçlü opaklaştırıcı kombinasyonları olmak üzere farklı oranlarda opaklaştırıcı oksit katkıları birlikte kullanılarak opak porselen toz kompozisyonları hazırlanmıştır. Üretilen nihai porselen tozların opaklaştırıcı etkileri incelenmiştir. Üretilen beyaz (renk pigmentleri içermeyen) opak porselen diş tozları karakterize edilmiş ve Vita VMK master opak porselen diş tozu ile özellikleri kıyaslanmıştır. Tozların tamamı metal altyapı (Ni-Cr-Mo alaşımı) üzerine uygulanarak (sulu formda fırça ile sürme, kurutma ve vakumda pişirme işlemleri) opak porselen tabakaları oluşturulmuş ve metal üzerindeki davranışları incelenmiştir.

Çalışmalar sonucunda deneme gruplarından, belirlenen kriterlerde en iyi puanı alan denemeler belirlenmiş, bunların arasından da profesyonel bir diş teknisyeninin görüşleri alınarak yapılan değerlendirmeler sonucunda ticari olarak başarılı olabilecek tozlar ikinci bir eleme yapılarak belirlenmiş (G1-1, G1-4, G6-5 ve G6-12 kodlu numuneler) ve daha detaylı karakterizasyon çalışmaları yapılmıştır. Nihai aşamada sonuçlar değerlendirildiğinde G6-5 kodlu numunenin sonuçlarına göre en beğenilen kompozisyon olduğu için uygun renk pigmentleri ile renklendirilerek A2 renginde opak porselen diş tozu üretilmiş ve ticari Vita VMK tozu ile kıyaslanmıştır.

Ülkemiz porselen diş tozu konusunda dışa bağımlı durumdadır. Bu tez çalışması kapsamında ilk defa yerli ve ticarileşme potansiyeli yüksek olan opak porselen tozu üretimi gerçekleştirilmiştir. Bu tez çalışması sırasında üretilen opak porselen diş tozlarının piyasada yer bulması ve mevcut ithal ürünlerle rekabet edebilecek düzeye gelmesi halinde ülke ekonomisine önemli ölçüde katkı sağlayacağı öngörülmektedir. Ayrıca, yerli bir üretim olmasından dolayı, dışa bağımlılığın önüne geçilmesi ve kullanıcılara ekonomik avantaj sunması açısından da bu tez çalışmasının çıktıları önemlidir.

### *Öneriler*

Bu yüksek lisans tez çalışmasında dental uygulamalar için metal destekli porselen gruplarından biri olan opak porselen toz üretimi ve karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. Bundan sonra devam edecek çalışmalarda elde edilen temel üzerine bu opak porselen katman için daha detaylı çalışmaların yapılması uygun olacaktır. Örneğin;

Beyaz opak porselen diş tozunun testlerinde ve metal üzerine uygulamalarında diş teknisyenleri tarafından rutin olarak kullanılan bir ısıl rejim kullanılarak tüm denemeler gerçekleştirilmiştir. Yapılacak sonraki çalışmalarda bu ısıl rejimin optimizasyonu üzerine çalışmalar devam ettirilebilir.

Opak porselen tozunun fırınlama sürecinde metal üzerine tutunmasını daha iyi anlamak için uygun metal altlıklar hazırlanıp, bu altlıklar üzerine kaplanmış porselen

katmanların tutunmasını ve dayanımını ölçmek için mekanik test yöntemlerinden kazıma ve aşınma testi yapılabilir.

Ayrıca; opak porselen tozun metal üzerine uygulanması sırasında uygun bir likit ile kıvamlı bir krem haline getirilip direkt kullanıma hazır hale gelmiş bir ürün elde edilmesi de bundan sonra geliştirilmesi planlanan önemli çalışmalardan biri olacaktır.



## KAYNAKLAR

- Akın, E. (1983). *Diş hekimliğinde porselen*. Doktora Tezi, İstanbul Üniversitesi, İstanbul.
- Aydın, A. (2007). *Düşük ergime sıcaklıklı tam dental porselen üretimi*. Yüksek Lisans Tezi, Afyon Kocatepe Üniversitesi, Afyon.
- ASTM C1327-03. (2003). *Standard Test Method for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics*, ASTM International, West Conshohocken, PA.
- Bulduk, İ. (2003). *Diş porseleni üretimi ve karakterizasyonu çalışmaları*. Doktora Tezi, Sakarya Üniversitesi, Sakarya.
- Combe, E.C. (1975). *Notes on dental materials*. (2. Baskı). New York: Edinburgh Longman Group Limited.
- Çelik, Ö. (2010). *Tüm seramik kronlar*. Bitirme Tezi, Ege Üniversitesi, İzmir.
- Dinçer, C. ve Nalbant, L. (1988). Metal destekli dental porselenler. *Gazi Üniversitesi Diş Hekimliği Dergisi*, 2, 231 – 246.
- Ferro 3110* (b.t). 5 Haziran 2016, [https://digitalfire.com/4sight/material/ferro\\_frit\\_3110\\_349.html](https://digitalfire.com/4sight/material/ferro_frit_3110_349.html).
- Ferro 3249* (b.t). 5 Haziran 2016, [https://digitalfire.com/4sight/material/ferro\\_frit\\_3249\\_369.html](https://digitalfire.com/4sight/material/ferro_frit_3249_369.html).
- Hahn, C. ve Teuchert, K. (1980). Importance of the glass ceramic system K<sub>2</sub>O-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> in dental porcelain. *Berichte der Deutschen Keramischen Gesellschaft*, 57, 208—214.

Hashimoto, S. ve Yamaguchi, A. (2000). Synthesis of needlelike leucite crystals using potassium sulfate flux. *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 108 (1260), 710-713.

*Kaç çeşit protez vardır?* (b.t). 21 Haziran 2016, <http://www.medicinet.com/hizmetlerimiz/estetik-ve-protetik-dis-hekimligi/hareketli-protezler>.

Kaya, G. (2008). *Metal desteksiz diş porseleni üretimi ve karakterizasyonu*. Doktora Tezi, Anadolu Üniversitesi, Eskişehir.

Kartal, A. (1988). *Sır ve sırlama tekniği*, Ankara: Çizgi Matbaacılık.

Kelly, J.R., Nishimura, I. ve Campbell, S.D. (1996). Ceramics in dentistry: Historical roots and current perspectives. *Journal of Prosthet Dentistry* 75(1) 18-32.

Kumar, P. H., Srivastava, A., Kumar, V., Singh, H., Sharma, S., Kumar, P., ve diğer.(2015). Role of CaF<sub>2</sub> on mechanochemically synthesized leucite as dental veneering glass ceramics. *Advances in Applied Ceramics*, 114(2), 107-113.

Moffa, J.P., Lugassy, A.A., Guckes, A.D. ve Gettleman, L. (1973). An evaluation of nonprecious alloys for use with porcelain veneers (Part I). *Physical Properties*, *Journal of Prosthet Dentistry* 30 (4), 424-431.

Mrazova, M. ve Klouzkova, A. (2009). Leucite porcelain fused to metals for dental restoration. *Ceramics-Silikaty*, 53(3), 225-30.

Novotna, M., Klouzkova, A., Maixner, J. ve Satava, V. (2005). Preparation of leucite powders with controlled particle size distribution. *Ceramics-Silikaty*, 49(4), 252-258.

Peyton, F.A. ve Craig, R.G. (1971). Restorative dental materials (4. Baskı)., St. Louis: The C.V. Mosby Company.

*Protez çeşitleri, doğru protez kullanımı* (b.t). 21 Haziran 2016, <http://beykozadsm.gov.tr/HastaneIcerik.aspx?p=83bbe9f9-5a70-4da3-a216-391574c0cb5f>.

*Sabit protezler*, (b.t). 21 Haziran 2016, <http://dis.kku.edu.tr/protez.html>.

Satava, V., Kloužková, A., Ležal, D. ve Novotná, M. (2002). Leucite porcelain. *Ceramics–Silikáty*, 46(1), 37-40.

Sheu, T. S., O'Brien, W. J., Rasmussen, S. T. ve Tien, T. Y. (1994). Mechanical properties and thermal expansion behaviour in leucite containing materials. *Journal of Materials Science*, 29 (1), 125-128.

Skinner, E.W. ve Phillips, R.W. (1967). *The science of dental materials* (6. Baskı) London: Illustrated W.B. Saunders Co.

Zhang, Y., Qu, C., Wu, J., Lu, M., Rao, P. ve Liu, X. (2008). Synthesis of leucite from potash feldspar. *Journal of Wuhan University of Technology-Materials Science Edition*, 23 (4), 452.

Zhang, Y., Wu, J., Rao, P. ve Lu, M. (2006). Low temperature synthesis of high purity leucite. *Materials Letters*, 60(23), 2819.

Weinstein, M., Weinstein, A.B. ve Weinstein, L.K. (1962). *Porcelain covered metal-reinforced teht* US Patent No. 3,052,983.