

RENKLİ ZİRKONYA DİŐ BLOKLARININ

ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Büşra GÜNHAN

Yüksek Lisans Tezi

Seramik Mühendisliđi Anabilim Dalı

Mayıs – 2014

RENKLİ ZİRKONYA DİŐ BLOKLARININ ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Büşra GÜNHAN

Dumlupınar Üniversitesi
Lisansüstü Eğitim Öğretim ve Sınav Yönetmeliđi Uyarınca
Fen Bilimleri Enstitüsü Seramik Mühendisliđi Anabilim Dalında
YÜKSEK LİSANS TEZİ
Olarak Hazırlanmıştır.

Danışman : Doç. Dr. Güray KAYA

Mayıs - 2014

KABUL ve ONAY SAYFASI

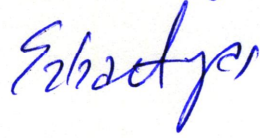
Büşra GÜNHAN'ın YÜKSEK LİSANS tezi olarak hazırladığı “RENKLİ ZİRKONYA DİŞ BLOKLARININ ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU” başlıklı bu çalışma, jürimizce Dumlupınar Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Öğretim ve Sınav Yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek kabul edilmiştir.

13/05/2014

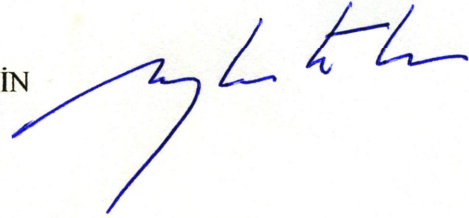
Üye Doç. Dr Güray KAYA (Danışman)



Üye Yrd. Doç. Dr Erhan AYAS



Üye Yrd. Doç. Dr Rasim CEYLANTEKİN



Fen Bilimleri Enstitüsün Yönetim Kurulu'nun/...../2014 gün ve sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Prof. Dr. Hasan GÖÇMEZ

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	vii
SUMMARY	viii
TEŞEKKÜR	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ	x
ÇİZELGELER DİZİNİ	xiv
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	xvi
1. GİRİŞ VE AMAÇ	1
2. DENTAL PROTEZLER.....	3
2.1. Dental Protezlerin Tarihçesi.....	3
2.2. Hareketli Protezler.....	7
2.3. Sabit Protezler	8
2.3.1. Metal destekli protezler.....	8
2.3.2. Metal desteksiz (Tam seramik) protezler	10
3. ZİRKONYA.....	14
3.1. Tarihçesi.....	23
3.2. Mekanik Özellikler	23
3.3. Dental Malzeme Olarak Kullanımı	24
3.3.1. 3Y-TZP.....	25
3.3.2. Cam emdirilmiş ZTA	26
3.3.3. Mg ile yarı kararlı hale getirilmiş zirkonya	27
3.4. Biyouyumluluk.....	27
4. ZİRKONYA DESTEK SİSTEMLERİNİN ÜRETİMİ.....	29
4.1. Zirkonya Destek Sistemlerinin Renklendirilmesi	29
4.1.1. Renk olgusu.....	31
4.1.2. Diş rengi ve dişçilikte renk seçimi.....	31
5. LİTERATÜR ÖZETİ	37
6. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	39
6.1. Mevcut Ticari Ürünlerin Karakterizasyonu	39

İÇİNDEKİLER (devam)

	<u>Sayfa</u>
6.2. Numunelerin Hazırlanması	39
6.2.1. Kullanılan hammaddeler	39
6.2.2. Şekillendirme	39
6.2.3. Ön sinterleme	40
6.2.4. Sinterleme	40
6.3. Uygulanan Testler ve Analizler	40
6.3.1. Kimyasal analiz	40
6.3.2. Faz analizi	41
6.3.3. Mikro yapı analizi	41
6.3.4. Mikro sertlik testi	42
6.3.5. Pişme küçülmesi	44
6.3.6. TG/DTA analizi	44
6.3.7. Yoğunluk testi	45
6.3.8. Üç nokta eğme testi	45
6.3.9. Renk analizi	46
7. SONUÇLAR VE DEĞERLENDİRMELER	47
7.1. Ticari Ürünlere Ait Sonuçlar ve Değerlendirmeler	47
7.1.1. Kimyasal analiz sonuçları	47
7.1.2. XRD analizi sonuçları	47
7.1.3. Mikroyapı analizi	52
7.1.4. Mikro sertlik sonuçları	59
7.1.5. Yoğunluk sonuçları	60
7.1.6. Renk analizi sonuçları	61
7.2. Zirkonya Tozlarına Ait Sonuçlar ve Değerlendirmeler	61
7.2.1. Kimyasal analiz sonuçları	61
7.2.2. XRD analizi sonuçları	62
7.2.3. SEM analizi sonuçları	65
7.2.4. TG/DTA analizi sonuçları	70
7.3. Ön Sinterlenmiş Numunelere Ait Sonuçlar ve Değerlendirmeler	73
7.3.1. XRD analizi sonuçları	73
7.3.2. Mikro sertlik analizi sonuçları	90
7.3.3. Yoğunluk sonuçları	93
7.3.4. Pişme küçülmesi sonuçları	94
7.4. Tamamen Sinterlenmiş Numunelere Ait Sonuçlar ve Değerlendirmeler	96
7.4.1. XRD analizi sonuçları	96
7.4.2. Mikrosertlik sonuçları	99
7.4.3. Yoğunluk sonuçları	103
7.4.4. Pişme küçülmesi sonuçları	104
7.4.5. Renk analizi sonuçları	106
7.4.6. Üç nokta eğme testi sonuçları	108
7.4.7. SEM analizi sonuçları	109

İÇİNDEKİLER (devam)

	<u>Sayfa</u>
7.5. Genel Değerlendirmeler.....	113
KAYNAKLAR DİZİNİ.....	117

RENKLİ ZİRKONYA DIŞ BLOKLARININ ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Büşra GÜNHAN

Seramik Mühendisliği Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, 2014

Tez Danışmanı: Doç. Dr. Güray KAYA

ÖZET

Yakın geçmişte metal destekli protez malzemelerine olan ilginin azalmasıyla ön plana çıkan zirkonya (3Y-TZP) destek sistemleri, üstün mekanik özellikleri ve mükemmel biyolojik uyumluluğunun yanı sıra beyaz renge ve tatminkar ışık geçirgenliği özelliklerine sahip olmaları nedeniyle günümüzde oldukça yaygın bir kullanıma sahiptir. Zirkonya blokların diş formunda işlenmesi sonucu elde edilen destekler hastanın diş rengi ile uyumlu olması ve yüksek estetik beklentileri karşılması amacıyla çeşitli renklendirme solüsyonları yardımıyla renklendirilmektedir. Bu renklendirme işlemi, zaman kaybı ve ekstra maliyete neden olmakta ve malzemenin mekanik özelliklerini olumsuz yönde etkileyerek protezin hasta ağızındaki ömrünü kısaltmaktadır.

Bu çalışmada, söz konusu olumsuzları elimine edecek, malzemenin beklenen performansından ödün vermeden arzu edilen estetik sonuçlara ulaşılmasını kolaylaştıracak *kendinden renkli* zirkonya desteklerin üretimi ve karakterizasyonu, ISO 6872, *Dental Ceramics* standartları doğrultusunda gerçekleştirilmiştir.

Anahtar Kelimeler: renkli zirkonya blok, 3Y-TZP, zirkonya destek, karakterizasyon.

THE PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF DENTAL COLORED ZIRCONIA BLOCKS

Büşra GÜNHAN

Ceramics Engineering, M.S. Thesis, 2014

Thesis Supervisor: Assoc. Prof. Güray KAYA

SUMMARY

Zirconia (3Y-TZP) frameworks that distinguished and came to the forefront due to the decreased interest on metal-based prostheses materials recently, have a very common usage with superior mechanical properties and excellent biological compatibility, as well as being white and having satisfactory light transmissions nowadays. Zirconia frameworks that are obtained as a result of being proceed from zirconia blocks into the form of teeth , are colored with various coloring solutions to be compatible with patient's teeth colors as well as aiming to meet patient's high aesthetic requirements. This coloring process, causes loss of time, extra costs and shortens prosthese's life by affecting material's mechanical properties negatively.

During this study, the production and characterization of self-colored zirconia frameworks that aimed to eliminate the negativity mentioned above in the paragraph and simplify reaching to the desired aesthetic results without compromising on expected performance of material, have been performed in accordance with ISO 6872, *Dental Ceramics Standards*.

Keywords: colored zirconia block, 3Y-TZP, zirconia framework, characterization,

This thesis is supported by Ministry of Science, Industry and Technology within the Project of Industry Thesis (SAN-TEZ). Project Code: 01363.STZ.2012-1.

TEŞEKKÜR

Çalışmalarım sırasında bilgi ve birikimiyle bana daima yol gösteren, yardımını, deneyimini ve desteğini esirgemeyen, lisans ve lisansüstü eğitim hayatım boyunca öğrencisi olmaktan gurur duyduğum değerli hocam ve danışmanım Doç. Dr. GÜRAY KAYA'ya; tez çalışmam süresince bana sabırla yol gösteren; tüm yoğunluğuna rağmen değerli vaktini esirgemeyen ve bu güzel ortamda çalışmama imkân sağlayan, bilgi ve tecrübelerinden yararlandığım sayın hocam Yrd. Doç. Dr. ERHAN AYAS'a; teorik ve pratik bilgilerinden yararlandığım, beni her zaman motive eden değerli arkadaşım MERVE GEÇGİN'e; Anadolu Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü ve Seramik Araştırma Merkezi (SAM) personeline; SERAMDENT Diş Seramikeri ve Nanomalzemeler San. Tic. Ltd. Şti. çalışanlarına; Özel Dere Diş Protez Laboratuvarı sahibi Sn. SAVAŞ DERE ve çalışanlarına teşekkürlerimi sunarım.

Son olarak, hayatımın her aşamasında varlıklarını yanımda hissettiğim, karakter ve meslek sahibi olmamda bana sonsuz destek olan, en iyi şekilde yetişmemde büyük emekler harcayan AİLEME sonsuz teşekkürler...

Büşra GÜNHAN

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Sekil</u>	<u>Sayfa</u>
2.1. George Washington için John Greenwood tarafından hazırlanan takma diş örneği	4
2.2. Hareketli protez örnekleri	7
2.3. Kron (a) ve köprü (b) uygulamaları	8
2.4. Metal destekli sabit diş protezlerinde kullanılan metal destek	9
2.5. Seramik destek kullanılarak yapılan metal desteksiz (a) ve metal destekli (b) köprü uygulamasının ışık altındaki görüntüleri	10
3.1. Zirkonyum mineralleri: a) Baddeleyit (ZrO_2), b) Zirkon ($ZrSiO_4$)	14
3.2. Zirkonya polimorflarının kristal yapıları	15
3.3. Isıl döngü süresince gözlenen faz dönüşümleri	15
3.4. ZrO_2 - Y_2O_3 Faz Diyagramı	17
3.5. Y-TZP’de Y_2O_3 miktarına bağlı olarak gelişen tetragonal faz dağılımları	18
3.6. Tetragonal-monoklinik faz dönüşümünün zirkonya tanelerin etrafında oluşturduğu mikro çatlaklar	19
3.7. Gerilim artırımıyla dönüşüm toklaştırması mekanizmasının şematik gösterimi	19
3.8. Zirkonyanın düşük sıcaklıkta bozunmasının şematik gösterimi	22
3.9. Dental uygulamalarda kullanılan 3Y-TZP’nin SEM görüntüsü	26
3.10. In-Ceram® Zirconia® (Vident™, Brea, CA)’nın SEM görüntüsü	26
4.1. Zirkonya desteğin renklendirilmesi	30
4.2. Elektromanyetik spektrum	31
4.3. Dişin yapısı	33
4.4. Ton: mavi, yeşil, kırmızı ve sarı (a), kırmızı tonun canlılığı (b) ve (a)’da gösterilen ışık şiddetinin ya da ton canlılıklarının parlaklığı (c)	34
4.5. Munsell renk sistemi	35
4.6. CIE $L^*a^*b^*$ renk sistemi şematik gösterimi	35
6.1. Peletlerin hazırlanmasında kullanılan kalıp ve üretilen peletler	39
6.2. Vickers mikro sertlik testinde oluşan ize ait köşegen uzunluklarının gösterimi	42
6.3. Kırılma tokluğunda çatlak boylarının ve köşegen uzunluklarının ölçümü	43
6.4. TG/DTA cihazında numune taşıyıcı kefeye krozelere yerleştirilmesi	44
6.5. Üç nokta eğme testi şematik gösterimi	45
7.1. Ceramtec CT3 ürününe ait XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO_2)	48
7.2. Ceramtec CT5 ürününe ait XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO_2)	48
7.3. Ceramtec CT7 ürününe ait XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO_2)	49
7.4. Ceramill ürününe ait XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO_2)	49

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

<u>Sekil</u>	<u>Sayfa</u>
7.5. Metoxit Transparan ürününe ait XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO ₂).....	50
7.6. Sinterlenmiş Ceramtec CT3 ürününe ait XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO ₂).50	50
7.7. Sinterlenmiş Ceramtec CT5 ürününe ait XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO ₂).51	51
7.8. Sinterlenmiş Ceramtec CT7 ürününe ait XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO ₂).51	51
7.9. Sinterlenmiş Ceramill ürününe ait XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO ₂).....	52
7.10. Sinterlenmiş Metoxit Transparan ürününe ait XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO ₂).....	52
7.11. Ceramtec CT3 bloğa ait SEM görüntüsü.....	53
7.12. Ceramtec CT5 bloğa ait SEM görüntüsü.....	53
7.13. Ceramtec CT7 bloğuna ait SEM görüntüsü.....	54
7.14. Ceramill bloğuna ait SEM görüntüsü.....	54
7.15. Metoxit Transparan bloğuna ait SEM görüntüsü.....	55
7.16. Ceramtec CT3 bloğundan üretilen sinterlenmiş desteğin SEM görüntüsü.....	55
7.17. Ceramtec CT5 bloğundan üretilen sinterlenmiş desteğin SEM görüntüsü.....	56
7.18. Ceramtec CT7 bloğundan üretilen sinterlenmiş desteğin SEM görüntüsü.....	56
7.19. Ceramill bloğundan üretilen sinterlenmiş desteğin SEM görüntüsü.....	57
7.20. Metoxit Transparan bloğundan üretilen sinterlenmiş desteğin SEM görüntüsü.....	57
7.21. Mevcut ticari bloklardan üretilen desteklerin SEM görüntülerinin karşılaştırılması.....	58
7.22. TZP-1 tozuna ait XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO ₂).....	63
7.23. TZP-2 tozuna ait XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO ₂).....	63
7.24. TZP-3 tozuna ait XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO ₂).....	64
7.25. TZP-R tozuna ait XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO ₂).....	64
7.26. TZP-1 tozuna ait farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüleri.....	66
7.27. TZP-2 tozuna ait farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüleri.....	67
7.28. TZP-3 tozuna ait farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüleri.....	68
7.29. TZP-4 tozuna ait farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüleri.....	69
7.30. TZP-1 (a), TZP-2 (b), TZP-3 (c) ve TZP-R (d) tozlarının aynı büyütmedeki SEM görüntüleri.....	70
7.31. TZP-1 tozunun TG/DTA analiz sonucu.....	71

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

<u>Sekil</u>	<u>Sayfa</u>
7.32. TZP-2 tozunun TG/DTA analiz sonucu	71
7.33. TZP-3 tozunun TG/DTA analiz sonucu	72
7.34. TZP-4 tozunun TG/DTA analiz sonucu	72
7.35. ÖS-1 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-1 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni	73
7.36. ÖS-1 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-1 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni	74
7.37. ÖS-1 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-2 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni	74
7.38. ÖS-1 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-2 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni	75
7.39. ÖS-1 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-3 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni	75
7.40. ÖS-1 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-3 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni	76
7.41. ÖS-1 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-1 R100 kompozisyonuna ait XRD deseni	76
7.42. ÖS-2 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-1 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni	77
7.43. ÖS-2 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-1 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni	77
7.44. ÖS-2 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-2 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni	78
7.45. ÖS-2 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-2 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni	78
7.46. ÖS-2 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-3 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni	79
7.47. ÖS-2 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-3 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni	79
7.48. ÖS-2 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-1 R100 kompozisyonuna ait XRD deseni	80
7.49. ÖS-3 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-1 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni	80
7.50. ÖS-3 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-1 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni	81
7.51. ÖS-3 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-2 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni	81
7.52. ÖS-3 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-2 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni	82
7.53. ÖS-3 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-3 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni	82
7.54. ÖS-3 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-3 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni	83
7.55. ÖS-3 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-1 R100 kompozisyonuna ait XRD deseni	83
7.56. ÖS-4 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-1 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni	84
7.57. ÖS-4 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-1 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni	84
7.58. ÖS-4 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-2 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni	85
7.59. ÖS-4 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-2 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni	85
7.60. ÖS-4 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-3 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni	86
7.61. ÖS-4 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-3 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni	86
7.62. ÖS-4 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-1 R100 kompozisyonuna ait XRD deseni	87
7.63. ÖS-5 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-1 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni	87

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

<u>Sekil</u>	<u>Sayfa</u>
7.64. ÖS-5 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-1 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni.....	88
7.65. ÖS-5 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-2 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni.....	88
7.66. ÖS-5 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-2 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni.....	89
7.67. ÖS-5 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-3 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni.....	89
7.68. ÖS-5 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-3 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni.....	90
7.69. ÖS-5 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-1 R100 kompozisyonuna ait XRD deseni.....	90
7.70. 1500°C'de sinterlenmiş TZP-1 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni.....	96
7.71. 1500°C'de sinterlenmiş TZP-1 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni.....	97
7.72. 1500°C'de sinterlenmiş TZP-2 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni.....	97
7.73. 1500°C'de sinterlenmiş TZP-2 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni.....	98
7.74. 1500°C'de sinterlenmiş TZP-3 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni.....	98
7.75. 1500°C'de sinterlenmiş TZP-3 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni.....	99
7.76. 1500°C'de sinterlenmiş TZP-1 R100 kompozisyonuna ait XRD deseni.....	99
7.77. Nihai sinterlenmiş peletlerin fotoğrafı.....	108
7.78. Nihai sinterlenmiş TZP-1 R0 kompozisyonuna ait SEM görüntüsü.....	109
7.79. Nihai sinterlenmiş TZP-1 R50 kompozisyonuna ait SEM görüntüsü.....	109
7.80. Nihai sinterlenmiş TZP-2 R0 kompozisyonuna ait SEM görüntüsü.....	110
7.81. Nihai sinterlenmiş TZP-2 R50 kompozisyonuna ait SEM görüntüsü.....	110
7.82. Nihai sinterlenmiş TZP-3 R0 kompozisyonuna ait SEM görüntüsü.....	111
7.83. Nihai sinterlenmiş TZP-3 R50 kompozisyonuna ait SEM görüntüsü.....	111
7.84. Nihai sinterlenmiş TZP-1 R100 kompozisyonuna ait SEM görüntüsü.....	112
7.85. Renksiz kompozisyonlara ait aynı büyütmedeki SEM görüntüleri.....	112
7.86. Renkli kompozisyonlara ait aynı büyümedeki SEM görüntüleri.....	113
7.87. Üretilen renkli zirkonya desteklere ait renk skalası.....	114
7.88. Zirkonya blok üretimine ait akış şeması.....	115
7.89. Tez çalışmasında üretilen renkli kompozisyonlara ait ürün görüntüleri.....	116

ÇİZELGELER DİZİNİ

<u>Çizelge</u>	<u>Sayfa</u>
2.1. Dental protezlerin (dental porselenlerin) sınıflandırılması	3
2.2. Dental seramiklerin kristal fazlarına ve üretim yöntemlerine göre sınıflandırılması	12
3.1. Y-TZP'nin kimyasal kompozisyonu, fiziksel, mekanik ve termal özellikleri	20
3.2. Çeşitli sabit protez malzemelerinin mekanik özellikleri	24
3.3. Metal desteksiz protez malzemeleri ve ilgili protez malzemelerinde gözlenen doku cevapları	28
6.1. 1500 °C'de sinterleme programı	40
6.2. Ticari bloklardan elde edilen numunelerin parlatılmasında kullanılan program.	41
7.1. Ticari ürünlerin oksit bileşimleri	47
7.2. Ön sinterlenmiş ticari ürünlerden elde edilen mikro sertlik değerleri	59
7.3. Tamamen sinterlenmiş ticari ürünlerden elde edilen mikro sertlik değerleri.	59
7.4. Tamamen sinterlenmiş ticari ürünlerin kırılma tokluğu değerleri	60
7.5. Ticari ürünlere ait ham yoğunluk değerleri.....	60
7.6. Ticari ürünlere ait yoğunluk değerleri	61
7.7. Ticari ürünlere ait renk analizi sonuçları	61
7.8. Tozlara ait oksit bileşimleri.....	62
7.9. TZP-1 tozunun farklı kompozisyonlarından üretilen peletlere ait mikro sertlik değerleri ...	91
7.10. TZP-2 tozunun farklı kompozisyonlarından üretilen peletlere ait mikro sertlik değerleri .	92
7.11. TZP-3 tozunun farklı kompozisyonlarından üretilen peletlere ait mikro sertlik değerleri..	92
7.12. TZP-1 tozunun farklı kompozisyonlarından üretilen peletlere ait ham yoğunluk değerleri	93
7.13. TZP-2 tozunun farklı kompozisyonlarından üretilen peletlere ait ham yoğunluk değerleri	93
7.14. TZP-3 tozunun farklı kompozisyonlarından üretilen peletlere ait ham yoğunluk değerleri	94
7.15. TZP-1 tozunun farklı kompozisyonlarına ait küçülme değerleri	94
7.16. TZP-2 tozunun farklı kompozisyonlarına ait küçülme değerleri	95
7.17. TZP-3 tozunun farklı kompozisyonlarına ait küçülme değerleri	95
7.18. TZP-1 tozunun nihai sinterlenmesiyle elde edilen peletlerin mikro sertlik değerleri.....	100
7.19. TZP-2 tozunun nihai sinterlenmesiyle elde edilen peletlerin mikro sertlik değerleri.....	100
7.20. TZP-3 tozunun nihai sinterlenmesiyle elde edilen peletlerin mikro sertlik değerleri.....	101
7.21. TZP-1 tozundan üretilen nihai sinterlenmiş peletlerin kırılma tokluğu değerleri	102

ÇİZELGELER DİZİNİ (devam)

<u>Çizelge</u>	<u>Sayfa</u>
7.22. TZP-2 tozundan üretilen nihai sinterlenmiş peletlerin kırılma tokluğu değerleri	102
7.23. TZP-3 tozundan üretilen nihai sinterlenmiş peletlerin kırılma tokluğu değerleri	103
7.24. TZP-1 tozundan üretilen nihai sinterlenmiş peletlerin yoğunluk değerleri	103
7.25. TZP-2 tozundan üretilen nihai sinterlenmiş peletlerin yoğunluk değerleri	104
7.26. TZP-3 tozundan üretilen nihai sinterlenmiş peletlerin yoğunluk değerleri	104
7.27. TZP-1 tozundan üretilen nihai sinterlenmiş peletlere ait küçülme değerleri	105
7.28. TZP-2 tozundan üretilen nihai sinterlenmiş peletlere ait küçülme değerleri	105
7.29. TZP-3 tozundan üretilen nihai sinterlenmiş peletlere ait küçülme değerleri.	106
7.30. TZP-1 tozundan üretilen peletlere ait renk analizi sonuçları	107
7.31. TZP-2 tozundan üretilen peletlere ait renk analizi sonuçları	107
7.32. TZP-3 tozundan üretilen peletlere ait renk analizi sonuçları	107
7.33. Nihai sinterlenmiş numunelere ait eğme testi sonuçları	108

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ**Simgeler**

nm	Nanometre
μm	Mikrometre
$^{\circ}\text{C}$	Santigrat derece
$^{\circ}\text{K}$	Kelvin derece
MPa	Mega paskal
K_{IC}	Kırılma tokluğu
HV1	Vickers Sertliği (uygulanan yük: 1 kg)
HV10	Vickers sertliği (uygulanan yük: 10 kg)

Kısaltmalar**Açıklama**

FPDs	Fixed Partial Dentures
IUPAC	International Union of Pure and Applied Chemistry
CIE	Comission Internationale D'Eclairage

1. GİRİŞ VE AMAÇ

Eski çağlardan günümüze uzanan seramik esaslı malzemeler, geleneksel uygulamalardan ileri teknoloji ürünlere kadar farklı ihtiyaçlara hitap edebilen geniş bir kullanım alanına sahiptir. Bu durumun gelişmesinde seramiğin ampirik karakterde bir sanat olduğu görüşünden uzaklaşarak, seramik teknolojisi hakkındaki bilgi birikiminin artması etkili olmuştur (Geçkinli, 1991).

Yakın geçmişte ilk olarak 1969 yılında L.L Hench ve arkadaşlarının, çeşitli cam ve seramiklerin kemik ile bağlanma gerçekleştirebileceğinden yola çıkarak ilgili materyalleri insan vücudunda kullanması ile seramik malzemelerin biyomalzeme olarak kullanılabilme potansiyeli düşünülmüş ve akabinde gerçekleştirilen birçok çalışma neticesinde vücutta zarar gören veya işlevini yitiren parçaların tamiri, yeniden yapılandırılması yahut yerini alması amacıyla birçok seramik malzeme kullanılmaya başlanmıştır. Günümüzde ise diş protezlerinin üretiminde sıklıkla seramik malzemeler tercih edilmekte, metal destekli protezlere olan ilgi azalmaktadır. Metal destekli protezlere ilginin azalmasındaki en önemli etkenler,

- Metal kaidenin porselen tabakasından yansıması sonucu doğal diş görünümünden uzaklaşılması ve istenilen estetik sonucun elde edilememesi,
- Bazı hastaların metale alerjisi olması,
- Metal kaidenin uygulanabilmesi için dişlerin fazlaca kesilmesi neticesinde diş sinirlerine yaklaşılması ve bu durumun bazı dişlerde kanal tedavisi gerektirmesi,
- Metal kaideye yakın bölgelerde diş eti çekilmesi,

şeklinde sıralanabilir (Kaya, 2008).

Metal desteksiz protezlerin üretiminde tercih edilen zirkonya üstün mekanik özelliklere ve mükemmel biyouyumluluğa sahiptir. Ayrıca renginin beyaz oluşu istenilen estetik sonuçlara ulaşılmasını kolaylaştırmaktadır.

Dişin doğal rengi kişiden kişiye farklılık göstermekle birlikte, metal desteksiz protez uygulamalarında hastanın diş rengine uygun bir protez elde etmek amacıyla destek solüsyonla (renk sıvısı) renklendirilmekte, ilgili durum zaman ve maliyet kaybına neden olmakta, renklendirme sıvısı bazı durumlarda malzemenin mekanik özelliklerini olumsuz yönde etkilemektedir. Bu açıdan değerlendirildiğinde söz konusu çalışmada, nanoboyutlu renklendirici oksit içeren kendinden renkli zirkonya diş bloklarının geliştirilmesi ve bu yolla zirkonya

desteklerin renklendirilmesinde kullanılan renk solüsyonlarının yaratmış olduđu çeşitli problemlerin ortadan kaldırılması amaçlanmıştır. Ayrıca kullanılan renklendirici bileşen oranlarının ürünün nihai rengine, sinterleme davranışına, yoğunluđuna, sertliğine, faz dönüşümüne, mikro yapısına ve mekanik özelliklerine etkilerinin detaylı olarak incelenmesi ve yeterli araştırma bulunmayan bu alanda ulusal ve uluslararası literatüre önemli verilerin sağlanması da bu çalışmada amaçlanan diđer hedefler arasındadır.

Ülkemizde kısıtlı üretimin bulunduđu bu alanda geliştirilecek yeni ürün ile Türkiye ekonomisine önemli katkıların yapılması ve ilgili alanda ülkemizin kendi kendine yetebilecek kapasiteye ulaşarak uluslararası kuruluşlar ile rekabet edebilme potansiyeline kavuşması hedeflenmiştir.

2. DENTAL PROTEZLER

Vücudun kayba uğrayan herhangi bir parçasının tamiri, yeniden yapılandırılması yahut yerini alması amacıyla tasarlanan malzemeler protez olarak tanımlanmaktadır. Dental protez ise ağızdaki diş kaybı için kullanılan materyalleri kapsamaktadır. Genel olarak hareketli ve sabit protezler olmak üzere iki başlık altında incelenen dental protezler Çizelge 2.1’de üretim yöntemleri ve içerdikleri seramik malzemenin ihtiva ettiği kristal fazlar baz alınarak sınıflandırılmıştır.

Çizelge 2.1. Dental protezlerin (dental porselenlerin) sınıflandırılması (Denry, vd., 2010).

	Üretim Yöntemleri	Kristal Fazlar
Metal Destekli Sistemler	Sinterleme	Lüsit
	Metal üzerinde sıcak presleme	Lüsit, Lüsit & Fluorapatit
Metal Desteksiz (Tam Seramik) Sistemler	Sinterleme	Lüsit
	Sıcak presleme	Lüsit, lityum disilikat
	Kuru presleme ve sinterleme	Alümina
	Slip döküm & cam emdirme	Alümina, spinel, alümina-zirkonya (12 Ce-TZP)
	Yumuşak işleme & cam emdirme	Alümina, alümina-zirkonya (12 Ce-TZP)
	Yumuşak işleme & sinterleme	Alümina, zirkonya (3Y-TZP)
	Yumuşak işleme, sinterleme & sıcak presleme	Zirkonya/fluorapatit-lüsit cam seramik
	Sert işleme	Sanidin, lüsit
	Sert işleme & ısı işlem	Lityum disilikat

2.1. Dental Protezlerin Tarihçesi

Diş, çoğu kültürde yüzyıllardır sağlık, gençlik, güzellik ve asalet göstergesi olarak yüzün ayrılmaz bir parçası olarak kabul edilmiştir. Diş kaybının gösteriş, moda, mistik ya da dinsel inanışların temsilcisi olarak kabul edildiği durumların haricinde genel olarak fiziksel ve fonksiyonel problemlerin yanı sıra psikolojik ve sosyal rahatsızlıkları da beraberinde getireceği kabul gören bir gerçekliktir (Kelly, vd., 1996; Kaya, 2008).

Dental teknoloji, MÖ 700’lerin başında Etrurya (Etruria)’da ve MÖ birinci yüzyılda Roma’da mevcut olmasına rağmen 18. yüzyıla kadar bu alanda önemli bir gelişme

kaydedilmemiştir. 18. yy.da yapay diş olarak öncelikle başka bir donörden alınan gerçek diş kullanılmış, bunu insan dişinin şekline ve boyutuna uygun hale getirilmiş hayvan dişleri, fildişi ve son olarak da porselen diş kullanımı takip etmiştir. Gerçek insan diş kullanımının lüks olarak değerlendirilmesi ve az bulunur olması yapay diş malzemesi seçiminde alternatif malzemelerin geliştirilmesi zorunluluğunu ön plana çıkarmıştır. Hayvanlardan elde edilen dişler, tükürük içerisindeki korozif ajanlara karşı kararsız bir yapıya sahiptir. Fildişi ve kemik ise porozite içermeleri sebebiyle zaman içerisinde lekelenmektedir. Hipopotamdan elde edilen dişler o zamanlar kullanılan diğer yapay diş malzemelerine kıyasla çok daha iyi sonuçlar elde edilmesini sağlamıştır. John Greenwood adlı dişçinin Amerikan Başkanı George Washington için hazırladığı dört adet takma diş (Şekil 2.1), bu kullanıma örnektir (Kelly, vd., 1996; <http://www.mountvernon.org/educational-resources/encyclopedia/false-teeth>).



Şekil 2.1. George Washington için John Greenwood tarafından hazırlanan takma diş örneği (<http://www.mountvernon.org/educational-resources/encyclopedia/false-teeth>).

Mineral ve porselen protezlerin gündeme gelmesiyle birlikte insandan çekilen dişlerin ve hayvanlardan elde edilen dişlerin yapay diş olarak kullanımı sona ermiş, feldspatik dental porselenlerin kullanımı yaygınlaşmıştır. 1720'lerde Avrupalılar, ince dokulu transparan porselen üretiminde Çin ile yarışacak kadar uzmanlaşmışlardır. Bu porselenlerde kaydedilen iki önemli gelişme, ergitici olarak kireç (CaO) yerine feldspat kullanımı ve yüksek sıcaklıkta pişirimdir. 1774'te Parisli bir eczacı olan Alexis Duchateau, yine Parisli bir dişçi olan Nicholas Dubois de Chemant'ın asistanlığıyla kendi fildişi protezinin yerini alması amacıyla Guerhad Porselen Fabrika'sı için ilk porselen diş protezini başarıyla üretmiştir (Kelly, vd., 1996; Volpato, vd., 2004; Fischer, 2006; Katz, 2007).

1808 yılına gelindiğinde Paris'te Giuseppangelo Fonzi, şekillendirilmiş porselenleri platin bir şerit (braket) içerisine yerleştirdiği ürünü piyasa sunmuştur. Fonzi'nin terro-metalik

bozulmaz özellikte malzeme olarak tanımladığı bu tasarım, prostetik dişçilikte yüksek estetik ve mekanik özelliklerin elde edilmesinde öncü bir çalışma olarak kaydedilmiştir (Kelly, vd., 1996; Kaya, 2008; Toskavul, vd., 2011).

Pierre Fauchard en önemli metni *Le Chirurgien Dentiste*'de feldspatik porselen içermemesine rağmen emayelenmiş metal protezlerin kullanımını dile getirmiştir. Ayrıca 1728 yılında diş ve diş eti dokusunun rengini taklit edebilecek porselenlerin geliştirilmesi için ilk araştırmaları başlatmıştır (Kelly, vd., 1996; Toskavul, vd., 2011).

1838'de Elias Wildman'ın geliştirdiği formülasyonlardan (Volpato, vd., 2010) 1949'daki vakum pişirime uzanan gelişmeler neticesinde dental porselenlerin transparanlığı ve renginde ilerlemeler kaydedilmiştir. 1882 yılında Herbst tarafından geliştirilen cam inleyler, öğütülmüş cam fritin plaster ve asbestten yapılan kalıplarda pişirimi ile üretilmiştir (Kelly, vd., 1996).

Ambless Tess, 1880 yılında ilk diş porseleni fırını tasarlamıştır (Toskavul, vd., 2011). 1885'de Logan tarafından platin post üzerine porselen ergitilerek (ki bu yöntemle üretilen kuronlar Richmond Kron'u olarak isimlendirilmiştir) üretilen kronlar, 79 yıl önce Fonzi tarafından üretilen platin şerit içerisine yerleştirilmiş porselen protezlerden itibaren metal-seramik sistemlere yenilikçi bir yaklaşım getiren ilk çalışma olmuştur. 1886 senesinde Charles H. Land'ın platin yaprakları yüksek derecede ve kontrollü sıcaklık altında gaz fırınlarında muamele ederek birleştirmesi ve oluşan yapıyı destek olarak kullanması, ilk feldspatik porselen inley ve kronları üretilbilir kılmıştır. Nitekim Land bu çalışmayı takiben 1889 yılında porselen ceket kronların patentini almıştır (Kelly, vd., 1996; Fischer, 2006; Katz, 2007; <http://www.dentalaegis.com/cced/2010/05/a-history-of-dental-ceramics>). Tam porselen kuron sistemleri 1900'lerde yaygın bir şekilde kullanılmaya başlanmış, estetik avantajlarına rağmen dental porselenlerde takviye edici faz olarak alüminanın kullanılmasıyla birlikte popülerliğini yitirmiştir. 1950'lerin sonunda Abraham Weinstein tarafından geliştirilen metal üzerine ergitilmiş porselen kuronlar (porcelain-fused to metal / PFM), protez üretilirken gerçekleştirilen soğutma işlemi esnasında yapı içerisinde oluşan mikro çatlakları azaltmayı hedeflemiştir. Metal ve porselen arasındaki bağ, şekillendirme esnasında oluşan stres kaynaklı çatlakların oluşumunu önlemiştir. 1950'lerdeki diğer önemli gelişmelerden biri de Corning Glass Work tarafından piyasaya sürülen Dicor® kron sistemleridir (<http://www.dentalaegis.com/cced/2010/05/a-history-of-dental-ceramics>).

1965'e gelindiğinde metal desteksiz protezler tekrar gündeme gelmiştir. W. McLean ve T.H. Hughes'ın, feldspatik porselen üretimine endüstriyel alüminalı porselen ilavesiyle

geliştirdikleri bu yeni ürün geleneksel porselen ceket kronlardan daha mukavemetli olmasına rağmen yüksek opaklığa sahip olması nedeniyle estetik açıdan sorun teşkil etmiştir (Katz, 2007; <http://www.dentalaegis.com/cced/2010/05/a-history-of-dental-ceramics>).

1980'lerde ise metal desteksiz kron sistemlerine (Cerestore, Coor Biomedical, Lakewood, Colo.) ve dökülebilir cam seramik kron sistemlerine (Dicor, Dentsply/York Division, York, Penn.) geçiş daha iyi estetik sonuçlar alınması kolaylaştırmıştır. 1980'lerin sonunda yüksek lüsit içerikli seramikler Empress® I ve optimal preslenebilir camlar (OPC) ilk preslenebilir seramikler olarak pazarda yerini almıştır. Bu gelişmeleri takiben Vita firması slip döküm yöntemini kullanarak ürettiği In-Ceram®'ı piyasaya sürmüştür (Denry ve Holloway, 2010).

1990'ların ortalarında Nobel Biocare'in CAD/CAM teknolojisiyle üretilen ilk seramik olan Procera® AllCeram desteği piyasaya sürmesiyle birlikte, CAD/CAM teknolojisi metal desteksiz protezlerin (özellikle zirkonya desteklerin) üretiminde yaygın bir şekilde kullanılmaya başlanmıştır. 3M ESPE, Nobel Biocare, Dentsly gibi üreticiler, ön sinterlenmiş 3Y-TZP bloklardan üretilen kron ve köprüleri piyasaya sürerken Everest, KaVo, DC-Zirkon, Precident gibi firmalar ise tamamen sinterlenmiş zirkonya blokları tüketicilerin beğenisine sunmuştur (Ariko, 2003; <http://www.dentalaegis.com/cced/2010/05/a-history-of-dental-ceramics>).

1998'de Ivoclar, ön dişler için tek ya da çok üyeli sistemlerin üretiminde kullanılan lityum disilikat seramik IPS Empress II'yi piyasaya sürerken, Ceramay GmbH & Co'nun Authentic® ismini verdiği ikinci nesil, düşük sıcaklıkta ergiyen, yüksek genleşmeli lüsit camı ile takviye edilmiş seramik malzeme Avrupa pazarlarında boy göstermiştir. Authentic® takip eden yıllarda Microstar firması tarafından Birleşmiş Devletler'de de piyasaya sürülmüştür (<http://www.dentalaegis.com/cced/2010/05/a-history-of-dental-ceramics>; Marquardt, vd., 2006).

2006 yılında lityum disilikat preslenebilir ingot ve kısmen kristallendirilmiş işlenebilir blok (Cerec® ve inLab®) yeniden üretilmiştir (<http://www.dentalaegis.com/cced/2010/05/a-history-of-dental-ceramics>). Günümüzde metal desteksiz protezler, metal-porselen protezlerin yerini almıştır. Bunda şüphesiz metalin biyolojik ortamdaki olumsuz etkileri (diş etinde çekilme oluşturması, bazı hastalarda alerjik reaksiyona sebebiyet vermesi vb.) ve estetik dezavantajları (metal kaidenin porselen tabakasından yansıması) etkili olmuştur. Metal destekli protezlere olan ilginin azalmasında yeni geliştirilen metal desteksiz (tam seramik) protezlerin sağlık ve estetik açıdan üstünlük gibi özelliklerine ek olarak CAD/CAM teknolojisiyle üretimlerinin mümkün hale gelmesi de etkili olmuştur. Bu alandaki çalışmalar devam etmektedir.

2.2. Hareketli Protezler

Hareketli protezler, eksik dişlerin yerini alması amacıyla geliştirilen hasta tarafından takıp çıkarılabilen protezlerdir (Şekil 2.2). Tam (total) ve parsiyel protezler olmak üzere iki farklı başlık altında incelenirler (http://www.dentindent.net/hareketli_protezler.asp).



Şekil 2.2. Hareketli protez örnekleri (http://www.dentindent.net/hareketli_protezler.asp).

Tam (Total) Protezler: Hasta ağzında hiç doğal diş bulunmadığı durumlarda kullanılan, alt ve üst çenedeki kemik dokusu üzerinden destek alan ve akrilikten üretilen protezlerdir.

Parsiyel Protezler: Hasta ağzında doğal dişlerin bir kısmı yokken bir kısmı da korunmuş ise ilgili durumda kullanılan takıp çıkarılabilir özellikteki protezler parsiyel protez olarak tanımlanır.

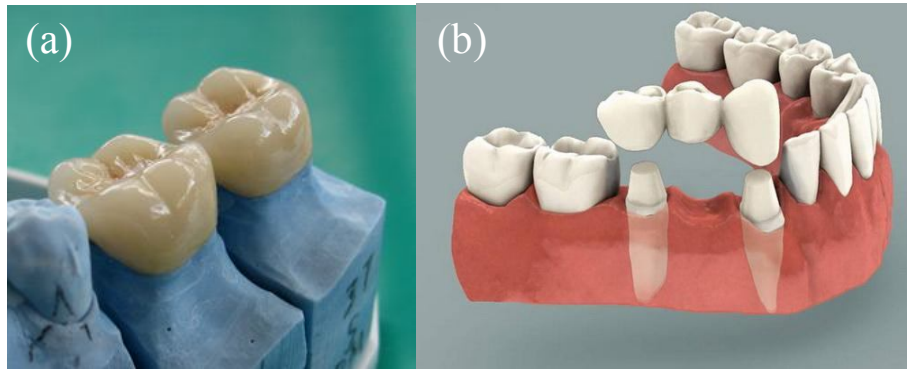
Hastanın ağzında gerekli tüm tedavilerin sonuçlandırılması ile birlikte ağız ölçüsü alınarak hekim onayı doğrultusunda laboratuarda hazırlanan hareketli protezlerde, protezin ağızdaki doğal dişlere tutunabilmesi için kroşe olarak adlandırılan metal kancalar kullanılmaktadır. Metal kancalar estetik açıdan sorun teşkil etmeleri sebebiyle yerini hassas tutucular ve teleskop kronlara bırakmıştır. Bu şekilde metal kancalara takılarak ağız içerisinde biriken yiyecek kalıntılarından kaynaklanan çürük ve diğer problemlerin de önüne geçilmiştir (http://www.dentindent.net/hareketli_protezler.asp).

Ağızdaki mevcut dişlerin yanı sıra ağız içerisindeki dokulardan da destek alan hareketli protezler, hareket halinde olduklarından çiğneme veya konuşma esnasında hastaya rahatsızlık vermekte dolayısıyla direkt olarak hastanın yaşam kalitesini düşürmektedir. Ağız içerisinde yarattıkları fazla doluluk hissi, özellikle protezin ilk takıldığı zamanlarda fazla tükürük salgılama, yaşanan konuşma zorlukları, çiğnemede güçlük çekme ve ağız içerisindeki dokulara

zarar verme gibi dezavantajları da beraberinde getiren hareketli protezler, günümüzde hasta için uygun olması halinde yerini sabit protezlere bırakmıştır.

2.3. Sabit Protezler

Sabit diş protezleri pratikte kron (diştacı) ve köprü uygulamaları olmak üzere iki başlık altında incelenebilir. Kron (Şekil 2.3) uygulamasında çürük vb. nedenlerle deforme olmuş diş küçültülerek üzeri kaplanırken köprü (Şekil 2.3) uygulamaları bir veya birden fazla diş eksikliğinde komşu dişlerden destek alarak ilgili boşlukların doldurulmasını sağlar.



Şekil 2.3. Kron (a) ve köprü (b) uygulamaları.

2.3.1. Metal destekli protezler

Metal destekli protez denildiğinde metal kaide üzerine porselen uygulanması sonucu elde edilen protezler anlaşılmaktadır (Şekil 2.4). Metal destekli protezler 1950 yılında o zamanlar altın kaide kullanılması sebebiyle yüzeye uygulanan porselen tabakası ile altın kaide arasındaki termal genişleme katsayısı uyumunun yakalanması amacıyla ısıl genişleme katsayısı altın alaşımlarına yakın olacak şekilde üretilmiştir (Yılmaz, 2007). Metal kaideye ihtiyaç duyulmasındaki temel neden, porselenin ağızdaki çiğneme basıncına dayanamayarak kırılmasıdır. Metal destekli protezlerin diş hekimliğinde yaygın kullanımının öncesinde metal kaideli porselen teriminden çok seramko kron, porselen kaplama kron (porcelain veneer crown/PVC), altın kaideli porselen (porcelain fused gold/PFG) gibi kullanımlar tercih edilmiştir (Kaya, 2008; Karataşlı, 2009).

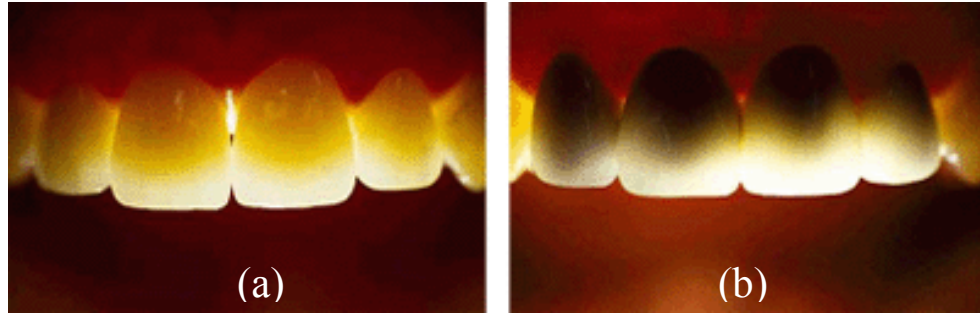
Metal destekli protezler üretilirken öncelikle hekim tarafından hastanın ağız ölçüleri alınır. İlgili ölçülere uygun olacak şekilde diş laboratuvarlarında mum modelaj hazırlanır. Modelajın pişirme kabına alınarak döküm fırınında ısıtılması ile birlikte mumun ergiyerek boşalttığı alana arzu edilen metal alaşımın dökümü gerçekleştirilir. Bu işlemin ardından pişirme

kabı açılır ve çıkarılan metal kumlanarak temizlenir. Temizlenen ve çapaklarından arındırılan metal, alçı modelin üzerine yerleştirilerek ileride sorun teşkil edebilecek yükselti ve fazlalıklar diş hekimi tarafından prova işlemi esnasında ortadan kaldırılır. Alüminyum oksit ile kumlanarak temizlenen metal içerisindeki gaz ve safsızlıkların uzaklaştırılması için yükselten ortamda pişirilir. Düşük kaliteli metallerde metal yüzeyine bağlayıcı sürülerek 980 °C’de pişirilir. Metal kaide üzerine uygun renkteki opaklaştırıcının iki kat sürülüp pişirilmesiyle opak-dentin uygulaması gerçekleştirilir. Opak-dentin tabakasının üzerine sırasıyla dentin ve mine tabakaları eklenip 900-940 °C arasında pişirilir. Son bir hekim provasının ardından ayak görevi yapan kronların iç kısmı temizlenerek hasta ağızına uygulanmak üzere diş hekimine gönderilir (Kaya, 2008).



Şekil 2.4. Metal destekli sabit diş protezlerinde kullanılan metal destek.

Metal destekli protezler, kırılma dayanımlarının alışılmış metal desteksiz protezlerden fazla olması, metal desteksiz seramiklerde görülen marjinal küçülmenin kendileri için söz konusu olmaması ve ön ve arka bölgelerde çok üyeli köprülerin veya implant üstü protez materyallerinin yapımında kullanabilmeleri gibi nedenlerle tam seramik protezlere üstünlük sağlarken günümüzde tam seramik sistemlerin tercih edilmesinde oldukça etkili olan bir çok dezavantajı da beraberlerinde getirmektedir. Metal destekli protezlerde kullanılan alaşıma bağlı olmak üzere dişetinde meydana gelen gri renklenme, metal alaşıma bağlı olarak gelişen korozyon, toksik ve alerjik etkiler, düşük transparanlık-metal kaidenin porselen tabakadan gözükmesi (Şekil 2.5) ilgili dezavantajların başlıcalarıdır.



Şekil 2.5. Seramik destek kullanılarak yapılan metal desteksiz (a) ve metal destekli (b) köprü uygulamasının ışık altındaki görüntüleri (Rubin, 2007).

1960 yılından beri kullanılan metal destekli protezlerin temelinde metal kaide üzerine kaplanan seramik malzemenin pişirimi neticesinde metal altyapıya estetik bir görünüm kazandırılması mantığı yer almaktadır. Kaplama olarak kullanılan seramik malzemelerden kasıt, lüsit bazlı, feldspatik porselenlerdir. Feldspattan elde edilen cam, tek başına oldukça düşük bir termal genişleme katsayısına ($8.6 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$) sahiptir. Feldspat camına lüsit ilavesiyle birlikte metal kaide ile uyumlu termal genişleme katsayısına sahip kaplama seramiklerinin üretimi mümkün kılınmıştır. Lüsit (KAlSi_2O_6), oda sıcaklığında tetragonal yapıya sahip, 625°C 'de tetragonal formdan kübik forma dönüşmesiyle birlikte % 1.2'lik hacimsel genişlemeye uğrayan bir potasyum alümina silikattır. Bu durum, yüksek bir genişleme katsayısı ($20-25 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$) ile sonuçlanır. Feldspatik dental porselenlerde dönüşümün 400°C kadar düşük sıcaklıklarda başladığı kaydedilmiştir. Lüsit, doğal oluşumlu feldspatın 1150 ve 1350°C 'ler arasında incongruent (ara bileşiklerin ergimeden önce bozunup, başka bileşimdeki bir katı ve bir sıvı faza dönüştüğü durum) ergitilmesiyle elde edilir. Lüsitin değişen oranlarda feldspatik cama ilavesiyle, termal genişleme katsayısını ayarlamak mümkündür. (Denry ve Holloway, 2010).

Metal destekli sistemlerin kırk yıldan fazla bir süredir dişçilikte kullanılıyor oluşu dikkate alındığında, genel performanslarının başarılı olduğu yönünde bir değerlendirme yapılabilir. 2005 yılında üretilen tüm dental restorasyonların %50'den fazlasının metal destekli sistemler olduğu tahmin edilmektedir (Denry ve Holloway, 2010).

2.3.2. Metal desteksiz (Tam seramik) protezler

Metal desteksiz protezlerde porselen tabakaya iskelet görevi gören kaide seramik malzemelerden üretilmektedir. Metal desteksiz protezler -ki bu gruba desteksiz diş porselenleri (IPS Empress Esthetic/IPS Empress CAD) de dahildir- kırılma dayanımlarının düşük olması sebebiyle geçmişte tek kron uygulamalarında tercih edilirken günümüzde zirkonyanın dental

protezlerde destek olarak kullanılmaya başlanmasıyla çok üyeli köprülerde de kullanılmaya başlanmıştır. Metal desteksiz protezlerin kullanımının yaygınlaşmasında gelişen teknolojinin maliyetleri düşürmesi de önemli bir rol oynamıştır.

Metal destekli protezlerin aksine metal desteksiz sistemler, önemli miktarda (hacimce % 35'den %99'a kadar değişen oranlarda) kristal faz içermektedir. Bu yüksek kristallenme derecesi, kristal takviyesi ya da gerilim artırımı gibi çeşitli mekanizmalarla mekanik özelliklerin geliştirilmesini sağlar. Ancak yüksek derecede kristallenme, dental seramiklerde arzu edilmeyen opaklığı da beraberinde getirmektedir. Örneğin, 3Y-TZP gibi zirkonya seramikler, eşsiz mekanik özelliklere sahipken mevcut birçok metal desteksiz sistemden daha opaktır. Kristallenme derecesi, malzeme performansını etkileyen birçok önemli faktörden sadece birisidir. Kristal boyutu ve geometrisi, elastik modülü, faz dönüşümü, kristal ve camsı faz arasındaki genleşme uyumu gibi diğer faktörler, seramiğin nihai mekanik özellikleri üzerinde önemli bir rol oynamaktadır. Çalışma şartları gibi dış etkenlerin malzemenin uzun vadedeki performansı üzerinde etkili olacağı da göz önünde bulundurulmalıdır. Ağız içerisindeki ortam, nem, asidik veya bazik pH içerir. Aynı zamanda çiğneme esnasında dişler, tekrarlı yüklere maruz kalırlar. Nemli ortam camsı faz içeren seramiklerde stres korozyonuna ve hatalara yol açar. 3Y-TZP gibi kristal fazın yoğun olduğu malzemelerde de düşük sıcaklıklarda nemli ortamda mikroyapısal bozunma (hidratasyon) gözlenmektedir (Denry ve Holloway, 2010). Zirkonyanın hidratasyonu '3. ZİRKONYA' bölümünde ayrıntılı bir şekilde ele alınacaktır.

Çizelge 2.2'de görüldüğü üzere metal desteksiz sistemler üretim yöntemlerine göre sınıflandırılabilir.

Çizelge 2.2. Dental seramiklerin kristal fazlarına ve üretim yöntemlerine göre sınıflandırılması (Denry ve Holloway, 2010).

Üretim Yöntemi	Kristal Faz	Kristallenme Derecesi (%)	Sertlik (MPa)	Ticari Ürün	Üretici
Metal kaide üzerinde sinterleme	Lüsit	15-25	61 ± 5	Ceramco ®3	Dentsply
Sıcak presleme	Lüsit	≈ 35	106 ± 17	IPS Empress®	Ivoclar
Sıcak presleme	Lityum disilikat	65	306 ± 29	IPS Empress® Eris	Ivoclar
Kuru presleme ve sinterleme	Alümina	yüksek kristallenme derecesi	607 ± 73	Procera®	Nobel Biocare
Slip döküm ve cam emdirme / yumuşak işleme (soft machined) ¹ ve cam emdirme	Alümina	67-68	594 ±52	In-Ceram® Alümina	Vident
Slip döküm ve cam emdirme / yumuşak işleme ve cam emdirme	Spinel	65-68	378 ± 65	In-Ceram® Spinell	Vident
Slip döküm ve cam emdirme / yumuşak işleme ve cam emdirme	12 Ce-TZP-alümina	67	630 ±58	In-Ceram® Zirconia	Vident
Yumuşak işleme ve sinterleme	3Y-TZP	yüksek kristallenme derecesi	1087 ±173	Cercon®	Dentsply
Yumuşak işleme ve sinterleme	Alümina	yüksek kristallenme derecesi	700*	In-Ceram® AL	Vident
Sert işleme (hard machined) ²	Sanidin	≈ 30	122 ± 13	Vitablocs® Mark II	Vident
Sert işleme	Lüsit	≈ 35	106 ±17	IPS Empress® CAD	Ivoclar
Sert işleme ve kristallendirme	Lityum disilikat	65	262 ± 88	IPS e.max CAD	Ivoclar

¹ **Yumuşak işleme (soft machining)** ile kast edilen ön sinterlemesi gerçekleştirilen ürünün CAD/Cam teknolojisi ile ya da manuel cihazlarda diş formunda işlenmesidir.

* Üretici verilerinden alınmıştır: <http://vident.com/products/cadcam/> erişim tarihi 12/31/2009

² **Sert işlemeden (hard machining)** kasıt, tamamen sinterlenmiş ürünün ilgili cihazlarda işlenerek şekillendirilmesidir.

Metal desteksiz protezler, malzeme türlerine göre sınıflandırıldıklarında lüsit/alümina/magnezya gibi ikincil bir faz ilavesiyle takviye edilmiş porselen sistemleri, cam-seramikler, cam emdirilmiş seramikler ve tamamen sinterlenmiş seramikler olmak üzere dört farklı ana başlık altında incelenebilir (Kaya, 2008).

Metal desteksiz protezlerin avantajları (<http://www.medunigraz.at/zahnklinik/Download/AdhaesivskriptEndfassung.pdf>);

- a. Metal destekli protezlerle kıyaslandığında daha düşük ısı ve elektriksel iletkenliğe sahip olmaları sebebiyle dişlerde hassasiyet oluşumuna sebebiyet vermezler.
- b. Radyolusent (X ışınlarını geçiren madde) özellik sergileyen metal desteksiz protezlerde (özellikle kron uygulamaları) alttaki dişin kök kanalını yahut dişteki mevcut dolguları görmek mümkündür.
- c. Porselen tabakasının altındaki kaide metal destekli protezlerde gözlemediği üzere olumsuz estetik sonuçlar doğurmazken, protez üzerine gelen ışık, büyük oranda yapı içerisinden geçebildiğinden doğal dişe yakın bir görünüm elde edilir (bkz. Şekil 2.5).
- d. Metal destekli protezlerde gözlenen yetersiz saydamlık ve porselen tabakasının renk değiştirmesi gibi problemlerle karşılaşılmaz.
- e. Metal desteksiz protezler, pulpa, parodont (dişin destek dokusu) ve ağız içerisindeki ortama karşı yüksek biyouyumluluk özelliği sergilerler. Metal desteksiz protezlerin yüksek biyouyumluluğundaki etken, kimyasal bağlarının toksik elementlerdekinden farklı oluşudur.

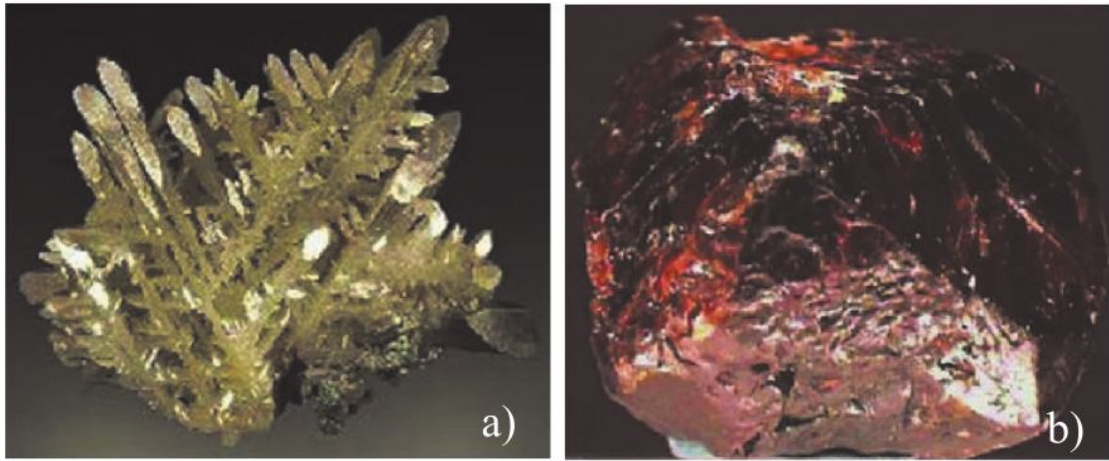
Metal desteksiz protezlerin dezavantajları;

- a. Maliyetleri yüksektir.
- b. Diş kesimi ve laboratuvar çalışması, metal destekli proteze oranla daha fazla dikkat, uğraş ve ayrıntı gerektirmektedir.

3. ZİRKONYA

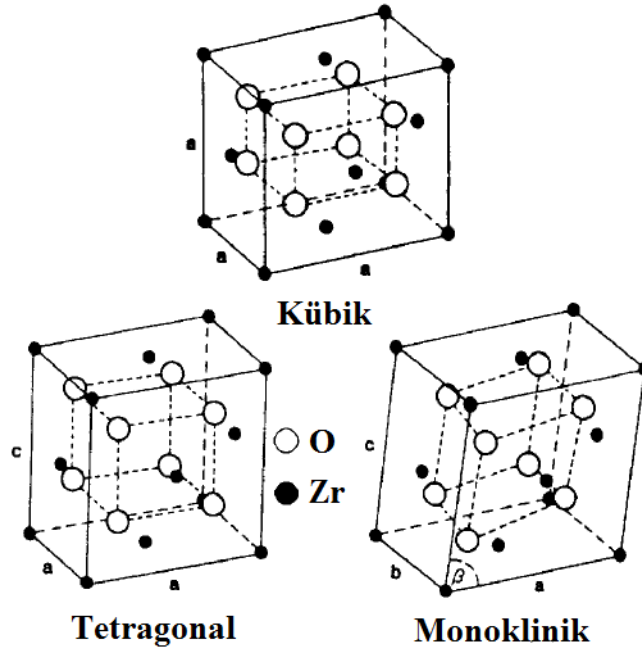
Zr sembolü ile ifade edilen zirkonyum, parlak, grimsi-beyaz renkli bir elementtir ve şist, gnays, siyenit, granit gibi magmatik kayaların içerisinde bulunmaktadır. $6,49 \text{ g/cm}^3$ yoğunluğa sahip zirkonyumun ergime derecesi $2128 \text{ }^\circ\text{K}$ ($1855 \text{ }^\circ\text{C}$), kaynama derecesi ise $4682 \text{ }^\circ\text{K}$ ($4409 \text{ }^\circ\text{C}$)'dir (Kaya, 2008; Vagkopoulou, vd., 2009).

Doğada iki farklı mineral formunda bulunan zirkonyum (zirkon ve baddeleyit) yer kabuğunun % 0,028'ini (Bazı kaynaklarda bu oranın % 0,02-0,03 arasında değişebileceği belirtilmiştir (bkz. Geçkinli, 1991) teşkil eder. Bu formlardan en yaygın bulunanı zirkon ($\text{ZrO}_2 \cdot \text{SiO}_2$), Avustralya, Hindistan (Kerala), Güney Amerika ve Amerika Birleşik Devletleri'nde (Florida) bulunmaktadır. Baddeleyit ise zirkon kadar yaygın olmamakla beraber doğada % 1-1,5 oranında silika ve demir oksit ile birlikte bulunur. Baddeleyitçe zengin bölgeler Brezilya (Sao Paulo, Minas Gereas) ve Güney Afrika (Palabora)'dır. Baddeleyit ve zirkon içerdikleri safsızlıklar nedeniyle ancak bir takım saflaştırma işlemleri neticesinde teknolojik seramiklerin üretiminde kullanılabilirler (Stevens, 1986; Geçkinli, 1991; Piconi ve Maccauro, 1999; Kaya, 2008; Karataşlı, 2009; Vagkopoulou, vd., 2009).



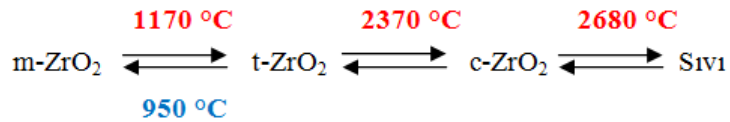
Şekil 3.1. Zirkonyum mineralleri: a) Baddeleyit (ZrO_2), b) Zirkon (ZrSiO_4) (Vagkopoulou, vd., 2009).

Zirkonya (ZrO_2), zirkonyumun beyaz, kristalin oksit formudur ve bilinen üç polimorfu vardır: monoklinik, tetragonal ve kübik (Şekil 3.2). $1170 \text{ }^\circ\text{C}$ 'de kübik formda olan zirkonya, $1170\text{-}2370 \text{ }^\circ\text{C}$ arasında tetragonal, $2370\text{-}2680 \text{ }^\circ\text{C}$ arasında ise kübik formdadır (Stevens, 1986; Basu, 2005; Vagkopoulou, vd., 2009).



Şekil 3.2. Zirkonya polimorflarının kristal yapıları (Basu, 2005).

Isıtma ve soğutma esnasında meydana gelen faz dönüşümleri hacimce artış ya da azalış ile sonuçlanmakta; ilgili durum, yapıda çatlak oluşumuna yol açan gerilmelere sebep olmaktadır. Isıtma süresince 1170 °C'ye kadar kararlı olan monoklinik yapı, 1170 °C'nin üzerinde tetragonal forma dönüşür ve bu dönüşüm esnasında hacimde % 5 azalmaya (Bazı kaynaklarda (bkz. Denry ve Kelly, 2008) ilgili azalmanın yaklaşık olarak % 4,5 civarında olduğu belirtilmiştir.) sebep olurken; 2370 °C'nin üzerinde tetragonal yapının kübik forma dönüşmesiyle yapıda çatlaklar meydana gelir. Soğutmada ise tetragonal-monoklinik faz dönüşümü 950 °C'de gerçekleşmektedir (Şekil 3.3). Bu dönüşüm esnasında ise hacimde meydana gelen % 3-5'lik artış yine çatlakla sonuçlanan gerilmelerin oluşmasına neden olmaktadır (Stevens, 1986; Piconi ve Maccauro, 1999; Denry ve Kelly, 2008).



Şekil 3.3. Isıl döngü süresince gözlenen faz dönüşümleri (Basu, 2005).

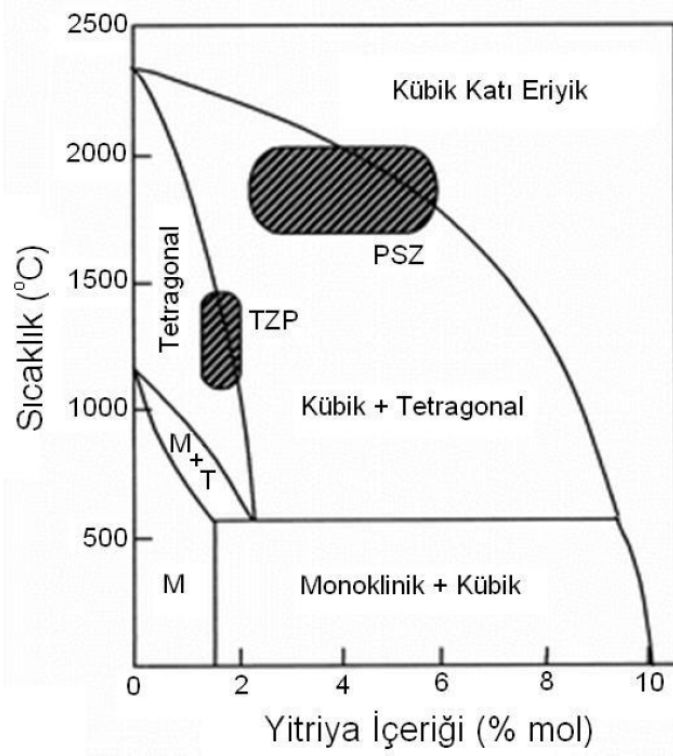
İlk olarak 1929 yılında Ruff ve arkadaşları, zirkonya yapı içerisinde az miktarda CaO ilave ederek oda sıcaklığında kübik fazın kararlı hale getirilebileceğini göstermişlerdir. Bu gelişmeyi takiben kristal yapıda meydana gelen değişimlerin önüne geçmek amacıyla saf zirkonya içerisinde çeşitli oksitler (CaO, MgO, CeO₂ ve Y₂O₃) ilave edilerek yapı kararlı hale getirilmiş, böylece oda sıcaklığında çok fazlı sistemlerin varlığı mümkün kılınmıştır (Piconi & Maccauro, 1999).

Oda sıcaklığında elde edilen çok fazlı sistemlerden ilki PSZ (partially stabilized zirconia) olarak bilinen yarı kararlı hale getirilmiş zirkonyadır. 1972 yılında Garvie ve Nicholson, monoklinik fazı, kübik matris içerisinde homojen bir şekilde dağıtmak suretiyle PSZ'nin mekanik özelliklerini geliştirmiştir. İlgili çalışmanın akabinde Garvie ve arkadaşları ünlü "Ceramic Steel?" isimli makalelerinde zirkonya seramiklerin mekanik mukavemetleri ve tokluklarının geliştirilmesini sağlayan tetragonal-monoklinik faz dönüşümünün PSZ'de nasıl gerçekleştirileceğini açıklamışlardır (Garvie, vd., 1975; Piconi ve Maccauro, 1999).

PSZ'ye molce % 8 MgO ilavesi ile birlikte 1800 °C'de tamamen kübik mikroyapıya sahip Mg-PSZ seramikler elde edilmiş, ancak ilgili malzeme yapısında gözenek oluşu, özel ısıtma teçhizatı gerektiren yüksek sıcaklıkta sinterlenebilme problemi ve silikon dioksit ya da alümina içermeyen saf malzeme eldesinin imkansızlığı gibi nedenlerle biyomedikal uygulamalarda kullanılamamıştır (Hisbergues, vd., 2009).

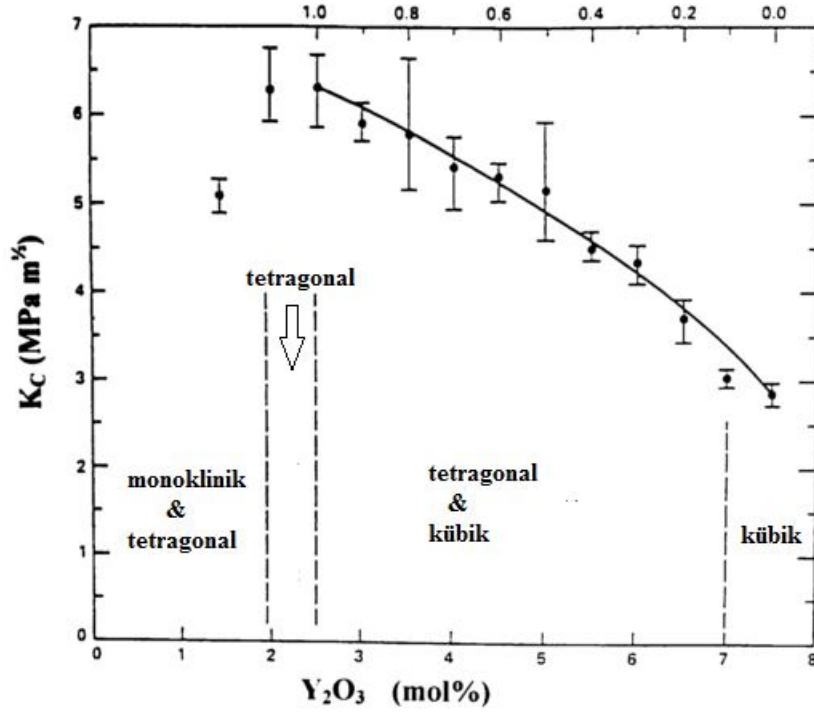
PSZ üretiminde iki farklı yöntem mevcuttur: az miktarda kararlı oksit ilavesiyle 1000°C'den daha düşük sıcaklıklarda kübik, tetragonal ve monoklinik fazları içeren PSZ eldesi veya kübik fazın ısıtma işlemine tabi tutulması neticesinde kübik yapı içerisinde tetragonal formda çökeltilerin oluşturulması (Kaya, 2008).

PSZ, Şekil 3.4'te görülen ZrO₂-Y₂O₃ faz diyagramından da elde edilebilmektedir. Fakat oda sıcaklığında yalnızca tetragonal formda bulunan bu seramikler, TZP/Y-TZP (yttrium oxide stabilized polycrystalline tetragonal zirconia) olarak adlandırılmaktadır. Y-TZP, molce % 2-3 arasında değişen oranlarda yitriya içermektedir. Oda sıcaklığında yapı içerisindeki tetragonal fazın dağılımı, tane boyutuna, yitriya içeriğine, tetragonal fazın ana faz tarafından sıkıştırılma kuvvetine ve süreç sıcaklığına bağlıdır (Piconi ve Maccauro, 1999; Kaya, 2008).



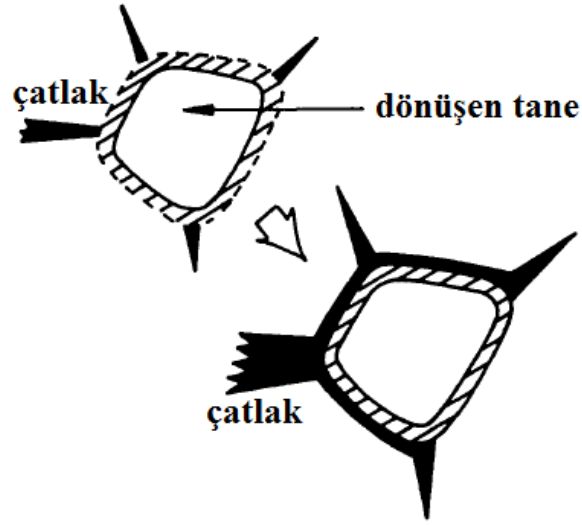
Şekil 3.4. ZrO₂-Y₂O₃ Faz Diyagramı (Kaya, 2008) (Scott, 1975).

Şekil 3.5'te görüldüğü üzere yüksek Y₂O₃ oranlarında kübik yapıda tamamen kararlı zirkonya elde edilmekte, elde edilen bu ürünün kırılma dayanımı oldukça düşüktür (Piconi ve Maccauro, 1999; Hisbergues, vd., 2009).



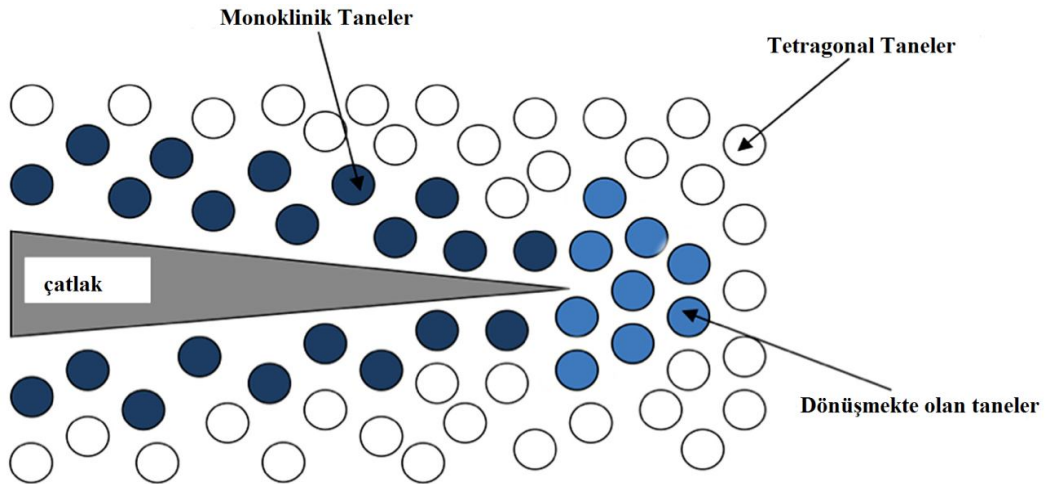
Şekil 3.5. Y-TZP’de Y_2O_3 miktarına bağlı olarak gelişen tetragonal faz dağılımları (Piconi ve Maccauro, 1999).

Mikro çatlak oluşumu, seramik matris (küçük zirkonya ya da alümina) içerisindeki zirkonya taneleri aracılığıyla tetiklenmektedir. Şekil 3.6’da da görüldüğü üzere zirkonyada soğutma esnasında 950 °C’de gözlenen tetragonal-monoklinik dönüşüm nedeniyle meydana gelen %3-5’lik hacimsel genişleme, zirkonya taneleri etrafında çatlak oluşumu ile sonuçlanmaktadır. Bu mikro çatlaklar, yapı içerisinde oluşan ve ilerleyen çatlağı sapıtırmak ve enerjisini sönmüleyerek malzemenin tokluğunu arttırmaktadır (Butler, 1985; Stevens, 1986; Kaya, 2008).



Şekil 3.6. Tetragonal-monoklinik faz dönüşümünün zirkonya tanelerinin etrafında oluşturduğu mikro çatlaklar (Butler, 1985).

Gerilim artırımıyla dönüşüm toklaştırması mekanizmasında ise, malzeme içerisinde meydana gelen martenzitik dönüşümün (tetragonal-monoklinik dönüşüm), martenzitik dönüşümün tetiklediği hacimsel artış (% 3-5'lik) ve kayma gerilmesinin (~% 1,7'lik) çatlakların neden olduğu çekme gerilmesine karşılık çatlak ucunda oluşturduğu basma gerilmesi alanı etkili olmaktadır (Şekil 3.7). Böylece çatlakların ilerlemesi durdurularak malzemenin tokluğu artırılabilir (Butler, 1985; Stevens, 1986; Kaya, 2008; Hjerpe, 2010). Y-TZP ile ilgili bazı özellikler Çizelge 3.1'de görülmektedir.



Şekil 3.7. Gerilim artırımıyla dönüşüm toklaştırması mekanizmasının şematik gösterimi (Hjerpe, 2010).

Çizelge 3.1. Y-TZP'nin kimyasal kompozisyonu, fiziksel, mekanik ve termal özellikleri (Vagkopoulou, vd., 2009).

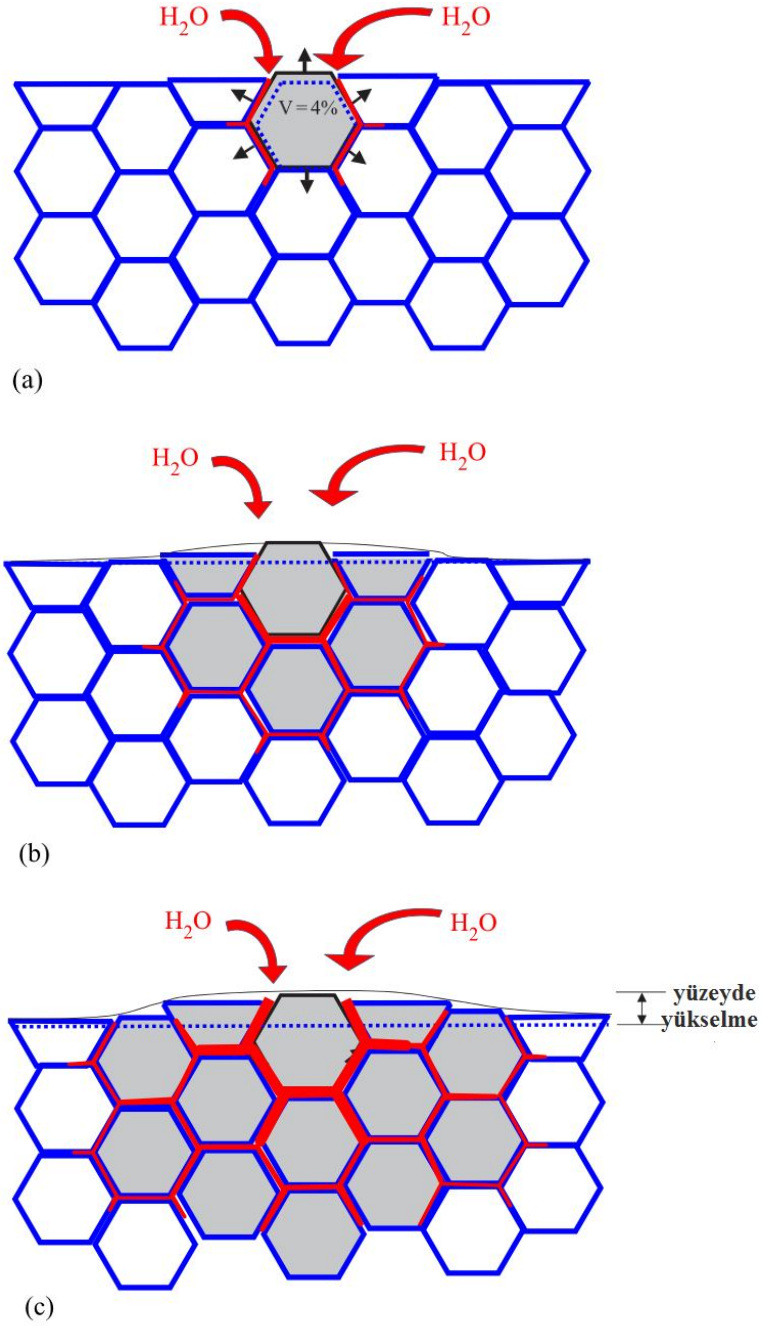
Özellik	Y-TZP	ISO 13356 Standartları	ASTM F1873 Standartları
Kimyasal Kompozisyon (ağırlıkça %)			
ZrO ₂ + HfO ₂ + Y ₂ O ₃	>99.0	>99.0	≥99.0
Y ₂ O ₃	4.5-5.4	4.5-5.4	4.5-5.4
Al ₂ O ₃	<0.5	<0.5	≤0.5
Diğer tam oksitler	<0.5	<0.5	≤0.5
Fiziksel Özellikler			
Bulk Yoğunluk (g/cm ³)	6.05	≥6.00	≥6.00
Tane Boyutu (µm)	0.2	≤0.6	≤0.6
Monoklinik Faz (%)	1	-	≤5
Porozite	< % 0.1	< % 0.1	< % 0.1
Mekanik Özellikler			
Eğme Mukavemeti (MPa)	1,666.00	≥800	>800
Elastik Modülü (GPa)	201	-	≥200
Vickers Sertliği (HV)	1,270.00	-	>1,200.0
Kırılma Tokluğu (Kgf/mm ^{2/3})	16.8	-	-
Kırılma Tokluğu (MPa m-1)	7 -10	-	-
Termal Özellikler			
Termal Genleşme Katsayısı (x10 ⁻⁶ / °C)	11x10-6/ °C	-	-
Termal İletenlik (W/m°K)	2	-	-
Spesifik Isıtma (J/kg °K)	500	-	-

Zirkonyanın hidrasyonu, bilinen diğer adlarıyla düşük sıcaklıkta bozunma (low temperature degradation) veya yaşlandırma (aging), tetragonal fazın dönüşüm kabiliyetiyle ilgili olumsuz bir olgu olarak kayda geçmektedir (Hjerpe, 2010; Volpato, vd., 2011). İlgili olgu, su, buhar veya sıvı ortamda malzemenin kızdırılması sonucu ortaya çıkmakta, yapıda mikroçatlak oluşumu, yüzeyde bozulma ve malzeme direncindeki düşüşle sonuçlanmaktadır (Volpato, vd. 2011). Yaşlandırma, sıcak ortamda daha hızlı ilerlemektedir. 200-300 °C sıcaklık aralığı yaşlandırma işlemi için kritik aralık olarak tanımlanmakta ve suyun varlığı, yaşlandırma işlemini hızlandırıcı rol oynamaktadır. Yaşlandırma işlemi oda sıcaklığında dahi gerçekleşebilmektedir (Swab, 1991; Piconi ve Maccauro, 1999; Hjerpe, 2010; Cattani-Lorente, vd., 2011).

Şekilde 3.8’de görüldüğü üzere zirkonya nemli ortama maruz bırakıldığında su molekülleri zirkonya latis içerisine nüfuz etmektedir. Su moleküllerinin varlığında dış taraftaki tetragonal taneler monoklinik tanelere dönüşmektedir (Chevalier, vd., 1999; Hjerpe, 2010). Bu durum, tane dönüşümünün hacimsel genişleme ve komşu tanelerde stres oluşumu ile sonuçlandığı kademeli olaylara neden olmaktadır. Komşu taneler stres nedeniyle monoklinik tanelere dönüşmektedir. Ani hacimsel genişleme nedeniyle yüzey yükselmekte ve taneler şişmektedir (Deville, vd., 2005; Chevalier, vd., 2009; Hjerpe, 2010).

Yaşlandırma adımları Swab (1991) tarafından aşağıdaki şekilde özetlenmiştir;

- a. Yaşlandırma, mukavemet, tokluk ve yoğunlukta azalmaya ve monoklinik faz oranında artışa neden olmaktadır.
- b. Tetragonal-monoklinik faz dönüşümü sebebiyle mekanik özellikler kötüleşmekte ve malzemede makro ve mikro çatlaklar meydana gelmektedir.
- c. Yüzeyde başlayan tetragonal-monoklinik faz dönüşümü, malzeme içerisine doğru ilerler.
- d. Stabilize edici oksit konsantrasyonunda tane boyundaki azalma ve/veya artış dönüşüm hızını azaltmaktadır.



Şekil 3.8. Zirkonyanın düşük sıcaklıkta bozunmasının şematik gösterimi (Chevalier, 2006)

Yaşlandırmanın ağız içi gibi nemli ortamlarla ilişkili olduğu daha önce belirtilmiştir. Ancak gerçekleştirilen *in vitro* ve *in vivo* çalışmalar göstermiştir ki bir miktar tetragonal-monoklinik faz dönüşümü gerçekleşse dahi yaşlandırmanın zirkonyanın klinik performansını etkileyen mekanik özellikler üzerinde herhangi olumsuz bir etkisi yoktur. 2001 yılında çeşitli zirkonya kalça protezlerinin kısa vadede beklenen performansı karşılayamadığı kaydedilmesine

karşın (Chevalier, 2006), dişçilikte kullanılan zirkonyanın yaşlandırmasıyla ilgili şimdiye dek herhangi bir problem gözlenmemiştir (Hjerppe, 2010).

3.1. Tarihçesi

Zirkonyum, Arapça zargon (altın renginde) kelimesinden gelmektedir. Zargon kelimesi de Persçe zar (altın) ve gun (renk) kelimelerinden türetilmiştir. Zirkonyumun metal oksit formu olan zirkonya (ZrO_2), 1789 yılında Alman kimyager Martin Heinrich Klaproth tarafından keşfedilmiştir. 1824 yılında ise İsveçli Jöns Jakob Berzelius, zirkonyumu potasyumla işleyerek izole etmiştir (Piconi ve Maccauro, 1999).

Zirkonyanın biyomalzeme olarak kullanımına ilişkin Ar-Ge çalışmaları 1960'ların sonunda başlamıştır. 1969 yılında Helmer ve Driskell'in yayınladığı makale zirkonyanın optopedik cerrahide biyomalzeme (total kalça protezi/total hip replacement) olarak kullanıldığı ilk uygulamadır (Piconi ve Maccauro, 1999; Vagkopoulou, vd., 2009; Hjerppe, 2010).

1980'lerden itibaren kalça protezlerine uyuk başı (femoral head) olarak kullanılan zirkonyanın dişçilikte kullanımı il olarak 1990'lara tekabül etmektedir (Pilathadka, vd., 2007). Cam porselen içerisine ağırlıkça % 50 ZrO_2 ilavesiyle birlikte porselenin tek başına kullanıldığı uygulamalara nazaran eğme mukavemeti ve kırılma tokluğunda % 20-80 arasında bir artış gözlenmiştir (Kon ve Kunio, 1990; Hjerppe, 2010). Zirkonya içerikli malzemeler içerisinde 3Y-TZP'nin optopedik cerrahideki kullanımı 1980'lerin sonunda yaygın haldeyse de 2001 yılında malzemede meydana gelen hatalardan dolayı kullanım % 90 oranında azalmıştır (Denry ve Kelly, 2008).

Zirkonya, 1989'dan itibaren kök kanal vidalarda (root canal dowels), 1994'ten beri ortodontik braketlerde, 1995'den itibaren de metal desteksiz protezlerde kullanılmaya başlanmıştır. Zirkonyanın insan vücudunda ilk kez dental implant olarak kullanımı ise 2004 yılına tekabül etmektedir (Özkurt ve Kazazoğlu, 2010).

Yüksek ergime sıcaklığı, düşük termal genleşme katsayısı, korozyon, erozyon ve aşınmaya karşı dayanıklı oluşu, yüksek sıcaklıkta iyonik iletkenliğe sahip olması ve asidik, kimyasal maddelere karşı direncinin yüksek olması gibi özellikleri sayesinde zirkonya, günümüzde birçok ileri teknoloji malzemenin üretiminde kullanılmaktadır.

3.2. Mekanik Özellikler

Y-TZP, üstün mekanik özelliklere sahip olması sebebiyle diğer dental malzemelere kıyasla daha iyi performans sergilemektedir. Bu durumun oluşmasında Y-TZP'nin yapısında

bulunan küçük tetragonal taneler etkili olmaktadır. Çizelge 3.2’de Y-TZP’nin de dahil olduğu çeşitli sabit protez malzemelerinin mekanik özellikleri karşılaştırmalı olarak verilmiştir (Hjerpe, 2010). Zirkonyanın eğme mukavemetinin genel olarak 900-1200 MPa arasında olduğu belirtilirken, farklı kaynaklarda (bkz. Çizelge 3.1 ve Çizelge 3.2) farklı şekillerde verildiği de görülmektedir.

Çizelge 3.2. Çeşitli sabit protez malzemelerinin mekanik özellikleri (Hjerpe, 2010).

Malzeme	Eğme Mukavemeti (MPa)	Elastik Modül (GPa)	Sertlik (VHN)
Y-TZP	800-1500	210	1200
Alümina (Al ₂ O ₃)	500	380	2200
Lüsitle Kuvvetlendirilmiş Cam Seramikler (Empress II)	283	96	550
Feldspatik Porselenler (Vita VMK 68)	83	57	703
Altın Alaşımı (Au-Pd)	611	103	220

3.3. Dental Malzeme Olarak Kullanımı

Zirkonyanın dental malzeme olarak kullanımı günümüzde oldukça popüler bir olgu haline gelmiştir. Bunda kuşkusuz zirkonyanın üstün mekanik özellikleri ve mükemmel biyolojik uyumluluğunun yanı sıra beyaz renge ve tatminkâr ışık geçirgenliği özelliklerine sahip olması etkili olmaktadır.

Zirkonya dişçilikte,

- ordotondi uygulamalarında (Keith, vd., 1994; Grigoriadou, 2006),
- post ve destek sistemlerinde (Meyenberg, vd., 1995; Hochman ve Zalkind, 1999; Grigoriadou, 2006),
- implantlarda (Glauser, vd., 2004; Kohal, vd., 2004; Grigoriadou, 2006) tercih edilmektedir.

Bu uygulamaların içinde kron ve köprü protezlerinde seramik destek olarak kullanımı en büyük dilimi oluşturulmakta, 900-1200 MPa kırılma mukavemeti ve 9-10 MPa.m^{1/2} kırılma tokluğu, zirkonyanın ön ve arka dişlerde hem kron hem de köprü uygulamalarında kullanımını mümkün kılmaktadır (Christel, vd., 1989; Luthardt, vd., 2004; Att ve Stamouli, 2007).

Hâlihazırda birçok zirkonya içerikli malzeme bulunmasına karşın bunlardan yalnız üçü dişçilikte kullanılabilir: molce ~ %3 yitriya ile kararlı hale getirilmiş zirkonya (3Y-TZP), magnezyum ile yarı kararlı hale getirilmiş zirkonya (Mg-PSZ) ve zirkonya ile toklaştırılmış alümina (ZTA) (Denry ve Kelly, 2008).

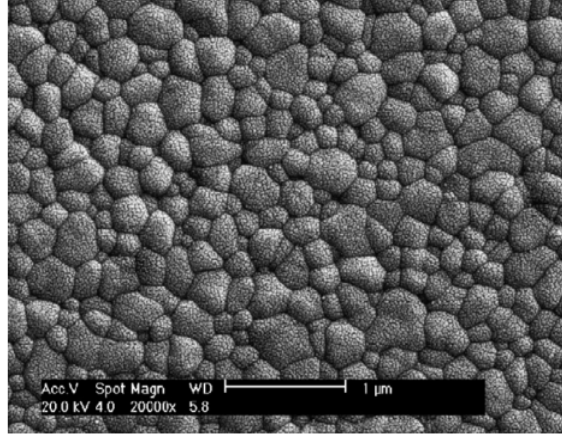
3.3.1. 3Y-TZP

Dişçilikte kron ve sabit protez uygulamalarında tercih edilen 3Y-TZP, ön sinterlenmiş blokların diş formunda işlenerek (soft machining) yüksek sıcaklıklarda sinterlenmesi ya da tamamen sinterlenmiş blokların sert işlenmesi (hard machining) ile üretilmektedir.

3Y-TZP'nin mekanik özellikleri büyük oranda tane boyutuna bağlı olmakla birlikte kritik tane boyutunun aşıldığı durumlarda malzeme, kararsızdır. Tane boyutunun 1 µm'den daha küçük olması halinde ise malzeme, düşük dönüşüm hızına bağlı olarak kendiliğinden gelişen tetragonal-monoklinik faz dönüşümüne daha duyarlı hale gelmektedir (Heuer, vd., 1982). Belirli bir tane boyutunun altında (~0,2 µm) düşük kırılma tokluğuna neden olan dönüşümün gerçekleşmesi mümkün değildir. Nihai ürünün kararlılığını ve mekanik özelliklerini etkileyen bir diğer parametre de sinterleme koşullarıdır. Yüksek sinterleme sıcaklıklarında ve uzun sinterleme sürelerinde büyük tane boyu elde edilmektedir (Denry ve Kelly, 2008).

Ön sinterlemesi gerçekleştirilen blokların diş formunda işlenmesiyle üretilen 3Y-TZP malzemelerde sinterleme sıcaklığı üretici firma direktiflerine bağlı olarak 1350-1550 °C arasında değişmektedir. Söz konusu geniş sinterleme sıcaklığı aralığı, dental uygulamalarda kullanılan 3Y-TZP'nin tane boyutu ve faz kararlılığı üzerinde etkilidir. Scott'un yayınladığı faz diyagramına göre 3Y-TZP bir miktar kübik zirkonya içermektedir (Şekil 3.4). Chevalier ve ark. kübik zirkonya varlığının biyomedikal uygulamalar için arzu edilir bir durum olmadığını ve kübik faz varlığının kararlı hale getirici yitriyum iyonlarının düzensiz dağılımından kaynaklandığını kaydetmişlerdir (Scott, 1975; Chevalier, vd, 2004; Denry ve Kelly, 2008).

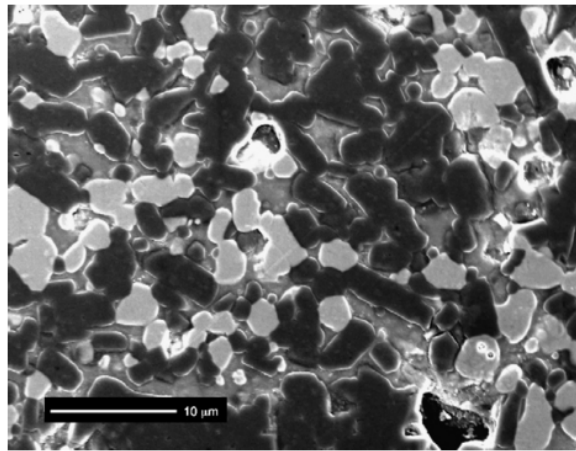
3Y-TZP'nin mikroyapısı incelendiğinde eş eksenli tanelerden (sinterleme sıcaklığına bağlı olarak 0.2-0.5 µm çapında) oluştuğu görülmektedir (Şekil 3.9). Mekanik özellikleri mevcut diğer dental malzemelerin oldukça üzerinde olan 3Y-TZP'nin eğme mukavemeti 800-1000 MPa arasında değişirken kırılma tokluğu değerleri 6-8 MPa m^{1/2} arasında seyretmektedir. Weibull modülü (Weibull teorisi, boyut ve gerilme dağılımının bir fonksiyonu olarak malzemenin hasar olasılığını öngörmeyi sağlar. Weibull modülü arttıkça malzemenin mukavemetindeki sapma artar.) ise yüzey bitirme işlemlerine ve proses koşullarına bağlıdır (Denry ve Kelly, 2008).



Şekil 3.9. Dental uygulamalarda kullanılan 3Y-TZP'nin SEM görüntüsü (Denry ve Kelly, 2008).

3.3.2. Cam emdirilmiş ZTA

Zirkonya toklaştırılmış alümina, zirkonya taneleri ve alümina matristen oluşan bir seramik kompozit malzemedir. ZTA'nın ticari uygulamalarından biri In-Ceram® Zirconia® (Vident™, Brea, CA), molce %12 seryum oksit ile kararlı hale getirilmiş zirkonyanın (12Ce-TZP) In-Ceram® Alümina®'ya hacimce % 33 oranında ilave edilmesi neticesinde elde edilmiştir. In-Ceram® Alümina®, slip döküm yöntemi ve yumuşak işleme (soft machining) ile üretilebilmektedir. Ön sinterleme, 1100 °C'de 2 saat süreyle gerçekleştirilmekte, sinterleme öncesinde seramik kompozite cam emdirme işlemi uygulanmaktadır. Camsı faz nihai ürünün yaklaşık olarak % 23'ünü temsil etmektedir (Denry ve Kelly, 2008).



Şekil 3.10. In-Ceram® Zirconia® (Vident™, Brea, CA)'nın SEM görüntüsü (Denry ve Kelly, 2008).

In-Ceram® Zirconia®'nın taramalı elektron mikroskobu görüntüsüne bakıldığında parlak beyaz alanlar zirkonya'yı, karanlık alanlar ise alüminayı ifade etmektedir. Slip döküm yöntemiyle üretilen In-Ceram® Zirconia®, sınırlı bir pişme küçülmesi göstermesine karşın sinterlenmiş 3Y-TZP'ye kıyasla daha yüksek oranda porozite (% 8-11 arasında) içermektedir. Bu durum, In-Ceram® Zirconia®'nın 3Y-TZP'ye nazaran daha düşük değerlerde seyreden mekanik özelliklerini kısmen açıklamaktadır. Değilinmesi gereken bir diğer önemli nokta da In-Ceram® Zirconia®'nın, düşük sıcaklıklarda yaşlandırmaya (low temperature degradation/aging) karşı aynı koşullardaki Y-TZP'ye kıyasla daha kararlı ve daha dirençli oluşudur (Denry ve Kelly, 2008).

3.3.3. Mg ile yarı kararlı hale getirilmiş zirkonya

Mg-PSZ'nin gözenekli yapısı ve büyük tane boyunun neden olduğu aşınmaya karşı düşük direnci sebebiyle başarılı uygulamaları oldukça sınırlıdır. Mg-PSZ'nin mikroyapısı, kübik zirkonya matris içerisindeki tetragonal çözeltilerden oluşmaktadır. Bu nedenle Mg-PSZ düşük mekanik özelliklere ve daha kararsız bir yapıya sahiptir (Triwatana, vd., 2012).

1680-1800 °C arasında değişen yüksek sıcaklıklarda sinterlenen Mg-PSZ, kontrollü bir soğutma işleminden geçirilmelidir. Soğutma esnasında bozunmanın (aging) gerçekleştiği aşamada (1100 °C) dönüşüme duyarlı tetragonal faz çözeltisi oluşmakta, bu oluşumdan kaynaklanan hacimsel orandaki değişim, malzemenin kırılma tokluğunu kontrol eden önemli bir kriter olarak değerlendirilmektedir. Densir-M® (Dentronic AB), sert işleme (hard machining) yöntemiyle üretilen Mg-PSZ seramiklerin ticari örneklerden biridir (Denry ve Kelly, 2008).

3.4. Biyouyumluluk

Biyouyumluluk, IUPAC tarafından canlı sistem ile temas halinde olumsuz etki oluşturmama şeklinde tanımlanmıştır (Vert, vd., 2012). Mayer ve Wintermantel biyomalzemelerin yapısal uyumluluğunu ve yüzey uyumluluğunu ayrı ayrı tanımlayarak önceki tanımlamaların genişletilmesine katkıda bulunmuşlardır. Mayer ve Wintermantel'in geliştirdiği ilk tanım yani yüzey uyumluluğu, bir biyomalzemenin vücut dokularına fiziksel, kimyasal ve biyolojik olarak uygun olmasıdır; ikinci tanım olan yapısal biyouyumluluk ise malzemenin vücut dokularının mekanik davranışına sağladığı optimum uyum olarak ifade edilmiştir (Gümüşderelioğlu, 2002; Heimann, 2002).

Biyouyumluluğu yüksek malzeme ile kast edilen, kendisini çevreleyen dokuların normal değişimlerine engel olmayan ve dokuda istenmeyen tepkiler meydana getirmeyen

malzemelerdir. Metal desteksiz protez malzemelerinin türüne göre elde edilen doku cevabı Çizelge 3.3’de görülmektedir (Gümüşderelioğlu, 2002)

Çizelge 3.3. Metal desteksiz protez malzemeleri ve ilgili protez malzemelerinde gözlenen doku cevapları (Gümüşderelioğlu, 2002).

Malzeme	Doku Cevabı
Alümina, Zirkonya	Çok ince fibroz doku oluşumu (morfolojik sabitleme)
Cam seramikler	Doku-implant arayüzey bağlanması (biyoaktif sabitleme)

Zirkonya yapısı gereği biyoinert malzemeler sınıfında değerlendirilmektedir. Biyoinert malzemeler, toksik ve biyolojik olarak aktif değildir. Zirkonya gibi biyoinert malzemelerde dokunun malzeme çevresinde ipliksi bir kapsül üretmesi söz konusudur.

Dental malzemelerin biyoyumluluğu, iki farklı başlık altında incelenmektedir: in vitro (*In vitro*: Laboratuvar ortamında ya da yapay koşullarda (yapay ortamda hazırlanmış doku örnekleri ya da bakteri kültürleri üzerinde) gerçekleştirilen çalışmalar için kullanılan bir terimdir.) ve in vivo (*In vivo*: Canlı bir organizma veya organizmanın bütünü üzerinde gerçekleştirilen çalışmalar için kullanılan bir terimdir.) (Hisbergues vd., 2009). Gerçekleştirilen in vitro ve in vivo çalışmalar, radyoaktif içeriğinden arındırılmış yüksek saflıktaki zirkonya tozlarından üretilen Y-TZP’nin yüksek biyoyumluluğunu doğrular niteliktedir. Malzemeye karşı gelişen herhangi bir bölgesel (hücresel) ya da sistematik olumsuzluk kaydedilmemiştir (Sarıdağ, vd., 2013). Y-TZP çevresinde oluşan bakterilerin titanyum implant çevresinde oluşan bakterilerden daha az olduğunu belirten çalışmalar da mevcuttur (Rimondini, vd., 2002; Scarano, vd., 2004).

Zirkonyum silikat (zirkon, $ZrSiO_4$) ve baddeleyit (monoklinik ZrO_2) gibi doğal oluşan formlardan elde edilen zirkonya, uranyum ve toryum elementlerinin kristal latis içerisindeki izovalent zirkonyum iyonunun yerini alarak yapıyı kısmen radyoaktif hale getirmesinden dolayı geçmişte biyomedikal uygulamalar için tehlike arz etmiş; bu durum, üstün mekanik özellikler sergileyen zirkonya seramiklerin geliştirilmesini engellemiştir. Yeni geliştirilen saflaştırma yöntemleri, zirkonyanın tehlikeli radyoaktif içeriğini ortadan kaldırmış, biyomedikal uygulamalarda kullanımını mümkün kılmıştır (Heimann, 2002).

4. ZİRKONYA DESTEK SİSTEMLERİNİN ÜRETİMİ

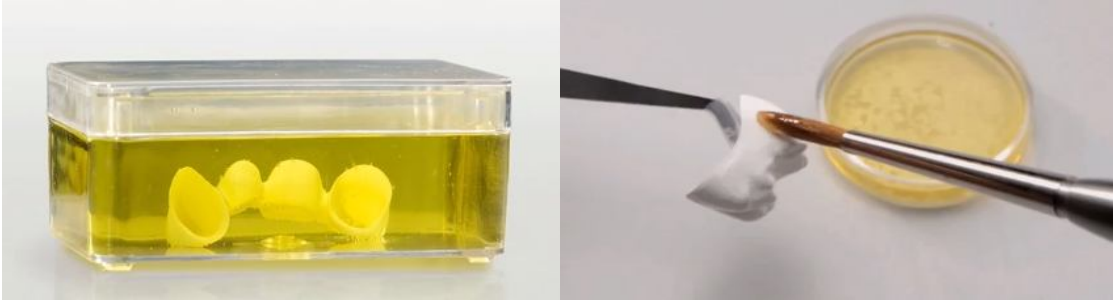
Öncelikli olarak zirkonya hammaddesi, toz formuna getirilerek soğuk izostatik preslerde şekillendirilir. Tek eksenli pres ile şekillendirilen ticari ürün örneklerine de rastlanmaktadır. Soğuk izostatik pres ile şekillendirmede ürün tek bir yönden değil, tüm yönlerden eşit derecede sıkıştırılmakta ve ürünün her bölgesinde homojen bir yoğunluk elde edilmektedir. Bu sayede ürünün ileri üretim aşamalarında meydana gelebilecek (özellikle bloğun kazınması ve sinterleme sonrası aşamalarında) problemlerin önüne geçilebilmektedir. Soğuk izostatik pres ile şekillendirilmeyen ürünler, bünyelerindeki yoğunluk farkları nedeniyle düşük yoğunluğa sahip bölgelerinden kopmakta ve sinterleme sırasında meydana gelen küçülme farkları nedeniyle (ki bunun kaynağı da yine bünyedeki yoğunluk farklarıdır) de nihai üründe modele oturmama ve balanslı olma gibi problemler ortaya çıkarmaktadır.

Yüksek saflıktaki zirkonya tozlarının şekillendirilmesi ile elde edilen bloklar, tamamen sinterlenmiş ya da yarı sinterlenmiş olarak iki farklı şekilde üretilebilmektedir. Tamamen sinterlenmiş blokların sert işlenmesi, yarı sinterlenmiş blokların aksine, küçülme görülmeyeceği için istenilen ölçüyle birebir yapılmaktadır. Yarı sinterlenmiş bloklarda ise desteklerin sinterlenmesi esnasında yaklaşık olarak % 20-25'lik bir küçülme meydana gelmekte, bu nedenle de yarı sinterlenmiş bloklar %20-25 oranında büyük işlenmektedir (Luthardt, vd., 2004; Grigoriadou, 2006; Kaya, 2008; Al-Amleh, vd., 2010).

Yarı sinterlenmiş bloklar kolay ve hızlı işlenirken, tam sinterlenmiş bloklar daha yavaş işlenebilmektedir. Tamamen sinterlenmiş blokların işlenmesinin diğer önemli dezavantajları yüksek maliyetli elmas freze gerektirmeleri ve işleme esnasında kılcal çatlak oluşumuna sebebiyet vermeleridir (Kaya, 2008).

4.1. Zirkonya Destek Sistemlerinin Renklendirilmesi

İşlendikten sonra dış teknisyeni tarafından rötuşlanan destek, dış hekiminin istediği renge uygun olarak özel renklendirici sıvı içerisinde bekletilerek renklendirilmektedir (Şekil 4.1).



Şekil 4.1. Zirkonya desteğin renklendirilmesi.

Renklendirme işleminin, “5.LİTERATÜR ÖZETİ” konu başlığı altında incelenen bilimsel araştırmalar ve diş protez laboratuvarlarında yapılan gözlemler neticesinde birçok sorunu beraberinde getirdiği tespit edilmiştir. Bu olumsuzluklar aşağıdaki şekilde sıralanabilir;

Zirkonya desteğin renklendirilmesi için renk sıvısına daldırılıp bekletilmesi ve sonrasında kurutulması gerekmektedir. Bu işlemler zaman ve işgücü kaybına neden olmakta ve diş protez laboratuvarının yapabileceği iş potansiyelinin azalması anlamına gelmektedir.

Kullanılan renk sıvısının kurutulması için gerekli olan fırın maliyeti ve bu fırının kullanımından kaynaklı enerji kaybı, maddi anlamda zayıfa neden olmaktadır.

Desteğin renklendirme solüsyonunu yüzeysel olarak emmesi nedeniyle sinterlenmiş ürünün son tesviye işlemi sırasında yüzeyden iç kesimlere doğru renk değişimi meydana gelmektedir. Bu sorun estetik açıdan desteğin kullanılmasını imkânsız hale getirmektedir.

Renklendirme sıvısının, zirkonya desteğe emdirilme süresinin ve bu sıvının zirkonya desteğe uygulama yönteminin (solüsyon içine daldırma, fırça yardımıyla desteğe sürülmesi, vb.) her laboratuvar için farklılık göstermesi, aynı marka zirkonya destek ve aynı renklendirme sıvısı kullanılsa bile farklı laboratuvarların farklı renkte destek elde etmesine neden olmaktadır (Dere, 2014, sözlü görüşme).

Farklı marka blokların sahip oldukları farklı porozite ve yoğunluk değerlerinden dolayı aynı renk sıvısı ile renklendirme yapılsa dahi farklı sonuçların elde edilmesi zirkonya diş desteklerinin üretimi açısından karmaşık bir durum meydana getirmekte ve bu durum renklendirme sıvısının kullanımını kısıtlamaktadır.

Renk solüsyonunun belirli bir son kullanım tarihine sahip olması, zamanla solüsyonda bulunan renk pigmentlerinin çökmesi ve laboratuvarlarda şişelerin kapaklarının açık bırakılmasına bağlı olarak solüsyon derişiminin değişmesi diş teknisyeni ve laboratuvarlarının

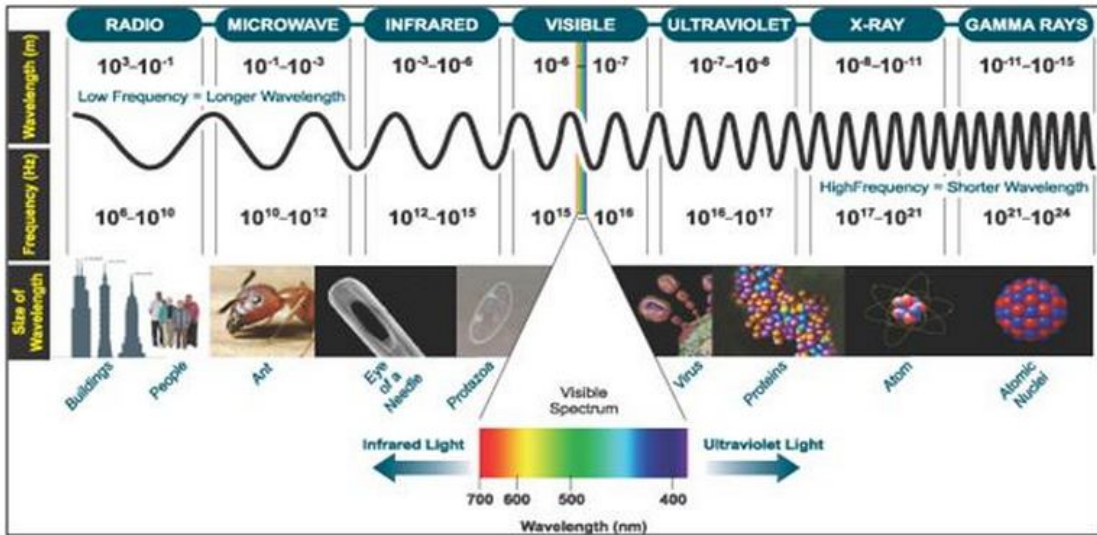
yaşadığı başlıca sorunlardır. Ayrıca laboratuvarların azalan renk sıvısının üzerine su ilave ederek kullanımından kaynaklı hatalar da meydana gelmektedir (Dere, 2014, sözlü görüşme).

Yapılan bilimsel araştırmalar göstermiştir ki renk sıvısı ile renklendirme zirkonya desteklerin mekanik özelliklerini olumsuz yönde etkilemektedir. Bu olumsuz etki, nihai ürünün sağlamlığı açısından sorun oluşturmakta ve protezin hasta ağızındaki ömrünü kısaltmaktadır.

4.1.1. Renk olgusu

Renk, maddenin bir özelliği değil; ışığın göz retinasına değişik biçimde ulaşması sonucu ortaya çıkan bir algılamadır (O'Brien, vd., 1989). Renk algısını etkileyen üç önemli faktör, ışık kaynağı, izlenen obje ve objeyi izleyen birey olarak sıralanabilir. (Joiner, 2004; Yalnız, 2011).

Rengin görsel olarak algılanmasındaki temel faktör, ışıktır. Işık olmaksızın görülebilen tek renk siyah bir diğer deyişle de karanlıktır (Volpato, vd., 2010). Işık, elektromanyetik bir dalgadır ve insan gözü yalnızca, 400 nm-700 nm arasındaki dalga boylarını algılamaktadır. İnsan gözü tarafından algılanabilen bu aralık, elektromanyetik spektrumun “görünen ışık” bölümünü kapsamaktadır (Şekil 4.2).



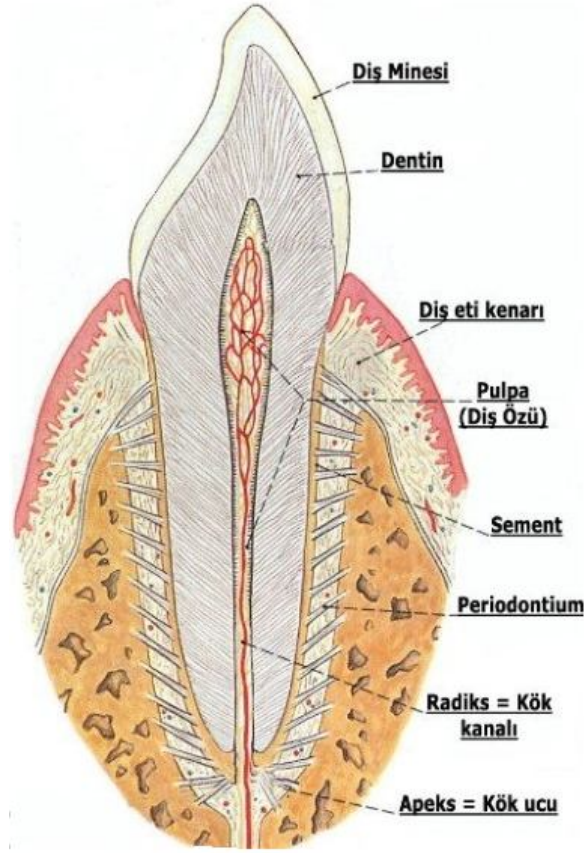
Şekil 4.2. Elektromanyetik spektrum.

4.1.2. Diş rengi ve dişçilikte renk seçimi

İnsan iletişimini etkileyen temel unsurlardan biri de etkileyici bir gülümseyiştir. Bu nedenle dişçiliğin estetik amaçları arasında, dişlerin birbirini orantılı olarak takip ettiği, hastanın

dişetin, dudaklarının ve yüzünün dişler ile uyumlu bir görüntü sergilediği bir gülümseme tasarlamak yer almaktadır. Kullanılan protezin transparanlığı ve rengi de ön plana çıkan diğer parametreler arasındadır (Joiner, 2004). Bu noktada protez malzemelerindeki renk uyumu, yapılan restorasyonun başarısında kilit bir rol oynamaktadır. Renk uyumundan kasıt, hastanın doğal dişi ile protezin mümkün olduğu kadar benzer özellikte olmasıdır.

Diş rengi, dişin kendi optik özellikleri tarafından belirlenmektedir. Diş, pulpa, sement, dentin ve mine olmak üzere dört farklı dokudan meydana gelmektedir (Şekil 4.3). Vücudun en sert ve mineral bakımından en zengin dokusu olan mine tabakası, koruyucu bir katman misali dentini çevrelemektedir. Kimyasal olarak ağırlığının %95 veya %98 kadarını altıgen şeklindeki apatit kristalleri, % 4'ünü su, geri kalanını da organik materyaller oluşturmaktadır. Sinir hücreleri bulundurmaması sebebiyle duyarlı değildir (http://www.hekimim.com/genel/genel_bilgi.htm). Minenin gri ve yarı geçirgen olması sebebiyle, dişin rengi, mine tabakasının altında yer alan dentin tabakasının rengine, minenin kalınlığına ve minedeki lekelenmelerin miktarına bağlı olacaktır (Yalnız, 2011). Minenin altında yer alan dentin, dişin asıl kitlesini oluşturmaktadır ve kemikle aynı yoğunluğa sahiptir. %75'i inorganik maddelerden, %20'si organik maddelerden ve %15'i de su ve diğer maddelerden oluşan dentin, canlı bir yapıdır. İçerdiği çok sayıda kanalcık sebebiyle, dişin dolgu ve kaplama amaçlı oyulması ya da küçültülmesi halinde bu kanalcıklar açığa çıkmakta, hastada sıcağa ve soğuğa karşı hassasiyet oluşturmaktadır.

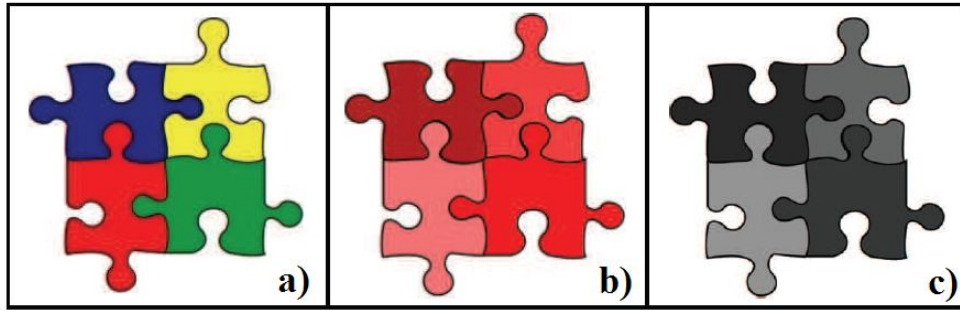


Şekil 4.3. Dişin yapısı (http://www.aysunigneli.com/agiz_dis_eti_dil_cene_anatomisi1.html).

Işık ile diş karşılaştığında aralarında dört farklı etkileşim meydana gelmektedir: ışığın diş içinden geçerek yansıtıcı dağılımı; diş yüzeyinden aynasal yansımaya; diş yüzeyinden nüfuz ederek yansımaya; dental dokular içinde ışığın emilmesi ve saçılması (Jahangiri, vd., 2002).

Dişler, yarısaydamlık (translucency) derecelerine göre karakterize edilmektedir. Mine tabakasının yarısaydamlığı, etki alanının açısına, yüzey alanının yapısına ve cilalı oluşuna, dalga boyuna ve dehidratasyon derecesine bağlı olarak değişmektedir. Artan yarısaydamlık, göze geri gelen ışığın az olmasından dolayı parlaklığı (value) azaltmaktadır. Doğal dişlerde gözlenen floresans özellik (Bazı maddelerin, belirli bir dalga boyundaki ışık ile uyarıldıklarında aldıkları foton enerjisini, kimyasal yapılarından kaynaklanan moleküler özelliklerinden dolayı farklı bir dalga boyunda geri verme özelliğidir.), organik madde miktarının diğer kısımlara nazaran daha fazla olması sebebiyle dentinde görülmektedir. Dentinde floresansın fazla olması yoğunluğu (chroma) düşürmektedir.

Diş rengi seçimindeki problemler ilk olarak 1931 yılında Clark tarafından kaleme alınan “An Analysis of Tooth Color” isimli makalede dile getirilmiştir. Günümüzde diş rengini (objenin renk parametrelerini) tespit etmek amacıyla, Munsell ve CIE $L^*a^*b^*$ olmak üzere iki farklı renk sistemi kullanılmaktadır (Altan, 2011). Munsell 1936’da opak objeler için, üç önemli ölçüt tanımlamıştır: ton (hue), yoğunluk (chroma) ve parlaklık (value) (Şekil 4.4). Evrensel olan bu tanımlamalar, üç boyutlu renk kavramının görsel ve enstrümantal analizinin gerçekleştirilmesinde oldukça önemlidir (Volpato, vd., 2010).

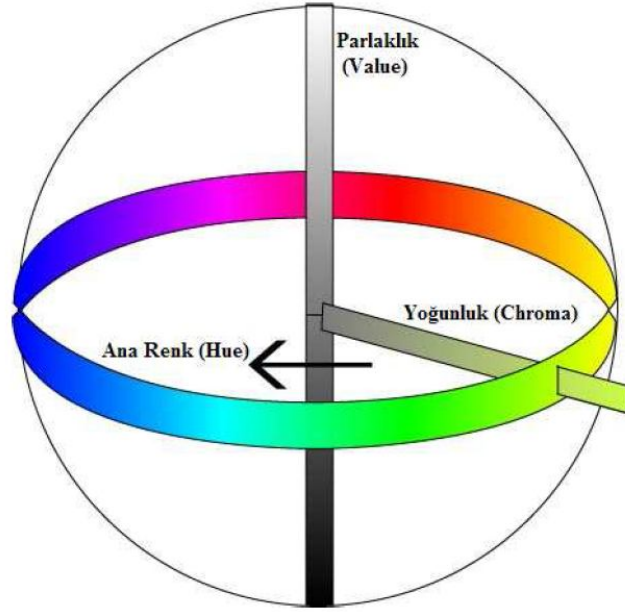


Şekil 4.4. Ton: mavi, yeşil, kırmızı ve sarı (a), kırmızı tonun canlılığı (b) ve (a)’da gösterilen ışık şiddetinin ya da ton canlılıklarının parlaklığı (c) (Volpato, vd., 2010).

Ton (hue), obje tarafından yansıtılan ışığın dalga boyuna karşılık gelmektedir. Bir diğer deyişle, dalga boyları toplamının fizyolojik ve fiziksel olarak yorumlanmasıdır. Yoğunluk (chroma), rengin yoğunluğunu, şiddeti yahut gücünü ifade etmektedir. Kavramın daha iyi anlaşılabilmesi için Yalnız (2011, s. 17) şöyle bir örnek tanımlamıştır:

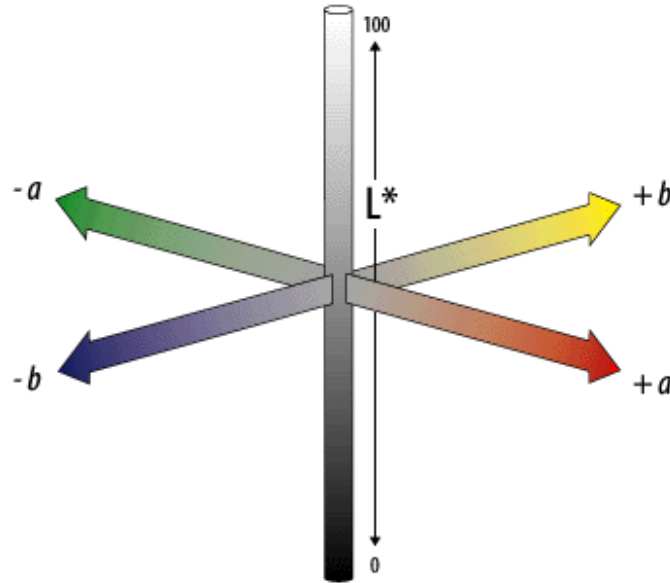
“Bir bardak suyun içine bir damla kırmızı boya ilave edildiğini düşünelim ve zamanla aynı boyadan daha fazla ilave edelim. Bu durumda yoğunluk artar, fakat renk hala aynı, yani kırmızıdır.”

Objeden dönen ışık miktarı olarak tanımlanan parlaklık (value) ise Munsell tarafından beyazdan siyaha giden grilik dereceleri olarak ifade edilmiştir (Şekil 4.5) (Yalnız, 2011).



Şekil 4.5. Munsell renk sistemi (Yalnız, 2011).

Uluslararası Aydınlatma Komisyonu (CIE) tarafından geliştirilen CIE renk sistemi, ilk olarak 1931’de önerilmiştir. Yıllar içinde değişime uğrasa da temel prensiplerinden uzaklaşmadan günümüze kadar gelmiştir, ancak 1976’da geliştirilmiş olan CIE $L^*a^*b^*$ renk sistemi daha yaygın bir kullanım alanına sahiptir (Şekil 4.6).



Şekil 4.6. CIE $L^*a^*b^*$ renk sistemi şematik gösterimi
(http://dba.med.sc.edu/price/irf/Adobe_tg/models/cielab.html).

Şekil 4.6’da görüldüğü üzere CIE L*a*b* sistemi, L*, a* ve b* olmak üzere üç farklı parametre içermektedir. L*, a*, b* değerleri, başka bir CIE renk sistemi parametresi olan üç uyaranlı x, y, z değerlerinden hesaplanabilmektedir. Aşağıda CIE renk sistemine ait semboller açıklanmıştır (Bayındır ve Alvin, 2006);

ΔE : İnsan gözünün algılayabildiği gerçek renk farklılığı

L : Aydınlik

A : Kırmızıdan yeşile renk koordinatı

+a* : Kırmızı yön

-a* : Yeşil yön

+b* : Sarı yön

-b* : Mavi yön

Renk farklılığı (ΔE) aşağıdaki formülle hesaplanmaktadır.

$$\Delta E = \sqrt{(L_f^* - L_b^*)^2 + (a_f^* - a_b^*)^2 + (b_f^* - b_b^*)^2}$$

F : Final değerleri

B : Başlangıç değerleri

L dikey eksenini, rengin açıklık koyuluk ölçüsünü belirler ve rengin parlaklığını 0-100 (0 koyu anlamındadır ve 100 açık anlamına gelmektedir. Yani 0’dan 100’e doğru parlaklık artmaktadır.) arasında bir değerle karakterize eder. a yatay eksenini, kırmızı yeşil arası yoğunluk (chroma) koordinatlarını belirtirken; b yatay eksenini objenin sarı ve mavi arası yoğunluk koordinatlarını ifade etmektedir. a arttıkça renk kırmızıya (+a*), b arttıkça renk sarıya yaklaşmaktadır. Yine aynı şekilde a azalırken renk yeşile dönmekte ve b azalırken maviye yaklaşmaktadır (Yalnız, 2011).

5. LİTERATÜR ÖZETİ

Zirkonya desteklerin renklendirilmesi için kullanılan başlıca yöntem, zirkonya desteğin renklendirme solüsyonuna daldırılmasıyla yapılan renklendirme işlemidir. Bu konu hakkında yapılan araştırma sayısı kısıtlı olsa da yayınlanan bazı makaleler bu yöntemin beraberinde bazı dezavantajları getirdiğini göstermiştir.

Çelik ve arkadaşları, gerçekleştirdikleri çalışmalar neticesinde tekrarlanan pişirimler sonucu elde edilen renklendirme solüsyonu uygulanmış ürünlerde renk farklılıkları olduğunu gözlemlemişlerdir (Çelik, vd., 2008). Bu çalışmaya ek olarak Öztürk ve arkadaşlarının elde ettikleri sonuçlar pişirim sayısının da ürün rengi üzerinde etkili olduğunu ortaya koymuştur (Öztürk, vd., 2008). Her iki çalışma da renklendirme sıvısı kullanımının hassas bir işlem olduğunu ve benzer nitelikte (aynı tür) renklendirme sıvısı kullanılsa dahi pişirim koşullarının elde edilen son renkte farklılıklara sebebiyet verdiğini göstermektedir.

Lee ve arkadaşlarının gerçekleştirdiği farklı bir çalışma, kullanılan bloğun markasının nihai ürünün rengi üzerinde etkili olduğunu ortaya koyarken (Lee, vd., 2007) Son ve arkadaşlarının yaptıkları çalışmada da nihai üründe yaşanan renk farklılıklarının blok markasının yanı sıra destek kalınlığına da bağlı olduğu kaydedilmiştir. (Son, vd., 2010).

Tuncel ve arkadaşları yaptıkları çalışmada renklendirici sıvı kullanılarak gerçekleştirilen renklendirme işleminin zirkonya desteklerin transparanlığını etkilediğini ve transparanlık ölçümlerinde bazı renklendirilmiş desteklerin (belirli renkler için) önemli farklılıklar sergilediğini tespit etmiştir (Tuncel, vd., 2013). Bu çalışmaların haricinde renklendirici solüsyonların 3Y-TZP'nin mikroyapısı ve mekanik özellikleri üzerindeki etkilerini inceleyen çalışmalar da mevcuttur.

Hjerppe ve arkadaşları, yaptıkları çalışmada renklendirme sıvısı kullanarak yapılan renklendirme işleminin zirkonya desteğin mekanik özelliklerini olumsuz etkilediğini belirtmişlerdir (Hjerppe, vd., 2008). İlgili durum, hasta sağlığı açısından sorun teşkil etmesinin yanı sıra ürüne olan güveni de olumsuz etkilemektedir.

Shah ve arkadaşları, seryum ve bizmut renklendirici tuz solüsyonlarının (seryum asetat, seryum klorür ve bizmut klorür) 3Y-TZP'nin mikroyapısı, rengi ve eğme mukavemeti üzerindeki etkilerini inceledikleri çalışmalarında seryum ve bizmut tuzları ile renklendirmenin çok düşük konsantrasyonlarda yapılsa dahi dikkat çeken renk farklılıkları ile sonuçlanacağını kaydetmiştir. Yüksek konsantrasyonlarda gerçekleştirilen renklendirme çalışmalarında eğme

mukavemetinde azalma tespit edilmiş ve bu azalmanın sebebi malzemedeki açık porozite ile ilişkilendirilmiştir (Shah, vd., 2008).

Wen ve arkadaşları yaptıkları çalışmada CeO_2 ve Er_2O_3 ile renklendirilmiş zirkonya seramiklerin renginin artan CeO_2 ve Er_2O_3 konsantrasyonlarına bağlı olarak sarımsı yeşilden sarımsı kırmızıya döndüğü kaydedilmiştir. Üç nokta eğme testi sonuçlarında ise renklendirme sonrasında 1209 MPa'dan 845 MPa'a bir düşüş gözlenmekle birlikte ilgili değerlerin renklendirilmemiş malzemedeki (1301 MPa) çok daha düşük olduğu belirtilmiştir. Kırılma tokluğunda da azalma gözlenmiş ve her iki renklendiricinin de kullanıldığı numunelerin SEM görüntüleri de daha poroz bir mikroyapıya işaret etmektedir (Wen, vd., 2008).

Ban ve arkadaşları gerçekleştirdikleri çalışmalar neticesinde renklendirilmiş zirkonyanın kırılma tokluğu ve eğme mukavemeti değerlerini olumsuz yönde etkilediğini kaydetmişlerdir (Ban, vd., 2013). Kaya gerçekleştirdiği çalışmada Fe_2O_3 içeren zirkonya toz ile renklendirerek hazırladığı kompozisyonların fiziksel ve mekanik özelliklerinin dental uygulamalar için uygun olduğunu belirtmiştir (Kaya, 2013).

Gerçekleştirilen bu çalışma ile kendinden renkli zirkonya bloğun geliştirilmesi ve karakterizasyonu hedeflenmiştir. Çalışma sonunda elde edilen ürün sayesinde zirkonya bloğun renklendirme işleminde kullanılan renk sıvısının kullanımına gerek kalmayacak ve önceki paragraflarda dile getirilen renklendirme sıvısı kaynaklı gelişen problemlerin önüne geçilebilecektir. Öncelikle renklendirme işlemine gerek kalmayacağı için zaman ve işgücü açısından son derece önemli bir kazanım elde edilecektir. Ekonomik anlamda değerlendirildiğinde renklendirme sıvısının maliyeti diş protez laboratuvarları için önemli bir gider kalemi olduğundan (Dere, 2014, sözlü görüşme) bu maliyetin ortadan kaldırılması çok büyük bir avantaj yaratacaktır. Renklendirme sıvısının kullanımının ortadan kalkması ile diş teknisyeninin üretim hızı, esnekliği ve verimliliği artacaktır. Bloğun kazanmasının ardından herhangi bir renklendirme işlemine gereksinim duyulmadan direkt olarak sinterleme işlemi gerçekleştirilebilecektir. Ayrıca kendinden renkli zirkonya blokta renklendirici bileşenlerin zirkonya tanelerinin arasına yerleşmesi yerine zirkonyanın kristal yapının içerisine hapsedilmesi, mekanik özellik açısından renksiz zirkonya blok ile aynı değerlere sahip blok elde edilmesini mümkün kılacaktır. Renkli blok üretimi sayesinde zirkonya sahip olduğu üstün mekanik özelliklerden ödün vermeksizin metal desteksiz sabit diş protezlerinde kullanılabilir. Bir diğer önemli nokta da soğuk izostatik presle şekillendirilecek blokların tek eksenli presle şekillendirilen muadillerine nazaran her yönde eşit yoğunluğa sahip olmasıdır. Böylece diğer ticari ürünlerde görülen sinterleme sonrası küçülmenin her ekseninde farklı olması ve protezin model üzerine oturmaması gibi sorunlar ortadan kaldırılmış olacaktır.

6. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

6.1. Mevcut Ticari Ürünlerin Karakterizasyonu

Çalışmaya konu olan mevcut ticari ürünlerden Ceramtec CT3, Ceramtec CT5, Ceramtec CT7, Ceramill ve Metoxit Transparan'ın karakterizasyonları “ 6.3 Uygulanan Testler ve Analizler” bölümünde detaylı olarak anlatılan prosedürlere uygun bir şekilde gerçekleştirilmiş, elde edilen sonuçlar “7. SONUÇLAR VE DEĞERLENDİRME” başlığı altında ayrıntılı bir şekilde irdelenmiştir.

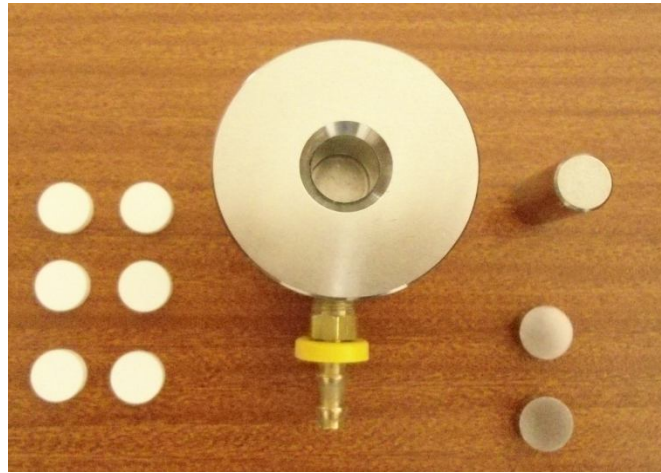
6.2. Numunelerin Hazırlanması

6.2.1. Kullanılan hammaddeler

Kendinden renkli zirkonya peletlerin üretiminde % 3 mol yitriya katkısı ile yarı kararlı hale getirilmiş granül formunda, nano boyutlu TZP-1, TZP-2, TZP-3 ve TZP-4 tozları kullanılmıştır.

6.2.2. Şekillendirme

Renkli zirkonya blok üretimine küçük ölçekli numunelerle başlanmış, bu amaç doğrultusunda da ön şekillendirme işlemi, 13 mm çapında kalıp kullanılarak (Şekil 6.1) 100 MPa basınç altında Carver marka tek eksenli el presinde gerçekleştirilmiştir.



Şekil 6.1. Peletlerin hazırlanmasında kullanılan kalıp ve üretilen peletler.

Ön şekillendirmesi tamamlanan numuneler yüksek elastikiyete sahip torba içerisine yerleştirilerek vakuma alınmış ve sızdırmazlıklarının sağlanması ile maksimum 2000 bar

çalışma kapasiteli MSE Teknoloji marka soğuk izostatik preste 200 MPa basınç altında preslenmiştir.

Üç nokta eğme testinde kullanılacak numuneler, peletlerden farklı olarak yukarıdaki adımlar (ön şekillendirme için tek eksenli el presi yerine otomatik hidrolik pres kullanılmıştır) takip edilerek öncelikle blok şeklinde üretilmiş; ardından üretilen bu bloklar, diş protez laboratuvarında diş teknisyeni tarafından çubuk formunda işlenerek, kullanıma hazır hale getirilmiştir.

6.2.3. Ön sinterleme

Numuneler, 700-1300 °C arasında beş farklı sıcaklıkta ön sinterleme işlemine tabi tutulmuştur. İlgili ön sinterleme sıcaklıkları takip eden bölümlerde ÖS-1, ÖS-2, ÖS-3, ÖS-4 ve ÖS-5 olarak ifade edilecektir.

6.2.4. Sinterleme

Ön sinterleme sonrasında belirli testler (XRD analizi, ham yoğunluk ölçümü vs.) uygulanan numuneler, maksimum sıcaklığı 1800 °C olan Nabertherm marka fırında sinterlenmiştir. Sinterleme Çizelge 6.1'de görüldüğü üzere 5°/dk ısıtma hızı ile gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 6.1. 1500 °C'de sinterleme programı.

Program Adı	Başlama Sıcaklığı (°C)	Isıtma Hızı (°C/dk)	Pişirim Sıcaklığı (°C)	Bekleme Süresi (dk)	Soğutma Süresi (dk)
Nihai Sinterleme	25	5	1500	120	-

6.3. Uygulanan Testler ve Analizler

6.3.1. Kimyasal analiz

Çalışmada kullanılan ticari ürünlerin (bloklardan kesilerek toz formuna getirilmiştir) ve peletlerin üretiminde kullanılan tozların (TZP-1, TZP-2, TZP-3 ve TZP-4) kimyasal bileşimleri Rigaku marka ZSX Primus model XRF cihazı ile tespit edilmiştir. 7 gr lityum tetra borat ile 0,7 gr analizi yapılacak toz tartılarak agat havanda homojen bir şekilde karıştırılmış, karışım otomatik eritme cihazında platin kroze içerisinde 15 dakika süresince ergitilmiştir. Ergitildikten

sonra kalıba dökülerek 40x3 mm (çap x kalınlık) boyutunda cam tablet elde edilmiştir. Elde edilen tablet XRF cihazı içerisine yerleştirilerek analiz gerçekleştirilmiştir.

6.3.2. Faz analizi

Ticari ürünlerde, peletlerin üretiminde kullanılan tozlarda ve üretilen peletlerde oluşan kristal fazların tespiti Rigaku marka Rint 2000 model $\text{CuK}\alpha 1$ ışımaya sahip XRD cihazı kullanılarak 2 °/dakika çekim hızı ile belirlenmiştir. Ticari ürünlerin ve peletlerin analizi katı formda (ticari ürünlerde zirkonya bloktan kesilerek analiz için uygun forma getirilip) gerçekleştirilirken kendinden renkli zirkonya peletlerin üretiminde kullanılan zirkonya tozların analizleri toz formunda gerçekleştirilmiştir. Çekim sonucu elde edilen patternlerin JCPDS indeksindekilerle karşılaştırılması neticesinde numunelerin faz analizi tamamlanmıştır.

6.3.3. Mikroyapı analizi

Mevcut ticari ürünlerin, çalışmada kullanılan zirkonya tozlarının ve üretilen peletlerin mikro yapı analizleri HKL Technology model elektron geri yansıyan kırınım (EBSD) dedektörüne sahip Zeiss marka Supra 50 VP Model alan yayımlı elektron tabanlı (FEG) taramalı elektron mikroskopunda (SEM) gerçekleştirilmiştir.

Ticari bloklardan elde edilen numuneler (kesme esnasında meydana gelen deformasyon tabaksını aşamalı olarak yok etmek için) ve nihai sinterlenmiş peletler Çizelge 6.2’de görülen programa uygun şekilde Struers marka TegraPol-25 model otomatik numune parlatma cihazında parlatılmış ve tane sınırlarını belirgin bir şekilde ortaya çıkarmak için sinterleme sıcaklıklarının 50 °C altında ısıl dağlamaya tabi tutulmuştur. Zirkonya tozlar ise numune tutucu düzenek üzerine yerleştirilen karbon bantlar üzerine yapıştırılmıştır.

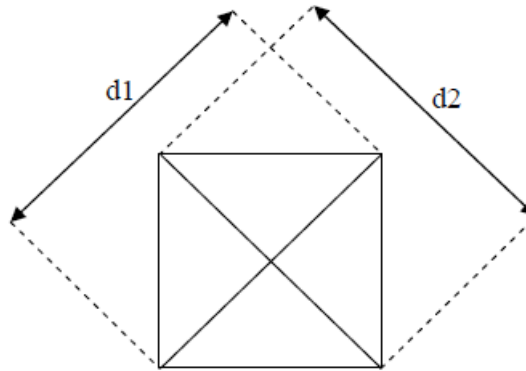
Çizelge 6.2. Ticari bloklardan elde edilen numunelerin parlatılmasında kullanılan program.

Disk	Sıvı	Süre	Kuvvet/Devir (N/Rpm)
MD-Piano	Su	1.5	180/300
MD-Largo (9 μm)	Allegro	5	180/150
MD-Dac (3 μm)	Dac	5	180/150
MD-Nap (1 μm)	Nap	3,5	180/150
MD-Chem	Kolloidal Silika	1,5	120/150

İletken olmayan seramik malzemelerde yüzey iletkenliğini sağlamak ve bu şekilde elektronların yüzeye şarjını engellemek amacıyla numuneler ve ticari ürünler, altın-paladyum karışımı ince bir film tabakası ile kaplanmıştır. Hem ticari ürünlerin hem de zirkonya tozlarının mikro yapı çalışmalarında ikincil elektronlardan (SE) görüntü alınmıştır.

6.3.4. Mikro sertlik testi

Kendinden renkli zirkonya peletlere ve ticari ürünlere uygulanan Vickers mikro sertlik testi, Emcotest marka M1C 010 model sertlik ölçüm cihazında gerçekleştirilmiştir. Cihazın çalışma mantığı piramit şeklindeki kesici ucun belirli bir yük altında numuneye batırılması ve bir süre beklenmesi neticesinde elde edilen izin ortalama köşegen uzunluklarının (Şekil 6.2) belirlenerek ilgili formülde yerine koyulması ve bu şekilde mikro sertlik değerinin elde edilmesi prensibine dayanmaktadır.



Şekil 6.2. Vickers mikro sertlik testinde oluşan ize ait köşegen uzunluklarının gösterimi (Kaya, 2008).

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2}$$

$$Hv = \frac{1854xP}{d^2}$$

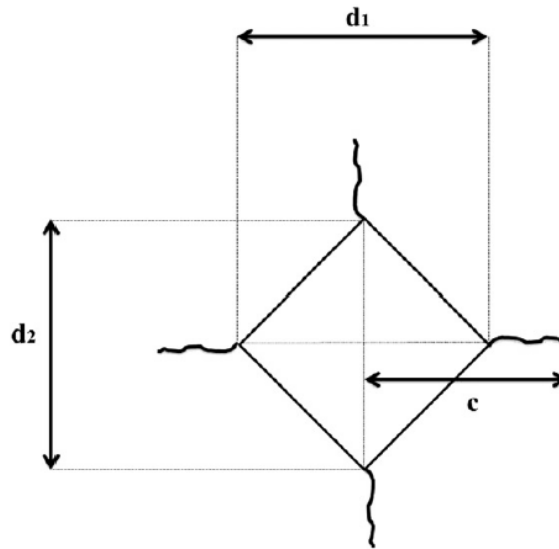
Hv : Vickers sertlik değeri (MPa)

P : Uygulanan yük (kg)

d : Ortalama köşegen uzunluğu (mm)

Ön sinterlemesi tamamlanan peletlere ve ön sinterlenmiş ticari ürünlere 1 kg'lık yük uygulanarak 3 saniye süresince bekletilmiştir. Ardından elde edilen izin ortalama köşegen uzunlukları hesaplanarak ilgili formülde yerine koyulmuş ve bu şekilde sertlik değerleri tespit edilmiştir.

Nihai sinterlenmesi gerçekleştirilen peletlere ve nihai sinterlenmiş ticari ürünlere ise 10 kg'lık yük 3 saniye süresince uygulanarak mikro sertlikleri ölçülmüştür. Kırılma tokluğunda ise "Vickers İndentasyonu" ile elde edilen izler kullanılmıştır. Bu yöntemde, mikrosertlik ölçme cihazının elmas piramit ucu, parlatılmış numunelerin yüzeyine yeterli yükler ile 3 saniye boyunca tatbik ettirilmiştir. Numune yüzeyinde piramit bir iz ve bu izin köşelerinden ilerleyen çatlaklar oluşmuştur. Merkezden başlayarak çatlak boyları ölçülmüş ve aşağıdaki eşitlik yardımıyla kırılma tokluğu değerleri hesaplanmıştır.



Şekil 6.3. Kırılma tokluğunda çatlak boylarının ve köşegen uzunluklarının ölçümü (Kaya, 2013).

$$K_{IC} = 0,0016 \left(\frac{E}{H_V} \right)^{1/2} \left(\frac{P}{C^{3/2}} \right)$$

K_{IC} : Kırılma tokluğu (MPa m^{1/2})

H_V : Vickers sertliği değeri (GPa)

E : Elastik modülü (GPa)

P : Uygulanan yük (N)

C : Çatlak uzunluğu (m)

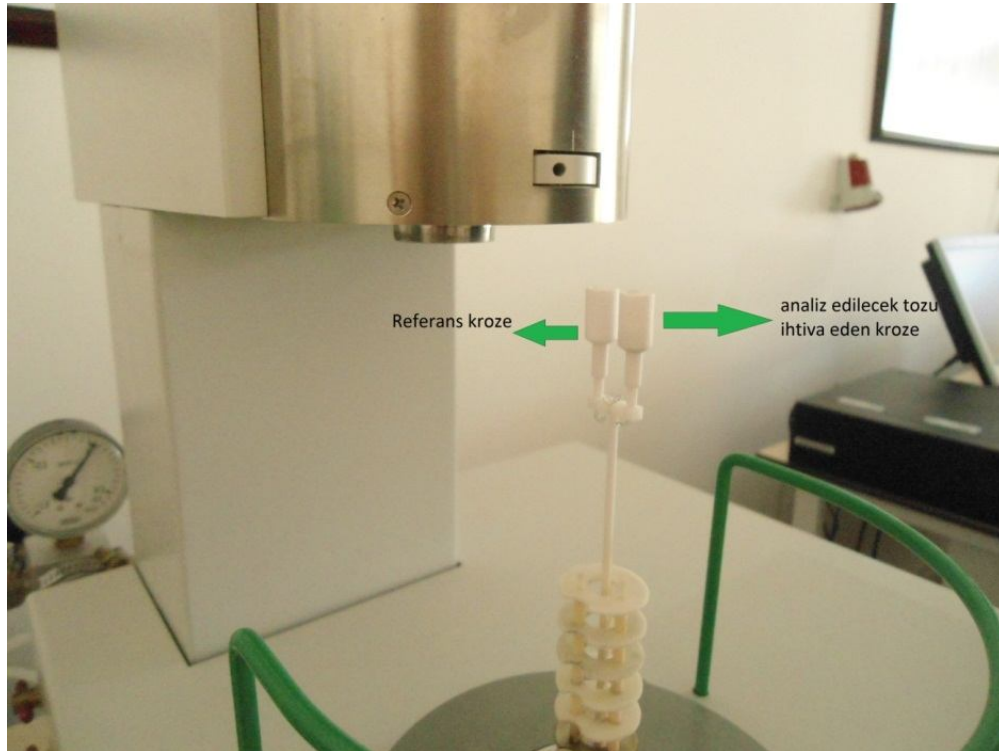
6.3.5. Pişme küçülmesi

Hazırlanan peletlerin ön şekillendirme, şekillendirme (CIP ile şekillendirme), bağlayıcı uzaklaştırma, ön sinterleme ve sinterleme işlemleri sonrasındaki çap ve kalınlık değerleri kumpas ile ölçülerek elde edilen değerlerin aşağıdaki formülde yerine koyulması ile birlikte % pişme küçülmesi değerleri belirlenmiştir.

$$\%Pişme\ Küçülmesi = \frac{Kuru\ uzunluk - Pişmiş\ uzunluk}{Kuru\ uzunluk}$$

6.3.6. TG/DTA analizi

Kendinden renkli peletlerin üretiminde kullanılan tozların TG/DTA analizleri NETZSCH marka STA 449 73 model TG/DTA cihazı ile gerçekleştirilmiştir. Öncelikle analiz edilecek tozlar sırasıyla alümina kroze içerisine 100 miligramı geçmeyecek şekilde koyulmuş, alümina kroze, cihaz bünyesindeki numune taşıyıcı kefeye yerleştirilerek (Şekil 6.4) analiz gerçekleştirilmiştir.



Şekil 6.4. TG/DTA cihazında numune taşıyıcı kefeye krozelerin yerleştirilmesi.

6.3.7. Yoğunluk testi

Ön sinterlenmesi tamamlanmış ve tamamen sinterlenmiş zirkonya peletlerin yoğunluk ölçümü Arşimet prensibi ile gerçekleştirilmiştir. Hazırlanan numuneler içi saf su dolu bir beher içerisine yerleştirilerek ısıtıcı üzerinde dört saat süresince kaynatılmıştır.

Oda sıcaklığına soğutulan numuneler bir gün süreyle bekletilmiş, ardından yoğunluk ölçüm kiti yardımıyla sırasıyla su içindeki asılı ağırlıkları ve yaş ağırlıkları ölçülmüştür. 100 °C'lik etüvde bir gün süreyle kurutulan numuneler, silika jel içeren desikatör içerisinde soğutulmuştur. Bu işlemin ardından numunelerin kuru ağırlıkları ölçülmüştür. Elde edilen asılı ağırlık, yaş ağırlık ve kuru ağırlık değerleri aşağıdaki formülde yerine koyularak ilgili numuneye ait yoğunluk değeri tespit edilmiştir.

W_1 : Numunenin kuru ağırlığı

W_2 : Numunenin su içindeki asılı ağırlığı

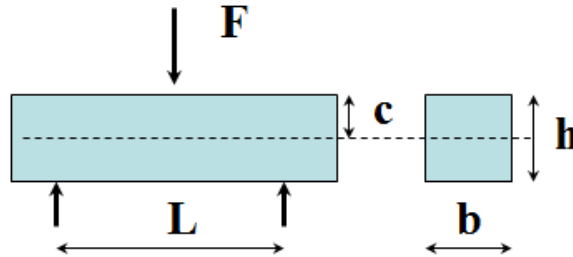
W_3 : Numunenin yaş ağırlığı

ρ_{su} : Suyun özgül ağırlığı olmak üzere;

$$Yığınsal\ Yoğunluk = \frac{W_1}{(W_2 - W_3)} \times \rho_{su}$$

6.3.8. Üç nokta eğme testi

Nihai sinterlenmiş numunelere ait üç nokta eğme testi, Shimadzu marka üç nokta eğme test cihazı ile ISO 6872 Dental Ceramic ve TSE EN ISO 6872 Diş Seramiği standartlarına uygun olarak gerçekleştirilmiştir.



Şekil 6.5. Üç nokta eğme testi şematik gösterimi.

σ : maksimum çekme gerilmesi (MPa)

F: Uygulanan yük miktarı (N)

L: İki destek arasındaki mesafe (mm)

b: Numunenin genişliği (mm)

h: Numunenin yüksekliği (mm)

$$\sigma = \frac{3FL}{2bh^2}$$

6.3.9. Renk analizi

Tamamen sinterlenmiş peletlere ait renk ölçümleri Konica Minolta 3600-d model spektrofotometre cihazı ile gerçekleştirilmiştir. Cihaz, “4.1.2 Diş rengi ve dişçilikte renk seçimi” başlığı altında detaylı bir şekilde anlatılan CIE L*a*b* renk sistemi mantığı ile çalışmaktadır.

7. SONUÇLAR VE DEĞERLENDİRMELER

7.1. Ticari Ürünlere Ait Sonuçlar ve Değerlendirmeler

7.1.1. Kimyasal analiz sonuçları

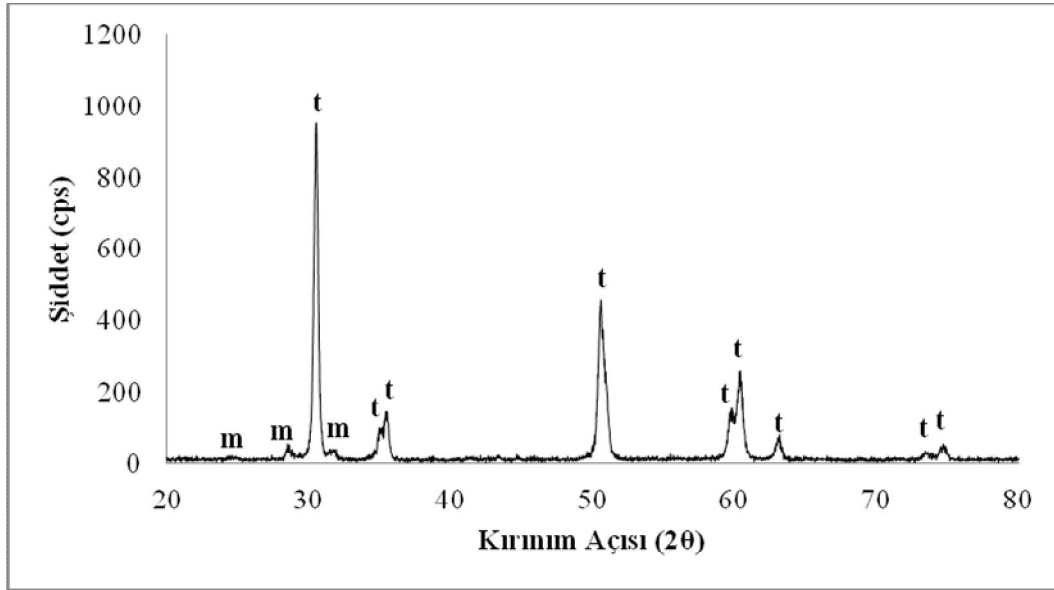
Ceramtec CT3, Ceramtec CT5, Ceramtec CT7, Ceramill ve Metoxit Transparan ürünlerine ait oksit bileşimleri Çizelge 7.1’de görülmektedir. Çizelgeden de anlaşıldığı üzere tüm ticari ürünlerin molce % 3 Y_2O_3 ile yarı kararlı hale getirilmiş yüksek saflıkta ZrO_2 tozundan üretildiği görülmekle birlikte, ürünlerin tümünde sinterleme sıcaklığını düşürücü Al_2O_3 ’ün varlığı tespit edilmiştir. Ayrıca ürünlerin içerdiği Fe_2O_3 miktarı zirkonya desteğin rengini etkilemesi bakımından önemlidir. Düşük Fe_2O_3 oranlarında daha beyaz ürünler elde edilmektedir.

Çizelge 7.1. Ticari ürünlerin oksit bileşimleri.

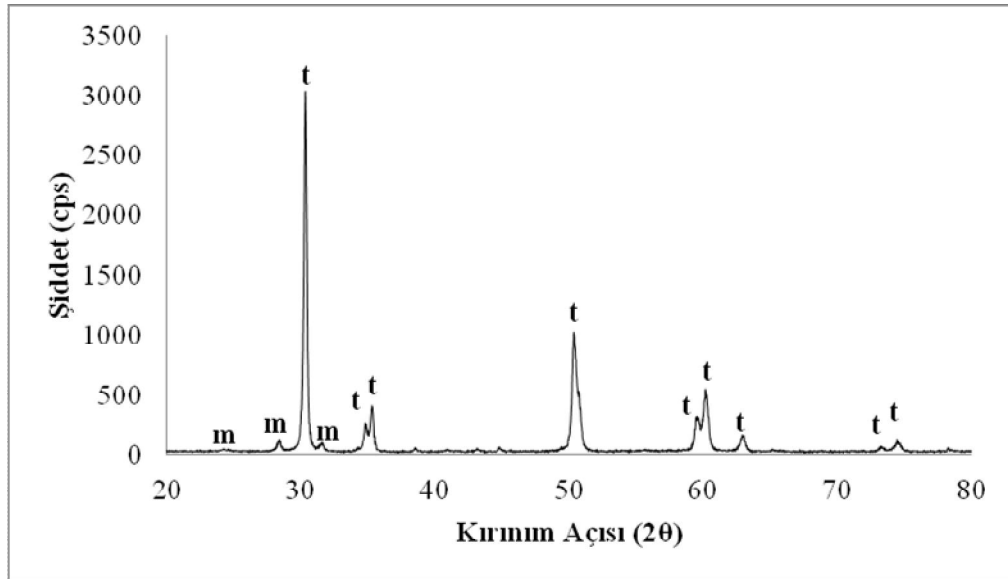
Oksitler	Ceramtec CT3	Ceramtec CT5	Ceramtec CT7	Ceramill	Metoxit Transparan
Al_2O_3	0,46	0,49	0,36	0,70	0,41
SiO_2	0,11	0,20	0,10	0,16	0,17
CaO	-	-	-	-	-
Cr_2O_3	0,12	0,10	0,09	0,11	0,10
Fe_2O_3	0,30	0,32	0,40	0,26	0,25
ZnO	-	-	-	-	-
Y_2O_3	5,85	5,75	5,88	5,73	5,91
ZrO_2	91,12	91,14	91,16	90,93	91,10
HfO_2	2,04	2	2,02	2,13	2,10

7.1.2. XRD analizi sonuçları

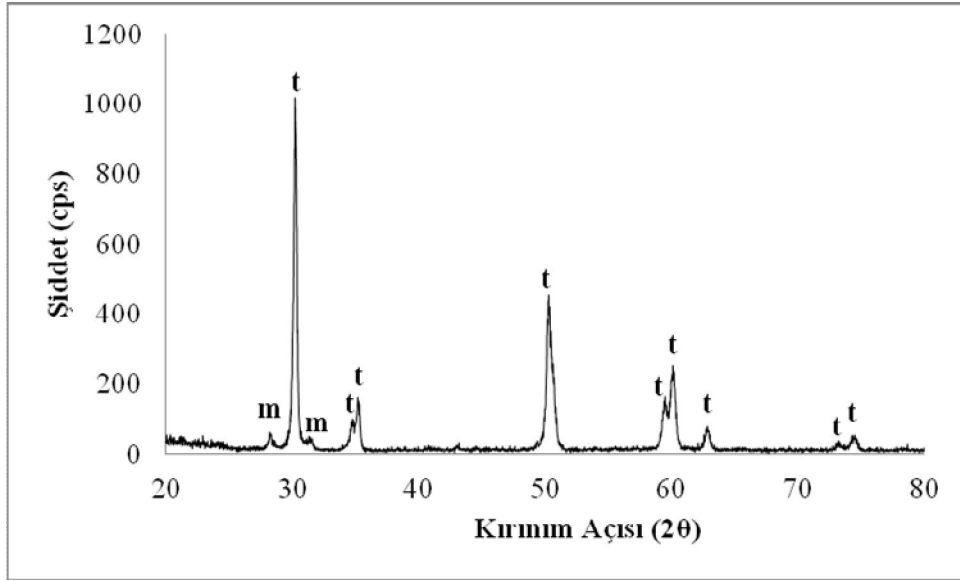
Ön sinterlenmiş ticari ürünlere ait XRD sonuçları Şekil 7.1 – 7.5’de görülmektedir. Ticari ürünlere ait XRD desenleri incelendiğinde tüm blokların az miktarda monoklinik faz içerdiği, bloklardaki baskın fazın ise tetragonal formda olduğu tespit edilmiştir.



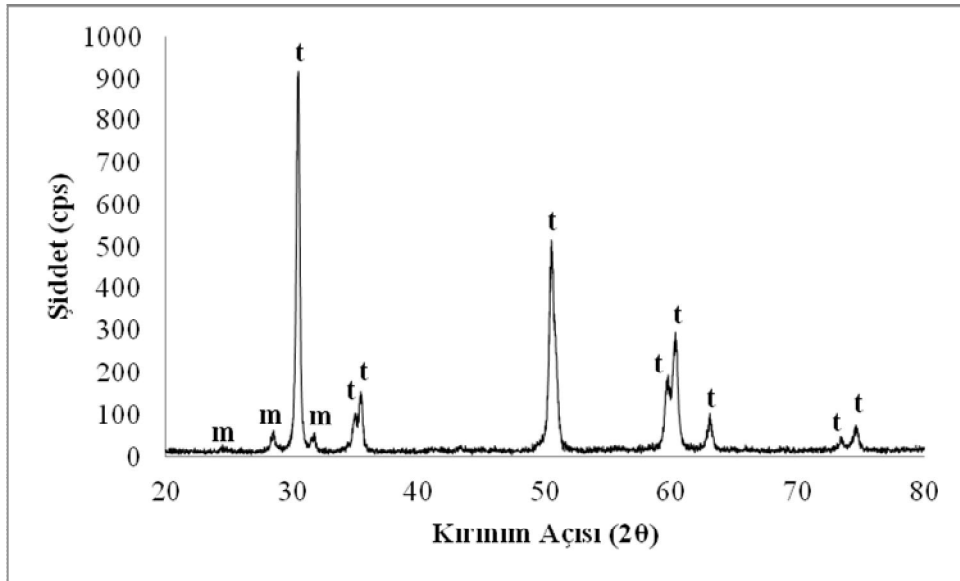
Şekil 7.1. Ceramtec CT3 ürününe ait XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO_2).



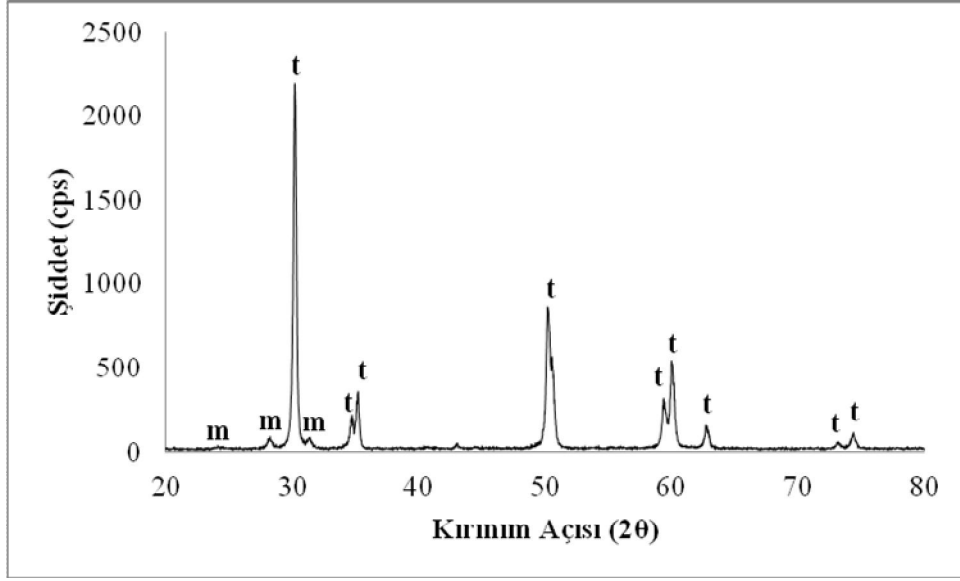
Şekil 7.2. Ceramtec CT5 ürününe ait XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO_2).



Şekil 7.3. Ceramtec CT7 ürününe ait XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO₂).

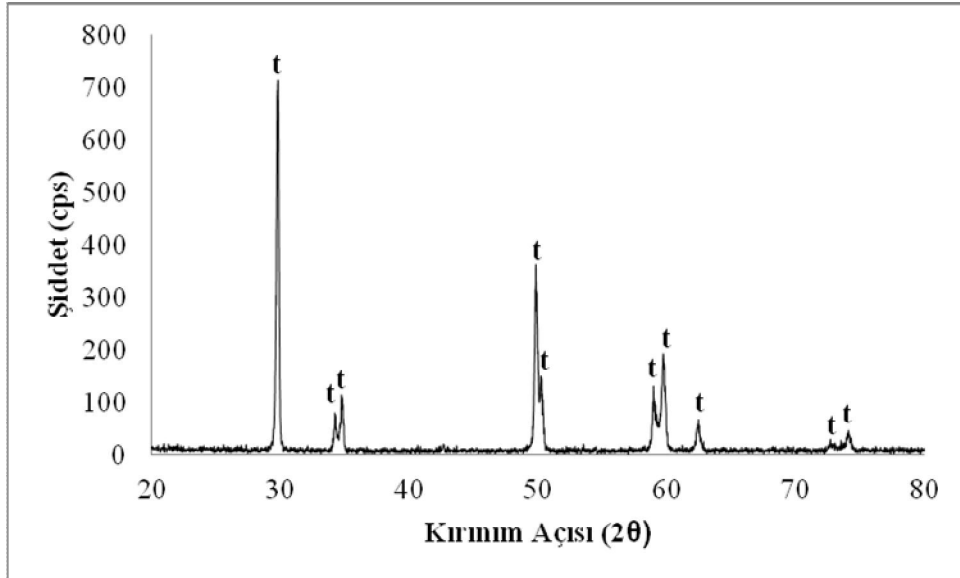


Şekil 7.4. Ceramill ürününe ait XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO₂).

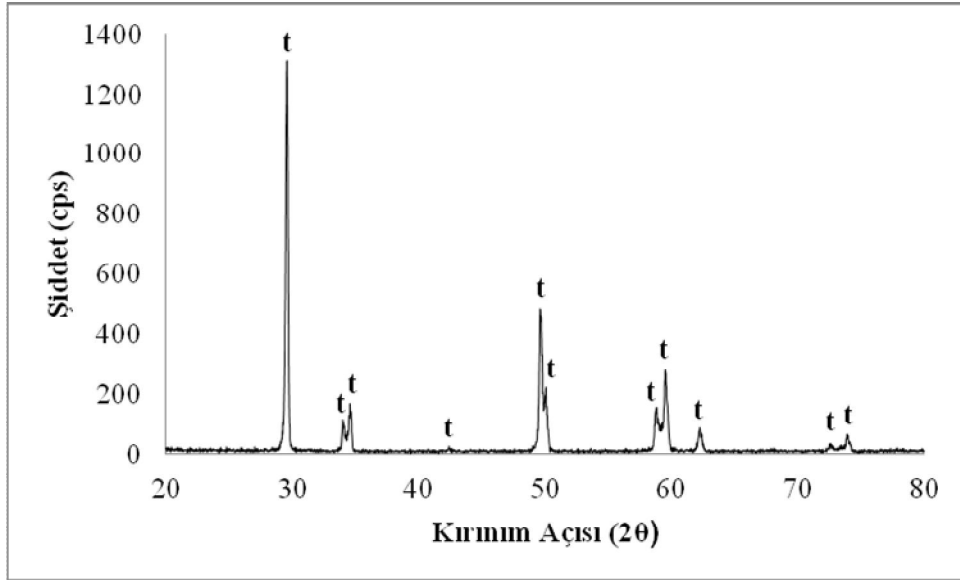


Şekil 7.5. Metoxit Transparan ürününe ait XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO_2).

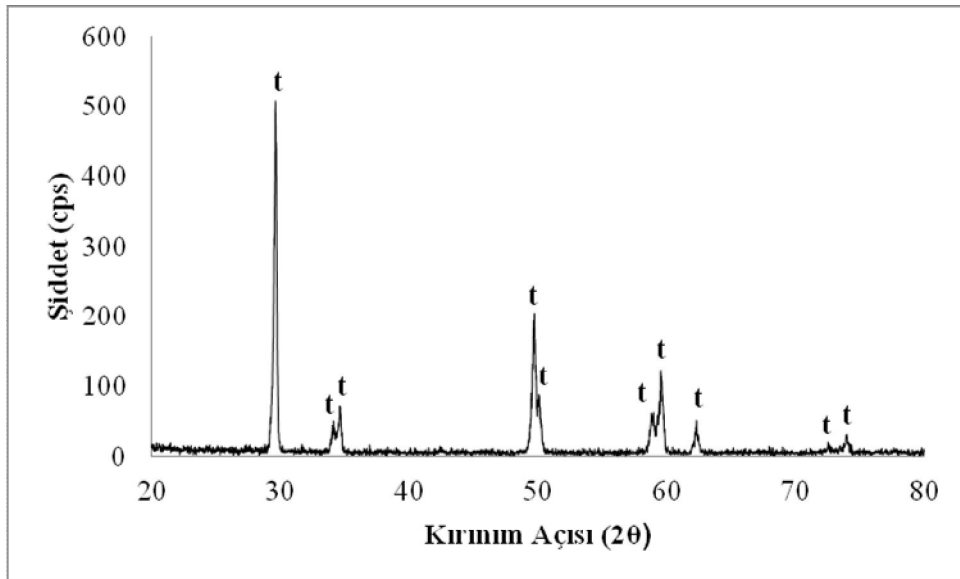
Sinterlenmiş ticari ürünlere ait XRD desenleri ise Şekil 7.6 - 7.10'da görülmektedir. XRD desenlerinde görülen tetragonal fazlar ürünlerin sinterleme ile birlikte kararlı hale geldiğini doğrulamaktadır.



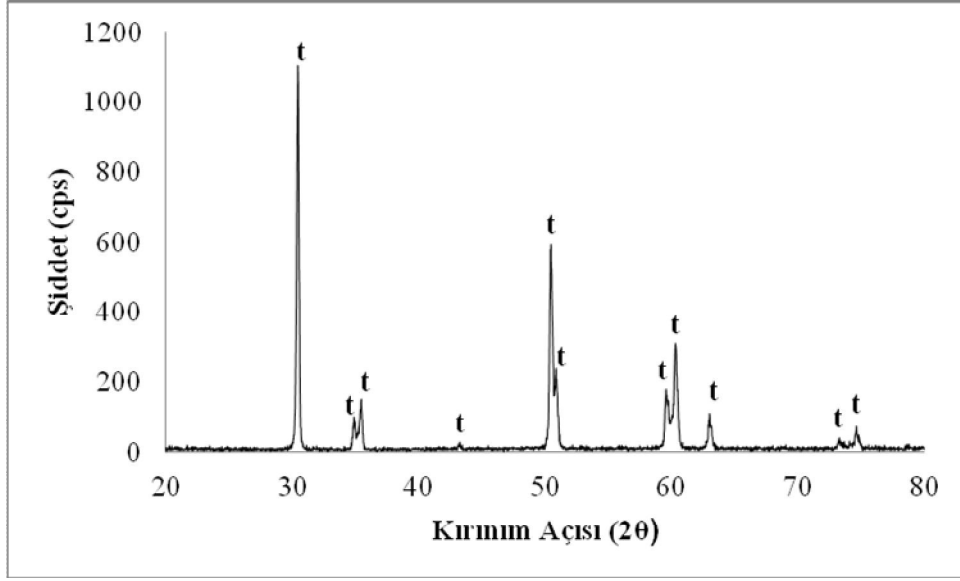
Şekil 7.6. Sinterlenmiş Ceramtec CT3 ürününe ait XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO_2).



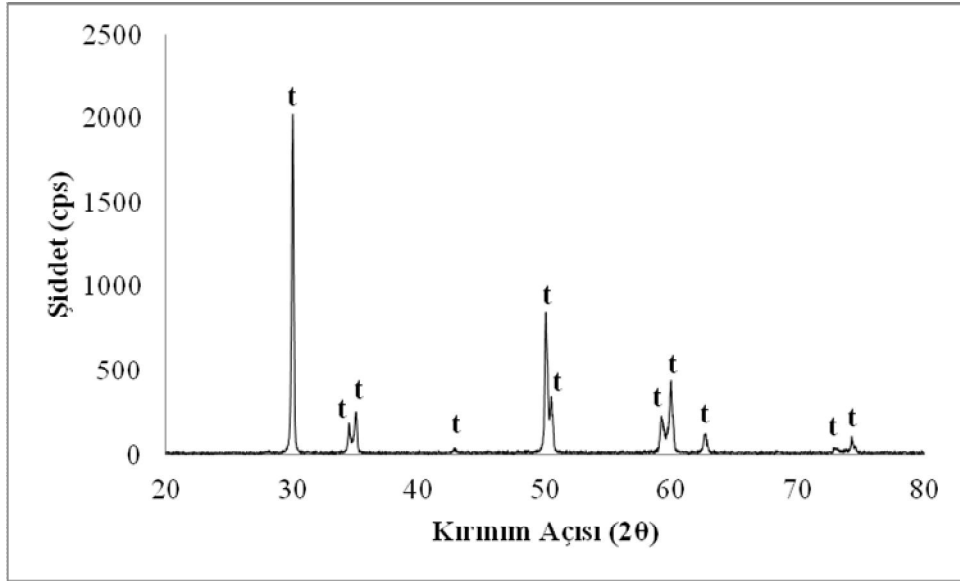
Şekil 7.7. Sinterlenmiş Ceramtec CT5 ürününe ait XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO_2).



Şekil 7.8. Sinterlenmiş Ceramtec CT7 ürününe ait XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO_2).



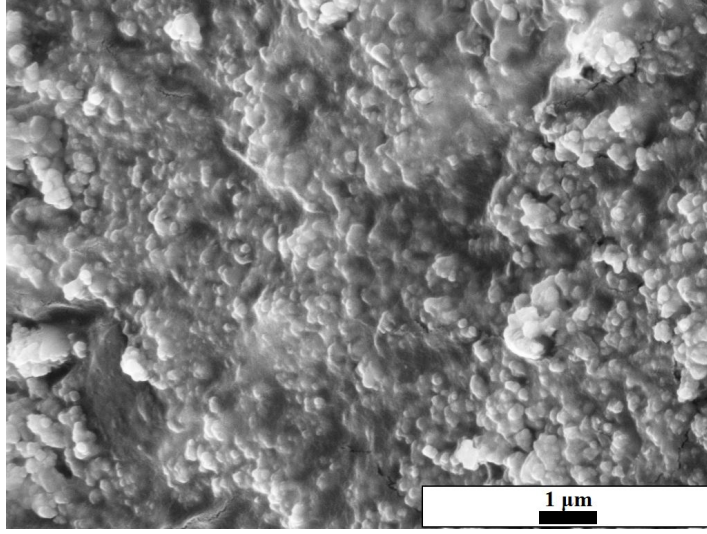
Şekil 7.9. Sinterlenmiş Ceramill ürününe ait XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO_2).



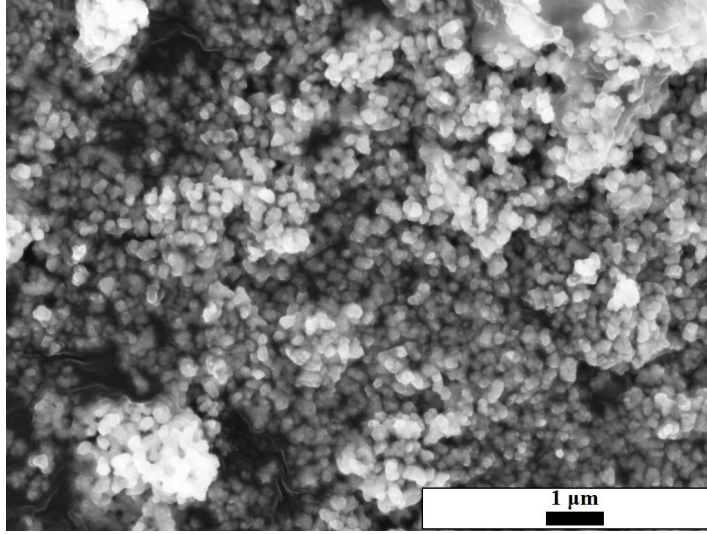
Şekil 7.10. Sinterlenmiş Metoxit Transparan ürününe ait XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO_2).

7.1.3. Mikroyapı analizi

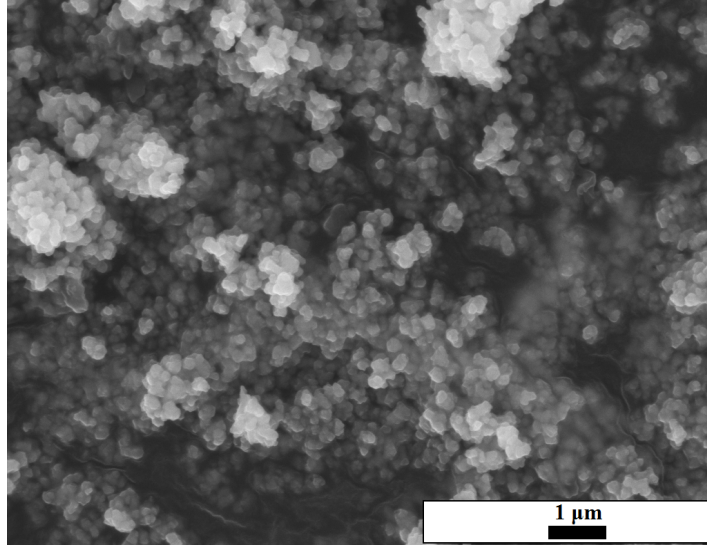
Ön sinterlenmesi gerçekleştirilen ticari ürünlere ait XRD desenleri Şekil 7.11 – 7.15’de verilmiştir.



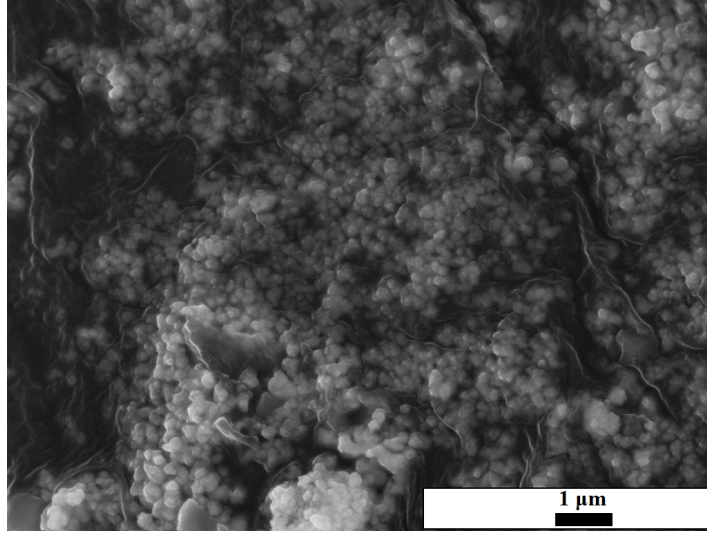
Şekil 7.11. Ceramtec CT3 bloğa ait SEM görüntüsü.



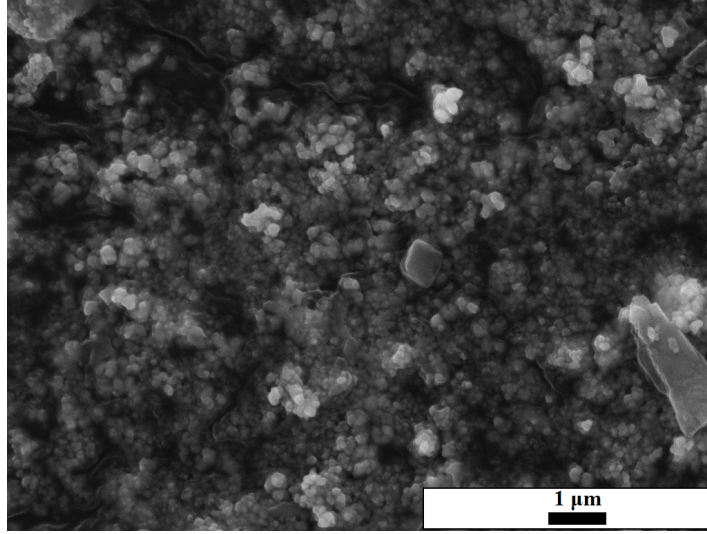
Şekil 7.12. Ceramtec CT5 bloğa ait SEM görüntüsü.



Şekil 7.13. Ceramtec CT7 blođuna ait SEM görüntüsü.



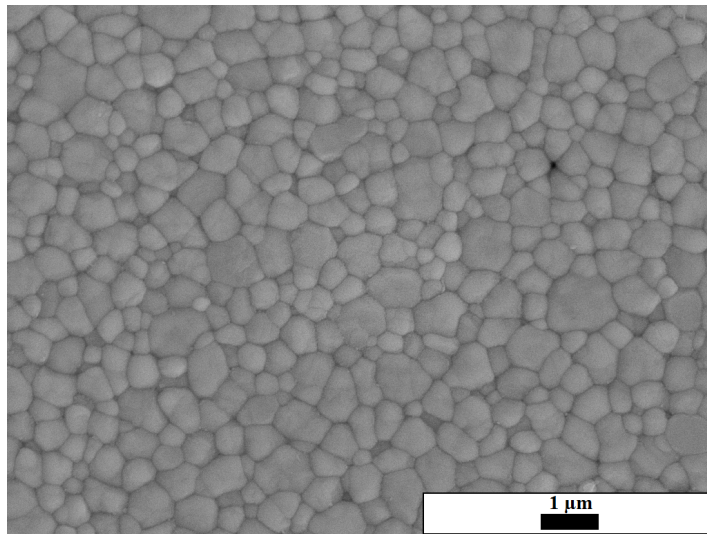
Şekil 7.14. Ceramill blođuna ait SEM görüntüsü.



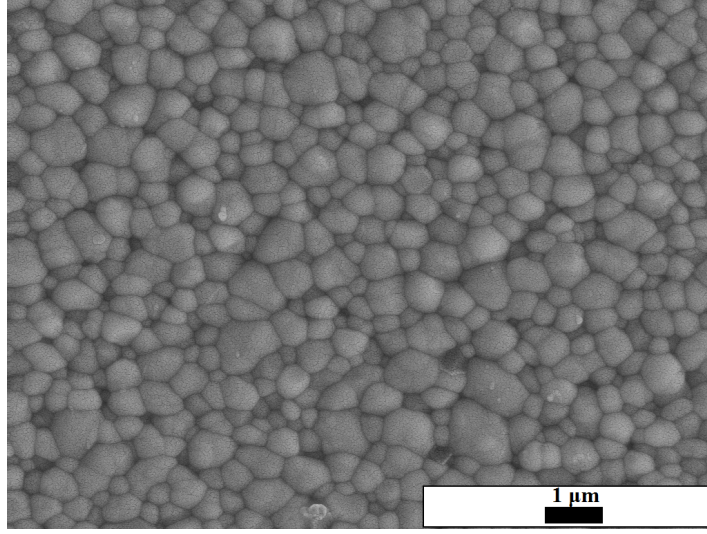
Şekil 7.15. Metoxit Transparan bloğuna ait SEM görüntüsü.

Ticari ürünlerin mikroyapıları incelendiğinde Ceramill ve Metoxit Transparan'ı oluşturan tanelerin benzer boyutlarda olduğu görülmekte iken, Ceramtec CT3, CT5 ve CT7'yi oluşturan taneler diğer iki ürüne nispeten daha büyüktür. Ceramtec CT3, CT5 ve CT7 ürünlerinin tümünde benzer büyüklükteki tanelerin varlığı söz konusudur. Ceramtec CT serisindeki ürünlerle Ceramill ve Metoxit ürünlerinde gözlenen mikroyapının farklı oluşundaki temel unsurun, ürünlerde kullanılan hammaddelerin farklı tane boyutuna sahip olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

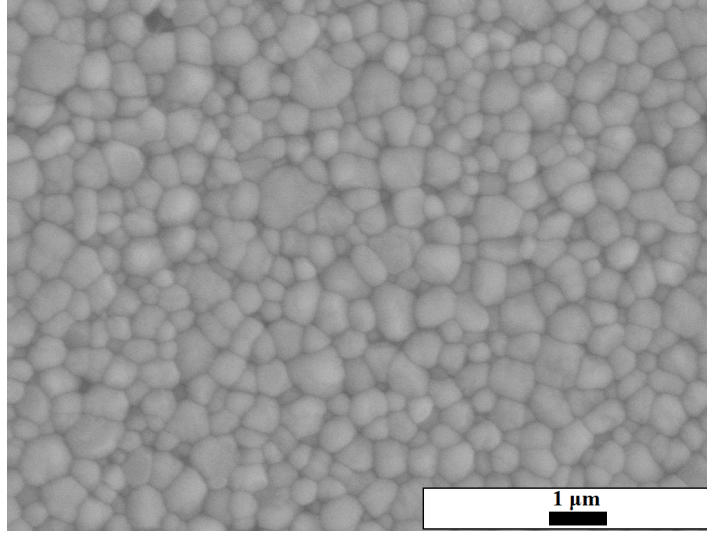
Sinterlenmiş ticari ürünlere ait SEM görüntüleri Şekil 7.16 – 7.21'de verilmiştir.



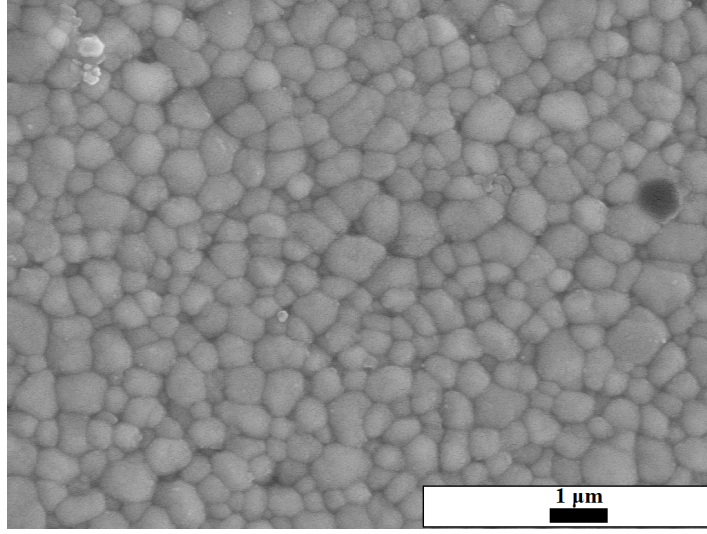
Şekil 7.16. Ceramtec CT3 bloğundan üretilen sinterlenmiş desteğin SEM görüntüsü.



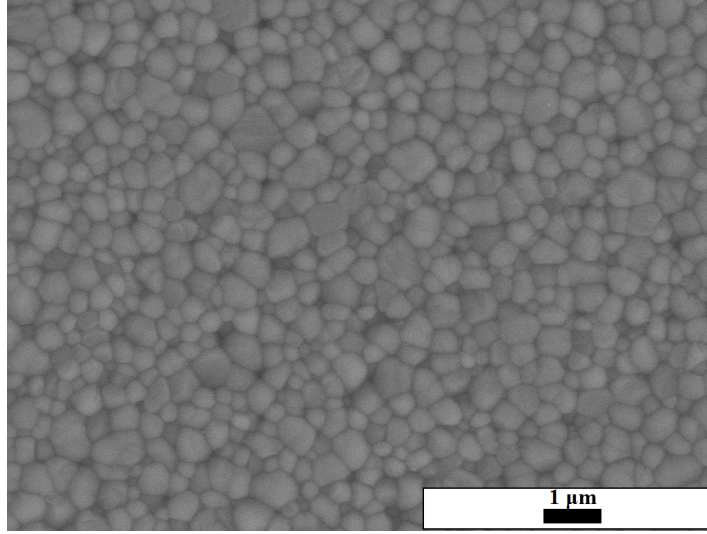
Şekil 7.17. Ceramtec CT5 bloğundan üretilen sinterlenmiş desteğın SEM görüntüsü.



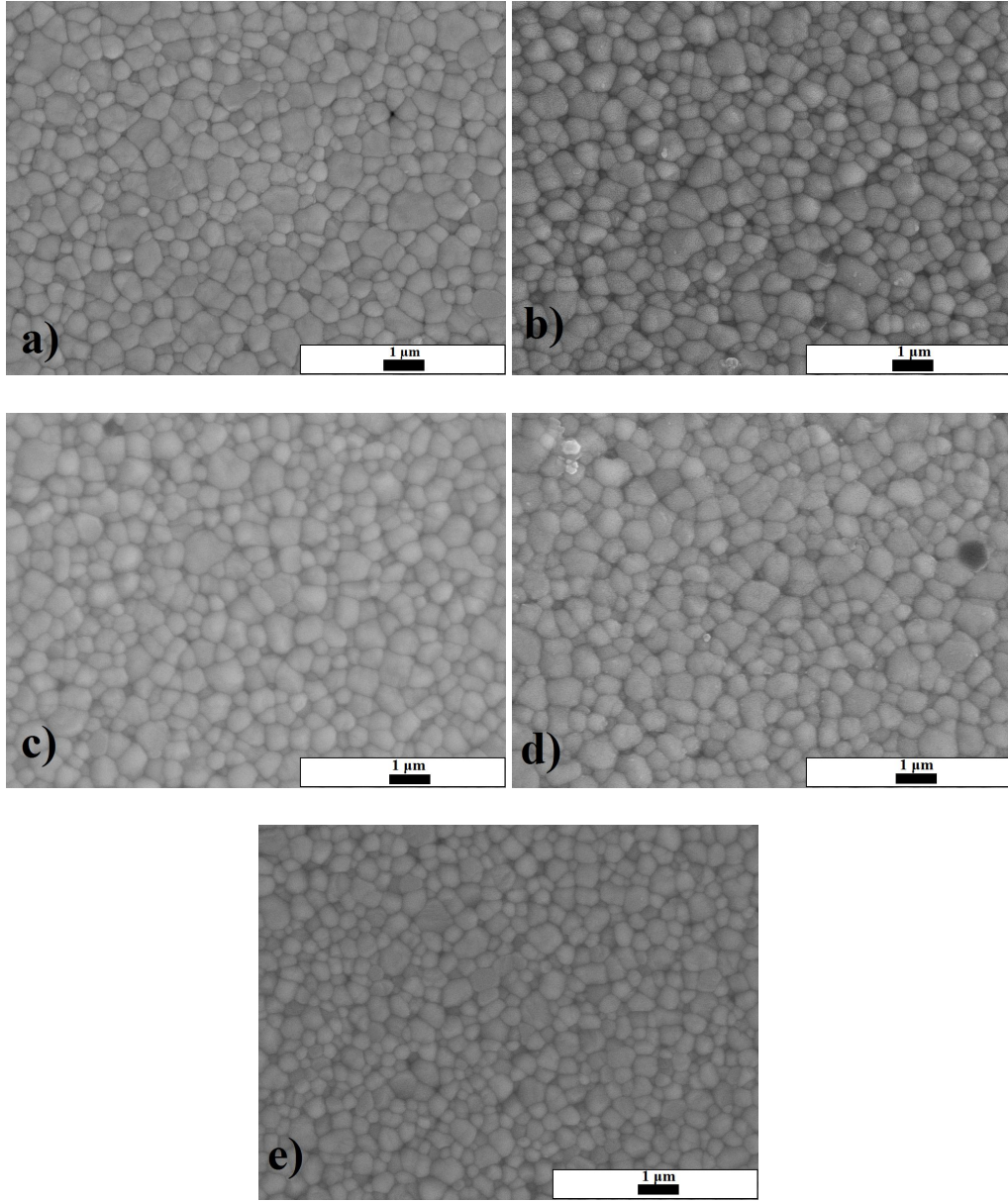
Şekil 7.18. Ceramtec CT7 bloğundan üretilen sinterlenmiş desteğın SEM görüntüsü.



Şekil 7.19. Ceramill bloğundan üretilen sinterlenmiş desteğın SEM görüntüsü.



Şekil 7.20. Metoxit Transparan bloğundan üretilen sinterlenmiş desteğın SEM görüntüsü.



Şekil 7.21. Mevcut ticari bloklardan üretilen desteklerin SEM görüntülerinin karşılaştırılması:
CT3 (a), CT5 (b), CT7 (c), Ceramill (d), Metoxit Transparan (e).

Sinterlenen seramik ürünlerin tane büyümesini etkileyen en önemli parametrelerin sinterleme sıcaklığı ve bu sıcaklıktaki bekleme süresi olduğu göz önüne alındığında tane büyümesinin önlenmesi mümkün olan en düşük sıcaklıkta ve sürede sinterleme işleminin gerçekleştirilmesi ile sağlanabilmektedir. Bu noktadan hareketle tüm ticari ürünlerin benzer mikroyapı sergilediği ve her birinin 1500 °C’de sinterlenebildiği ve yoğunlaştığı sonucuna varılabilmektedir. Ancak Ceramill’in başlangıç tane boyutunun Ceramtec CT ürünlerinden daha düşük olduğu hatırlandığında ve sinterleme sonrasında benzer tane boyutuna sahip oldukları

düşünüldüğünde Ceramill'in 1500 °C'nin altında sinterlenmesinin mümkün olabileceği düşünülmektedir. Metoxit Transparan'ı oluşturan tanelerin sinterleme sonrası diğer ticari ürünlere kıyasla daha küçük olması, sinterleme öncesi başlangıç tane boyutunun daha düşük olmasından kaynaklanabilir.

7.1.4. Mikro sertlik sonuçları

Ticari ürünlerden elde edilen mikro sertlik sonuçları (ön sinterlenmiş) Çizelge 7.2'de görülmektedir. En yüksek sertlik değerleri Metoxit Transparan ve Ceramtec CT5 bloklarında görülmektedir. Bu değerleri Ceramtec CT7 ve Ceramill ürünleri takip ederken, en düşük sertlik Ceramtec CT3 bloğunda tespit edilmiştir.

Çizelge 7.2. Ön sinterlenmiş ticari ürünlerden elde edilen mikro sertlik değerleri.

Ürünler	HV1
Ceramtec CT3	44,9
Ceramtec CT5	55,3
Ceramtec CT7	50,6
Ceramill	49,6
Metoxit Transparan	67,1

Sertlikleri yüksek olan bloklar, zor işlenecekler ve işleme prosesinde kullanılan frezeleri daha fazla aşındıracaklardır. Çizelge 7.3 incelendiğinde nihai sinterlenmiş ticari ürünlere ait sertlik değerlerinin değişkenlik gösterdiği, aynı zamanda elde edilen bu değerlerin birbirine yakın bir aralıkta seyrettiği görülecektir. Ceramtec CT5 ve Metoxit Transparan bloklarının yüksek sertliğe sahip olmaları dolayısıyla diğerlerine nispeten daha zor işlenecekleri ve kullanılan frezeleri aşındıracakları düşünülmektedir.

Çizelge 7.3. Tamamen sinterlenmiş ticari ürünlerden elde edilen mikro sertlik değerleri.

Ürünler	HV10
Ceramtec CT3	1248
Ceramtec CT5	1222
Ceramtec CT7	1232
Ceramill	1237
Metoxit Transparan	1231

Çizelge 7.3’de görüldüğü üzere elde edilen HV10 desteklerin karşılamak zorunda olduğu ASTM standartlarına uymaktadır. ASTM standartlarında (bkz. Çizelge 3.1) 1200 MPa’ın üzerindeki değerlerin kabul edilebileceği belirtilmiştir. Tamamen sinterlenmiş ticari ürünlerin kırılma tokluğu değerlerine bakıldığında (Çizelge 7.4) sertlik değerlerinde olduğu gibi kırılma tokluğu değerlerinin de birbiriyle benzer olduğu görülmektedir.

Çizelge 7.4. Tamamen sinterlenmiş ticari ürünlerin kırılma tokluğu değerleri.

Ürünler	K _{1c} (MPa m ^{1/2})
Ceramtec CT3	4,42
Ceramtec CT5	4,43
Ceramtec CT7	4,46
Ceramill	4,31
Metoxit Transparan	4,35

7.1.5. Yoğunluk sonuçları

Ticari ürünlere ait ham yoğunluk sonuçları Çizelge 7.5’de verilmiştir. En yüksek yoğunluk değeri Metoxit Transparan’da gözlenirken, en düşük yoğunluk değerleri Ceramtec CT5 ve Ceramill’de gözlenmiştir. Ticari ürünlerin ham yoğunluk değerlerinin üretilen blokların işleneceği makinenin gerektirdiği başlangıç yoğunluğu ile uyuşması gerekmektedir, aksi takdirde CAD/CAM ya da manuel cihaz ile işlenen bloklarda sinterleme sonrasında meydana gelen küçülme nedeniyle destek model üzerine oturmayacaktır.

Çizelge 7.5. Ticari ürünlere ait ham yoğunluk değerleri.

Ürünler	Ham Yoğunluk (gr/cm ³)
Ceramtec CT3	3,00
Ceramtec CT5	2,98
Ceramtec CT7	3,03
Ceramill	2,97
Metoxit Transparan	3,36

Nihai sinterlenmiş ticari ürünlere ait yoğunluk değerleri, Çizelge 7.6’da verilmiştir. Tüm destekler istenilen yoğunluğa (6,05 g/cm³) ulaşmıştır.

Çizelge 7.6. Ticari ürünlere ait yoğunluk değerleri.

Ürünler	Yoğunluk (gr/cm ³)
Cetamtec CT3	6,06
Ceramtec CT5	6,05
Ceramtec CT7	6,05
Ceramill	6,03
Metoxit Transparan	6,07

7.1.6. Renk analizi sonuçları

Ticari ürünlerin renk analizi sonuçları Çizelge 7.7’de verilmiştir. CT3, CT5 ve CT7, Ceramtec firmasının aynı serisinde sırasıyla açık renkten koyu renge doğru birbirini takip eden ürünlerdir. Renk koyulaştıkça L değerlerinde azalma gözlenmekte, a ve b değerleri artmaktadır. b değerlerindeki artış ürünlerin sarımsı bir kahverengine yaklaştığını doğrular niteliktedir. Ceramill ve Metoxit transparan ürünleri ise beyaz renkli ürünlerdir ve diş hekimi kontrolünde ilgili renk skalasında hastanın diş rengine en yakın renge uygun bir renklendirici solüsyon ile renklendirilerek kullanılırlar. Ceramill, Metoxit Transparandan farklı olarak biraz daha sarıdır.

Çizelge 7.7. Ticari ürünlere ait renk analizi sonuçları.

Kompozisyonlar	L*	a*	b*
Ceramtec CT3	83,90	- 2,56	12,46
Ceramtec CT5	84,23	-0,49	18,34
Ceramtec CT7	81,49	0,16	21,18
Ceramill	87,14	-2,32	3,30
Metoxit Transparan	86,10	-0,97	-0,37

7.2. Kullanılan Zirkonya Tozlarına Ait Sonuçlar ve Değerlendirmeler

7.2.1. Kimyasal analiz sonuçları

Peletlerin hazırlanmasında kullanılan tozlara ait oksit bileşimleri Çizelge 7.8’de verilmiştir. Sinterleme sıcaklığını düşürücü rol oynayan Al₂O₃, TZP-1 ve TZP-4 tozlarında mevcuttur.

Fe_2O_3 miktarları TZP-1, TZP-2 ve TZP-3 tozlarında birbirine oldukça yakınken TZP-4’de bu oranda artış tespit edilmiştir. Fe_2O_3 varlığı ürünün nihai rengini etkileyeceğinden TZP-4 tozunun oran olarak arttığı kompozisyonlarda ürün rengi beyazdan uzaklaşarak farklılaşacaktır. ‘6.3.8 Renk analizi’ konu başlığı altında ilgili durum değerlendirilmiştir.

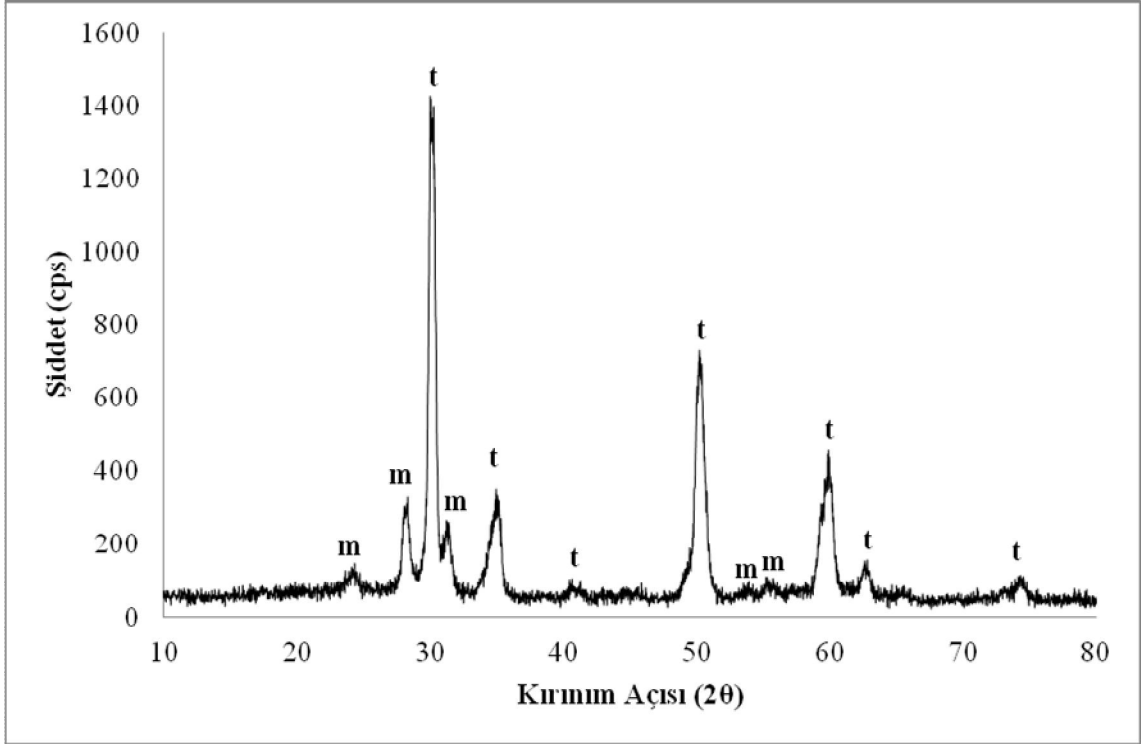
Çizelge 7.8. Tozlara ait oksit bileşimleri.

Oksitler	TZP-1	TZP-2	TZP-3	TZP-4
Al_2O_3	0,44	-	-	0,41
SiO_2	0,10	0,10	-	0,10
Fe_2O_3	0,23	0,23	0,22	0,44
Y_2O_3	5,56	5,63	5,69	5,50
ZrO_2	88,53	90,00	88,51	88,39
HfO_2	1,93	1,98	1,88	1,89
A.K	3,25	2,1	3,70	3,30

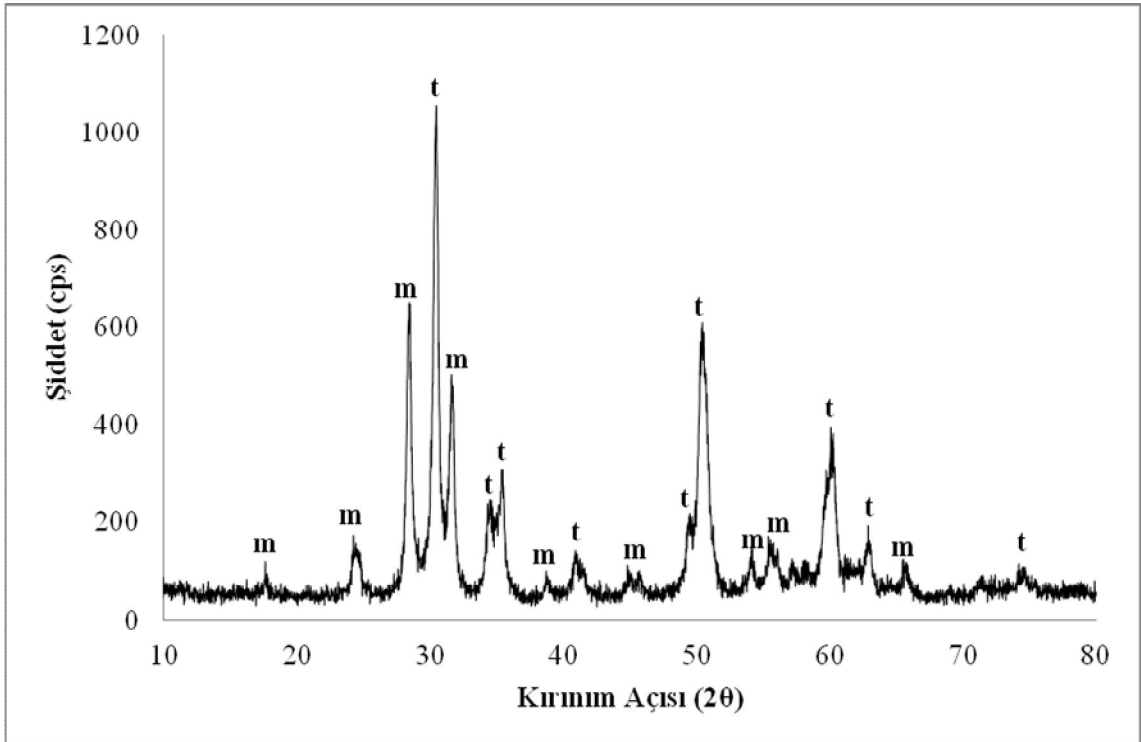
A.K. :Ateş Kaybı

7.2.2. XRD analizi sonuçları

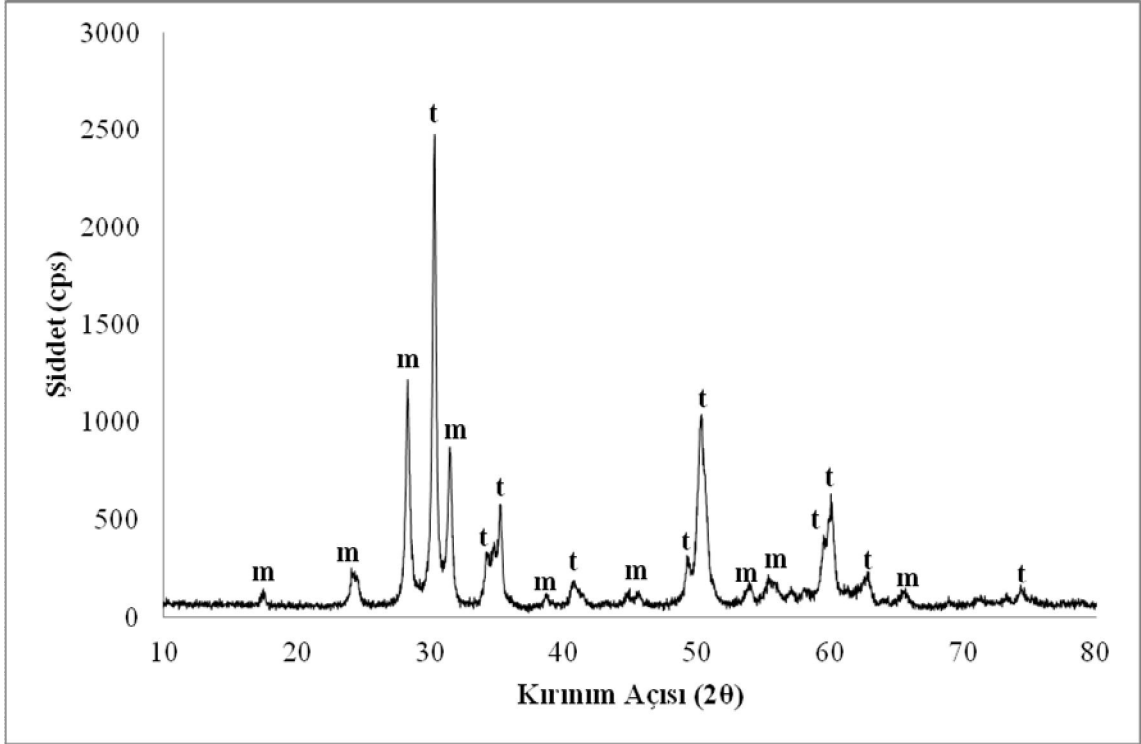
Kendinden renkli zirkonya peletlerin üretiminde kullanılan TZP-1, TZP-2, TZP-3 ve TZP-4 tozlarına ait XRD desenleri Şekil 7.22 – 7.25’de verilmiştir.



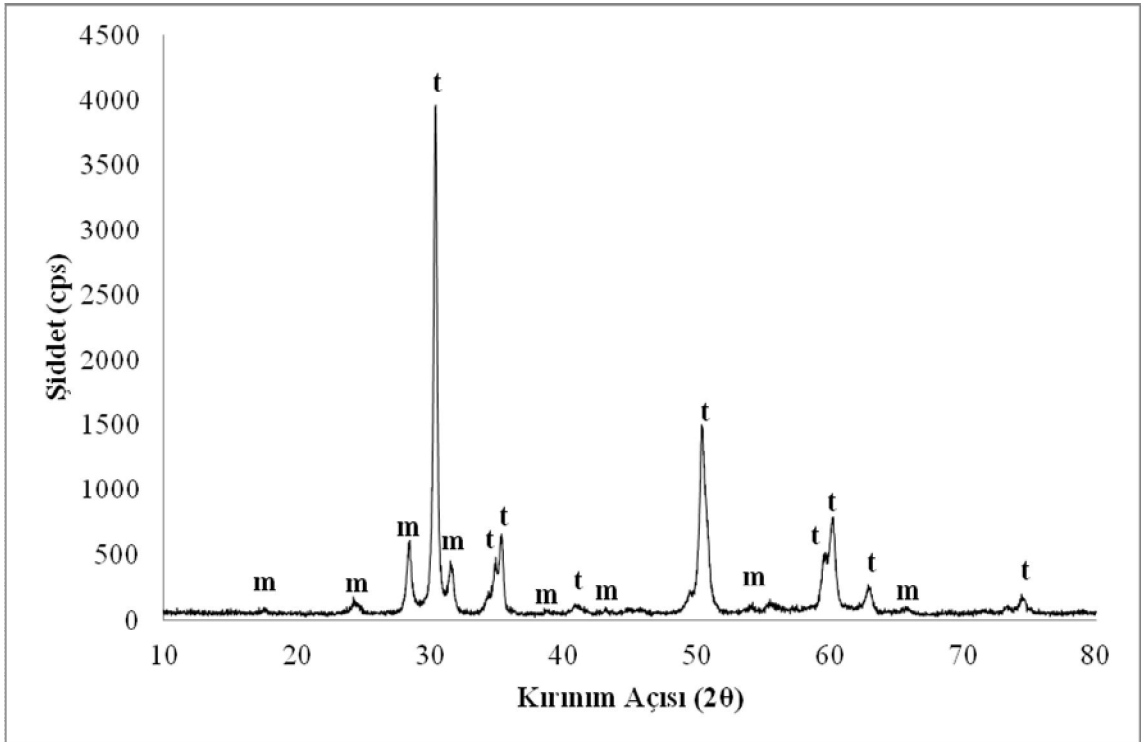
Şekil 7.22. TZP-1 tozuna ait XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO_2).



Şekil 7.23. TZP-2 tozuna ait XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO_2).



Şekil 7.24. TZP-3 tozuna ait XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO_2).

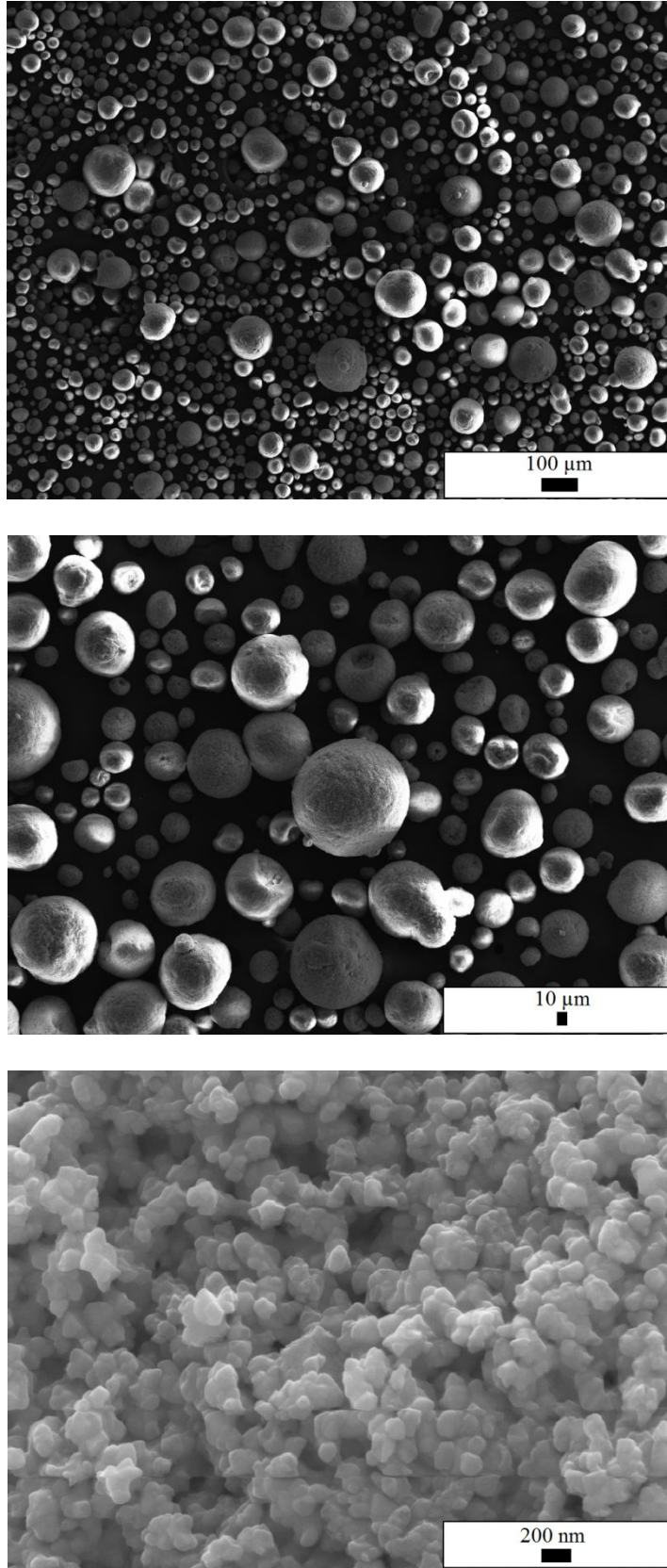


Şekil 7.25. TZP-4 tozuna ait XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO_2).

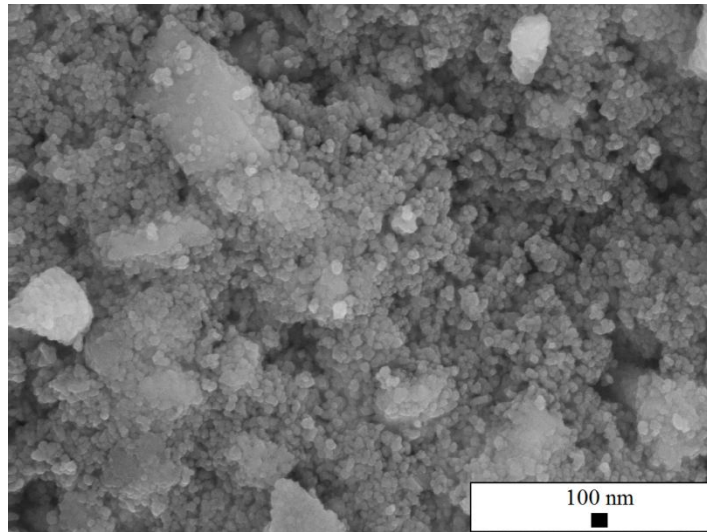
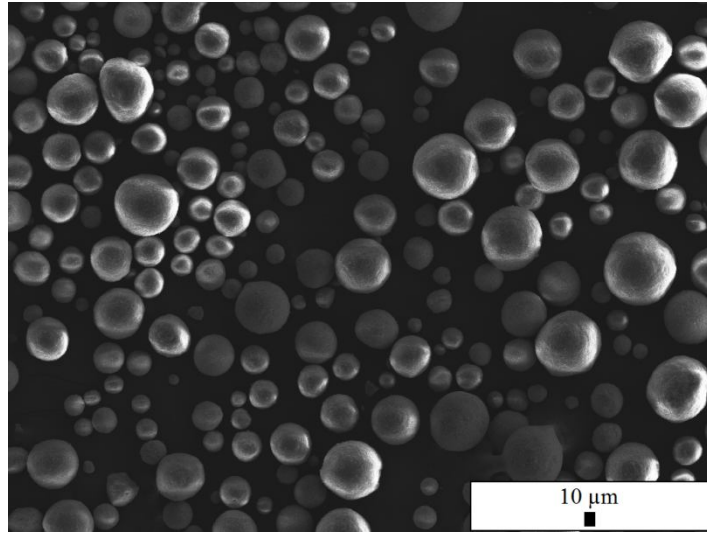
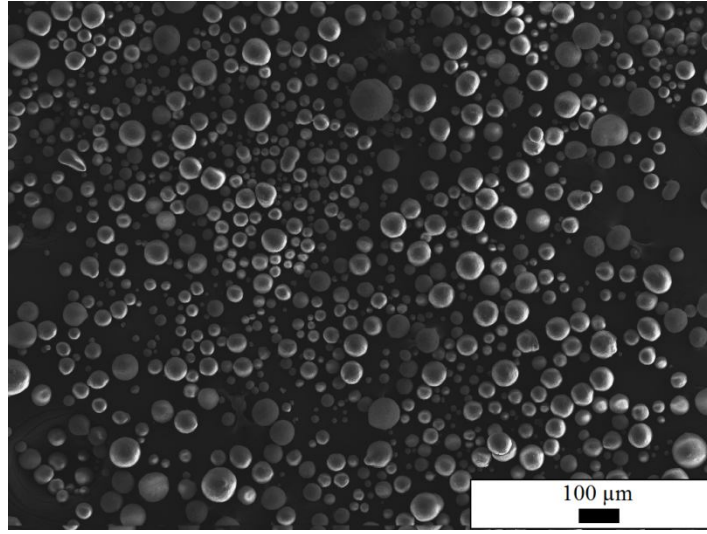
Tozlara ait XRD desenleri incelendiğinde tüm tozlarda tetragonal fazın monoklinik faza oranla daha baskın olduğu tespit edilmekle birlikte XRF sonuçları da mevcut tozların molce % 3 Y_2O_2 ile yarı kararlı hale getirilmiş (partially stabilized) zirkonya olduklarını destekler niteliktedir.

7.2.3. SEM analizi sonuçları

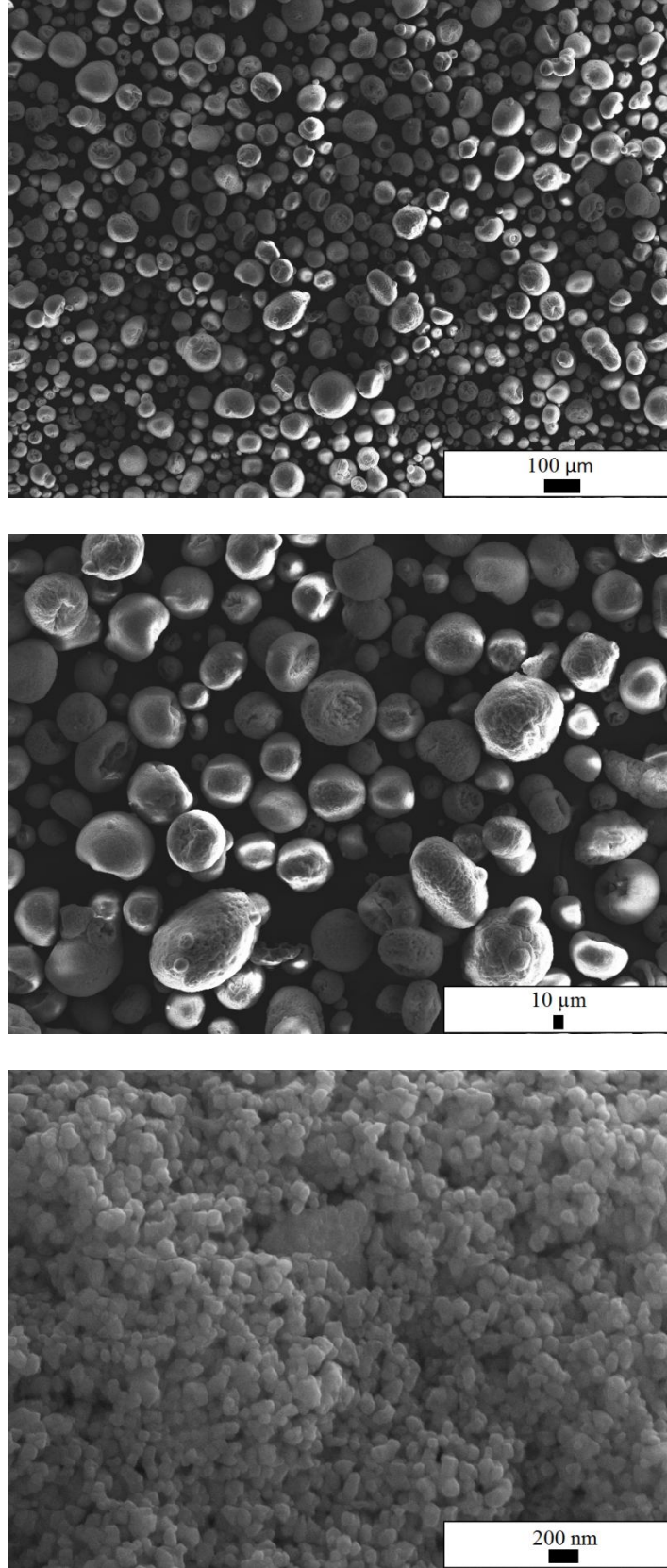
TZP-1, TZP-2 TZP-3 ve TZP-4 tozlarına ait SEM görüntüleri Şekil 7.26 – 7.30'da verilmiştir.



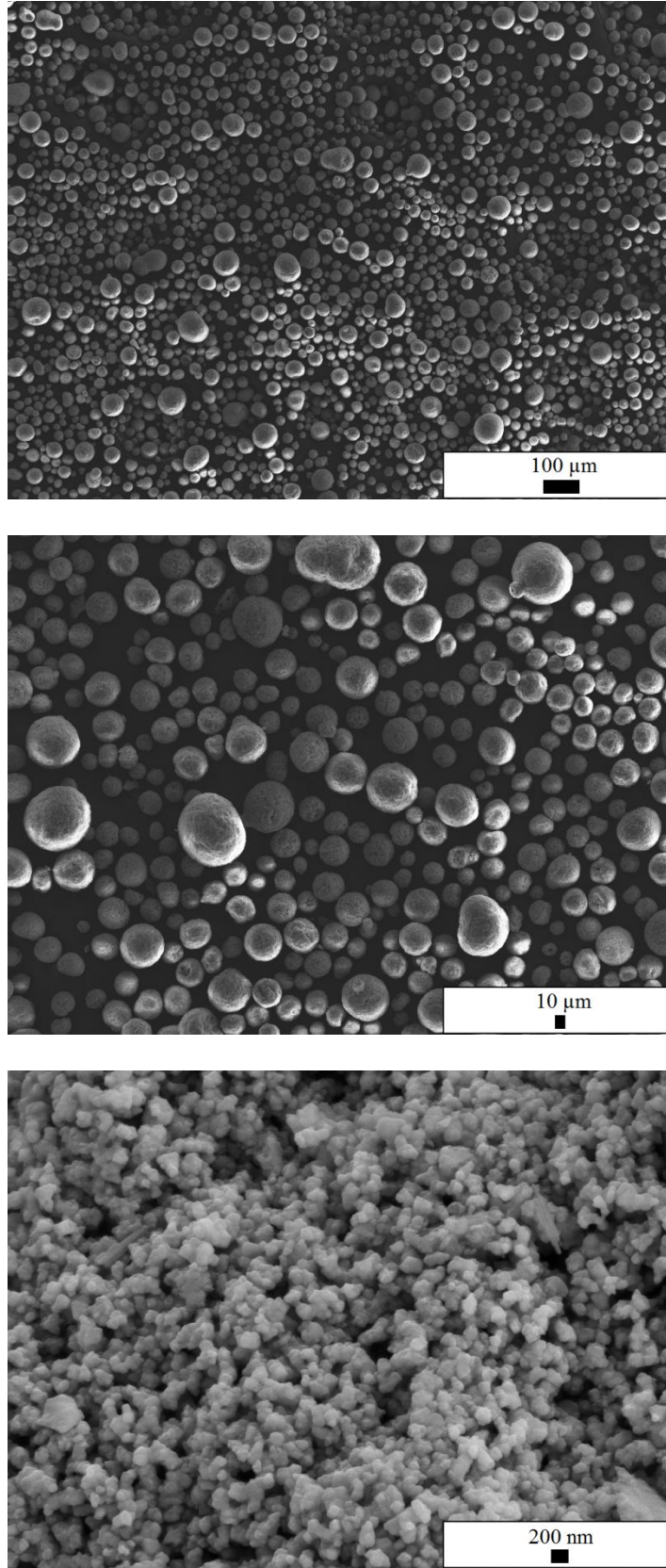
Şekil 7.26. TZP-1 tozuna ait farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüleri.



Şekil 7.27. TZP-2 tozuna ait farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüleri.

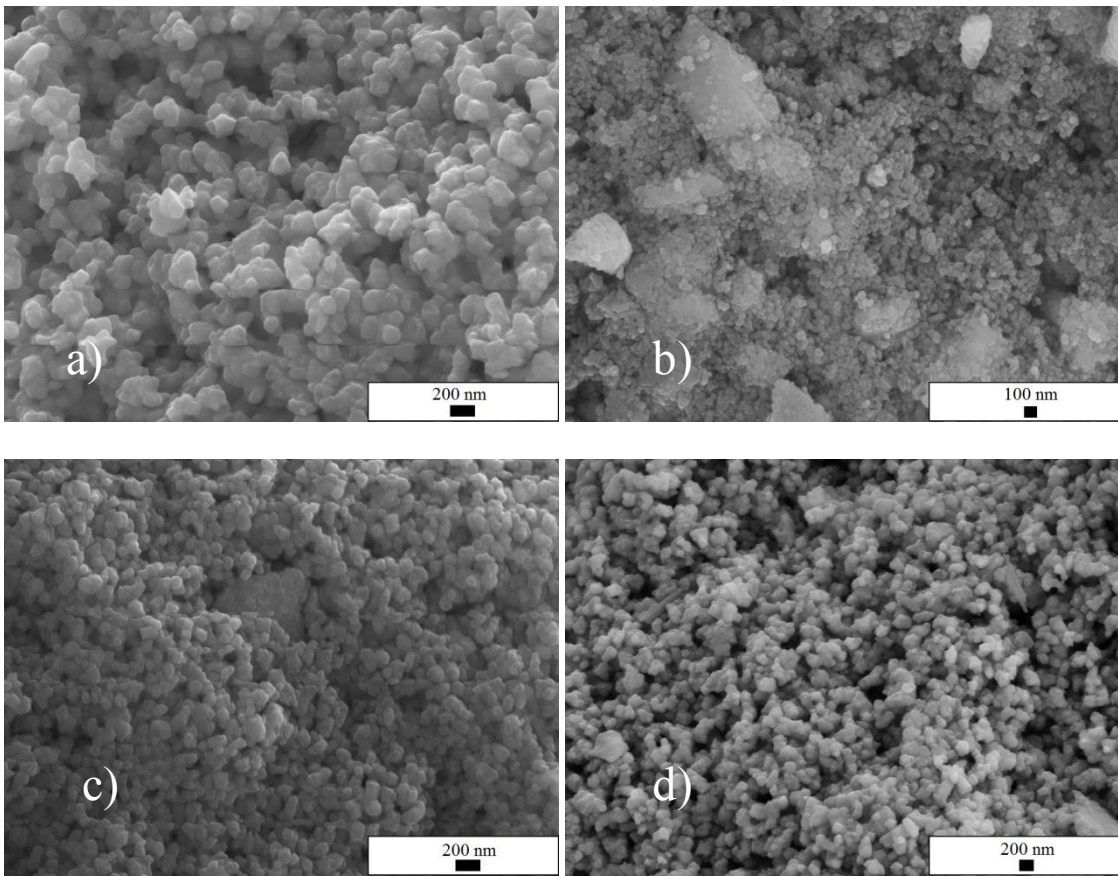


Şekil 7.28. TZP-3 tozuna ait farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüleri.



Şekil 7.29. TZP-4 tozuna ait farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüleri.

Tozların SEM görüntüleri incelendiğinde tüm tozların homojen granüllerden oluştuğu gözlemlenirken, tam küre formunda olmaları presleme esnasındaki toz akışını kolaylaştırması ve elde edilen ürünün yoğunluğunda homojenliğin sağlanması açısından önem arz etmektedir. TZP-1 ve TZP-4 tozlarını oluşturan birincil zirkonya taneleri boyutsal açıdan benzerlik gösterirken (< 200 nm), TZP-2 tozunu oluşturan birincil zirkonya tanelerinin boyutunun daha küçük (< 100 nm) olduğu tespit edilmiştir. TZP-3 tozunu oluşturan birincil zirkonya tanelerinin ise 200 nm'nin altında oldukları görülmektedir.

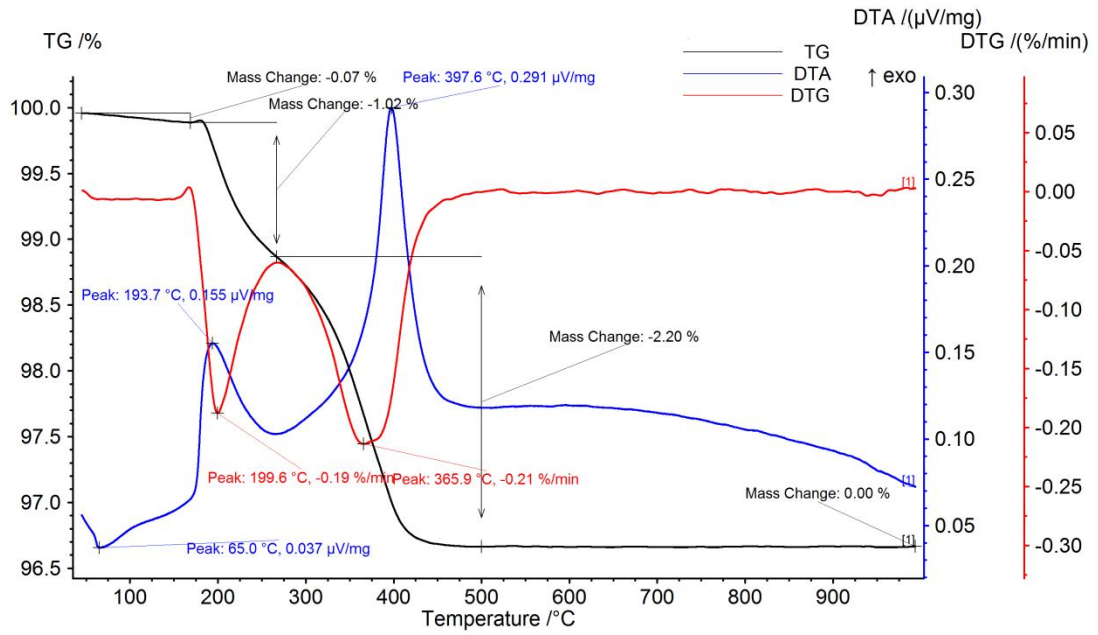


Şekil 7.30. TZP-1 (a), TZP-2 (b), TZP-3 (c) ve TZP-4 (d) tozlarının aynı büyütmedeki SEM görüntüleri.

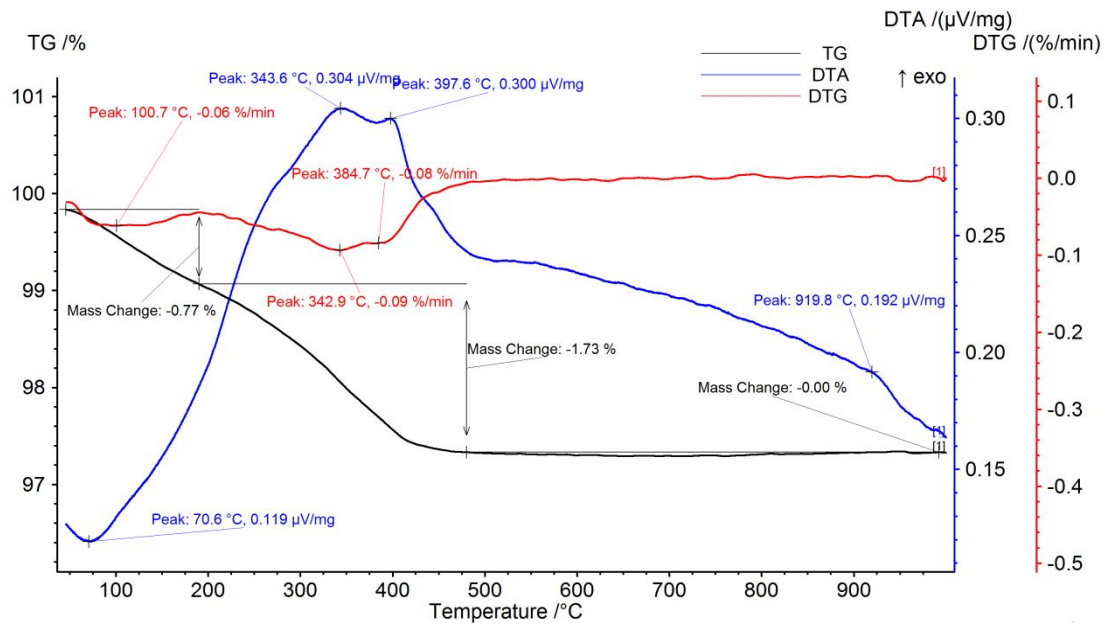
Tüm tozların aynı büyütmelerdeki görüntüleri incelendiğinde TZP-2 tozunu oluşturan granüllerin diğer tozlara oranla daha küçük tanelerden teşekkül olduğu görülmektedir.

7.2.4. TG/DTA analizi sonuçları

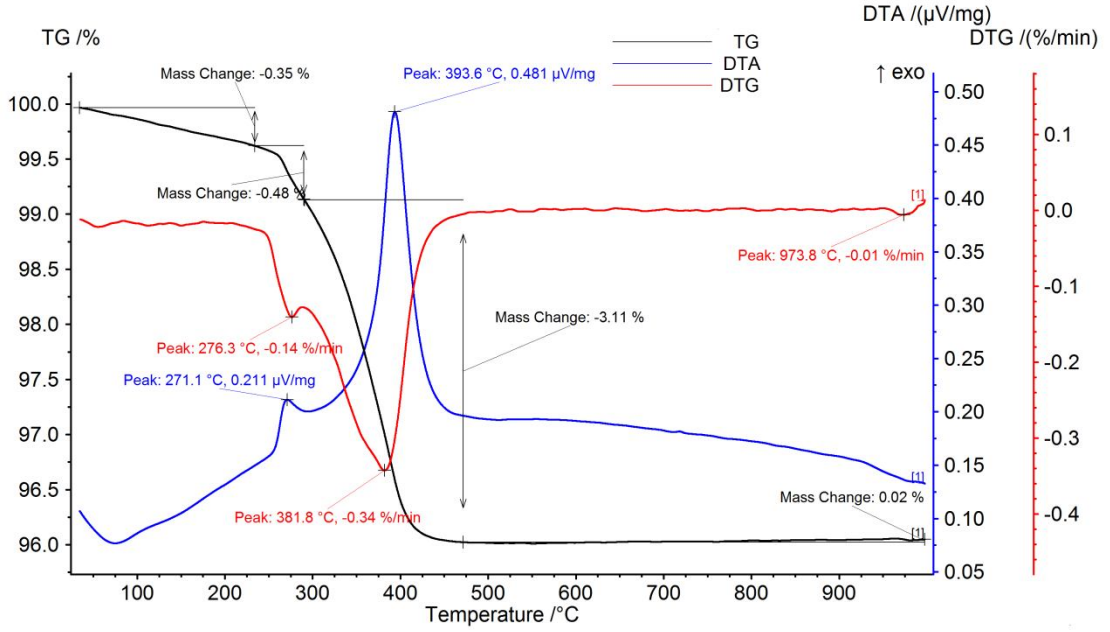
Peletlerin üretiminde kullanılan tozlara ait TG/DTA analizi sonuçları Şekil 7.31 – 7.34’de verilmiştir.



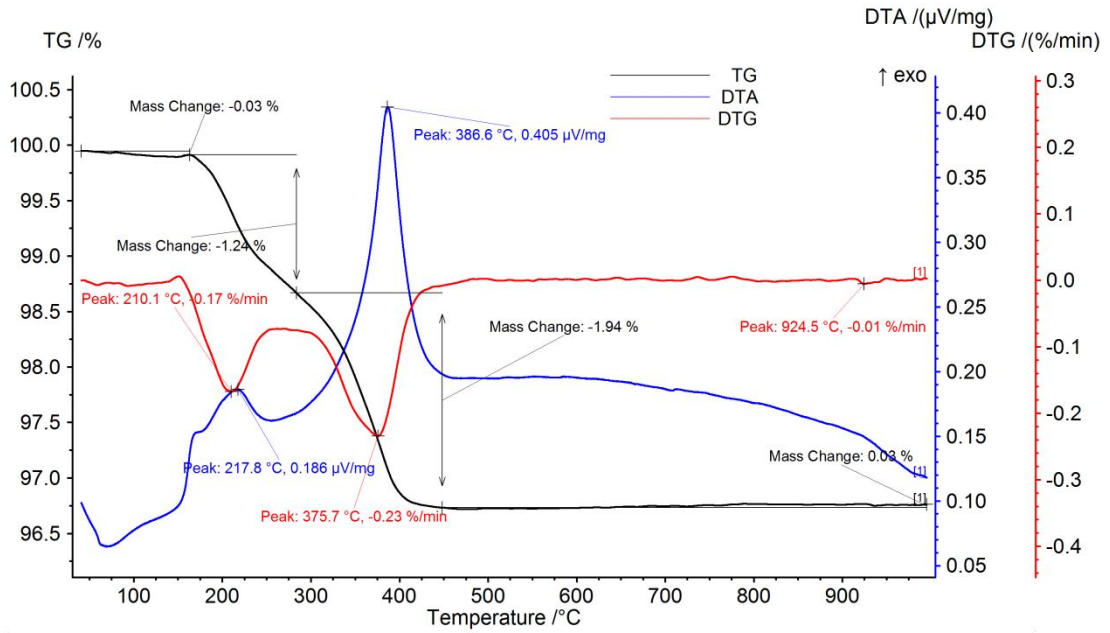
Şekil 7.31. TZP-1 tozunun TG/DTA analiz sonucu.



Şekil 7.32. TZP-2 tozunun TG/DTA analiz sonucu.



Şekil 7.33. TZP-3 tozunun TG/DTA analiz sonucu.



Şekil 7.34. TZP-4 tozunun TG/DTA analiz sonucu.

Tozların TG/DTA eğrileri incelendiğinde TZP-1 tozunda yaklaşık olarak 200 ve 360 °C'lerde iki farklı ekzotermik reaksiyon meydana gelmiştir ve TG eğrisi incelendiğinde toplamda

% 3,29'luk bir ağırlık kaybı gözlenmektedir. Sonuç olarak iki farklı bağlayıcı, söz konusu sıcaklıklarda yapıdan uzaklaşmıştır.

TZP-2 tozunun TG/DTA eğrisi incelendiğinde ise 350 - 400 °C arasında ekzotermik bir reaksiyon varlığı söz konusudur. TG eğrisinde % 2,5'lik bir ağırlık kaybı görülmüştür. Tozun içerisinde tek tip bağlayıcı olduğu düşünülmektedir.

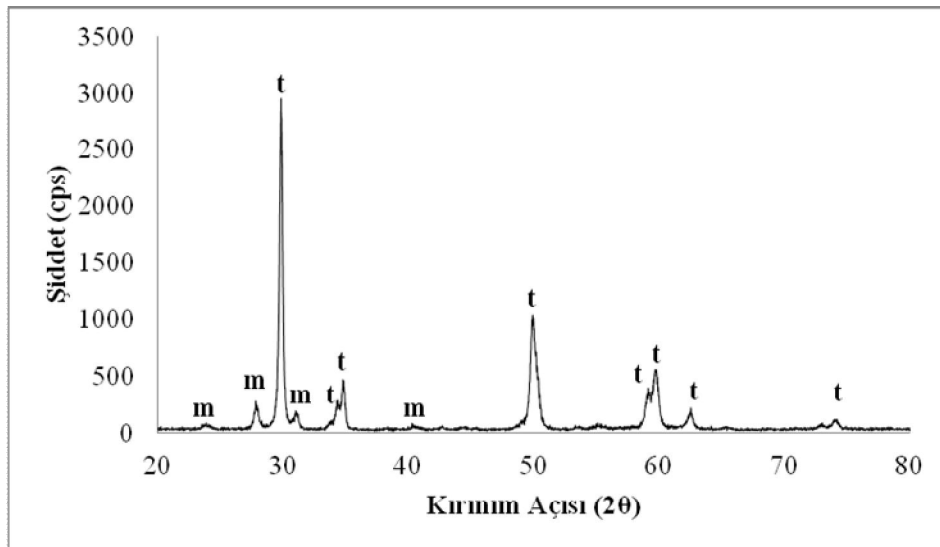
TZP-3 tozunun TG/DTA eğrileri incelendiğinde TZP-1 tozuna benzer bir seyir izlemektedir. 271 °C'deki reaksiyonla uzaklaşan ağırlık % 0,48 iken 394 °C' deki reaksiyonla uzaklaşan ağırlık % 3.11'dir. TZP-1 tozunda olduğu gibi iki farklı bağlayıcının bünyeden uzaklaşması söz konusudur.

TZP-4 tozunun TG/DTA eğrileri genel çerçevede TZP-1 tozu ile benzerlik göstermektedir. 218 °C'de ve 387 °C'de iki farklı ekzotermik reaksiyon meydana gelmekle birlikte toplam ağırlık kaybı % 2,23'tür. Yine TZP-1 ve TZP-3 tozunda olduğu gibi iki farklı bağlayıcı yapıdan uzaklaşmıştır.

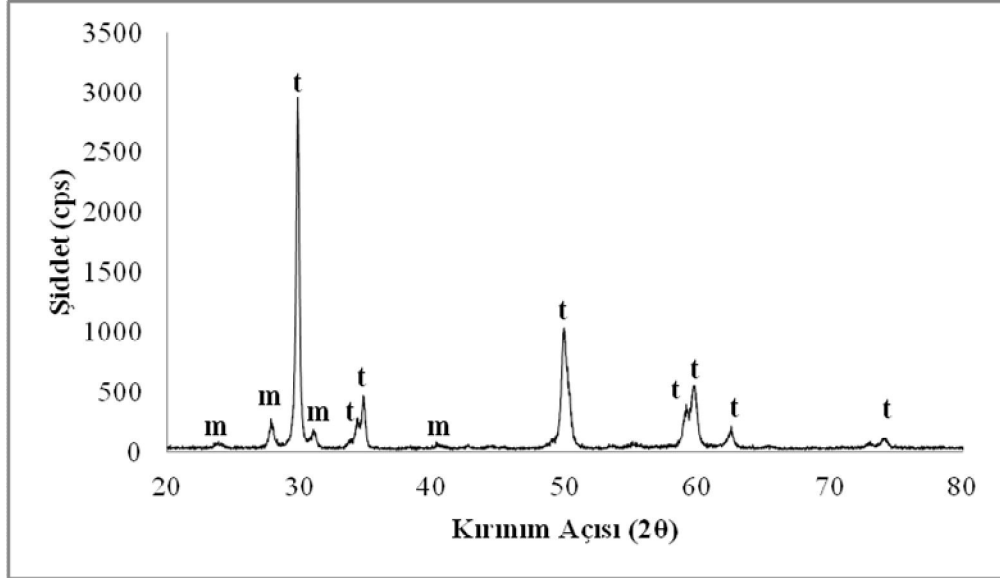
7.3. Ön Sinterlenmiş Numunelere Ait Sonuçlar ve Değerlendirmeler

7.3.1. XRD analizi sonuçları

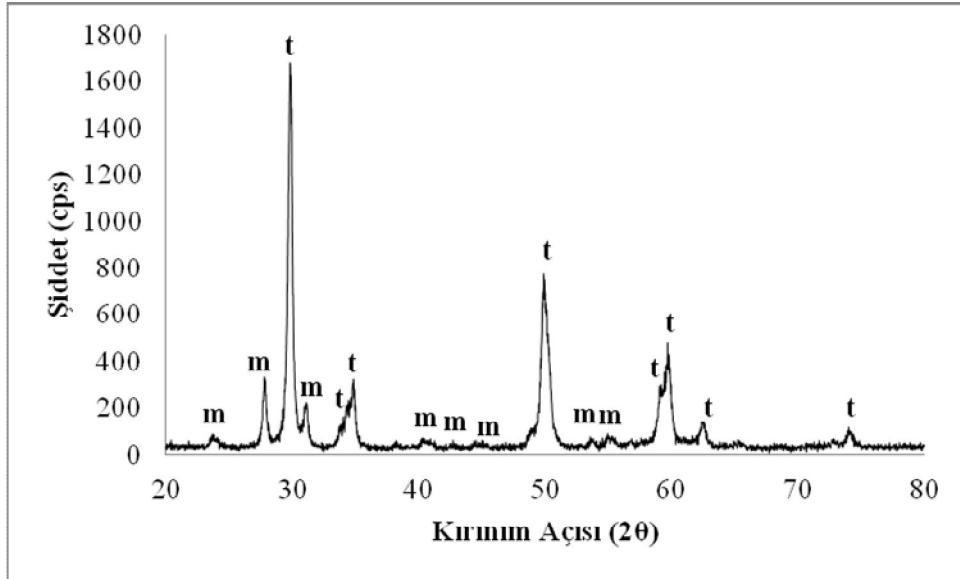
ÖS-1 sıcaklığında ön sinterlenmesi tamamlanan peletlere ait XRD desenleri Şekil 7.35 – 7.69'da verilmiştir. Şekillerdeki pikler üzerinde yer alan t ve m harfleri sırasıyla tetragonal ve monoklinik formdaki ZrO_2 'yi ifade etmektedir. Tüm kompozisyonlara ait XRD desenleri incelendiğinde tetragonal fazların monoklinik fazlara oranla daha baskın olduğu görülmektedir.



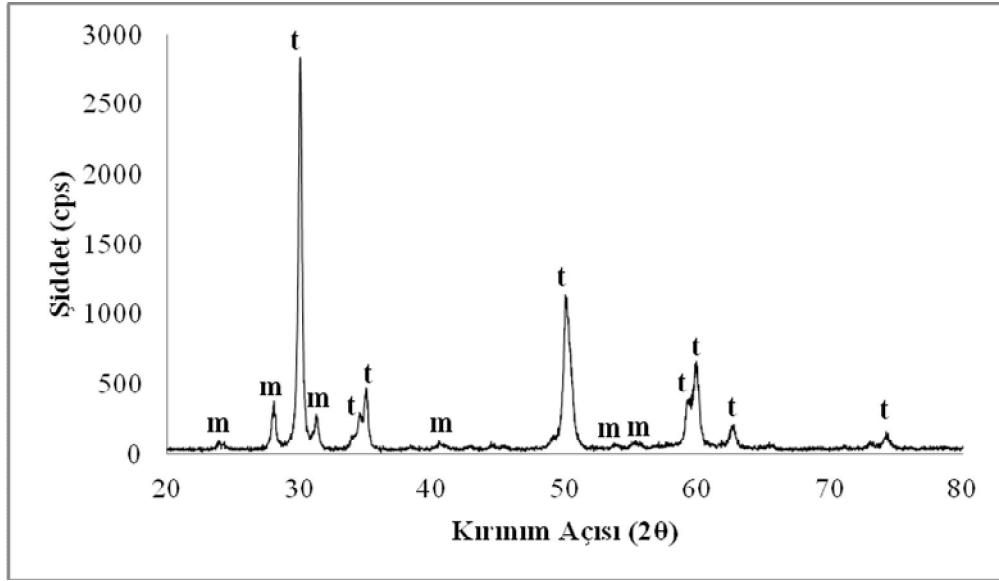
Şekil 7.35. ÖS-1 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-1 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni.



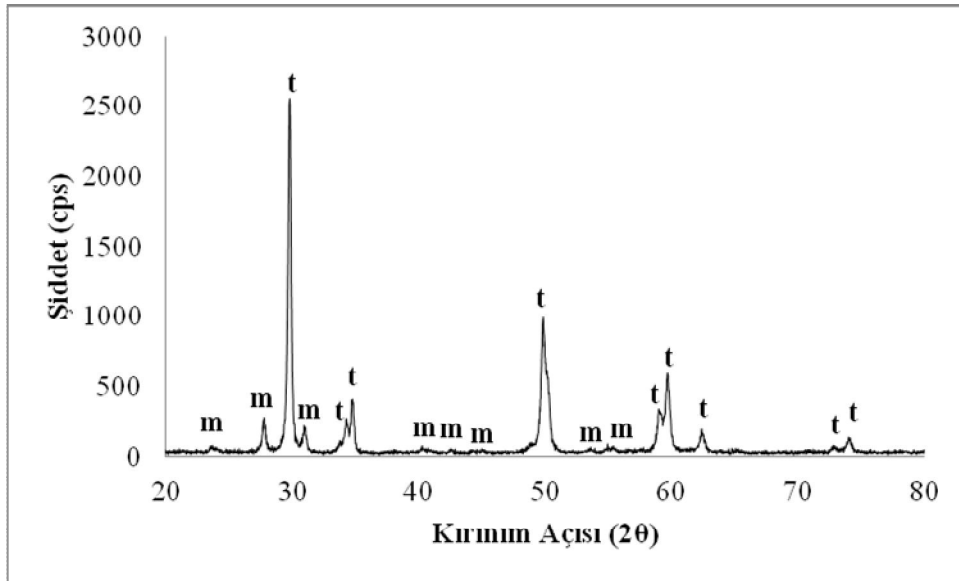
Şekil 7.36. ÖS-1 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-1 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni.



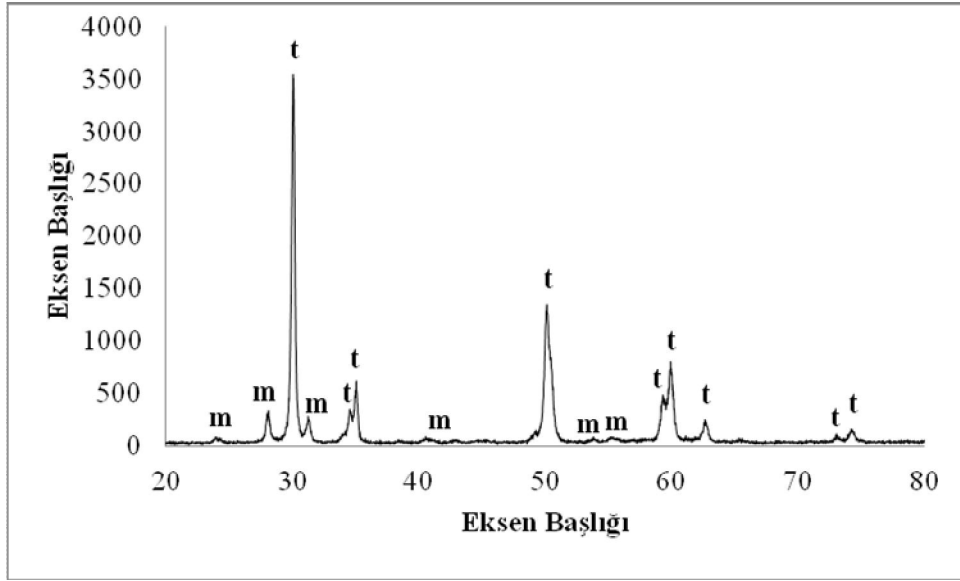
Şekil 7.37. ÖS-1 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-2 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni.



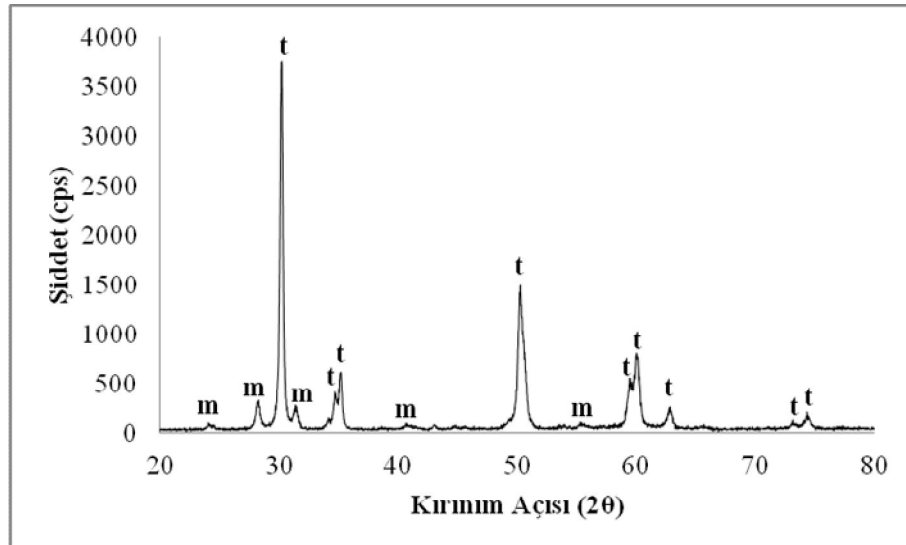
Şekil 7.38. ÖS-1 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-2 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni.



Şekil 7.39. ÖS-1 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-3 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni.



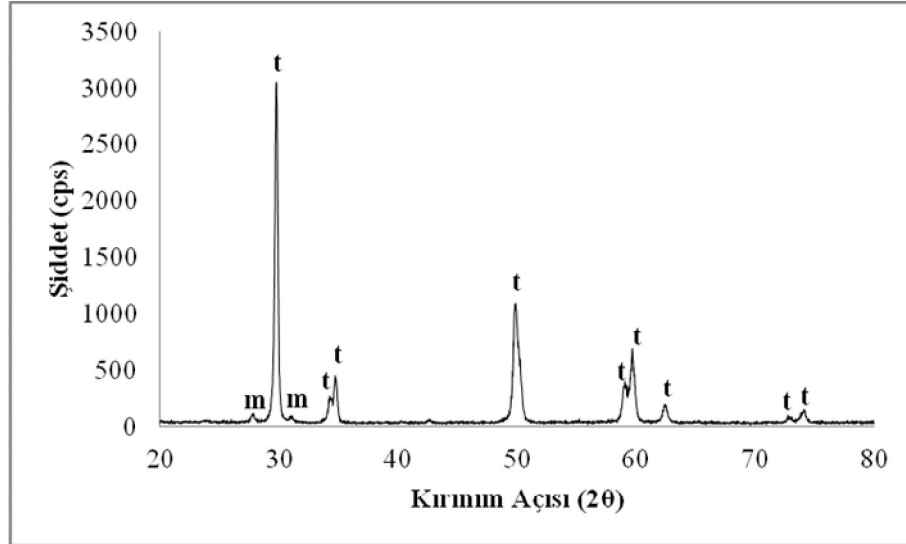
Şekil 7.40. ÖS-1 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-3 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni.



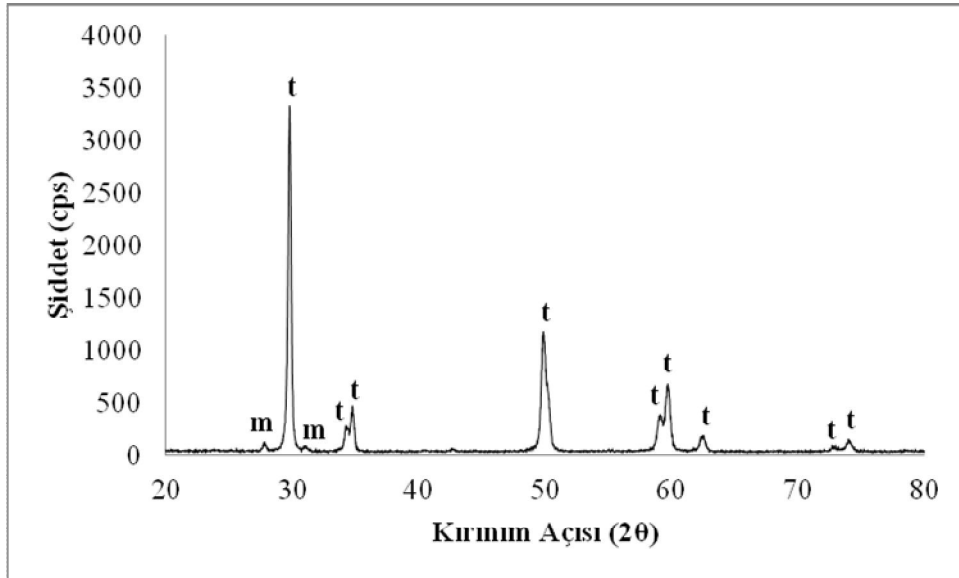
Şekil 7.41. ÖS-1 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-1 R100 kompozisyonuna ait XRD deseni. (TZP-1 R100, TZP-2 R100, TZP-3 R100 ifadeleri aynı kompozisyonu ifade ettiğinden sadece birine ait XRD deseninin verilmesi uygun görülmüştür. İzleyen XRD desenleri de ilgili kompozisyonlar için aynı şekilde verilecektir.)

ÖS-2 sıcaklığında ön sinterlenmiş kompozisyonlarda yine az miktarda monoklinik fazla birlikte tetragonal fazların sayıca üstünlüğü söz konusudur. TZP-3 R0 kompozisyonunda diğerlerinden farklı olarak sadece tetragonal fazlar bulunmaktadır. TZP-3 R0

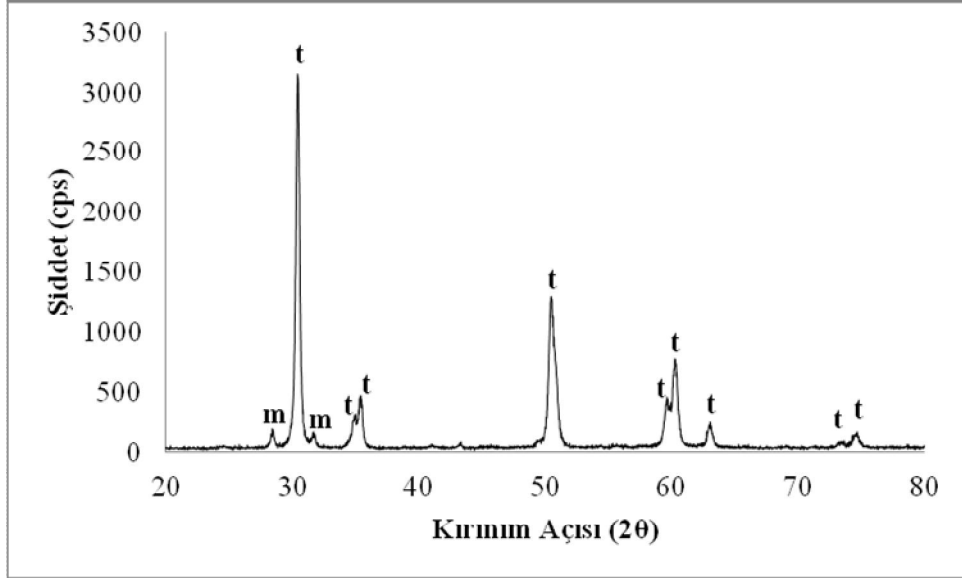
kompozisyonundan üretilen peletlerin ilgili sıcaklıkta sinterlenmeye başladığı bu nedenle de yapıdaki yarı kararlı fazların (monoklinik) kararlı fazlara (tetragonal) dönüştüğü söylenebilir.



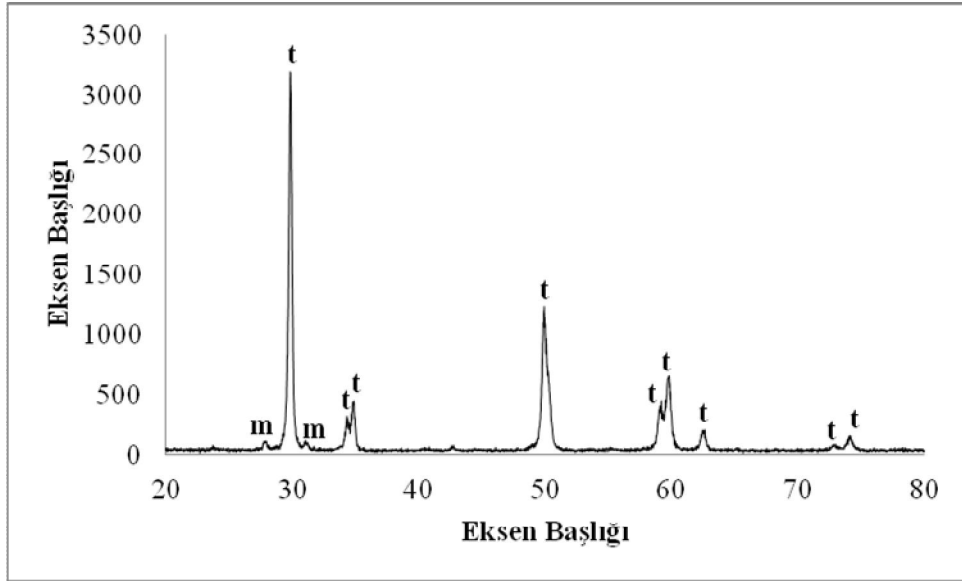
Şekil 7.42. ÖS-2 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-1 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni.



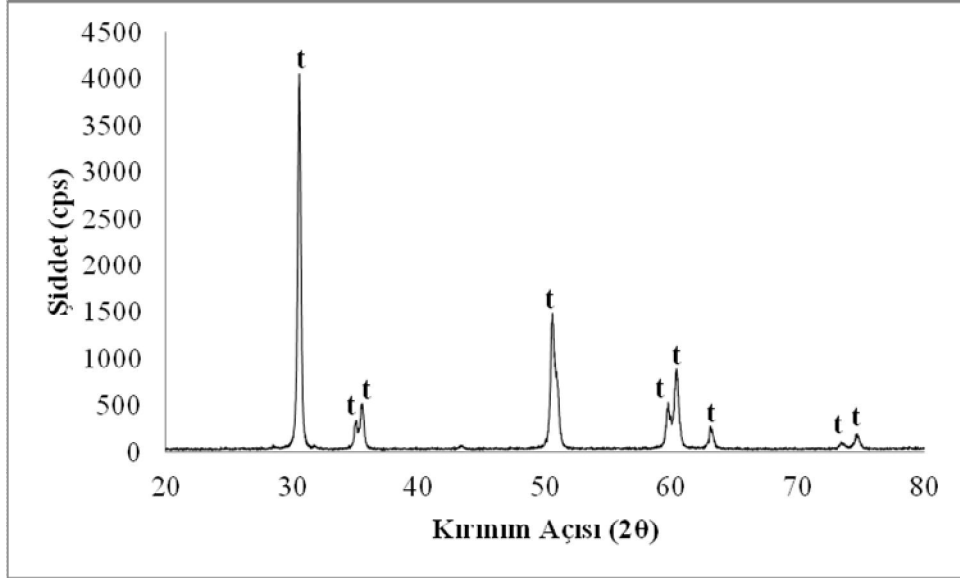
Şekil 7.43. ÖS-2 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-1 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni.



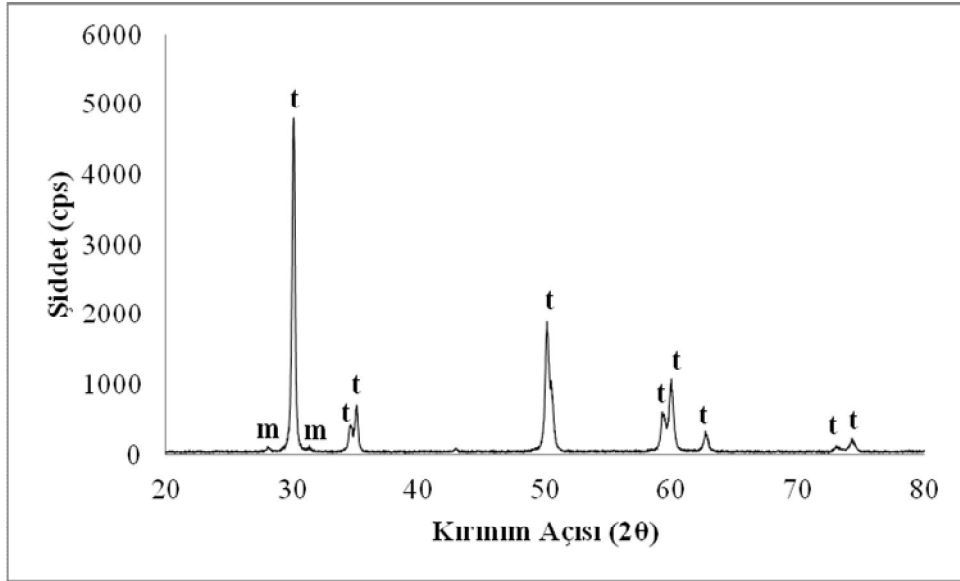
Şekil 7.44. ÖS-2 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-2 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni.



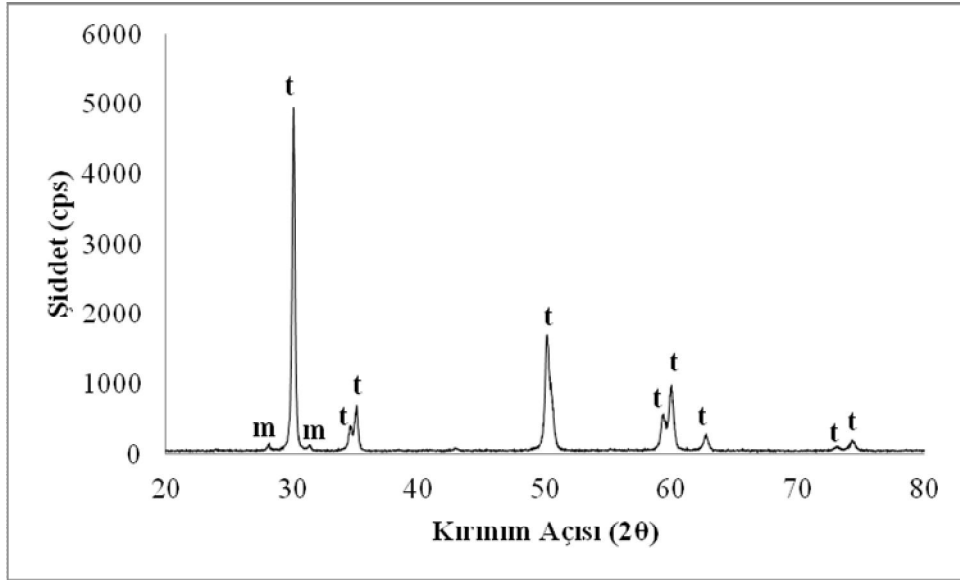
Şekil 7.45. ÖS-2 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-2 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni.



Şekil 7.46. ÖS-2 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-3 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni.

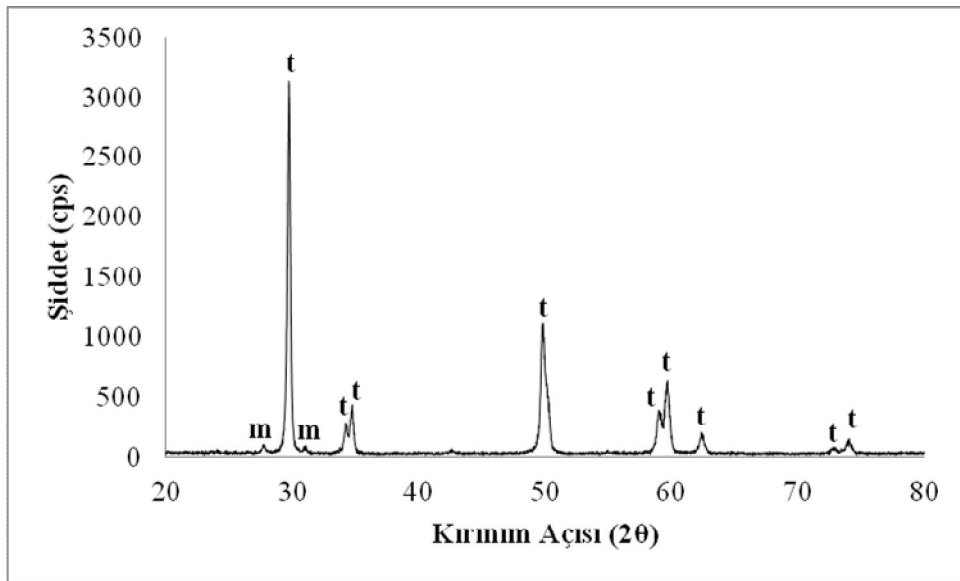


Şekil 7.47. ÖS-2 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-3 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni.

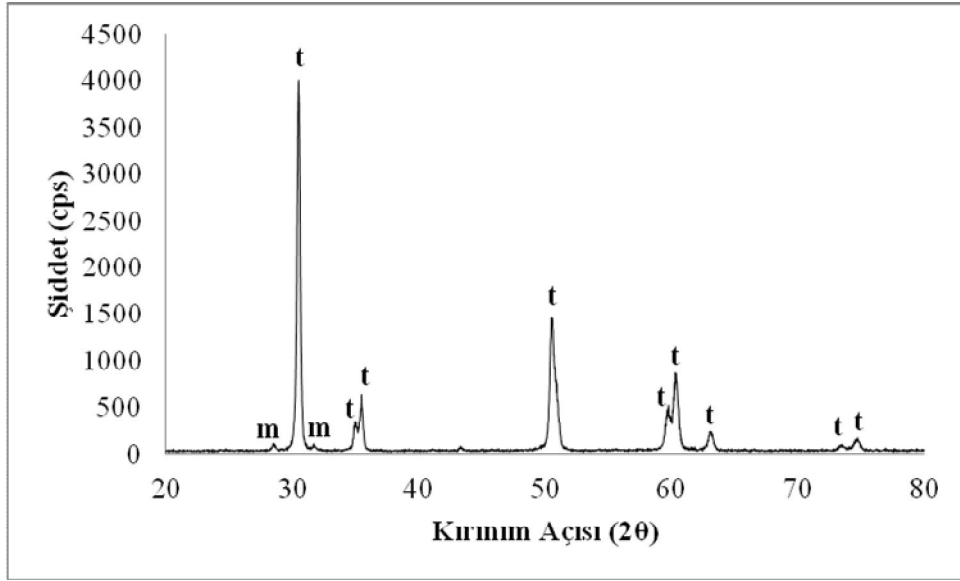


Şekil 7.48. ÖS-2 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-1 R100 kompozisyonuna ait XRD deseni.

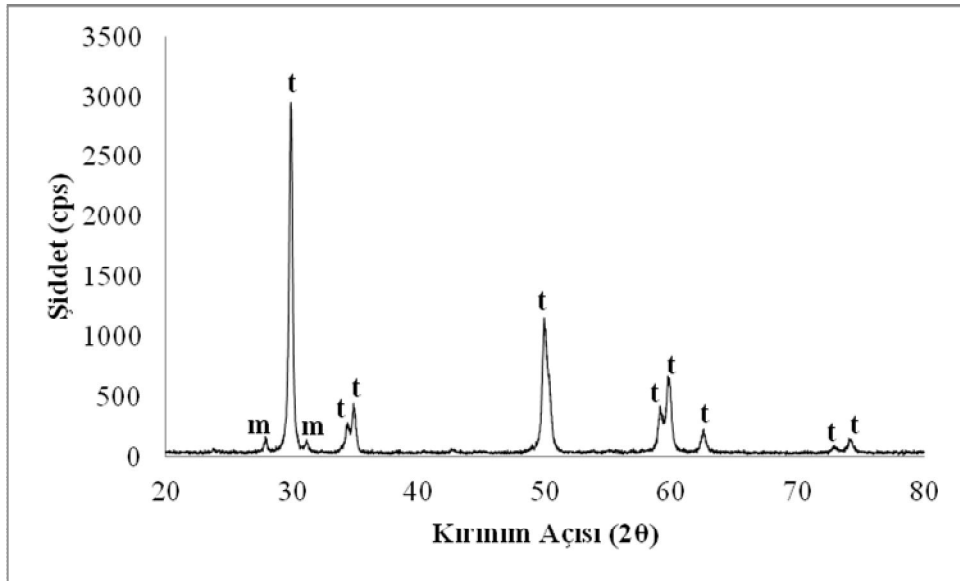
ÖS-3 ve ÖS-4 sıcaklıklarında ön sinterlemesi gerçekleştirilen kompozisyonların XRD desenlerinde monoklinik fazların bir hayli azaldığı, baskın faz olarak tetragonal formların ön plana çıktığı gözlenmiştir. TZP-3 R0 kompozisyonlarının tüm XRD desenlerinde ise tamamen kararlı halde olan tetragonal fazların varlığı söz konusudur. ÖS-5 sıcaklığında ise tüm kompozisyonlarda sadece tetragonal fazların varlığı gözlenmektedir.



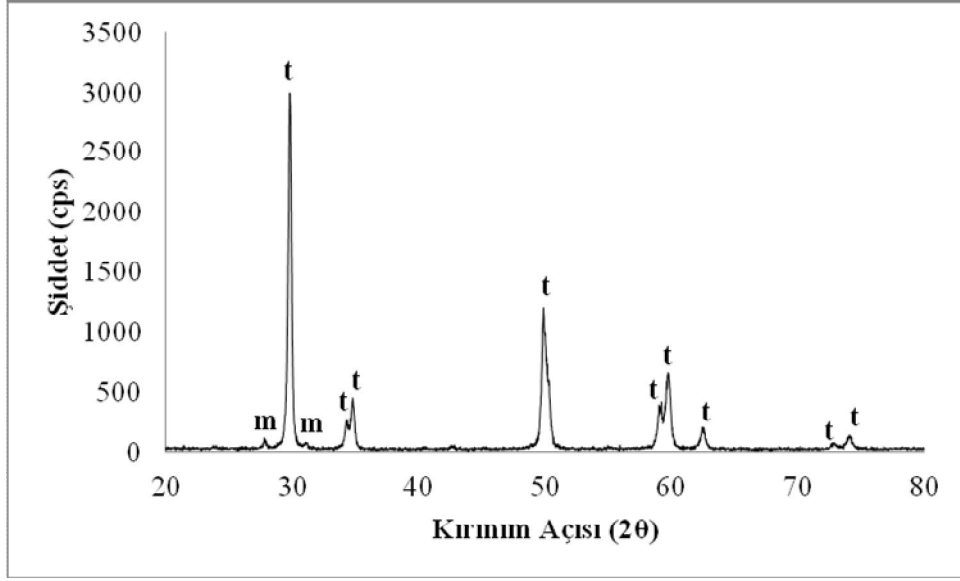
Şekil 7.49. ÖS-3 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-1 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni.



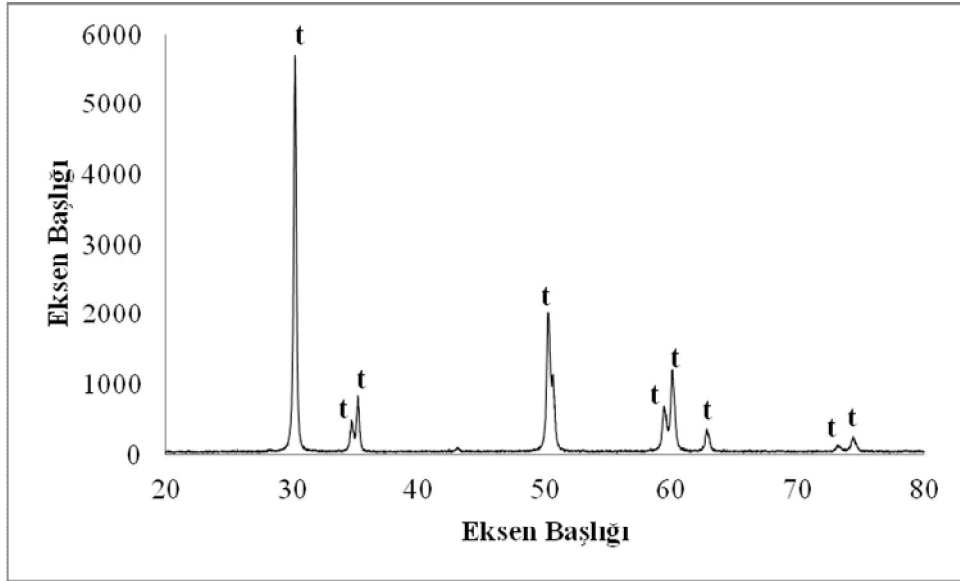
Şekil 7.50. ÖS-3 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-1 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni.



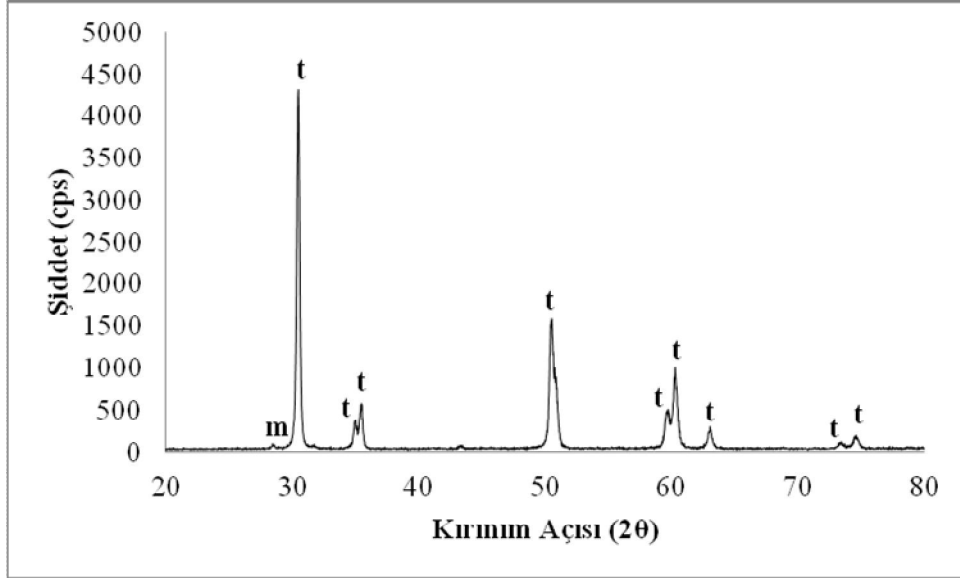
Şekil 7.51. ÖS-3 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-2 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni.



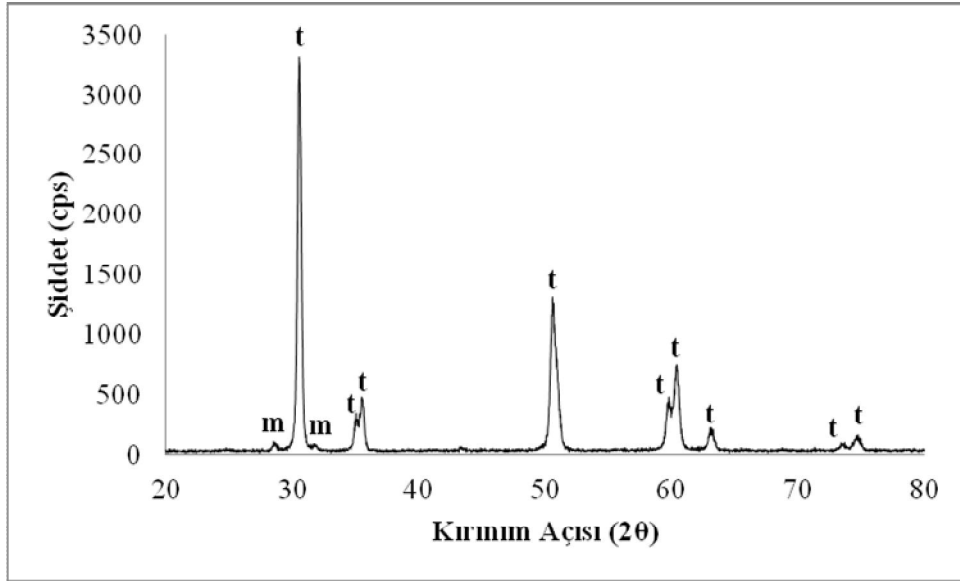
Şekil 7.52. ÖS-3 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-2 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni.



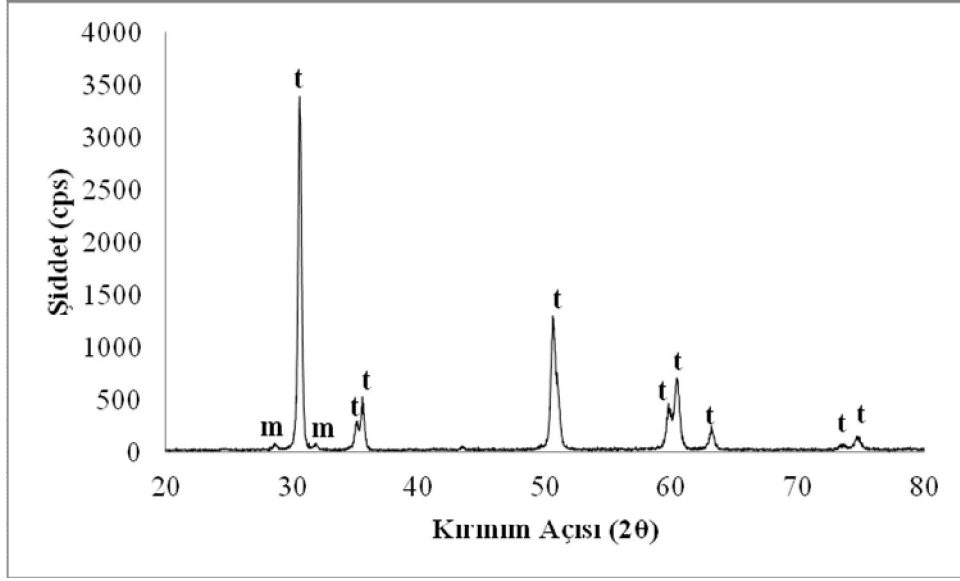
Şekil 7.53. ÖS-3 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-3 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni.



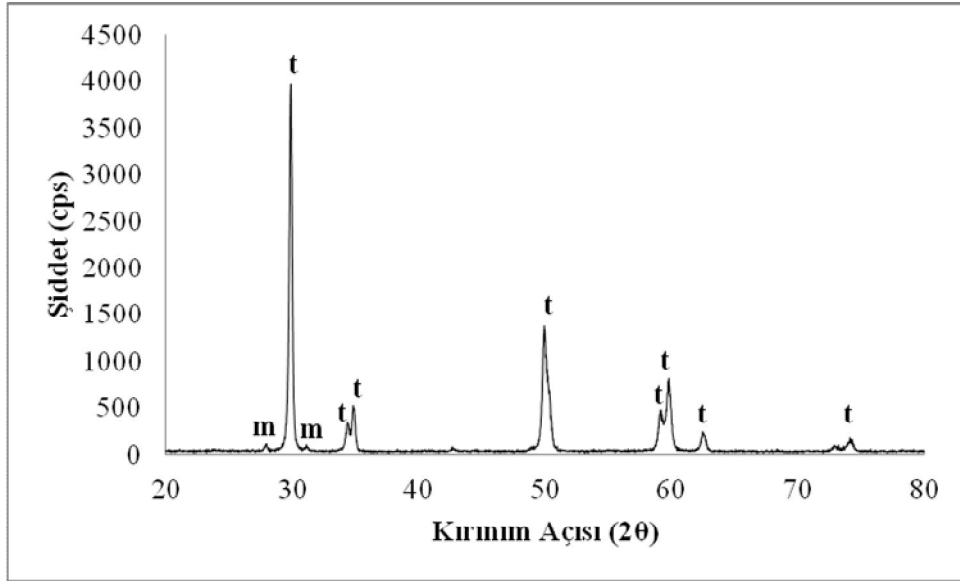
Şekil 7.54. ÖS-3 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-3 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni.



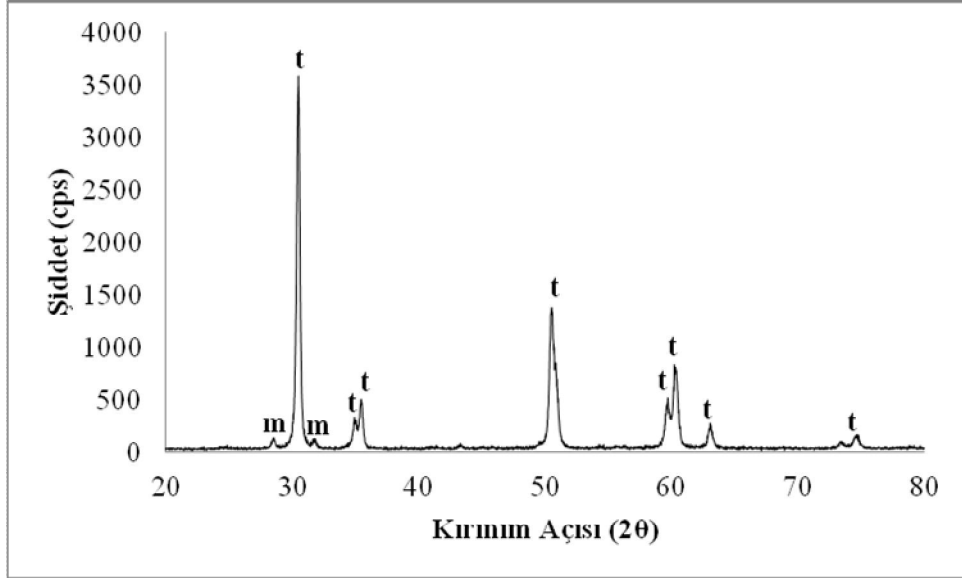
Şekil 7.55. ÖS-3 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-1 R100 kompozisyonuna ait XRD deseni.



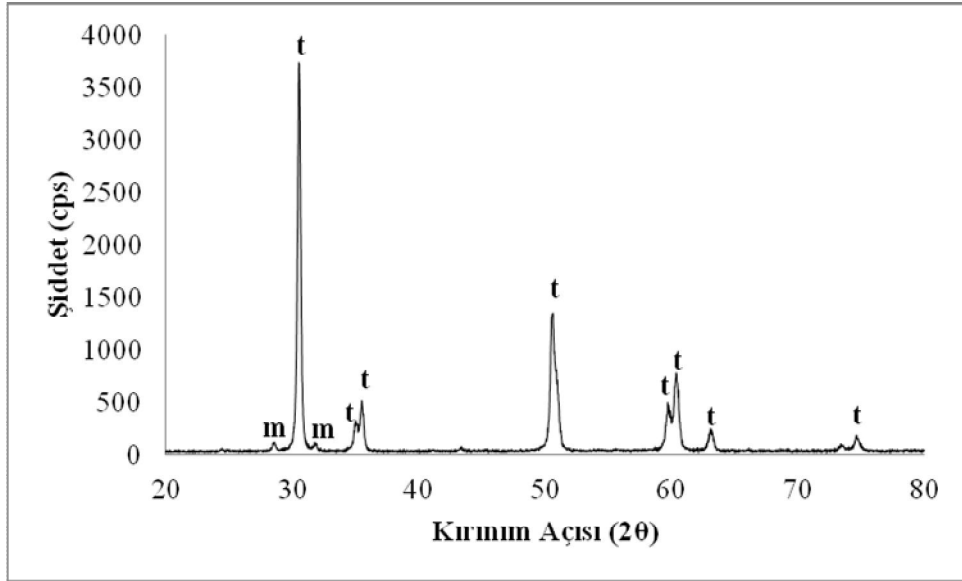
Şekil 7.56. ÖS-4 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-1 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni.



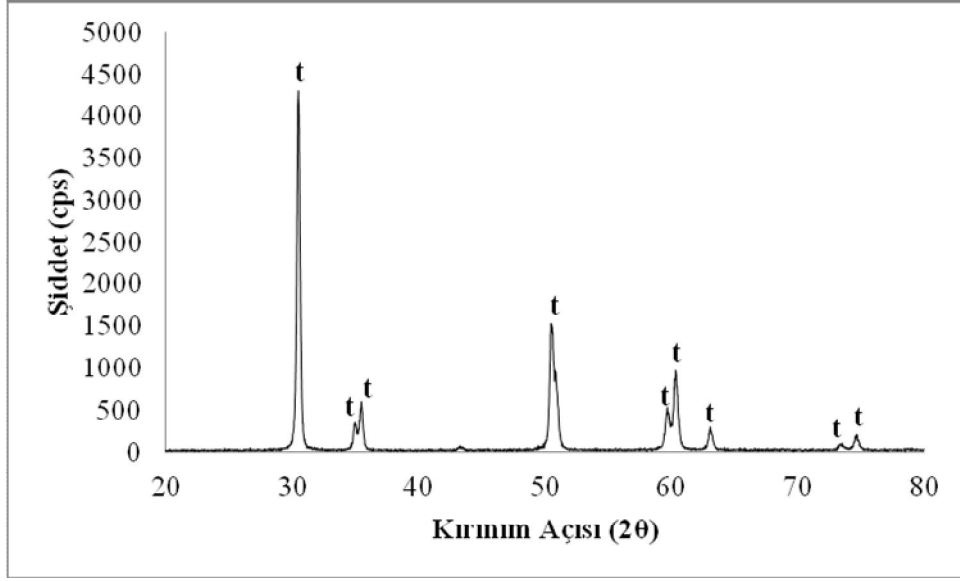
Şekil 7.57. ÖS-4 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-1 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni.



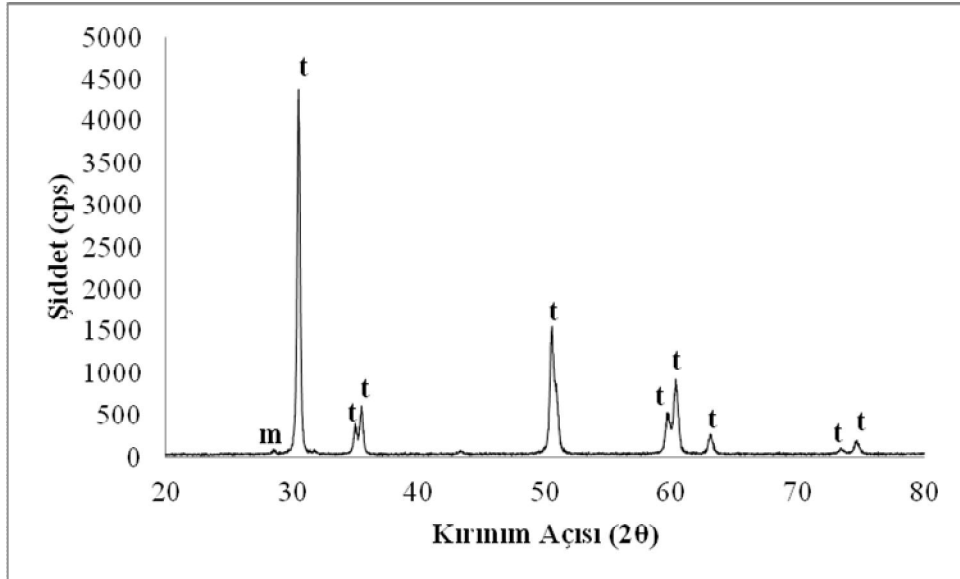
Şekil 7.58. ÖS-4 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-2 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni.



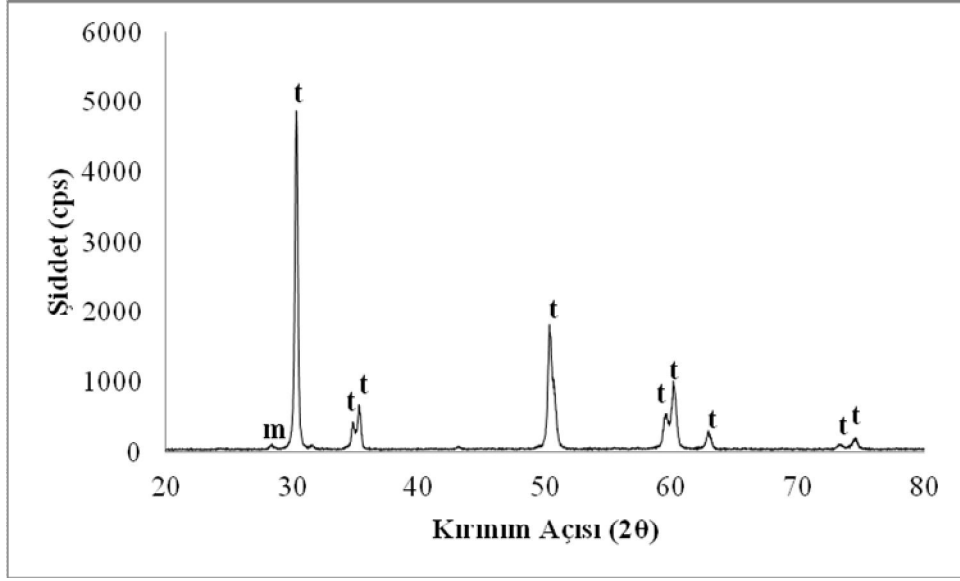
Şekil 7.59. ÖS-4 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-2 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni.



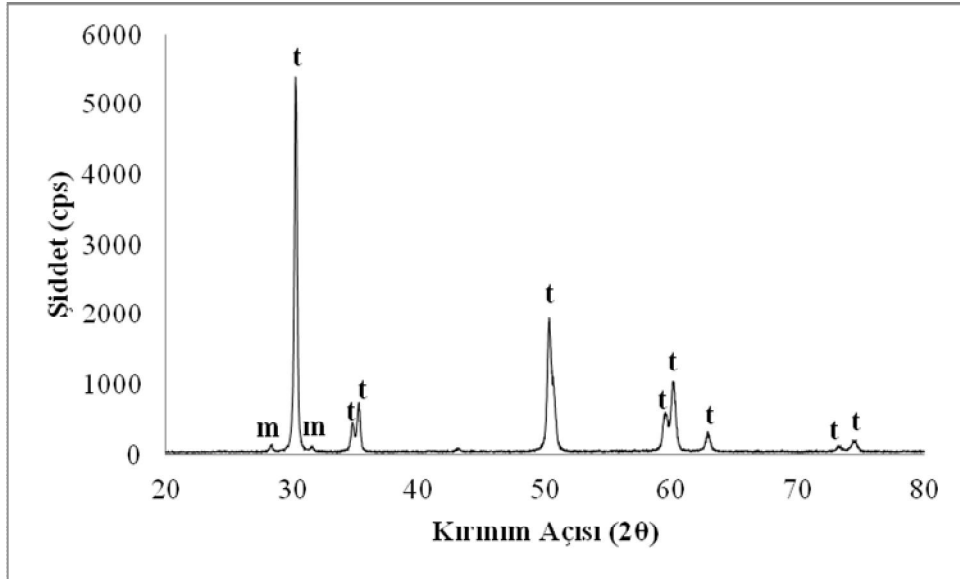
Şekil 7.60. ÖS-4 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-3 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni.



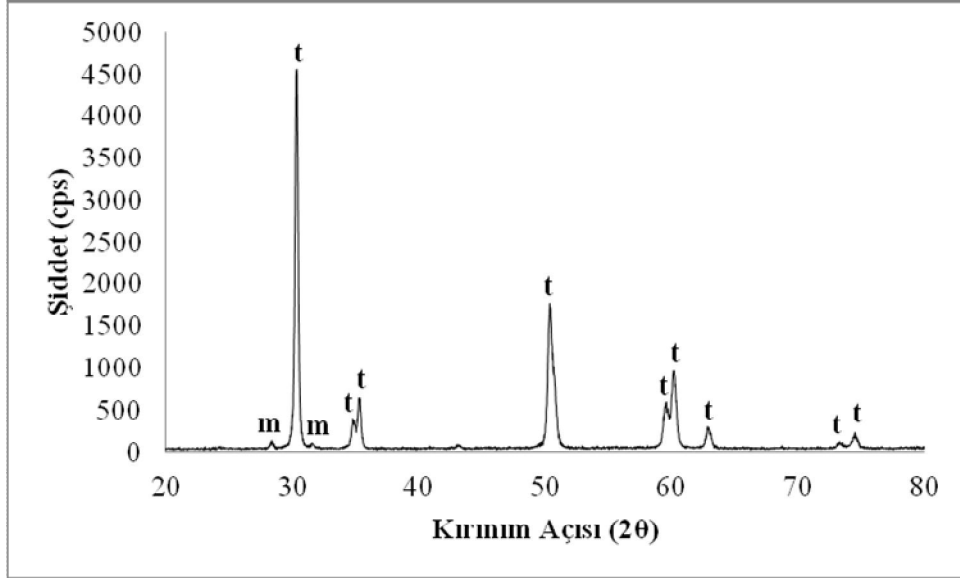
Şekil 7.61. ÖS-4 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-3 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni.



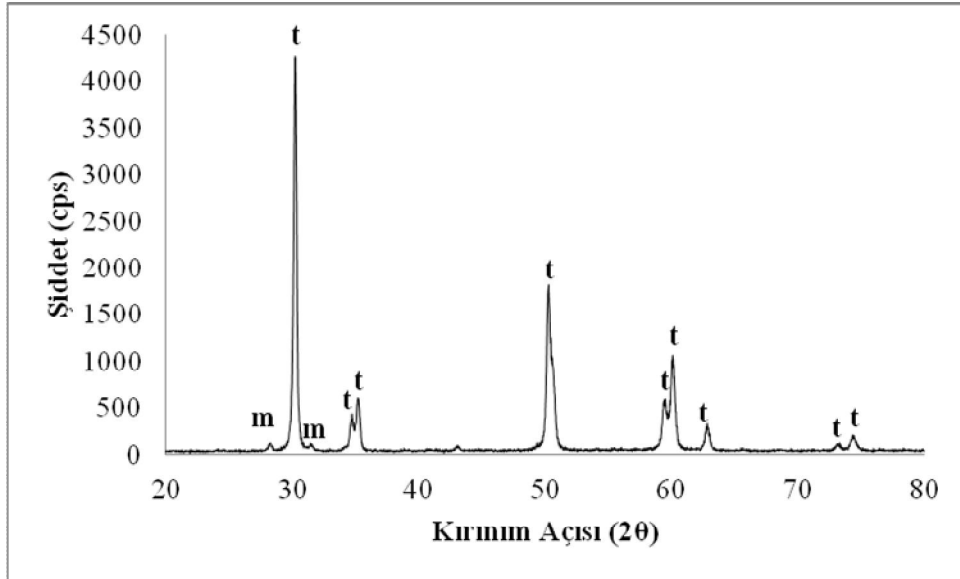
Şekil 7.62. ÖS-4 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-1 R100 kompozisyonuna ait XRD deseni.



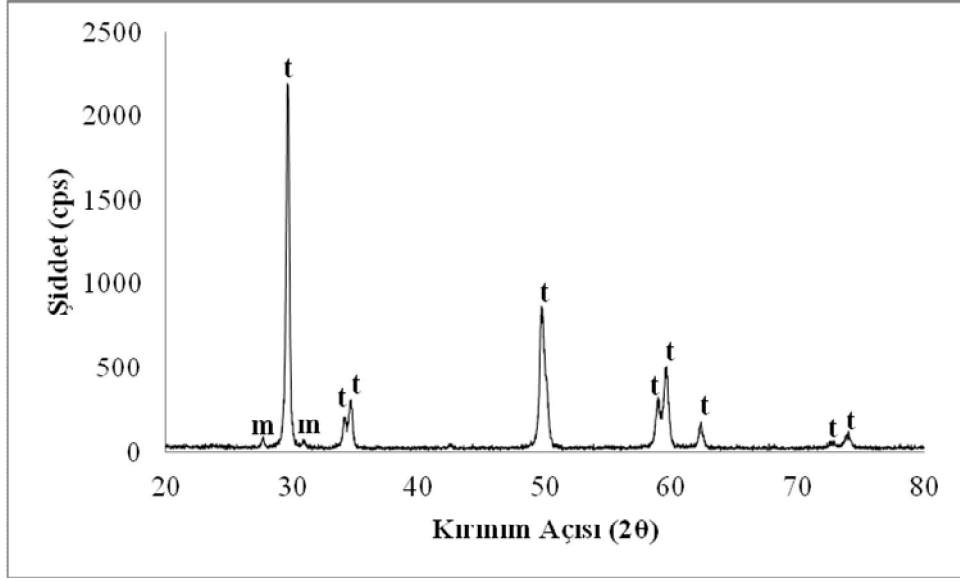
Şekil 7.63. ÖS-5 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-1 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni.



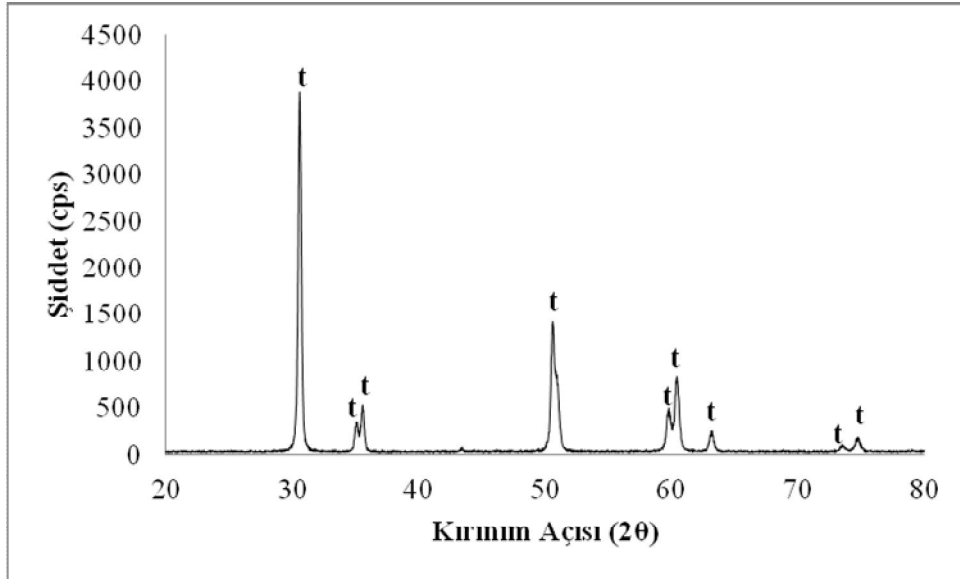
Şekil 7.64. ÖS-5 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-1 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni.



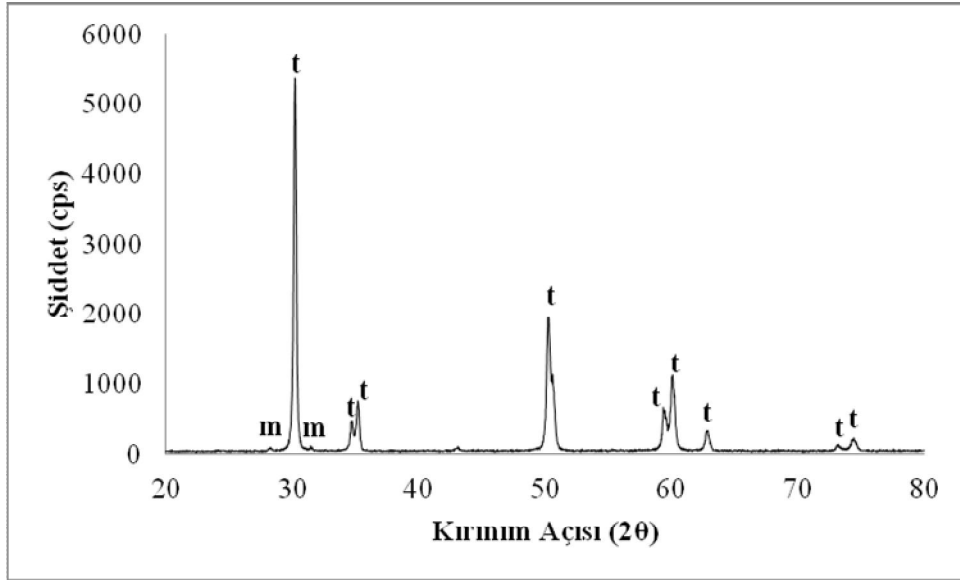
Şekil 7.65. ÖS-5 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-2 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni.



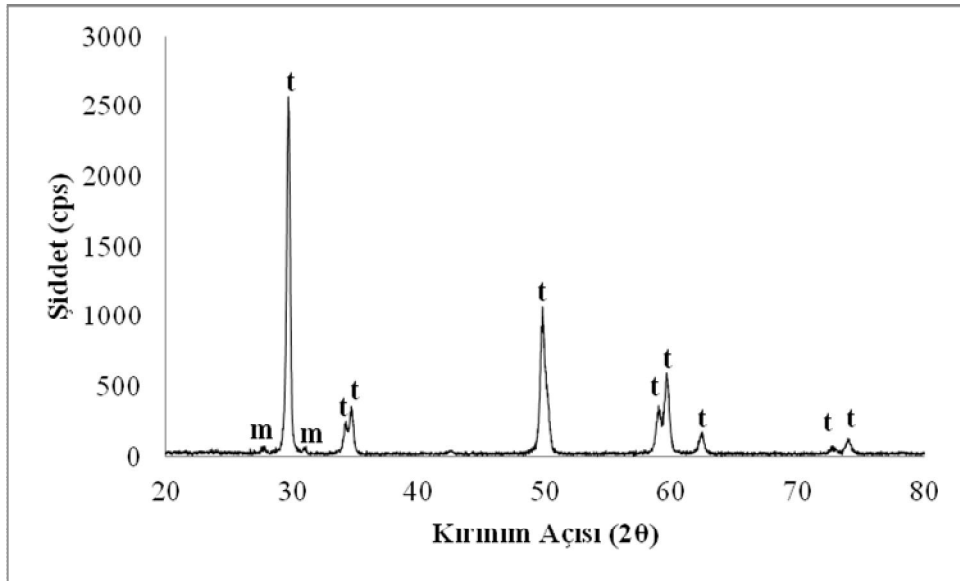
Şekil 7.66. ÖS-5 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-2 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni.



Şekil 7.67. ÖS-5 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-3 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni.



Şekil 7.68. ÖS-5 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-3 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni.



Şekil 7.69. ÖS-5 sıcaklığında ön sinterlenmiş TZP-1 R100 kompozisyonuna ait XRD deseni.

7.3.2. Mikro sertlik analizi sonuçları

Üretilen peletlerin farklı sıcaklıklarda ön sinterlenmesi sonucu ölçülen mikro sertlik değerleri Çizelge 7.9 – 7.11 arasında görülmektedir. TZP-1 tozundan üretilen peletlerde TZP-4 tozunun arttığı kompozisyonlarda sertlik değeri artan bir grafik izlemiştir. TZP-2 ve TZP3 tozlarından üretilen peletlerin sertliğinin ise artan TZP-4 tozu miktarı ile düştüğü gözlenmiştir.

Ayrıca artan ön sinterleme sıcaklığına bağlı olarak tüm tozların sertlik değerlerinde de bir artış söz konusudur.

En yüksek mikro sertlik değeri TZP-2 tozundan üretilen peletlerde gözlenmiştir. Bunun nedeni TZP-2 tozunu oluşturan granüllerin daha küçük tanelerden teşekkül olmasıdır. Bu nedenle TZP-2 tozundan üretilen peletlerin daha düşük sıcaklıkta yoğunluğunun ve sertliğinin artması beklenir. Fakat TZP-2 tozuna ilaveten TZP-4 tozu miktarının artması sertliği düşürücü rol oynamıştır. TZP-2 tozunun SEM görüntüleri de (Şekil 7.27) bu durumu desteklemektedir.

Ayrıca peletlerin mikro sertlik değerleri (HV1), ticari ürünler ile kıyaslandığında kompozisyon ve ön Sinterleme sıcaklığına bağlı olarak bazı numunelerin sertliklerinin daha yüksek olduğu görülmektedir. Sertliği yüksek olan numuneler diş teknisyeni tarafından şekillendirme sürecinde daha zor işlenecek, şekillendirmede kullanılan frezeleri daha çok aşındıracaktır. Ürünün çok yumuşak olması da işleme sırasında ürün kenarlarında kırılmalara ve parça kopmalarına neden olacaktır.

Çizelge 7.9. TZP-1 tozunun farklı kompozisyonlarından üretilen peletlere ait mikro sertlik değerleri.

Kompozisyonlar	Farklı Ön Sinterleme Sıcaklıklarındaki Mikro Sertlik Değerleri				
	ÖS-1	ÖS-2	ÖS-3	ÖS-4	ÖS-5
	HV1	HV1	HV1	HV1	HV1
TZP-1 R0	14,1	25,7	29,6	36,7	41,0
TZP-1 R10	14,4	25,9	33,2	37,2	51,1
TZP-1 R20	14,7	28,0	35,6	39,2	54,2
TZP-1 R30	14,8	29,6	35,7	40,2	59,1
TZP-1 R40	14,9	29,9	36,7	41,3	65,4
TZP-1 R50	15,0	30,1	37,1	42,7	66,1
TZP-1 R60	15,6	30,2	38,8	43,6	74,5
TZP-1 R70	15,9	32,4	43,0	44,2	77,0
TZP-1 R80	16,0	33,1	43,2	44,7	80,6
TZP-1 R90	16,3	35,5	43,4	47,4	83,7
TZP-1 R100	14,4	29,9	39,2	53,5	81,1

Çizelge 7.10. TZP-2 tozunun farklı kompozisyonlarından üretilen peletlere ait mikro sertlik değerleri.

	Farklı Ön Sinterleme Sıcaklıklarındaki Mikro Sertlik Değerleri				
	ÖS-1	ÖS-2	ÖS-3	ÖS-4	ÖS-5
Kompozisyonlar	HV1	HV1	HV1	HV1	HV1
TZP-2 R0	37,3	59,6	73,2	87,1	132,2
TZP-2 R10	33,5	56,1	65,2	81,0	128,3
TZP-2 R20	31,9	55,9	61,1	83,2	124,0
TZP-2 R30	26,3	48,9	60,7	71,4	110,6
TZP-2 R40	25,6	46,7	52,5	65,9	96,4
TZP-2 R50	23,2	38,7	50,5	65,2	92,0
TZP-2 R60	22,5	38,4	49,3	63,0	85,9
TZP-2 R70	17,3	36,9	45,0	61,3	78,9
TZP-2 R80	16,9	34,6	41,2	55,7	74,5
TZP-2 R90	16,4	34,5	39,0	55,5	69,5
TZP-2 R100	14,4	29,9	39,2	53,5	81,1

Çizelge 7.11. TZP-3 tozunun farklı kompozisyonlarından üretilen peletlere ait mikro sertlik değerleri.

	Farklı Ön Sinterleme Sıcaklıklarındaki Mikro Sertlik Değerleri				
	ÖS-1	ÖS-2	ÖS-3	ÖS-4	ÖS-5
Kompozisyonlar	HV1	HV1	HV1	HV1	HV1
TZP-3 R0	19,3	36,6	46,2	61,1	92,6
TZP-3 R10	19,1	36,3	46,1	59,7	89,4
TZP-3 R20	18,7	36,0	45,0	56,5	88,3
TZP-3 R30	17,9	35,7	44,7	56,2	86,4
TZP-3 R40	17,3	35,6	44,5	55,8	84,9
TZP-3 R50	16,5	35,5	42,2	55,4	82,9
TZP-3 R60	16,4	35,4	40,4	55,1	81,6
TZP-3 R70	16,2	33,8	40,2	53,8	81,2
TZP-3 R80	16,1	32,9	39,6	51,5	79,9
TZP-3 R90	16,0	30,2	38,5	50,9	79,8
TZP-3 R100	14,4	29,9	39,2	53,5	81,1

7.3.3. Yoğunluk sonuçları

Ön sinterlenmiş peletlere ait ham yoğunluk sonuçları Çizelge 7.12 – 7.14’de verilmiştir. TZP-1 tozundan üretilen peletlerde TZP-4 tozunun miktarca arttığı kompozisyonlar için yoğunluk değerlerinde bir artış gözlenmiştir. TZP-2 ve TZP-3 tozlarında ise TZP-4 tozunun miktarı arttıkça elde edilen yoğunluk değerinde bir azalma söz konusudur.

Çizelge 7.12. TZP-1 tozunun farklı kompozisyonlarından üretilen peletlere ait ham yoğunluk değerleri.

Kompozisyonlar	Farklı Ön Sinterleme Sıcaklıklarındaki Ham Yoğunluk Değerleri (g/cm ³)				
	ÖS-1	ÖS-2	ÖS-3	ÖS-4	ÖS-5
TZP-1 R0	3,02	3,06	3,06	3,07	3,10
TZP-1 R10	3,03	3,07	3,08	3,10	3,14
TZP-1 R20	3,03	3,08	3,08	3,10	3,15
TZP-1 R30	3,04	3,07	3,08	3,10	3,15
TZP-1 R40	3,04	3,08	3,09	3,09	3,16
TZP-1 R50	3,04	3,07	3,09	3,10	3,17
TZP-1 R60	3,04	3,07	3,09	3,10	3,18
TZP-1 R70	3,04	3,07	3,08	3,09	3,18
TZP-1 R80	3,04	3,07	3,08	3,10	3,19
TZP-1 R90	3,04	3,06	3,08	3,11	3,21
TZP-1 R100	3,01	3,06	3,07	3,10	3,20

Çizelge 7.13. TZP-2 tozunun farklı kompozisyonlarından üretilen peletlere ait ham yoğunluk değerleri.

Kompozisyonlar	Farklı Ön Sinterleme Sıcaklıklarındaki Ham Yoğunluk Değerleri (g/cm ³)				
	ÖS-1	ÖS-2	ÖS-3	ÖS-4	ÖS-5
TZP-2 R0	3,08	3,12	3,15	3,28	3,50
TZP-2 R10	3,08	3,14	3,18	3,27	3,47
TZP-2 R20	3,07	3,12	3,16	3,25	3,45
TZP-2 R30	3,06	3,12	3,15	3,23	3,40
TZP-2 R40	3,05	3,09	3,13	3,19	3,37
TZP-2 R50	3,04	3,08	3,10	3,17	3,28
TZP-2 R60	3,03	3,07	3,09	3,15	3,31
TZP-2 R70	3,03	3,07	3,08	3,13	3,26
TZP-2 R80	3,02	3,06	3,07	3,12	3,23
TZP-2 R90	3,03	3,06	3,07	3,11	3,20
TZP-2 R100	3,01	3,06	3,07	3,10	3,20

Çizelge 7.14. TZP-3 tozunun farklı kompozisyonlarından üretilen peletlere ait ham yoğunluk değerleri.

Kompozisyonlar	Farklı Ön Sinterleme Sıcaklıklarındaki Ham Yoğunluk Değerleri (g/cm ³)				
	ÖS-1	ÖS-2	ÖS-3	ÖS-4	ÖS-5
TZP-3 R0	3,10	3,23	3,25	3,29	3,40
TZP-3 R10	3,12	3,22	3,23	3,25	3,38
TZP-3 R20	3,11	3,20	3,22	3,27	3,39
TZP-3 R30	3,09	3,19	3,20	3,25	3,34
TZP-3 R40	3,08	3,17	3,18	3,23	3,36
TZP-3 R50	3,07	3,15	3,16	3,22	3,32
TZP-3 R60	3,09	3,14	3,15	3,18	3,32
TZP-3 R70	3,06	3,12	3,13	3,18	3,29
TZP-3 R80	3,06	3,10	3,11	3,16	3,26
TZP-3 R90	3,04	3,12	3,09	3,13	3,25
TZP-3 R100	3,01	3,06	3,07	3,10	3,20

7.3.4. Pişme küçülmesi sonuçları

TZP-1, TZP-2, TZP-3 tozlarına TZP-4 tozu ilavesiyle üretilen tüm kompozisyonlara ait farklı ön sinterleme sıcaklıklarındaki pişme küçülmesi değerleri Çizelge 7.15 - 7.17'de ayrıntılı bir şekilde görülmektedir.

Çizelge 7.15. TZP-1 tozunun farklı kompozisyonlarına ait % küçülme değerleri.

	ÖS-1		ÖS-2		ÖS-3		ÖS-4		ÖS-5	
	Çap	Kalınlık	Çap	Kalınlık	Çap	Kalınlık	Çap	Kalınlık	Çap	Kalınlık
TZP-1 R0	-0,33	-0,36	0,08	0,00	0,00	0,00	0,26	0,00	0,34	0,51
TZP-1 R10	-0,16	-0,92	0,00	0,17	0,11	0,17	0,13	0,18	0,77	0,96
TZP-1 R20	-0,27	-0,70	0,05	0,18	0,05	0,35	0,24	0,35	0,72	0,95
TZP-1 R30	-0,27	-0,79	0,11	0,53	0,11	0,09	0,19	1,81	0,82	1,13
TZP-1 R40	-0,32	-0,53	0,02	0,08	0,16	0,35	0,19	0,40	1,10	1,79
TZP-1 R50	-0,30	-1,50	0,07	0,30	0,21	0,09	0,10	0,35	0,95	0,43
TZP-1 R60	-0,40	-1,04	0,03	0,17	0,19	0,44	0,29	0,96	1,17	0,96
TZP-1 R70	-0,29	-0,63	0,08	0,18	0,13	0,60	0,19	0,43	1,17	1,54
TZP-1 R80	-0,50	-0,90	0,00	0,35	0,13	0,35	0,37	0,52	1,35	1,45
TZP-1 R90	-0,37	-0,54	0,08	0,17	0,21	1,28	0,53	0,95	1,51	1,72
TZP-1 R100	-0,29	-0,15	0,05	0,15	0,21	0,60	0,48	0,86	1,48	0,95

Çizelge 7.16. TZP-2 tozunun farklı kompozisyonlarına ait % küçülme değerleri.

	ÖS-1		ÖS-2		ÖS-3		ÖS-4		ÖS-5	
	Çap	Kalınlık	Çap	Kalınlık	Çap	Kalınlık	Çap	Kalınlık	Çap	Kalınlık
TZP-2 R0	1,06	0,61	0,36	0,47	0,80	0,86	2,15	1,49	4,24	4,40
TZP-2 R10	0,35	0,00	0,74	0,24	1,10	1,36	1,87	2,01	3,84	4,23
TZP-2 R20	0,57	0,33	0,68	0,80	0,88	0,48	2,02	1,77	3,60	3,77
TZP-2 R30	0,16	0,00	0,57	0,41	1,03	0,40	1,60	2,20	3,40	3,17
TZP-2 R40	-0,03	-0,15	0,17	0,08	0,76	1,23	1,59	1,76	3,10	3,40
TZP-2 R50	-0,15	-0,50	0,38	0,42	1,02	1,15	1,53	0,74	2,45	2,15
TZP-2 R60	-0,45	-0,35	0,27	0,75	0,75	0,49	1,20	1,17	2,81	2,40
TZP-2 R70	-0,32	-0,35	0,40	0,17	0,53	0,42	1,01	1,08	2,42	2,53
TZP-2 R80	-0,42	-0,51	0,10	0,16	0,35	0,17	0,74	0,93	2,05	2,19
TZP-2 R90	-0,48	-0,62	0,16	0,17	0,21	0,34	0,56	1,19	1,46	0,77
TZP-2 R100	-0,29	-0,15	0,05	0,15	0,21	0,60	0,48	0,86	1,48	0,95

Çizelge 7.17. TZP-3 tozunun farklı kompozisyonlarına ait % küçülme değerleri.

	ÖS-1		ÖS-2		ÖS-3		ÖS-4		ÖS-5	
	Çap	Kalınlık	Çap	Kalınlık	Çap	Kalınlık	Çap	Kalınlık	Çap	Kalınlık
TZP-3 R0	0,46	-0,10	0,27	0,45	0,53	0,54	0,82	0,80	2,16	2,34
TZP-3 R10	0,09	0,05	0,35	0,27	0,56	0,44	0,75	1,51	2,00	2,23
TZP-3 R20	0,16	-0,90	0,03	0,35	0,45	0,88	0,75	0,80	2,29	2,05
TZP-3 R30	0,05	0,10	0,30	0,70	0,56	0,70	0,90	0,70	1,86	2,03
TZP-2 R40	0,02	-0,26	0,21	0,26	0,37	0,87	0,88	0,88	2,18	2,27
TZP-3 R50	-0,20	-0,37	0,16	0,43	0,40	0,35	0,85	1,37	2,02	1,85
TZP-3 R60	-0,17	-0,27	0,19	0,09	0,34	0,35	0,77	0,70	1,62	2,30
TZP-3 R70	-0,20	-0,42	0,16	0,18	0,32	0,6	0,60	0,96	1,9	1,92
TZP-3 R80	-0,24	-0,63	0,03	0,26	0,16	0,27	0,53	0,44	1,56	1,90
TZP-3 R90	-0,27	-0,58	0,05	0,17	0,19	0,08	0,56	0,60	1,74	1,65
TZP-3 R100	-0,29	-0,15	0,05	0,15	0,21	0,6	0,48	0,86	1,48	0,95

Tüm tozlardan elde edilen peletlerin pişme küçülmesi değerleri incelendiğinde ÖS-1 sıcaklığında ön sinterleme sonrasında küçülme yerine büyüme meydana gelmesinin numunenin genleşmesi ve henüz sinterlenmeye başlamamasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

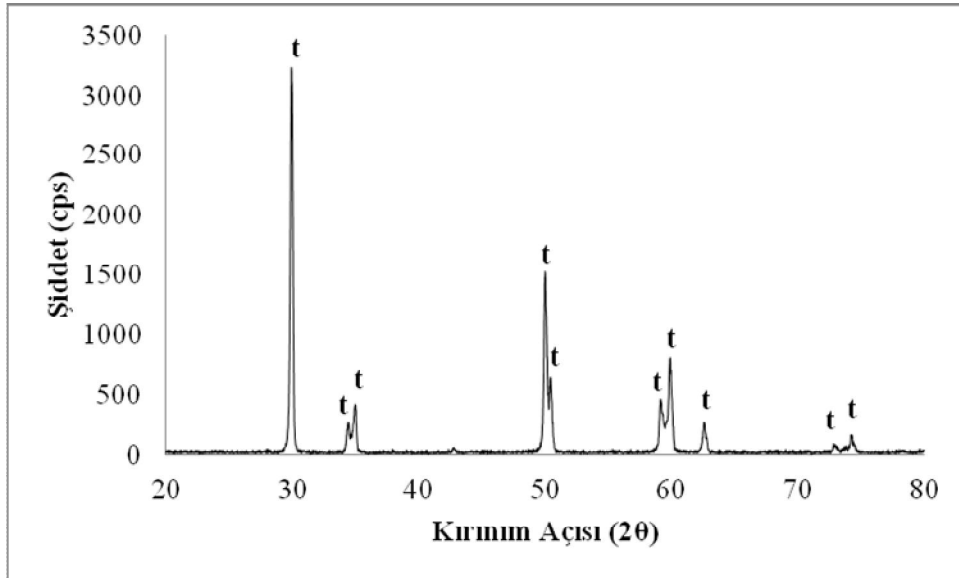
TZP-2 tozunun tane boyutunun çok küçük olması (Şekil 7.27) göz önüne alındığında TZP-2 R0 kompozisyonunda ÖS-1 sıcaklığında % 1.06'lık bir küçülme meydana gelirken sisteme tozunun ilave edilmesi ile küçülme azalmakta ve sonrasında büyüme meydana gelmektedir.

Ön sinterlenmiş peletlere ait pişme küçülmesi değerleri, üretilecek desteklerin işleme performanslarını etkilemesi açısından oldukça önemlidir. Destek sinterlendikten sonra üç boyutta da eşit küçülme göstermelidir. CIP ile şekillendirilen numuneler, her boyutta eşit küçülme göstermekte, üretilen blok herhangi bir problem yaşanmaksızın model üzerine oturmakta ve rahatlıkla kullanılabilir. Bu açıdan bakıldığında elde edilen küçülme değerleri (ÖS-1 sıcaklığında ısı işleme tabi tutulanlar hariç) çap ve kalınlık açısından önemli bir farklılık arz etmemekte, bu durum da üretilecek blokların kullanımını mümkün kılmaktadır.

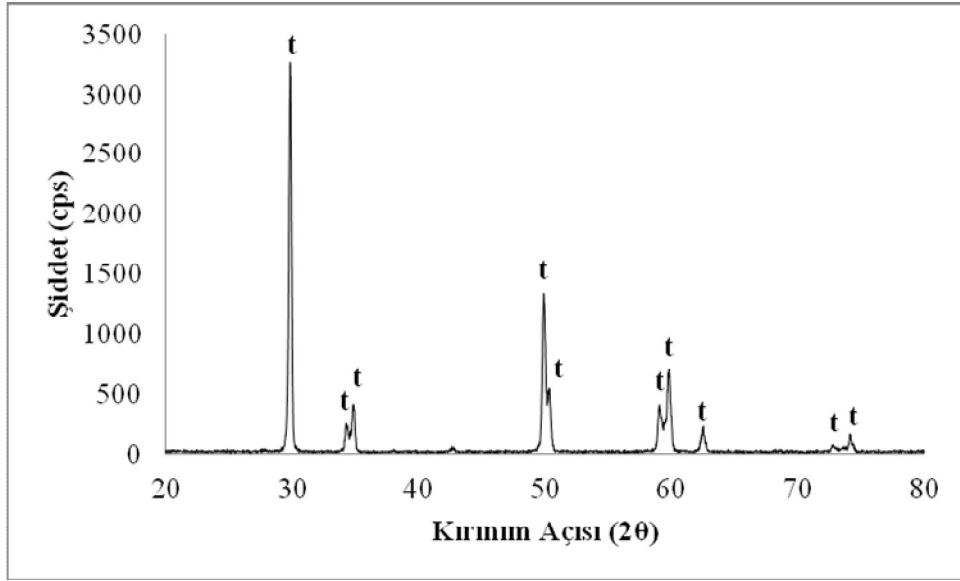
7.4. Tamamen Sinterlenmiş Numunelere Ait Sonuçlar ve Değerlendirmeler

7.4.1. XRD analizi sonuçları

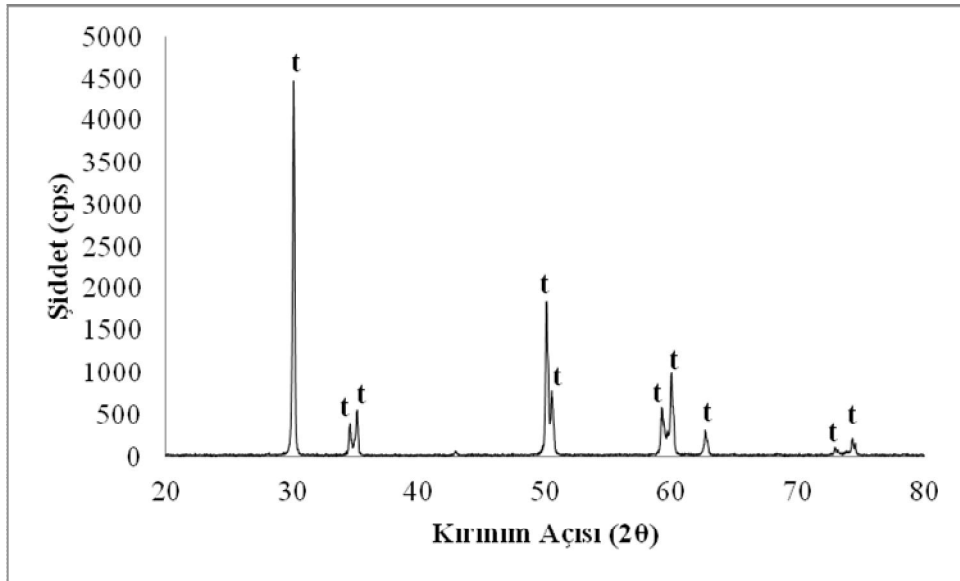
1500 °C'de nihai sinterlenen numunelere ait XRD sonuçları Şekil 7.70 – 7.76'da verilmiştir. Numunelerin nihai sinterlenmesi sonucu elde edilen XRD desenlerinde numunelerin sadece tetragonal zirkonya fazına sahip oldukları görülmektedir.



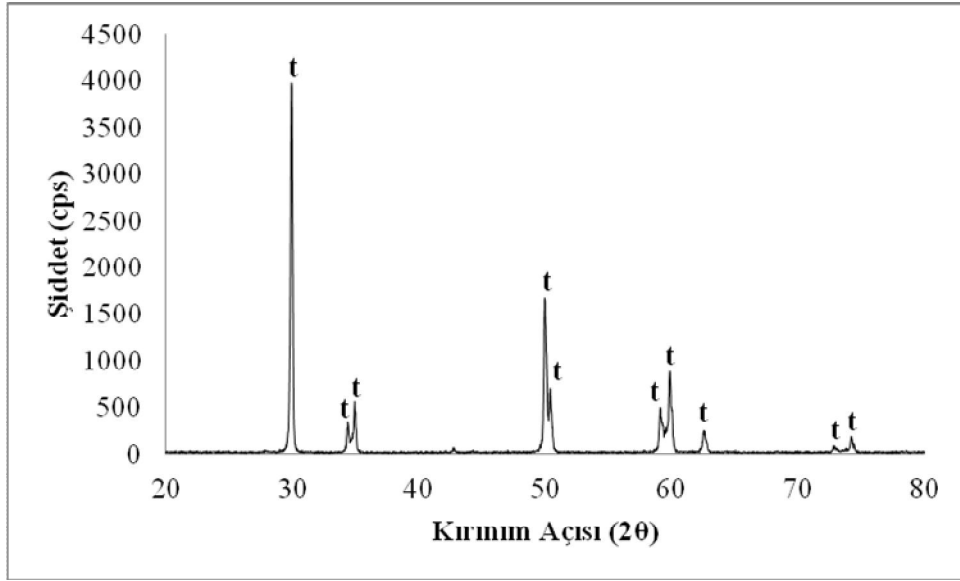
Şekil 7.70. 1500°C'de sinterlenmiş TZP-1 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni.



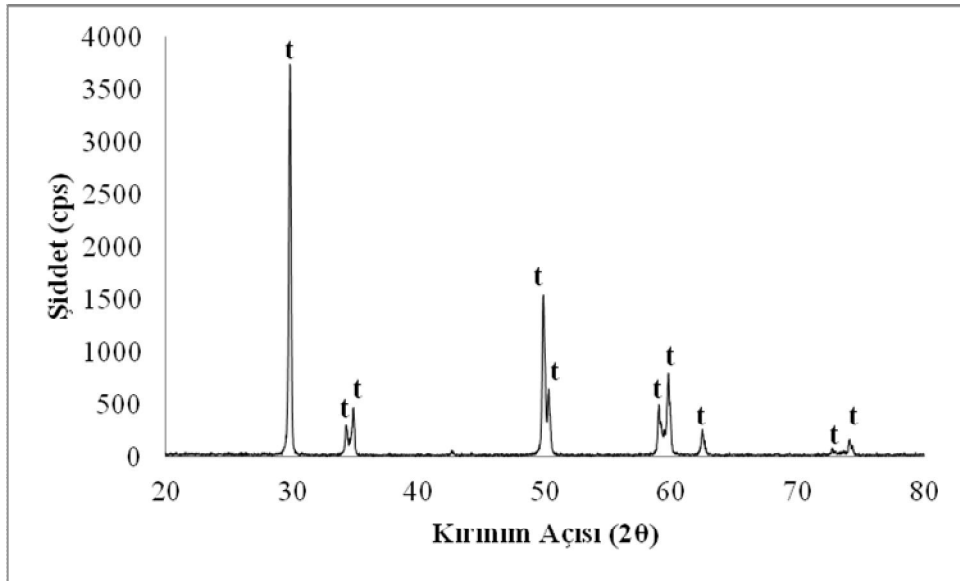
Şekil 7.71. 1500°C’de sinterlenmiş TZP-1 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni.



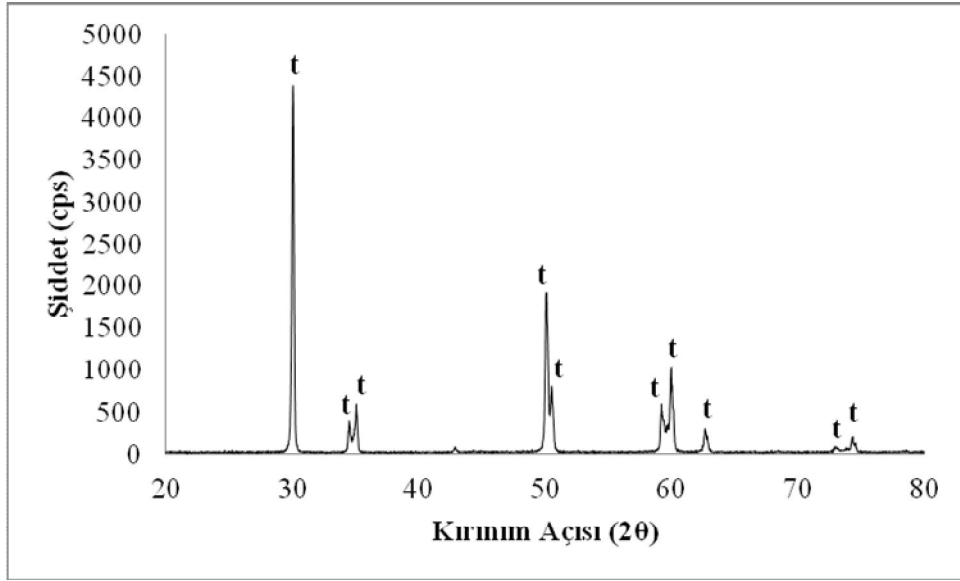
Şekil 7.72. 1500°C’de sinterlenmiş TZP-2 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni.



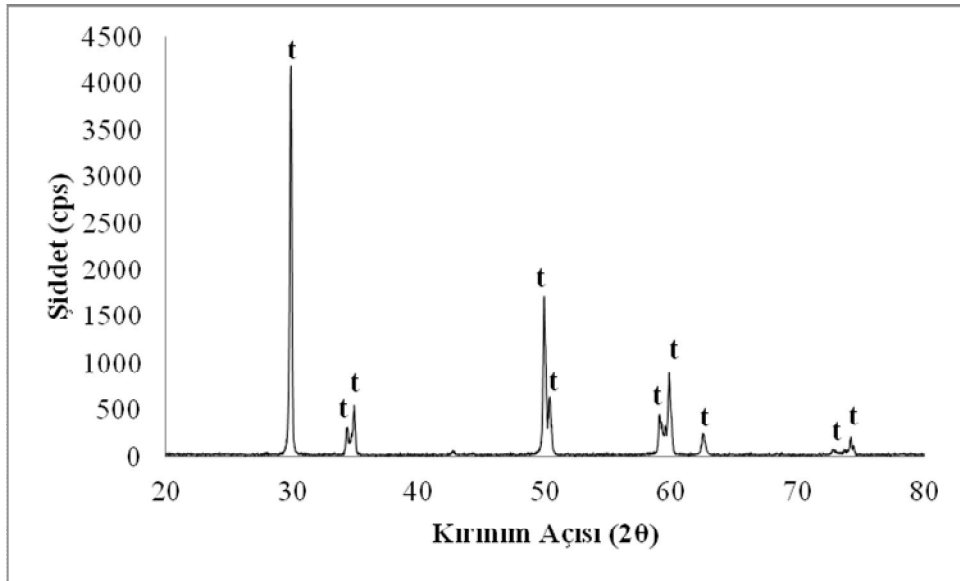
Şekil 7.73. 1500°C’de sinterlenmiş TZP-2 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni.



Şekil 7.74. 1500°C’de sinterlenmiş TZP-3 R0 kompozisyonuna ait XRD deseni.



Şekil 7.75. 1500°C’de sinterlenmiş TZP-3 R50 kompozisyonuna ait XRD deseni.



Şekil 7.76. 1500°C’de sinterlenmiş TZP-1 R100 kompozisyonuna ait XRD deseni.

7.4.2. Mikrosertlik sonuçları

Peletlerin 1500 °C’de sinterlenmesi sonucu elde edilen sertlik değerleri ise Çizelge 7.18 - 7.20’de görülmektedir.

Çizelge 7.18. TZP-1 tozunun nihai sinterlenmesiyle elde edilen peletlerin mikro sertlik değerleri.

	Nihai Sinterlenmiş Peletlerin Mikro Sertlik Değerleri
Kompozisyonlar	HV10
TZP-1 R0	1259
TZP-1 R10	1216
TZP-1 R20	1227
TZP-1 R30	1208
TZP-1 R40	1229
TZP-1 R50	1221
TZP-1 R60	1214
TZP-1 R70	1235
TZP-1 R80	1210
TZP-1 R90	1234
TZP-1 R100	1252

Çizelge 7.19. TZP-2 tozunun nihai sinterlenmesiyle elde edilen peletlerin mikro sertlik değerleri.

	Nihai Sinterlenmiş Peletlerin Mikro Sertlik Değerleri
Kompozisyonlar	HV10
TZP-2 R0	1235
TZP-2 R10	1202
TZP-2 R20	1176
TZP-2 R30	1208
TZP-2R40	1182
TZP-2 R50	1210
TZP-2 R60	1200
TZP-2 R70	1180
TZP-2 R80	1192
TZP-2 R90	1201
TZP-2 R100	1252

Çizelge 7.20. TZP-3 tozunun nihai sinterlenmesiyle elde edilen peletlerin mikro sertlik değerleri.

	Nihai Sinterlenmiş Peletlerin Mikro Sertlik Değerleri
Kompozisyonlar	HV10
TZP-3 R0	1219
TZP-3 R10	1226
TZP-3 R20	1224
TZP-3 R30	1208
TZP-3 R40	1200
TZP-3 R50	1252
TZP-3 R60	1218
TZP-3 R70	1228
TZP-3 R80	1230
TZP-3 R90	1219
TZP-3 R100	1252

Sertlik sonuçları incelendiğinde ön sinterlenmiş peletlerin aksine artan Fe_2O_3 miktarına bağlı olarak sertliğin arttığı şeklinde kesin bir sonuca varılamamakla birlikte, değerler genel olarak 1200-1260 MPa aralığında değişkenlik göstermektedir. Fe_2O_3 katkısı malzemenin sertliğinde olumsuz bir etkiye sebep olmamaktadır.

Nihai sinterlenmiş peletlere ait kırılma tokluğu değerleri Çizelge 7.21 – 7.23’de görülmektedir. Genel olarak tüm kompozisyonların kırılma tokluğu değerleri birbirine oldukça yakındır. Sertlikde olduğu gibi kompozisyonlardaki artan Fe_2O_3 miktarının kırılma tokluğunu arttıracığı sonucuna kesin olarak varılamamakla birlikte ilgili durumun herhangi bir olumsuz etkisi de bulunmamaktadır. Sertlik ve kırılma tokluğu değerleri ticari ürünler ile benzerdir.

Çizelge 7.21. TZP-1 tozundan üretilen nihai sinterlenmiş peletlerin kırılma tokluğu değerleri.

Kompozisyonlar	Nihai Sinterlenmiş Peletlerin Kırılma Tokluğu Değerleri K_{IC} (MPa m ^{1/2})
TZP-1 R0	4,45
TZP-1 R10	4,61
TZP-1 R20	4,45
TZP-1 R30	4,92
TZP-1 R40	4,71
TZP-1 R50	4,62
TZP-1 R60	4,71
TZP-1 R70	4,46
TZP-1 R80	4,42
TZP-1 R90	4,45
TZP-1 R100	4,62

Çizelge 7.22. TZP-2 tozundan üretilen nihai sinterlenmiş peletlerin kırılma tokluğu değerleri.

Kompozisyonlar	Nihai Sinterlenmiş Peletlerin Kırılma Tokluğu Değerleri K_{IC} (MPa m ^{1/2})
TZP-2 R0	4,43
TZP-2 R10	4,34
TZP-2 R20	4,33
TZP-2 R30	4,65
TZP-2 R40	4,41
TZP-2 R50	4,59
TZP-2 R60	4,35
TZP-2 R70	4,71
TZP-2 R80	4,27
TZP-2 R90	4,57
TZP-2 R100	4,62

Çizelge 7.23. TZP-3 tozundan üretilen nihai sinterlenmiş peletlerin kırılma tokluğu değerleri.

Kompozisyonlar	Nihai Sinterlenmiş Peletlerin Kırılma Tokluğu Değerleri K_{IC} (MPa m ^{1/2})
TZP-3 R0	4,35
TZP-3 R10	4,49
TZP-3 R20	4,30
TZP-3 R30	4,69
TZP-3 R40	4,36
TZP-3 R50	4,33
TZP-3 R60	4,30
TZP-3 R70	4,41
TZP-3 R80	4,43
TZP-3 R90	4,44
TZP-3 R100	4,62

7.4.3. Yoğunluk sonuçları

Nihai sinterlenmiş peletlere ait yoğunluk sonuçları Çizelge 7.24 – 7.26’da görülmektedir. Tüm kompozisyonlar için elde edilen yoğunluk değerleri, arzu edilen yoğunluk değerine (6,05 g/cm³) yakındır. 1500 °C’de gerçekleştirilen sinterlemenin tüm numunelerin yoğunlaşması bakımından yeterli olduğu söylenebilir.

Çizelge 7.24. TZP-1 tozundan üretilen nihai sinterlenmiş peletlerin yoğunluk değerleri.

Kompozisyonlar	Yoğunluk Değerleri (g/cm ³)
TZP-1 R0	6,05
TZP-1 R10	5,99
TZP-1 R20	6,06
TZP-1 R30	6,03
TZP-1 R40	6,05
TZP-1 R50	6,06
TZP-1 R60	6,07
TZP-1 R70	6,08
TZP-1 R80	6,10
TZP-1 R90	6,05
TZP-1 R100	6,05

Çizelge 7.25. TZP-2 tozundan üretilen nihai sinterlenmiş peletlerin yoğunluk değerleri.

Kompozisyonlar	Yoğunluk Değerleri (g/cm ³)
TZP-2 R0	6,07
TZP-2 R10	6,08
TZP-2 R20	6,06
TZP-2 R30	6,03
TZP-2 R40	6,04
TZP-2R50	6,01
TZP-2 R60	6,01
TZP-2 R70	6,07
TZP-2R80	6,03
TZP-2 R90	6,02
TZP-2 R100	6,05

Çizelge 7.26. TZP-3 tozundan üretilen nihai sinterlenmiş peletlerin yoğunluk değerleri.

Kompozisyonlar	Yoğunluk Değerleri (g/cm ³)
TZP-3 R0	6,01
TZP-3 R10	6,07
TZP-3 R20	6,09
TZP-3 R30	6,05
TZP-3 R40	6,04
TZP-3R50	6,05
TZP-3 R60	6,06
TZP-3 R70	6,05
TZP-3 R80	6,05
TZP-3 R90	6,09
TZP-3 R100	6,05

7.4.4. Pişme küçülmesi sonuçları

Nihai sinterlenmiş numunelere ait pişme küçülmesi değerleri Çizelge 7.27-7.29'da verilmiştir.

Çizelge 7.27. TZP-1 tozundan üretilen nihai sinterlenmiş peletlere ait küçülme değerleri.

	Pişme Küçülmesi Değerleri (%)	
	Çap	Kalınlık
TZP-1 R0	20,27	20,38
TZP-1 R10	20,05	20,03
TZP-1 R20	19,99	19,87
TZP-1 R30	19,91	19,64
TZP-1 R40	19,78	19,77
TZP-1 R50	20,00	20,11
TZP-1 R60	19,83	19,78
TZP-1 R70	19,83	19,66
TZP-1 R80	19,77	19,72
TZP-1 R90	19,71	19,72
TZP-1 R100	19,86	19,65

Çizelge 7.28. TZP-2 tozundan üretilen nihai sinterlenmiş peletlere ait küçülme değerleri.

	Pişme Küçülmesi Değerleri (%)	
	Çap	Kalınlık
TZP-2 R0	18,57	18,31
TZP-2 R10	18,48	18,59
TZP-2 R20	18,62	18,75
TZP-2 R30	18,79	18,90
TZP-2 R40	18,90	18,77
TZP-2 R50	19,02	19,10
TZP-2 R60	19,31	19,33
TZP-2 R70	19,40	19,44
TZP-2 R80	19,68	19,73
TZP-2 R90	19,73	19,67
TZP-1 R100	19,86	19,65

Çizelge 7.29. TZP-3 tozundan üretilen nihai sinterlenmiş peletlere ait küçülme değerleri.

	Pişme Küçülmesi Değerleri (%)	
	Çap	Kalınlık
TZP-3 R0	18,60	18,26
TZP-3 R10	18,50	18,22
TZP-3 R20	18,59	18,28
TZP-3 R30	18,70	18,56
TZP-3 R40	18,76	18,49
TZP-3 R50	18,89	18,83
TZP-3 R60	18,96	18,79
TZP-3 R70	19,19	19,19
TZP-3 R80	19,36	19,49
TZP-3 R90	19,48	19,41
TZP-3 R100	19,86	19,65

TZP-1 kompozisyonlarına bakıldığında peletlere ait küçülme değerleri TZP-1 R0 ve TZP-1 R100 aralığında azalan bir seyir izlemektedir. TZP-4 tozunun miktar olarak arttığı kompozisyonlarda daha az pişme küçülmesi görülmektedir. TZP-2 ve TZP-3 tozlarına ait kompozisyonlarda ise pişme küçülmesi değerleri, kullanılan TZP-4 tozunun miktarına bağlı olarak artan bir seyir izlemektedir. Kalınlık ve çaptaki küçülme açısından bakıldığında değerlerin birbirine yakın olması diş formundaki bir ürünün her yönden eşit küçüleceği anlamına gelmektedir. Bu sonuç İzostatik pres ile gerçekleştirilen şekillendirmenin önemini göstermektedir.

7.4.5. Renk analizi sonuçları

Numunelere ait renk analizi sonuçları Çizelge 7.30 – 7.32’de verilmiştir. Tüm kompozisyonlarda L (beyazlık) değerleri azalırken, b (sarılık) ve ΔE_{ab} (renk farklılığı) değerlerinin arttığı gözlenmiştir. Şekil 7.77’de de görüldüğü üzere üç farklı tozdan üretilen peletlerde artan Fe_2O_3 miktarına bağlı olarak rengin beyazdan sarımsı kahverengine döndüğü tespit edilmiştir. Bu sonuçtan da anlaşılacağı üzere renklendirici oksit ve kullanım miktarı, ürünün rengi üzerinde büyük bir etkiye sahiptir.

Çizelge 7.30. TZP-1 tozundan üretilen peletlere ait renk analizi sonuçları.

Kompozisyonlar	L*	a*	b*	ΔE_{ab}
TZP-1 R10	86,15	- 4,14	8,44	10,64
TZP-1 R20	85,49	- 3,78	12,41	14,41
TZP-1 R30	83,63	- 3,16	16,17	18,14
TZP-1 R40	82,26	- 2,02	17,15	19,22
TZP-1 R50	81,11	- 0,90	19,22	21,45
TZP-1 R60	79,78	0,50	21,62	24,15
TZP-1 R70	77,88	1,23	21,71	24,81
TZP-1 R80	75,94	2,22	23,66	27,39
TZP-1 R90	75,11	2,89	22,90	27,08
TZP-1 R100	74,73	3,67	23,24	27,67

Çizelge 7.31. TZP-2 tozundan üretilen peletlere ait renk analizi sonuçları.

Kompozisyonlar	L*	a*	b*	ΔE_{ab}
TZP-2 R10	84,12	- 3,29	9,84	8,34
TZP-2 R20	83,93	- 2,92	12,85	11,23
TZP-2 R30	85,37	- 1,94	16,55	14,84
TZP-2 R40	84,28	- 1,42	18,12	16,36
TZP-2 R50	83,27	- 0,88	21,00	19,27
TZP-2 R60	81,66	0,26	21,85	20,32
TZP-2 R70	80,43	1,15	23,62	22,34
TZP-2 R80	79,61	2,12	23,49	22,49
TZP-2 R90	77,10	2,80	22,34	22,18
TZP-2 R100	74,53	3,76	24,23	25,03

Çizelge 7.32. TZP-3 tozundan üretilen peletlere ait renk analizi sonuçları.

Kompozisyonlar	L*	a*	b*	ΔE_{ab}
TZP-3 R10	81,55	-3,83	5,31	9,45
TZP-3 R20	79,81	-4,01	9,73	13,71
TZP-3 R30	79,23	-3,61	13,16	17,06
TZP-3 R40	78,71	-2,81	16,93	20,77
TZP-3 R50	79,43	-1,66	18,97	22,73
TZP-3 R60	78,18	-0,59	19,04	22,89
TZP-3 R70	74,80	0,81	23,10	27,48
TZP-3 R80	74,63	2,14	24,93	29,44
TZP-3 R90	74,86	2,96	23,03	27,67
TZP-3 R100	73,04	3,92	26,69	31,73



Şekil 7.77. Nihai sinterlenmiş peletlerin fotoğrafı.

7.4.6. Üç nokta eğme testi sonuçları

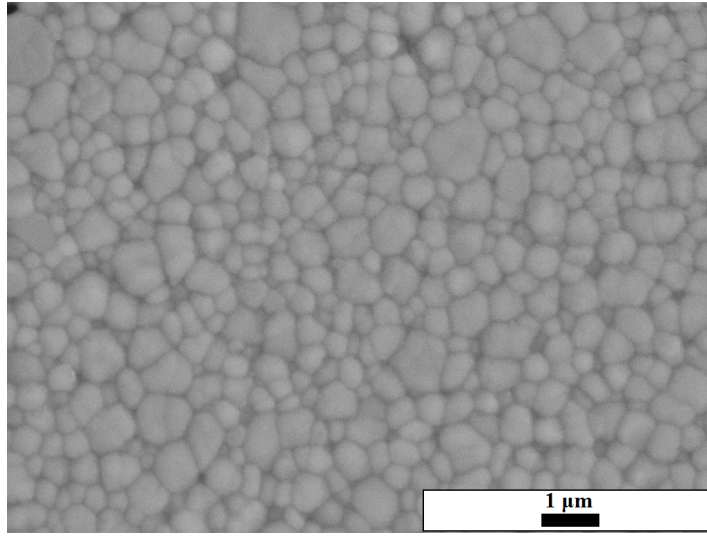
Nihai sinterlenmiş numunelere ait eğme testi sonuçları incelendiğinde (Çizelge 7.33.) TZP-1 tozuna ait kompozisyonların TZP-2 ve TZP-3 tozlarına oranla daha yüksek eğme mukavemetine sahip oldukları görülmektedir. TZP-1, TZP-2 ve TZP-3 tozlarından üretilmiş numuneler ISO 6872 Dental Ceramics’de belirtilen eğme mukavemeti değerini (≥ 100 MPa) karşılamakla kalmayıp, ilgili değerler oldukça üzerindedir. TZP-1 tozu için artan TZP-4 tozu miktarına bağlı olarak eğme mukavemeti olumlu ya da olumsuz yönde etkilenmemiştir. Değerler, kabul edilebilir bir aralıkta (standartlarda belirtilen değerlerin oldukça üzerinde) dalgalanan bir seyir izlemektedir. Üretilen numuneler, eğme mukavemeti değerleri göz önüne alındığında ticari olarak piyasaya sürülebilir niteliktedir.

Çizelge 7.33. Nihai sinterlenmiş numunelere ait eğme testi sonuçları.

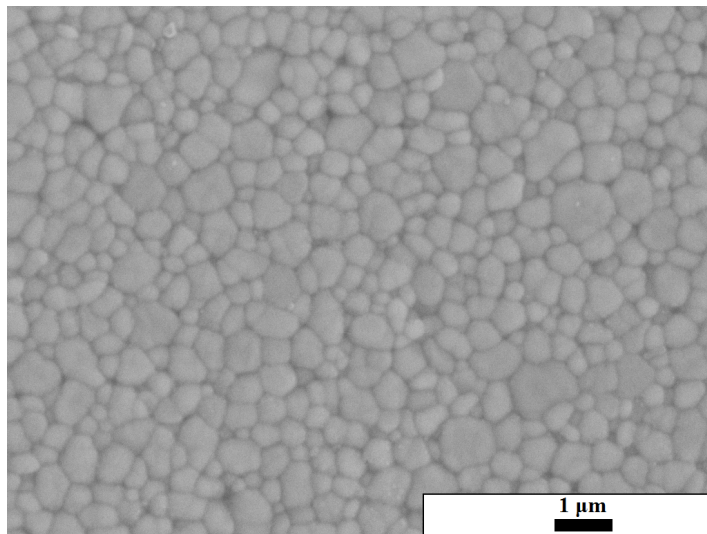
Kompozisyon	Eğme Mukavemeti (MPa)
TZP-1 R0	1353,35
TZP-1 R10	1341,48
TZP-1 R30	1338,97
TZP-1 R50	1355,70
TZP-1 R70	1346,26
TZP-2 R0	1065,28
TZP-3 R0	1048,14

7.4.7. SEM analizi sonuçları

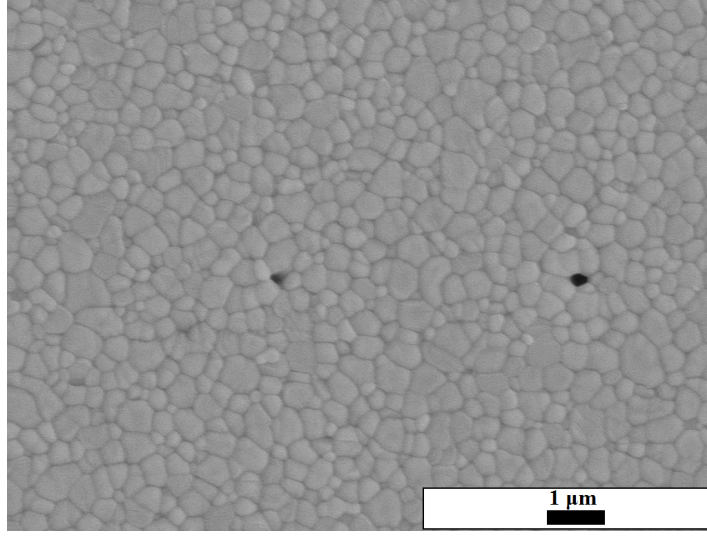
Nihai sinterlenmiş peletlere ait SEM görüntüleri Şekil 7.78 - 7.86'da verilmiştir. Tüm kompozisyonlardan elde edilen numunelerin ilgili sıcaklıkta sinterlendiği ve yoğunlaştığı görülmektedir. Elde edilen mikroyapı görüntüleri "7.4.3. Yoğunluk sonuçları" başlığı altında verilen değerler ile örtüşmektedir. TZP-1 R0 ve TZP-1 R50 kompozisyonlarına ait SEM görüntüleri incelendiğinde renkli ve renksiz kompozisyonların tane boyutları ve yoğunluklarının benzerlik gösterdiği anlaşılmaktadır.



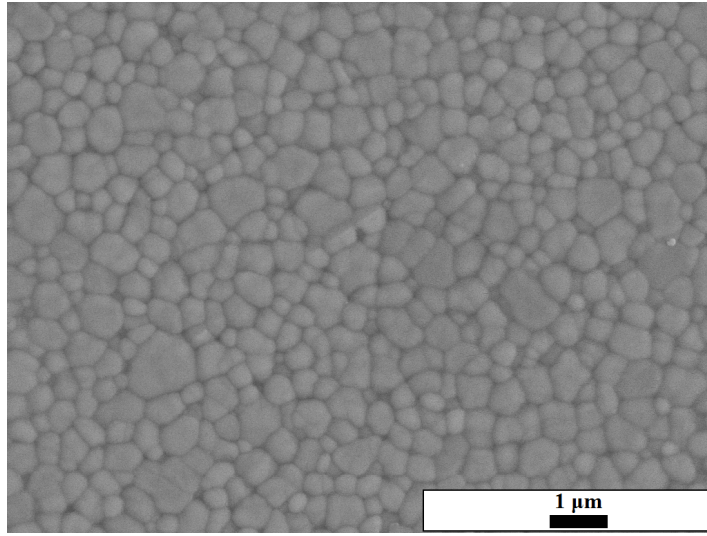
Şekil 7.78. Nihai sinterlenmiş TZP-1 R0 kompozisyonuna ait SEM görüntüsü.



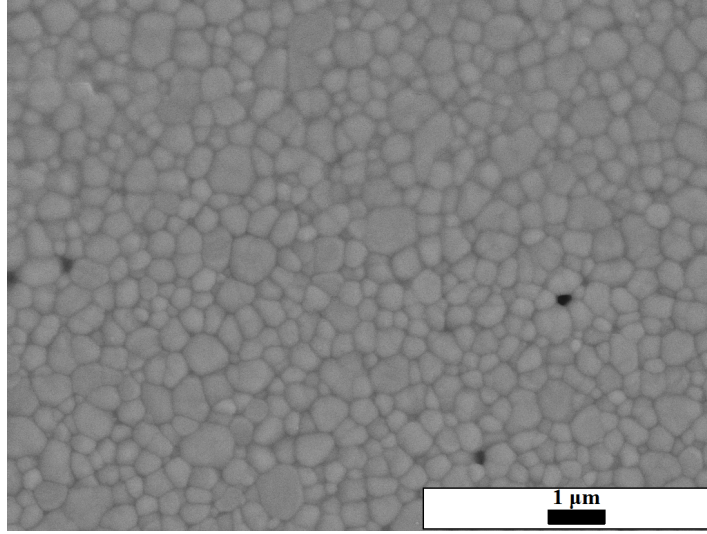
Şekil 7.79. Nihai sinterlenmiş TZP-1 R50 kompozisyonuna ait SEM görüntüsü.



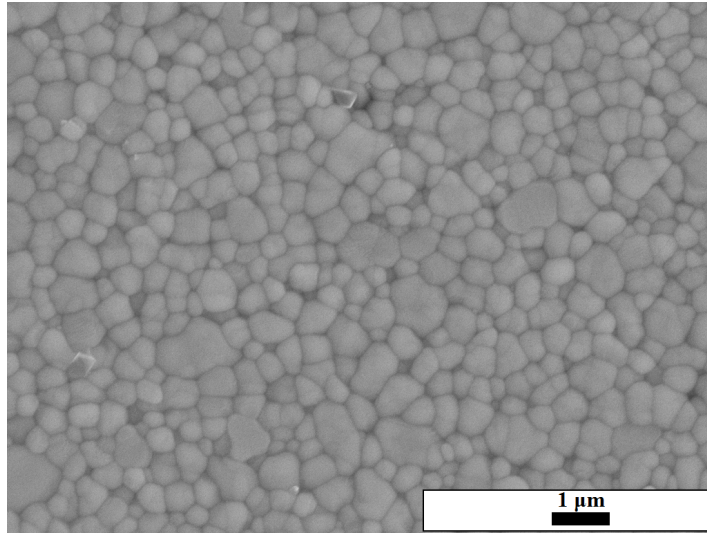
Şekil 7.80. Nihai sinterlenmiş TZP-2 R0 kompozisyonuna ait SEM görüntüsü.



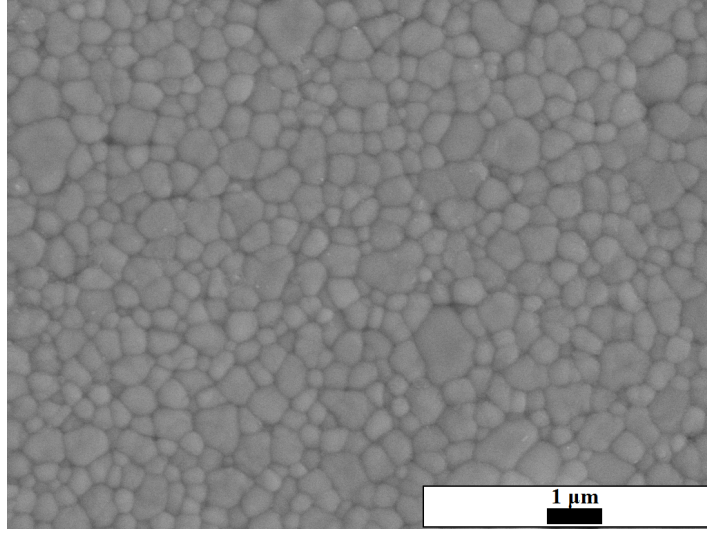
Şekil 7.81. Nihai sinterlenmiş TZP-2 R50 kompozisyonuna ait SEM görüntüsü.



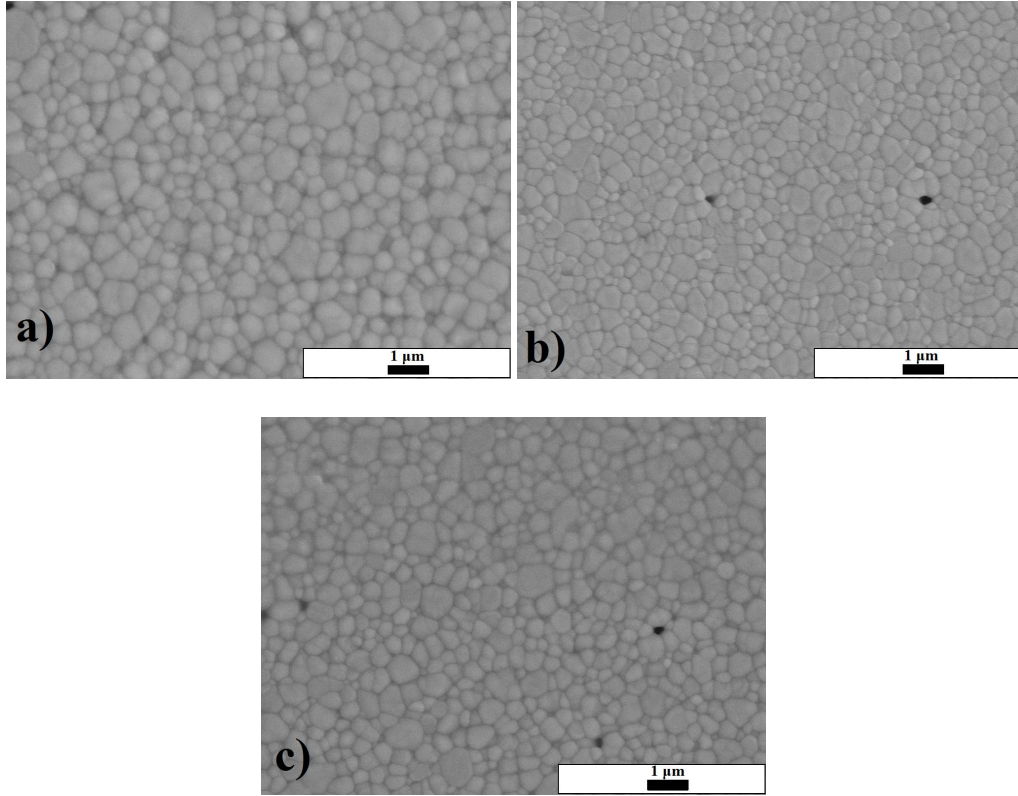
Şekil 7.82. Nihai sinterlenmiş TZP-3 R0 kompozisyonuna ait SEM görüntüsü.



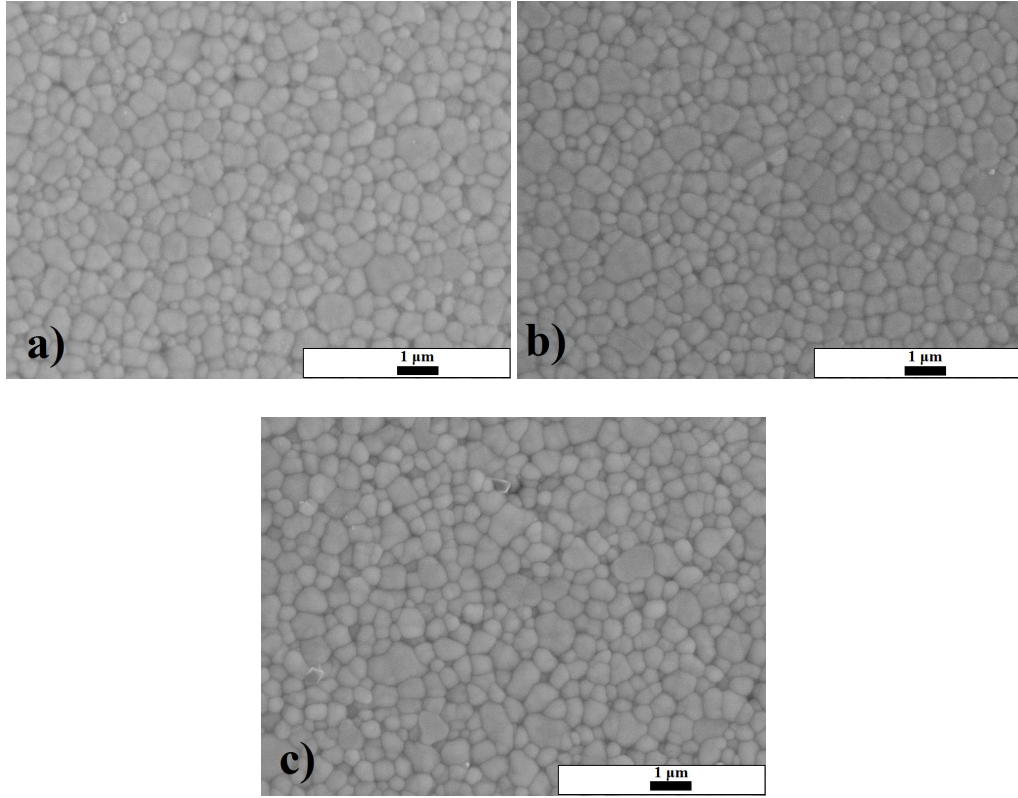
Şekil 7.83. Nihai sinterlenmiş TZP-3 R50 kompozisyonuna ait SEM görüntüsü.



Şekil 7.84. Nihai sinterlenmiş TZP-1 R100 kompozisyonuna ait SEM görüntüsü.



Şekil 7.85. Renksiz kompozisyonlara ait aynı büyütmedeki SEM görüntüleri: TZP-1 R0 (a), TZP-2 R0 (b) ve TZP-3 R0 (c)



Şekil 7.86. Renkli kompozisyonlara ait aynı büyümedeki SEM görüntüleri: TZP-1 R50 (a), TZP-2 R50 (b), TZP-3 R50 (c)

Numunelerde parlatmadan kaynaklanan tane çıkması hataları görülmesine karşın, aşırı tane büyümesi problemi ile karşılaşmamıştır. Renkli kompozisyonlara ait SEM görüntüleri benzerlik gösterirken, Şekil 7.85'deki SEM görüntülerinden en küçük tane boyunun TZP-2 tozundan üretilmiş kompozisyona ait olduğu görülmektedir. Bu da, TZP-2 tozundaki granülleri oluşturan tanelerin TZP-1 ve TZP-3'dekilerden daha küçük olduğu hatırlandığında (bkz. Şekil 7.27. ve Şekil 7.30.) söz konusu durumun normal olduğunu ortaya koymaktadır. Renkli kompozisyonlara ait numunelerde ise sinterleme sonrası tane boyutunun benzer olduğu görülmektedir (Şekil 7.86).

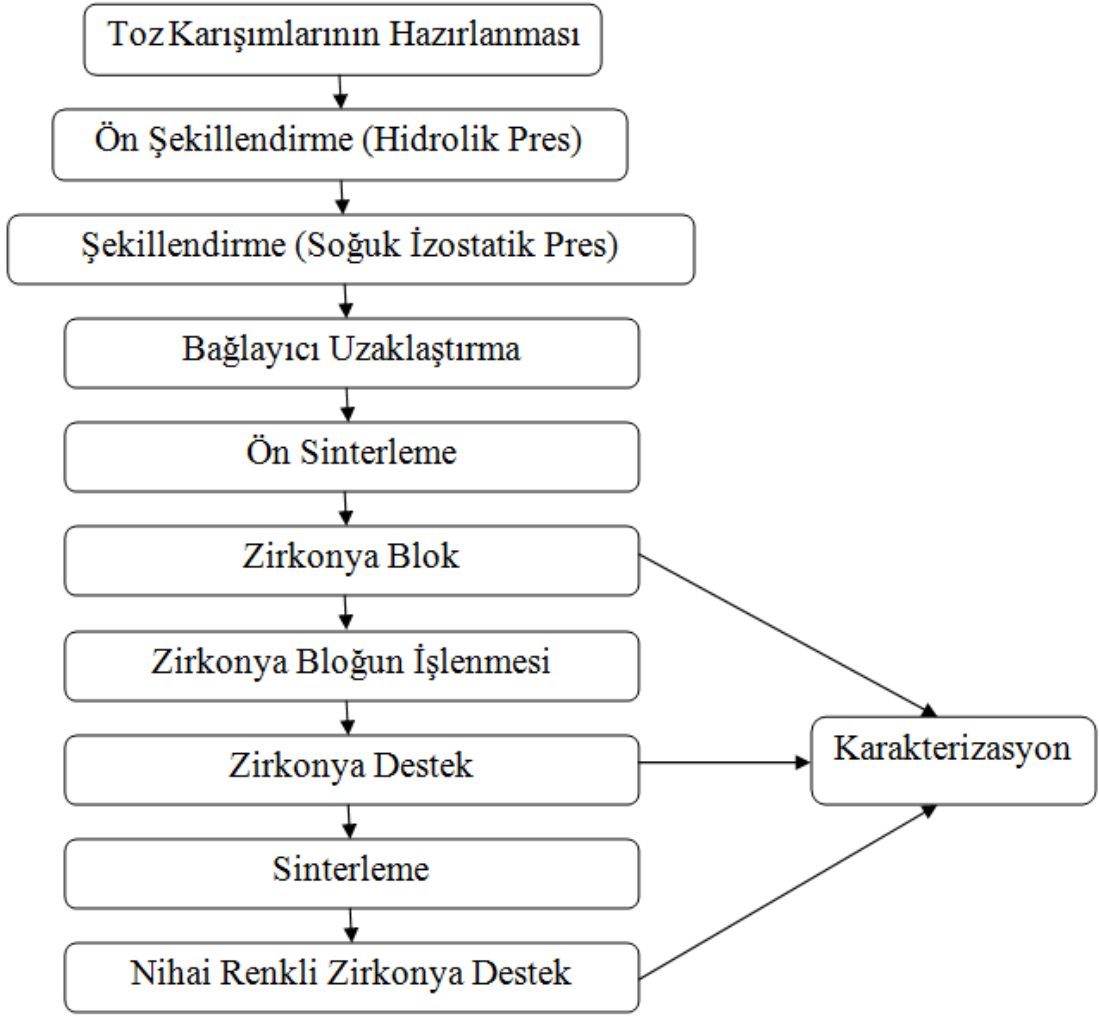
7.5. Genel Değerlendirmeler

Bu tez çalışmasında kendinden renkli zirkonya diş bloklarının üretimi ve karakterizasyonu gerçekleştirilmiş, renklendirici olarak kullanılan Fe_2O_3 içerikli zirkonya tozunun malzemenin fiziksel ve mekanik özellikleri üzerindeki etkileri incelenmiştir. Ayrıca gerçekleştirilen renk analizi ile birlikte diş hekimlerinin kullanımına sunulabilecek ticari kullanıma uygun bir renk skalası oluşturulmuştur (Şekil 7.87.).

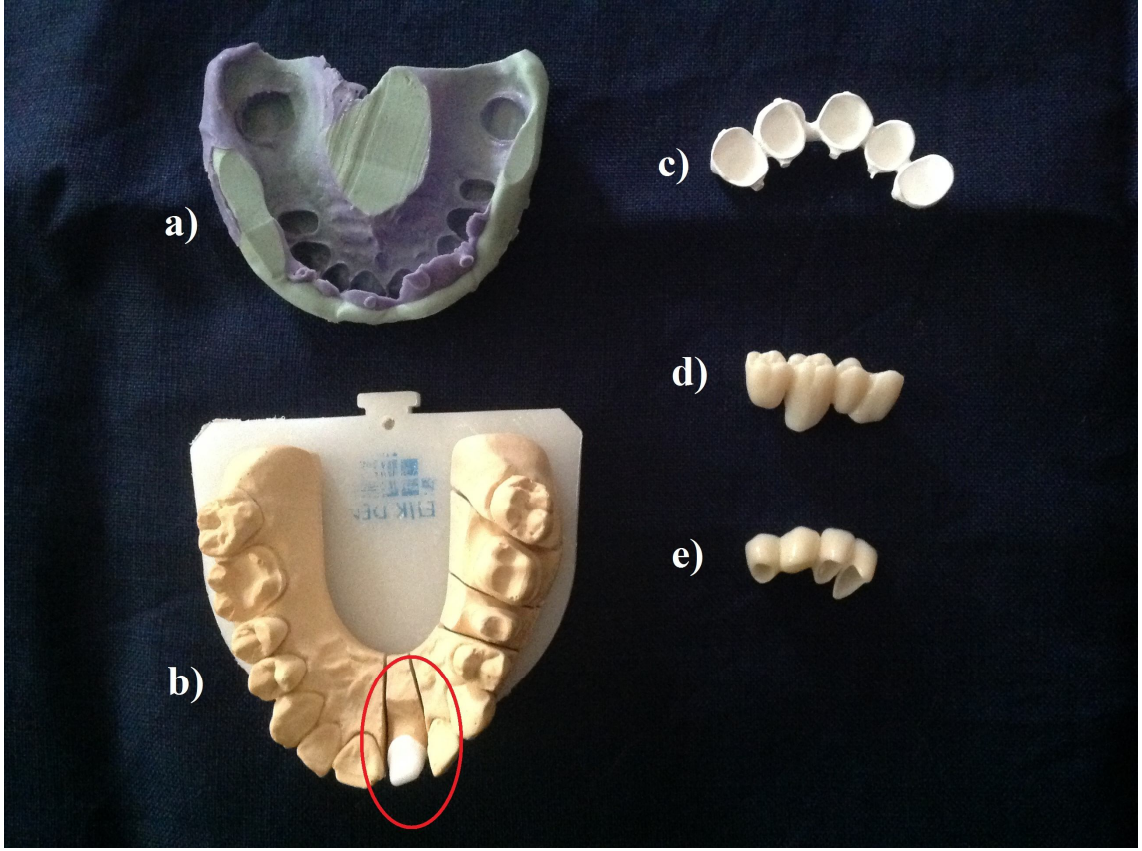


Şekil 7.87. Üretilen renkli zirconiya desteklere ait renk skalası.

Şekil 7.88'deki adımlar izlenerek üretilen bloklar sinterlenerek CAD/CAM sistemine sahip cihazda işlenmiş, karakterizasyon çalışmaları ISO 6872 Dental Ceramics ve TS EN ISO 6872 Diş Seramiđi standartları doğrultusunda gerçekleştirilerek mevcut ticari ürünlerle aynı özelliklerde ürünler elde edilmiştir (Şekil 7.89.).



Şekil 7.88. Zirkonya blok üretimine ait akış şeması.



Şekil 7.89. Tez çalışmasında üretilen renkli kompozisyonlara ait ürün görüntüleri: hastadan alınan ağız ölçüsü (a), destek (b), işlenmiş renkli blok (c) ve destek üzerine porselen tabakalarının uygulanması sonucu elde edilen nihai ürünler (d ve e).

KAYNAKLAR DİZİNİ

- Al-Amleh, B., Lyons, K., Swain, M., (2010), Clinical trials in zirconia: a systematic review, *Journal of Oral Rehabilitation*, 37(8), s. 641–52.
- Altan, A., (2011), Elektronik Sistemlerle Diş Renginin Tespit Edilmesi, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Ariko, K., (2003), Evaluation of Marginal Fitness of Tetragonal Zirconia Polycrystal All-Ceramic Restorations, *Kokubyo Gakkai Zasshi* 70, s. 114-123.
- Att, W., Stamouli, K., (2007), Fracture resistance of different zirconium dioxide three-unit all-ceramic fixed partial dentures, *Acta Odontologica*, 65(1), s. 14–21.
- Ban, S., Sugiyama, M., Suzuki, T., Yoshiwara, K., Kawai, T., Kono, H., (2013), Effect of Coloring on The Mechanical Properties of Dental Zirconia, *J. Med. Biol. Eng.*, (Articless in Press).
- Basu, B. (2005). Toughening of yttria-stabilised tetragonal zirconia ceramics. *International Materials Reviews* 50(4), s. 239–256.
- Bayındır, F., Alvin, G., (2006), Diş Rengi Seçiminde Bilgisayar Destekli Sistemlerin Kullanımı The Use of Computer Aided Systems in Tooth Shade-Matching. *Hacettepe Diş Hekimliği Dergisi*, s. 40–46.
- Butler, E. P., (1985), Critical Assessment Transformation-Toughened Zirconia Ceramics, *Materials Science and Technology* 1(June), s. 417–432.
- Cattani-Lorente, M., Scherrer, S.S., Ammann, P., Jobin, M., Wiskott, H.W.A., (2011), Low temperature degradation of a Y-TZP dental ceramic, *Acta Biomaterialia* 7(2), s. 858–65.
- Chevalier, J., (2006), What future for zirconia as a biomaterial?, *Biomaterials* 27(4), s.535–43.
- Chevalier, J., Cales, B., Drouin, J., (1999), Low Temperature Aging of Y-TZP Ceramics, *Journal of the American Ceramic Society* 54, s. 2150–2154.
- Chevalier, J., Deville, S., Münch, E., Jullian, R., Lair, F., (2004), Critical effect of cubic phase on aging in 3mol% yttria-stabilized zirconia ceramics for hip replacement prosthesis, *Biomaterials* 25(24), s. 5539–45.
- Chevalier, J., Gremillard, L., Virkar, A.V., Clarke, D.R., (2009), The Tetragonal-Monoclinic Transformation in Zirconia: Lessons Learned and Future Trends, *Journal of the American Ceramic Society* 92(9), s.1901–1920.
- Christel, P., Meunier, A., Heller, M., Torre, J. P., Peille, C. N., (1989), Mechanical Properties and Short-Term In Vitro Evaluation of Yttrium-Oxide-Partially-Stabilized Zirconia, *J. Biomed. Mater. Res.* 23, s.45-61.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

Çelik, G., Uludağ, B., Üşümez, A., Şahin, V., Öztürk, O., Göktuğ, G., (2008), The effect of repeated firings on the color of an all-ceramic system with two different veneering porcelain shades, *The Journal of Prosthetic Dentistry* 99(3), s. 203–208.

Denry, I., Holloway, J.A., (2010), *Ceramics for Dental Applications: A Review*, *Materials* 3(1), s. 351–368.

Denry, I., Kelly, J.R., (2008), State of the art of zirconia for dental applications, *Dental Materials : Official Publication of the Academy of Dental Materials*, 24(3), s. 299–307.

Deville, S., Gremillard, L., Chevalier, J., Fantozzi, G., (2005), A critical comparison of methods for the determination of the aging sensitivity in biomedical grade yttria-stabilized zirconia, *Journal of Biomedical Materials Research. Part B, Applied Biomaterials*, 72(2), 239–45.

Fischer, T., (2006), Vergleich der marginalen und internen Passung von drei verschiedenen Zirkondioxid-Systemen anhand dreigliedriger Brückengerüste, PhD Thesis, der Medizinischen Fakultät der Ludwig-Maximilians-Universität, München.

Garvie, R.C., Hannink, R.H., Pascoe, R.T., (1975), Ceramic steel?, *Nature* 258(25), s. 703–704.

Geçkinli, E., (1991), İleri Teknoloji Malzemeleri, Teknik Üniversite Matbaası, İstanbul.

Glauser, R., Sailer, I., Wohlwend, C.D.T., Studer, S., (2004), Schibli, M., Schärer, P., *Experimental Zirconia Abutments for Implant-Supported Single-Tooth Restorations In Esthetically Demanding Regions: 4 Year Results of a Prospective Clinical Study*, *Int. J. Prosthodont.* 17, s.285-290.

Grigoriadou, M., (2006), Fracture Resistance of Three-Unit Posterior Zirconium Dioxide Fixed Partial Dentures: An in Vitro Study, PhD Thesis, der Medizinischen Fakultät der Albert Ludwig Universität, Freiburg.

Gümüşderelioğlu, M., (2002), *Biyomalzemeler*, *Bilim ve Teknik Dergisi*, Yeni Ufuklara Eki.

Heimann, R.B., (2002), *Materials Science of Crystalline Bioceramics : A Review of Basic Properties and Applications*, *CMU Journal* 1, s. 23–46.

Heuer, A.H., Claussen, N., Kriven W.M., Ruhle, M., (1982), Stability of Tetragonal ZrO₂ Particles in Ceramic Matrices, *J. Am. Ceram. Soc.* 65, s.642-650.

Hisbergues, M., Vendeville, S., Vendeville, P., (2009), Zirconia: Established facts and perspectives for a biomaterial in dental implantology, *Journal of Biomedical Materials Research Part B Applied Biomaterials* 88(2), s. 519–29.

Hjerppe, J., (2010), The Influence of Certain Processing Factors On The Durability of Yttrium Stabilized Zirconia Used As Dental Biomaterial, PhD Thesis, University of Turku Institute of Dentistry, Turku.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

Hjerppe, J., Närhi, T., Fröberg, K., Vallittu, P. K., Lassila, L.V.J., (2008), Effect of shading the zirconia framework on biaxial strength and surface microhardness, *Acta Odontologica Scandinavica* 66(5), s. 262–267.

Hochman, N., Zalkind, M., (1999), New All-Ceramic Indirect Post-and-Core System, *J. Prostent. Dent.* 81(May), s. 625–629.

http://dba.med.sc.edu/price/irf/Adobe_tg/models/cielab.html

<http://www.dentalaegis.com/cced/2010/05/a-history-of-dental-ceramics>

http://www.dentindent.net/hareketli_protezler.asp

http://www.hekimim.com/genel/genel_bilgi.htm

<http://www.medunigraz.at/zahnklinik/Download/AdhaesivskriptEndfassung.pdf>

<http://www.mountvernon.org/educational-resources/encyclopedia/false-teeth>

Jahangiri, L., Reinhardt, S.B., Mehra, R.V, Matheson, P.B., (2002), Relationship Between Tooth Shade Value and Skin Color: An Observational Study, *The Journal of Prosthetic Dentistry* 87(2), s.149–152.

Joiner, A., (2004), Tooth colour: a review of the literature, *Journal of Dentistry* 32, s. 3–12.

Karataşlı, Ö., (2009), Bilgisayar Ortamında ve Manuel Olarak Dizayn Edilmiş Zirkonya Esaslı Alt Yapılar ile Metal Döküm Alt Yapıların Marjinal Uyumlarının Karşılaştırılması, Doktora Tezi, Yeditepe Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, İstanbul

Katz, F., (2007), Literaturübersicht über Zirkoniumdioxid in der Zahnmedizin und Bruchbelasbarkeit am Beispiel von Slot-Inlay Brückengerüsten, Inaugural Dissertation, der Medizinischen Fakultät der Albert Ludwigs Universität, Feriburg.

Kaya, G. (2013). Production and characterization of self-colored dental zirconia blocks, *Ceramics International* 39(1), s.511–517.

Kaya, G., (2008), Metal Desteksiz Diş Porseleni Üretimi ve Karakterizasyonu, Doktora Tezi, Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir.

Keith, O., Kusy R.P., Whitley, J.Q, (1994), Zirconia Brackets: An Evaluation of Morphology and Coefficients of Frictions, *Am. J. Orthod. Dentofacial. Orthop.* 106, s. 605-614.

Kelly, J.R., Nishimura, I., Campbell, S.D., (1996), Ceramics in dentistry: historical roots and current perspectives, *The Journal of Prosthetic Dentistry* 75(1), s.18–32.

Kohal, R.J., Klaus, G.A, (2004), Zirconia Implant-Crown System: A Case Report, *J. Biomed. Mater. Res.* 23, s.146.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

Kon, M., Kunio, I., Norihiko, K., (1990), Effects of Zirconia Addition on Fracture Toughness and Bending Strength of Dental Porcelains, *Dental Materials Journal* 9(2), s. 181–192.

Lee, Y.K., Cha, H.S., Ahn, J.S., (2007), Layered color of all-ceramic core and veneer ceramics, *The Journal of Prosthetic Dentistry* 97(5), s. 279–86.

Luthardt, R., Holzhüter, M., Rudolph, H., (2004), CAD/CAM-machining effects on Y-TZP zirconia, *Dental Materials* 20(7), s. 655–62.

Marquardt, P., ve Strub, J.R., (2006), Survival Rates of IPS Empress 2 All-Ceramic Crowns and Fixed Partial Dentures: Results of a 5-Year Prospective Clinical Study, *Quintessence Int.* 37, s.253-259.

Meyenberg, K.H., Lüthy, H., Schärer, P.,(1995), Zirconia Posts: A New All-Ceramic Concept for Nonvital Abutment Teeth, *J. Esthet. Dent.* 7, s.73-80.

O'Brien, W., Groh, C., Boenke, K., (1989), A one-dimensional color order system for dental shade guides. *Dental Materials : Official Publication of the Academy of Dental Materials* 5(6), s.371–4.

Özkurt, Z., Kazazoğlu, E., (2010), Clinical success of zirconia in dental applications, *Journal of Prosthodontics : Official Journal of the American College of Prosthodontists*, 19(1), s.64–8.

Öztürk, O., Uludağ, B., Üşümez, A., Şahin, V., Çelik, G., (2008), The effect of ceramic thickness and number of firings on the color of two all-ceramic systems, *The Journal of Prosthetic Dentistry* 100(2), s.99–106.

Piconi, C., Maccauro, G., (1999), Zirconia as a ceramic biomaterial, *Biomaterials*, 20(1), s.1–25.

Pilathadka, S., Vahalová, D., Vosáhlo, T., (2007), The Zirconia: a new dental ceramic material: an overview, *Prague Medical Report* 108(1), s. 5–12.

Rimondini, L., Cerroni, L., Carrassi, A., Torriceni, P., (2002), Bacterial Colonization of Zirconia Ceramic Surfaces: An In Vitro and In Vivo Study, *Int. J. Oral. Maxillofac. Implants* 17, s.793-798.

Rubin, R., (2007), Zirkonya Altyapılı Restorasyonların Dişe Bağlantı Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, İstanbul Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.

Sarıdağ, S., Tak, O., Alnaçık, G., (2013), Basic Properties and Types of Zirconia: An Overview, *World Journal of Stomatology* 2(40), s. 40–47.

Scarano, A., Piatelli, M., Caputi, S., Favero, G.A., Piatelli, A., (2004), Bacterial Adhesion on Commercially Pure Titanium and Zirconium Oxide Disks, *J. Periodontal* 75, s.292-296.

Scott, H., (1975), Phase relationships in the zirconia-yttria system, *Journal of Materials Science* 10, s. 1527-1535.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

Shah, K., Holloway, J. A., Denry, I. L., (2008), Effect of coloring with various metal oxides on the microstructure, color, and flexural strength of 3Y-TZP, *Journal of Biomedical Materials Research. Part B, Applied Biomaterials* 87(2), s. 329–37.

Son, H.J., Kim, W.C., Jun, S.H., Kim, Y.S., Ju, S.W., Ahn, J.S., (2010), Influence of dentin porcelain thickness on layered all-ceramic restoration color, *Journal of Dentistry* 38S, s. e71-e77.

Stevens, R., (1986), An Introduction to Zirconia, Magnesium Electron Ltd., Twickenham.

Swab, J.J., (1991), Low temperature degradation of Y-TZP ceramics, *J. Mater. Sci.* 26, s. 6706-6714

Toskavul, S., Özpınar, B., Kesercioğlu, A., Toman, M., Gökçe, B., Akın, A., Özgür, L., Tamaç, E., (2011), Tüm Seramiklerde Yüzey Pürüzlendirme İşleminin Bağ Dayanımı Üzerine Etkisinin Değerlendirilmesi, Ege Üniversitesi BAP Projesi Raporu (Proje No: 2007-Diş-019), İzmir.

Triwatana, P., Nagaviroj, N., Tulapornchai, C., (2012), Clinical performance and failures of zirconia-based fixed partial dentures: a review literature, *The Journal of Advanced Prosthodontics* 4(2), s. 76–83.

Tuncel, I., Eroğlu, E., Sarı, T., Üşümez, A., (2013), The Effect of Coloring Liquids on the Translucency of Zirconia Framework, *J. Adv. Prosthodont.* 5, s. 448-451.

Vagkopoulou, T., Koutayas, S.O., Koidis, P., Strub, J.R., (2009), Zirconia in dentistry: Part 1 Discovering the nature of an upcoming bioceramic, *The European Journal of Esthetic Dentistry : Official Journal of the European Academy of Esthetic Dentistry* 4(2), s. 130–51.

Vert, M., Doi, Y., Hellwich, K.H., Hess, M., Hodge, P., Kubisa, P., Schué, F., (2012), Terminology for biorelated polymers and applications (IUPAC Recommendations 2012), *Pure and Applied Chemistry* 84(2), s. 377–410.

Volpato, C., Fredel, M., Philippi, A., Petter, C., (2010), Ceramic Materials and Color in Dentistry, Ceramic Materials, Wilfried Wunderlich (Ed.), InTech.

Volpato, C., Garbelotto, L., Fredel, M., Bondioli, F., (2011), Application of Zirconia in Dentistry: Biological, Mechanical and Optical Considerations, Advanced in Ceramics-Electric and Magnetic Ceramics, Bioceramics, Ceramics and Environment, Prof. Costas Sikalidis (Ed.), InTech.

Wen, N., Yi, Y.F., Zhang, W.W., Liu, H.C., Shao, L.Q., Tian, J.M., (2008), Study On Dental Colored Zirconia Restoration, *Key Engineering Materials* 368-367, s. 1255-1257.

Yalnız, A., (2011), Diş Rengi Seçiminde Bilgi, Tecrübe ve Cinsiyetin Başarıya Olan Etkisinin Değerlendirilmesi, Yüksek Lisans Tezi, Yeditepe Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

Yılmaz, K., (2007), Tekrarlanan Fırnlama Fırnlama İşlemleri Uygulanan Farklı Yapıdaki Dental Seramiklerde Değişik Parlatma Yöntemlerinin Yüzey Pürüzlülüğüne Etkisinin Atomik Kuvvet Mikroskobu ile Değerlendirilmesi, Ankara Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Ankara.