

151579

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**TAM DIŞ SERAMİKLERİNİN SİNERLEME
ŞARTLARININ MEKANİK VE MİKROYAPI
ÖZELLİKLERİNE ETKİSİNİN İNCELENMESİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
Metalurji Müh. Didem ALP
(506011223)**

**Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 21 Haziran 2004
Tezin Savunulduğu Tarih : 21 Mayıs 2004**

Tez Danışmanı : Prof. Dr. Okan ADDEMİR

Diğer Jüri Üyeleri Prof.Dr. Serdar ÖZGEN

Yrd. Doç. Dr. Filiz Çınar ŞAHİN

Mayıs 2004

ÖNSÖZ

Bu çalışmanın yürütülmesi ve sonuçlandırılmasında fikirleriyle, maddi ve manevi desteğiyle daima yanımda olan değerli hocam Sayın Prof. Dr. Okan ADDEMİR' e teşekkürlerimi arz ederim.

Tezimin en belirsiz aşamasında yanımda olan yolumu aydınlatan, bilgilerini ve desteğini esirgemeyen, hocam Sayın Yrd.Doç. Dr. Filiz ÇINAR ŞAHİN' e teşekkürlerimi arz ederim.

Tezime ilk başladığım günden bu yana bilgisini, desteğini esirgemeyen hocam Sayın Yrd. Doç. Dr. Yılmaz KARAKAŞ' a teşekkürlerimi arz ederim.

Laboratuar çalışmalarımızda desteğini esirgemeyen hocam Sayın Prof. Dr. Onuralp YÜCEL ve Prof. Dr. Serdar ÖZGEN' e teşekkürlerimi arz ederim.

Deneysel çalışmalarımıza bilgileriyle ve desteğiyle yardımlarını esirgemeyen hocam Sayın Prof. Dr. Kelami ŞEŞEN' e, Prof. Dr. Mustafa ÜRGEN' e teşekkürlerimi arz ederim.

Deneylelerimizde cihazlarından yararlandığımız ve büyük katkısını gördüğümüz Prof. Dr. Adnan Tekin İleri Teknoloji Seramik ve Kompozitleri Araştırma Merkezi'ne ve buradaki teknolojik olanaklardan faydalanmama emeği geçen Tek. Hasan DİNÇER' e ve İTÜ KOSGEB Seramik Laboratuarında deneysel çalışmalarda benden yardımlarını esirgemeyen Tek.Ahmet KOÇ' a teşekkürlerimi arz ederim.

Tez çalışmalarımın deneysel çalışmalarda yardımlarını esirgemeyen Sayın Arş. Görevlileri Alper YEŞİLÇUBUK' a, Tolga TAVŞANOĞLU' na, Bahadır KEPENEK' e, Sayın Tek. Mızrap CANİBEYAZ' a teşekkürlerimi arz ederim.

Hayatım boyunca yanımda olan, eğitimimi başarıyla tamamlamam için her türlü fedakarlığı yapan, gerçek hayatın cilvelerinden beni olabildiğince uzak tutup zorluklarla savaşmada beni her konuda destekleyen Sayın Ailem' e teşekkürlerimi arz ederim.

Üniversite yıllarını beraber geçirdiğim ve hayatımın geri kalan yıllarını da birlikte geçireceğim Sayın Met. Ve Malz. Müh. Deniz Kaan AYHAN' a teşekkürlerimi arz ederim.

Saygılarımla,

Mayıs, 2004

Didem ALP AYHAN

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ	ii
KISALTMALAR	v
TABLO LİSTESİ	vi
ŞEKİL LİSTESİ	vii
ÖZET	viii
SUMMARY	ix
1. GİRİŞ VE AMAÇ	1
2. BİYOMALZEMELER	2
2.1 Seramik Biyomalzemeler	2
2.2. Dental Biyomalzemeler	5
2.2.1. Diş Dolgu Malzemeleri	5
2.2.2. Diş İmplantları	6
3. DİŞ PORSELENLERİ	7
3.1. Diş Porseleninin Tarihçesi	7
3.2. Diş Morfolojisi	8
3.3. Diş Porseleninin Özellikleri Ve Yapısı	9
3.3.1. Takviyeli Diş Seramikleri	12
3.3.1.1. Alumina Takviyeli Tam Seramik Dişler	14
3.3.1.2. Cam Emdirilmiş Yüksek Mukavemetli Seramik Çekirdek Sistemleri	15
3.3.1.3. Saf Alümina Takviyeli	16
3.3.1.4. Saf Zirkonya Takviyeli	17
3.3.2. Reçine Bağlı Seramikler	20
3.3.2.1. Cam Seramikler	20
3.3.2.2. Cam Seramiklerin Mekanik Özellikleri	21
3.3.3. Spinel	22
3.4. Tam Seramik Dişler	23
3.4.1. Alümina/Zirkonya Tam Seramik Dişlerin Cad/Cam Üretim Şeması	25
Inceram Üretim Akış Şeması	25
4. SİNERLEME	26
4.1. Sinterlemede Taşınım ve İtici Güç	27
4.2. Sinterleme Mekanizmaları.	27
4.3. Tek Fazlı Sistemlerde Sinterleme Mekanizmaları	29
5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	31
5.1. Kullanılan Hammaddeler	31
5.2. Kullanılan Alet Ve Cihazlar	31
5.3. Deney Akış Diyagramı	32

5.3.1. Reçete Hazırlama	33
5.3.2. Öğütme Tane Boyutunun Belirlenmesi	33
5.3.3. Şekillendirme	34
5.3.4. Sinterleme	34
5.3.5. Taramalı Elektron Mikroskopuna Hazırlık	37
5.3.5.1. Sem İçin Metalurjik İşlemler	37
5.3.5.2. Numune Kaplama	37
5.3.6. Karakterizasyon	38
5.3.6.1. Yoğunluk Ölçümü	38
5.3.6.2. Aşınma Testi	38
5.3.6.3. Sertlik Testi	40
5.3.6.4. X- Işını Difraksiyonu Testi	41
6. DENEY SONUÇLARI	42
6.1.Sinterlenmiş Numunelerin Fiziksel Özellikleri	42
6.2. Yoğunluk Ölçüm Sonuçları	43
6.3. Sertlik Deneyi Sonuçları	44
6.4. Sem Mikroyapı İncelemesi	46
6.5. Aşınma Deneyi Sonuçları	48
6.6. X-Işını Sonuçları	49
7.GENEL SONUÇLAR	52

KAYNAKLAR	53
EKLER	55
ÖZGEÇMİŞ	78

KISALTMALAR

ZTA	: Alümina Stabilize Edilmiş Zirkonya
AL	: Alümina
YF	: Yumuşak Feldspat
SF	: Sert Feldspat
ZF	: Zirkonya
MPa	: Mega Paskal
ATM	: Atmosfer Basıncı
µm	: Mikro Metre
PSZ	: MgO ve CaO İlaveleri İle Kısmen Stabilize Zirkonya
TZP	: Y ₂ O ₃ ve CeO ₂ ilaveleri ile Tetragonal Zirkonya Polikristal
CAD	: Computer Aided Design
CAM	: Computer Aided Manufacture
S.E.M	: Taramalı Elektron Mikroskobu
ASTM	: Amerikan Standartları Enstitüsü
DIN	: The Deutch Industry Norm

TABLO LİSTESİ

	Sayfa No
Tablo 2.1. Biyoseramiklerin Sınıflandırılması	4
Tablo 3.1. İmplant olarak kullanılabilen 99.7%' den daha saf Al_2O_3 ' nın oda sıcaklığındaki fiziksel özellikleri	17
Tablo 3.2. %96.20 Safılıkta zirkonya seramiklerinin fiziksel karakteristikleri	19
Tablo 3.3. Farklı seramik sistemlerin karşılaştırılması	22
Tablo 5.1. Reçetenin % bileşimi	33
Tablo 5.2. 5 farklı diş porselen kompozisyonlarının sinterleme rejimi-kompozisyon ilişkisi	37
Tablo 6.1. Sinterleme sıcaklığındaki değişime göre yoğunluklar	43
Tablo 6.2. Numunelerin sıcaklık değişimlerine göre çekilen X-ışını difraksiyonu sonucunda görünen fazlar	50-51
Tablo A.1 12SF Diş Seramik Numunenin X-ışını Analiz Sonucu	61
Tablo A.2 14SF Diş Seramik Numunenin X-ışını Analiz Sonucu	62
Tablo A.3 12SF-14SF X-ışını Analiz Sonucu	63
Tablo A.4 12YF Diş Seramik Numunenin X-ışını Analiz Sonucu	64
Tablo A.5 14YF Diş Seramik Numunenin X-ışını Analiz Sonucu	65
Tablo A.6 12YF-14YF Diş Seramik Numunenin X-ışını Analiz Sonucu	66
Tablo A.7 14ZF Diş Seramik Numunenin X-ışını Analiz Sonucu	67
Tablo A.8 16ZF Diş Seramik Numunenin X-ışını Analiz Sonucu	68
Tablo A.9 17ZF Diş Seramik Numunenin X-ışını Analiz Sonucu	69
Tablo A.10 14ZF-16ZF-17ZF Diş Seramik Numunenin X-ışını Analiz Sonucu	70
Tablo A.11 14ZTA Diş Seramik Numunenin X-ışını Analiz Sonucu	71
Tablo A.12 16ZTA Diş Seramik Numunenin X-ışını Analiz Sonucu	72
Tablo A.13 17ZTA Diş Seramik Numunenin X-ışını Analiz Sonucu	73
Tablo A.14 14ZTA-16ZTA-17ZTA Diş Seramik Numunenin X-ışını Analiz Sonucu	74
Tablo A.15 16AL diş seramik numunenin X-ışını analiz Sonucu	75
Tablo A.16 17AL diş seramik numunenin X-ışını analiz Sonucu	76
Tablo A.17 14AL-16AL-17AL diş seramik numunenin X-ışını analiz Sonucu	77

ŞEKİL LİSTESİ

	Sayfa No
Şekil 3.1	:Bir dişin boyuna kesiti..... 8
Şekil 3.2	:Diş porseleninin şematik gösterilmesi..... 9
Şekil 3.3	:Porselenlerin faz diyagramı..... 10
Şekil 3.4	:Silikanın faz dönüşüm grafiği..... 11
Şekil 3.5	:Seramik malzemenin mukavemetinin..... 13
Şekil 3.6	:Diş kuronun yandan görünüşü..... 13
Şekil 3.7	:Tam seramik diş yüzeyindeki büzülmelerden dolayı çatlak..... 13
Şekil 3.8	:Feldspatlı porselen içinde nüfus etmiş alümina tanecikleri..... 14
Şekil 3.9	:Alümina tanecikleri çatlak önleyicidirler..... 14
Şekil 3.10	: $\text{SiO}_2 - \text{K}_2\text{O} - \text{Al}_2\text{O}_3$ üçlü faz diyagramı..... 15
Şekil 3.11	: ZrO_2 tekli faz diyagramı..... 18
Şekil 3.12	:Zirkonya'nın diğer seramik malzemelerle birlikte bükülme..... 19
Şekil 3.13	: T_1 çekirdeklenme hızını , T_2 cam seramik içindeki kristallerin..... 20
Şekil 3.14	: $\text{MgO} - \text{Al}_2\text{O}_3$ spinel faz dönüşümünü göstermektedir..... 22
Şekil 3.15	:Vita Zahnfabrik firmasının ürettiği diş malzemelerinin..... 23
Şekil 3.16	:Alumina / Zirkonya Tam Seramik Dişlerin Cad/Cam ile Üretim..... 24-25
Şekil 5.1	: Diş seramik üretimi akış şeması..... 32
Şekil 5.2	: Preslenerek hazırlanan numune..... 34
Şekil 5.3	:1200°C'de 1.sinterleme aşanması fırın rejimi..... 35
Şekil 5.4	:1450°C'de 2.sinterleme aşanması fırın rejimi..... 35
Şekil 5.5	:1650 °C'de 3.sinterleme aşanması fırın rejimi..... 36
Şekil 5.6	:1725°C'de 4.sinterleme aşanması fırın rejimi..... 36
Şekil 5.7	: Termal dağlama rejimi..... 37
Şekil 5.8	: Altın kaplama cihazı..... 38
Şekil 6.1	:Sıcaklığa bağlı olarak sertlik değişimi..... 44
Şekil 6.2	:Sertlik- Sıcaklık ilişkisini gösteren grafik..... 45
Şekil 6.3	:16AL , X1000 büyütme..... 46
Şekil 6.4	:17AL, X1000 büyütmede..... 46
Şekil 6.5	:16ZF, X1000 büyütmede..... 47
Şekil 6.6	:17ZF, X1000 büyütmede..... 47
Şekil 6.7	:17ZTA, X2500büyütmede..... 48
Şekil A-1	:Alümina/Zirkonya Inceram Üretim 55-56
Şekil B-1.1	:12SF diş seramik numunesinin X230 büyütmede..... 57
Şekil B-1.2	:14SF diş seramik numunesinin X200 büyütmede..... 57
Şekil B-1.3	:12YF diş seramik numunesinin X500 büyütmede..... 58
Şekil B-1.4	:14YF diş seramik numunesinin X200 büyütmede..... 58
Şekil B-1.5	:14ZF diş seramik numunesinin X200 büyütmede..... 59
Şekil B-1.6	:16ZF diş seramik numunesinin X200 büyütmede..... 59
Şekil B-1.7	:14ZTA diş seramik numunesinin X110 büyütmede..... 60
Şekil B-1.7	:16ZTA diş seramik numunesinin X200 büyütmede..... 60

TAM DIŞ SERAMİKLERİNİN SİNERLEME ŞARTLARININ MEKANİK VE MİKROYAPI ÖZELLİKLERİNE ETKİSİNİN İNCELENMESİ

ÖZET

Son yıllarda metal üzerine kaplama porselen dişler yerine, tam seramik dişlerin kullanılması yaygınlaştığından, tam seramik diş malzemelerinin üretim süreçleri incelenerek gelişimine katkıda bulunmak için ‘Tam Diş Seramiklerinin Sinterleme Şartlarının Mekanik Ve Mikroyapı Özelliklerine Etkisinin İncelenmesi’ konulu tez yapılmıştır.

Kaolen, feldsfat, kuvars, alumina, zirkonya tozları kullanılarak farklı karışımlarda 5 farklı kompozisyonda üretilmiştir. Üretilen tam seramik diş kompozisyonları kırma, öğütme, eleme işlemlerinden sonra, preslenerek şekillendirilmiştir. Üretilen tam seramik diş numuneleri 1200°C, 1450°C, 1650°C, 1725°C’ de sinterlenmiştir.

Sinterleme sıcaklığındaki değişimin diş seramik numunelerinin mekanik ve mikroyapı özelliklerine etkisinin tespiti için numunelerin öncelikle yoğunlukları ölçülmüştür. Daha sonra elektron mikroskopunda mikroyapı incelemesine tabi tutulmuştur.

Mekanik özelliklerinin tespiti için sertlik ve aşınma deneylerine tabii tutulmuştur. Aşınma çizgileri pirofilometre yardımıya optik ve mekanik uçlarla ölçülmeye çalışılmıştır. Fakat numunelerin sertlikleri ve yüzeylerinde bulunan mikro porozite nedeniyle pirofilometre cihazıyla ölçüm yapılamamıştır. Aşınma miktarı, sertlik değerleriyle ilişki kurularak tespit edilmiştir.

Tam seramik diş numunelerinde x-ışını analizi yapılarak, faz dönüşümlerinin sinterleme sıcaklığındaki değişimin etkisiyle gerçekleşip gerçekleşmediğinin tayini yapılmıştır.

Sonuçta, üretilen tam seramik diş kompozisyonlarının yoğunluk değerleri incelendiğinde en iyi yoğunluğa 17ZF’den, en düşük yoğunluğa 14YF’ den elde edilmiştir. Sertlik değerleri incelendiğinde en iyi sertlik değerinin 17AL’ den, en düşük sertlik değerinin 12YF’ den elde edilmiştir. Aşınma değerleri incelendiğinde en fazla aşınan numunenin 14ZTA, en az aşınan numune 16ZF olduğu tespit edilmiştir.

EXEMINATION OF ALL DENTAL CERAMICS SINTERING CONDITIONS TO MECHANICAL AND MICRO PROPERTIES

SUMMARY

In recent years, instead of using metal crown, all ceram dental is used on the surface of the teeth. In order to develop the production of all dental ceramic materials 'Examination Of All Dental Ceramics Sintering Conditions to Mechanical And Micro properties' was investigated.

By using 5 different mixtures kaoline, feldspar, quartz, alumina, zirconia powders were prepared. All dental ceramic compounds were crushed, grounded, classified and shaped by compressing. The production of dental ceramics sample were sintered at 1200°C, 1450°C, 1650°C, 1725°C.

The change in sintering temperature, firstly density of all ceramic samples were investigated for the effect of mechanical and microstructure properties.

Just to investigate the mechanical properties, hardness and weariness were put into experiment. By the help of the pirofilometer with optical and mechanical tip, wear lines were tried to measure.

Furthermore, the measurement of the thesis couldn't have done because of the hardness and the microporosity of the surface. The relation between wear and quantity and hardness value were investigated. All dental ceramics were analysed by X-ray diffractometer moreover, by the result of the difference in sintering temperature, wheather it was taken place or not.

In conclusion, when the densith of all dental ceramic composition' s value were taken into consideration, from the best density of 17ZF to the lowest 14YF, was obtained. But when the hardness of the processes were examined the best hardness value was 17AL and the lowest hardness value was 12YF. The wear value of both samples were examined such as the maximum weariness of the sample was 14ZTA and the minimum weariness of the sample was 16ZF.

1. GİRİŞ VE AMAÇ

Tam seramik diş üretimi için kullanılan hammaddeler arasında başlıca alümina, zirkonya, feldspat, kuvars gelmektedir. Diş porseleni üretiminde sağlık estetik, yarı saydamlık, yüksek mukavemet özellikleri açısından seramik bazlı hammaddeler en elverişli olanlardır . Diş porselenlerinin bileşiminde çok saf hammaddeler kullanılır. Diş porselenlerinde yaklaşık % 80 Feldspat, % 5 kaolen, % 20 kuvars ve ayrıca renk verici pigmentler bulunmaktadır. Feldspat porselen hamuruna sertlik verir, camsı yapı oluşturur, kaolen ise plastizite sağlamaktadır. Alumina ve zirkonya diş morfolojisine uygun estetiği, sertliği, mukavemeti nedeniyle tercih edilmektedir.

Dişin üretiminde, opak renk tonu alüminalı diş porseleni ile sağlanmaktadır. Kristalin alümina kuvars dan daha güçlüdür. Kimyasal bağlanma alümina ve porselen yapı arasında gerçekleşmektedir. Yaklaşık tane boyutu 3-6µm dur. Diş porselenlerinde; mukavemeti, yüksek sıcaklığa dayanımı, insan vücuduna uyumu nedeniyle kullanılmaktadır .

Bu çalışmada; beş farklı bileşimde ZTA (zirkonya esaslı alümina), AL (alümina), YF (yumuşak feldspat), SF (sert feldspat), ZF (zirkonya) seramik tozları kullanılarak bu tozların sinterleme şartlarının (bileşim , sıcaklık); sertlik , aşınma, yoğunluk ve morfoloji özellikleri incelenmiştir.

2. BİYOMALZEMELER

Biyomalzemeler, insan vücudundaki canlı dokuların işlevlerini yerine getirmek ya da desteklemek amacıyla kullanılan doğal ya da sentetik malzemeler olup, sürekli olarak ya da belli aralıklarla vücut akışkanlarıyla temas ederler. Bilimsel anlamda yeni bir alan olmasına rağmen uygulama açısından bakır ve bronzun kemik implantı olarak kullanımı milattan öncesine kadar uzanmaktadır. Benzer olarak altının dişçilikte kullanımı da 2000 yıl öncesine kadar uzanmaktadır [1-3].

2.1 Seramik Biyomalzemeler

Seramiklerin insan yaşamında geçtiğimiz 40 yılda vücudun zarar gören veya işlevini yitiren parçalarının tamiri, yeniden yapılandırılması ya da yerini alması için özel tasarımı seramikleri geliştirilmiştir. Bu amaçla kullanılan seramikler, “biyoseramikler” olarak adlandırılmaktadır.

Biyoseramikler, polikristalin yapıları seramik (alümina ve hidroksiapatit), biyoaktif cam, biyoaktif cam seramikler veya biyoaktif kompozitler (polietilen–hidroksiapatit) şeklinde hazırlanabilmektedir. İnorganik malzemelerin önemli bir grubunu oluşturan bu malzemeler, sağlık sektöründe çok çeşitli uygulamalarda kullanılmaktadırlar. Örneğin, gözlük camları, teşhis cihazları, termometreler, doku kültür kapları, endoskopide kullanılan fiber optikler, bunlar arasında sayılabilir. Biyoseramikler, diş tedavisi dışında sert doku implantı olarak kullanılmaktadırlar. Biyoseramikler, “biyoinert” ve “biyoaktif” olmak üzere iki grupta incelenebilir. Biyoaktif seramik, doku ve implant arasında kimyasal bağ oluşumuna izin veren seramiktir.

Hastalıklı ya da zarar görmüş bir doku veya organın yenilenmesi yada tedavi edilmesi için insan vücuduna geçici veya daimi olarak yerleştirilen özel olarak imal edilmiş malzemelere implant adı verilmektedir [1-3].

İmplant malzemesi olarak sık kullanılan seramikler alüminyum-oksitler, kalsiyum-fosfatlar, apatit ve grafit'dir. Camlar medikal uygulamalarda son yıllarda kullanılmaya başlamıştır. Seramiklerin vucüt içi inertliği, gözenekliliği, yüksek basınca dayanımı ve bazı hallerde mükemmel özellikleri kullanımlarının nedenlerindendir. Apatitler biçim ve yapısal olarak kemik içindeki seramiklere (kalsiyum hidroksiapatit) benzediğinden iskelet implantları için dizayn avantajı sunar. Seramiklerin bazı uygulamaları kalça protezi, kemik vidası, orta kulak kemiği, suni dizkapağı, kemik aşıları, ortopedi ve diş hekimliğinde kullanılan vücut içinde büyütülen çeşitli dokular ve kalp kapakçıklarıdır. Seramiklerin bazı uygulamalarda kötü mekanik özelliklerinden dolayı kullanımı kısıtlanmaktadır, çekme dayanımının düşük olmasından dolayı seramiklerin güvenli bir şekilde kullanımı için dizayn ve üretimde dikkatli olunması gerekmektedir [1-3].

Biyoseramiklerin insan vücudunda kullanılmalarının başlıca nedenleri;

- a) Vücuttaki kimyasal kararlılık,
- b) Çeşitli şekil ve porozite oranlarında üretilebilme,
- c) Yüksek basma mukavemeti,
- d) Bazı durumlarda mükemmel tribolojik özellikler,
- e) Apatitler durumunda kemik (kalsiyum hidroksiapatit)'te doğal olarak oluşan seramik bileşim ve yapı benzerliği [2-5].

Tek ve çok kristal formlarında elde edilebilen biyoseramiklerin implant olarak kullanımı, vücutta yer değiştireceği dokunun mekanik davranışıyla ilgili benzerliğine ve bağ doku ile kararlı bir ara yüzeyinin eşzamanlı olarak alınmasına bağlıdır.

Dokuya bağlanma mekanizması, doğrudan implant ara yüzeyindeki dokunun cevabı ile ilgilidir. Kullanılan implant malzeme tipine bağlı olan bu doku cevaplarını seramikler için dört ana başlık altında toplamak mümkündür [6,7].

Tablo 2.1. Biyoseramiklerin Sınıflandırılması [7]

Biyoseramik tipi	Tespit Tipi	Bağlanma Tarifi	Malzemeler
İnert yakın	Morfolojik	Kemiğin yüzey düzgünlüklerine doğru büyümesi	Tek ve çok kristal alümina
Poroziteli yapı	Biyolojik	Kemiğin malzemeye mekanik olarak bağlayan kemik büyümesi	Poröz alümina, hidroksiapatit kaplanmış metaller
Yüzey reaktif	Biyoaktif	Kemik ve malzeme arasındaki kimyasal bağlanma	Biyoaktifcamlar, cam seramikler, hidroksiapatit
Resorbable	Resorbable	Seramiklerin kemik ile yavaş bir şekilde değiştirilmesi	Kalsiyum sülfat, trikalsiyum fosfat

İmplant malzeme toksik ise çevre doku ölür. Malzeme toksik değil ve biyolojik olarak inaktif yani inerte yakınsa, implant ve doku arasında lifli bir doku oluşturur bu doku, kimyasal ve biyolojik olarak bağlanmadığı için kolayca hareket edebilmektedir. Bu ise implantın gevşemesine neden olmaktadır. Metaller ve polimerler bu tip bir gevşemeye neden olmaktadır. Alümina ve zirkonya gibi hemen hemen inert sayılabilecek seramikler de, ara yüzeyde ipliksi doku oluşumuna neden olmaktadır. Ancak, optimum koşullarda bu doku son derece incedir. Kimyasal reaktifliği çok yüksek olan metal implantlarda ise daha kalın ara yüzey tabakaları oluşmaktadır.

Malzemelerin inert ve poröz olması durumunda, yüzey üzerindeki veya implant boyunca mevcut olan porlara doğru doku büyümesi nedeniyle bir ara yüzey bağı oluşur. İmplant ile doku arasındaki ara yüzey alanının artması, dokudaki aletin hareketliliğine karşı daha yüksek bir direnç oluşması ile sonuçlanır. Dolayısı ile bu tip bir implant, inert yoğun implanta göre daha fazla gerilmeye dayanabilir. Bununla beraber biyoseramikteki gözenekler doku büyümesi için kan sağlama gayesi ile 100-150 μm 'den daha fazla bir yarı çapa sahip olmalıdır.

2.2 Dental Biyomalzemeler

Diş hekimliği, biyomalzemelerin çok çeşitli ve sıkça kullanıldığı alanlardan biridir. Polimer, metal ve seramikten üretilen dental biyomalzemeler dolgu maddesi, diş implantı ve diş dokusunun yeniden oluşturulmasında etkindir.

2.2.1 Diş Dolgu Malzemeleri

Hasara uğramış sert diş dokularını onarmak için çeşitli dolgu malzemeleri kullanılmaktadır. Yüzyılı aşkın bir süredir arka dişlerin restorasyonunda sıkça; bakır, gümüş, kalay ve çinkodan oluşan “amalgam” adı verilen bir alaşım kullanılmaktadır. Amalgam tozunun cıvayla karıştırılması sonucu sert ve dayanıklı bir yapı elde edilir. Estetik açıdan ve içerdiği cıvanın doğa için zararlı bir atık olması gibi etkilerinden dolayı kullanımında önemli ölçüde azalma olmuştur.

Estetik açıdan dişin doğal rengine sahip olan dolgu maddelerinin hazırlanması için büyük çaba harcanmıştır. Bu yüzden “kompozit rezin” adıyla kullanılan kompozit dolgu maddeleri üretilmiştir. Bu dolgu maddeleri içerdikleri başlatıcılar sayesinde, 460-480 nm dalgaboyundaki görünür ışık ile çok kısa sürede polimerleşerek sertleşirler. Ancak polimerleşme sonucu malzemede büzülme oluşabilmekte bu da dolgunu kenarlarında mikro düzeyde açıklıklara neden olmaktadır. Bunun üzerine polimerizasyon büzülmesinin daha az olduğu düşünülen organik olarak değiştirilmiş seramik dolgu malzemesi olan “orsemer” geliştirilmiştir. Orsemer kompozit, organik-inorganik kopolimerler ve inorganik silanlanmış doldurucu parçacıklar içerir. Dayanıklı, sert ve estetik malzemeler olan kompozit rezinler dişlerin restorasyonunda yaygın olarak kullanılmaktadır. Uygulamada önce mine dokusuna fosforik asit uygulanır böylelikle mine demineralize edilerek yüzeyinde pürüzler oluşturulmuş olur. Bu işlemten sonra kompozit rezinler mine ve dentin dokusuna çeşitli yapıştırıcılarla mekanik olarak bağlanır [8].

2.2.2. Diş İmplantları

Diş implantlarının temel olarak iki tipi vardır;

Subperiosteal (Periost altına yerleştirilen) implantlar: Kısmen veya tamamen dişsiz çenelerde kullanılırlar. Kök şeklindeki veya plaka şeklindeki kemik içi implantların yerleştirilmesi için elverişli kemik kalınlığının olmadığı bölgelerde tercih edilirler. Periost (dişin çevresindeki dokular) altı implantlar, kobalt-krom-molibden-talium-kobalt-wolfram gibi Ticonium C-70, C-100 adı ile bilinen alaşım ile yapılırlar. Islatması çok iyi ve uygundur. Bu implantların hazırlanması için önce kemik yüzeyinin ölçüsü alınır veya özel bir sistemle bilgisayarda modeli oluşturulur. Kemik üzerine oturan bu implantların üzeri yeniden periost ile kaplanır. İmplant üzerindeki çıkıntılar, daha sonra uygulanacak protez ile bağlantıyı sağlayarak protezin sabitlenmesini gerçekleştirir [10-16].

Endostil (kemik içi) implantlar: Bunlar kemik içine yerleştirilen implantlardır. Plaka tipi ve kök tipi olmak üzere iki şekilde olabilirler. Dişçilikte kullanılan polimer ve metalik malzemelerin yerine hem klinik hem de estetik avantajlarından dolayı artık seramik protezler tercih edilmektedir [17].

3. DİŞ PORSELENLERİ

3.1 Diş Porseleninin Tarihçesi

Porselen sözcüğü keramos gibi ayrı bir malzemeden gelmektedir. Porselen, Latince’de bir tür kabuklu deniz hayvanının (istiridye) kabuğunun “porsella” olan adıdır.

Porselenin diş uygulaması 1774’ten itibaren Fransız eczacı Alexis Duchateau tarafından başlamaktadır. Duchateau, Guerhard fabrikasında porselen üretim asistanı olarak çalışmaktaydı. Kendine ilk diş porseleni yapmayı başarmıştı. Porselenin pişerken ufalabildiğini, ağza tam oturmadığını, küçülmenin etkisinin göz önüne almak gerektiğini hesaba katmamıştı. Daha sonra vulkanit, polimetil methacrylate, ilaveleriyle porselen diş uygulamalarına daha uygun hale gelmiştir [18-20].

1838 yıllarında Ellas Wildman ışığı geçirebilen ve doğal diş yapısına uygun diş porseleni üretebilmiştir [18,4,21].

Porselen tozlarının geliştirilmesi ve pişirme fırınlarında pirometrelerinin kullanılmasına bağlı olarak gelişmeler gerçekleşmiştir. Elektrikli fırının kullanılmasıyla yüksek derecede pişen porselenlerin kullanımı da sağlanmıştır. Daha sağlam ve şeffaf porselen üretilmiştir. 1886’da altın yaprak üzerine, 1888’de platin yaprak üzerine porselen fırınlama çalışmaları başarılı olmuştur. Pişirme sonucu oluşan porselende oluşan porozitenin tamamının giderilmesi ise 1949’lu yılları bulmuştur [22].

1960lar’ın ortalarında Mc Lean ve Hughes, alumina katkılı feldispat camını temel olarak hammaddeyi geliştirmiştir. Bu ‘Alumina katkılı diş porselen kalıp’ olarak adlandırılmıştır. Daha sonra 1980 lerde yüksek mukavemetli cam infiltre edilmiş olup seramik hammaddeleri geliştirilmiştir (In-Ceram, Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Almanya) [8].

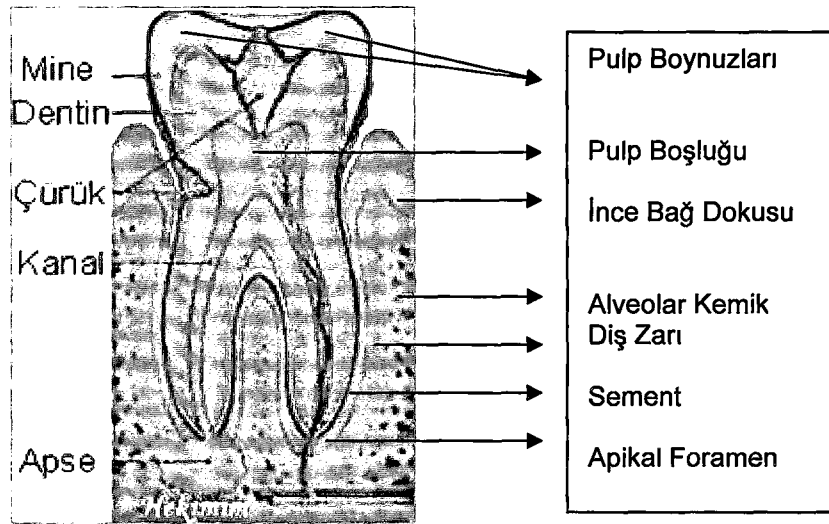
1964 yılında Walton Corbett tarafından Alumina-müllit takviyeli seramik kaplamalar üzerinde çalışılmaya başlanmıştır [8].

1965’de Mc Lean ve Huges tarafından alumina takviyeli porselen kuron geliştirilmiştir .

20. yüzyılın ilk yarısında ise gelişen teknoloji ile birlikte seramikler hakkında daha fazla ayrıntılı bilgi edinebilme olanağı doğmuştur. X-Işını teknik analizlerinde kristalin atomik yapısının incelenmesi ve daha sonra elektron mikroskobunun kullanımı, optik mikroskobun ötesinde mikro yapının incelenebilmesini, seramiklerin karakterizasyonunu, sentez ve üretimde ise büyük avantajlar elde edilmesini sağlamıştır [4].

Vakumla pişirilen porselen dişler atmosferde pişirilene oranla % 20 daha fazla dirençlidir. Porozite, yok denecek kadar azalarak toplam hacmin % 0,1’ni kapsarken normal atmosferde pişirilen bu oran % 4,5 gibi büyük bir orandır. Bu nedenle vakumlu ortamda pişen diş daha şeffaf oluşur buda estetiğin birinci plana çıkar. Ancak günümüzde porselen türlerindeki ve pişirme fırınlarındaki gelişmeler ile atmosfer ve vakumda pişirilen porselen arasında yukarıda belirtilen büyük farklar tamamıyla ortadan kaldırılmıştır [22].

3.2 Diş Morfolojisi



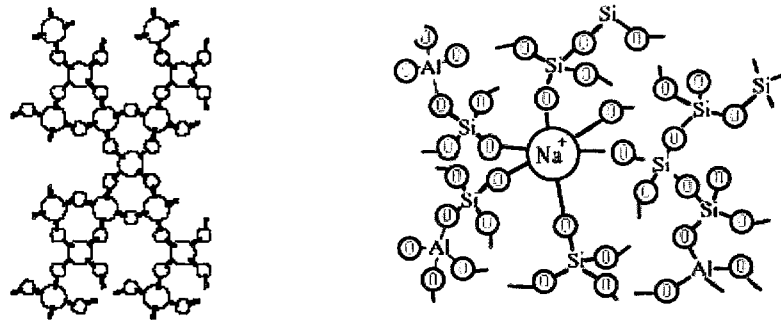
Şekil 3.1: Bir dişin boyuna kesiti [23-25]

Şekilde görüldüğü gibi "(mine) kuron" ağızda dişin görünen kısmıdır. Vücuttaki en sert maddedir. Dişi en dıştan koruyucu bir katman olarak çevreler. İçinde sinir hücreleri olmadığı için duyarlı değildir. Minenin altında bulunan tabaka "dentin" olarak adlandırılmaktadır. Yetişkin bir insan dişinin % 75'ini oluşturmaktadır. Kemikle aynı yoğunluğa sahip olmasına rağmen ısıya ve dokunmaya duyarlıdır. Gerektiğinde içerdiği tamir hücreleri ile yeniden dentin dokusu oluşturabilirler. Dişin orta kısmına ve burada bulunan yumuşak doku "pulpa" olarak adlandırılmaktadır. Kökün ucuna kadar devam etmektedir. Bu kısımda kan damarları yer almakta ve bu damarlar sayesinde diş enfeksiyondan korunmaktadır. Daima aktif halde kalmaktadır. Aynı zamanda pulpa'da aşırı duyarlı sinir hücreleri bulunmakta ve bu hücreler sayesinde sıcak, soğuk ve basınç gibi duyular hissedilmektedir. "Sement ", kökün etrafını kaplayan tabaka olup, çok ince yapıdadır. Diş kökünün çene kemiğine tutunmasını sağlar. "Alveaol", dişin kök kısmını içinde barındırarak dıştan gelen basınca karşı dişin azda olsa esnemesini sağlamaktadır.[24,29,30].

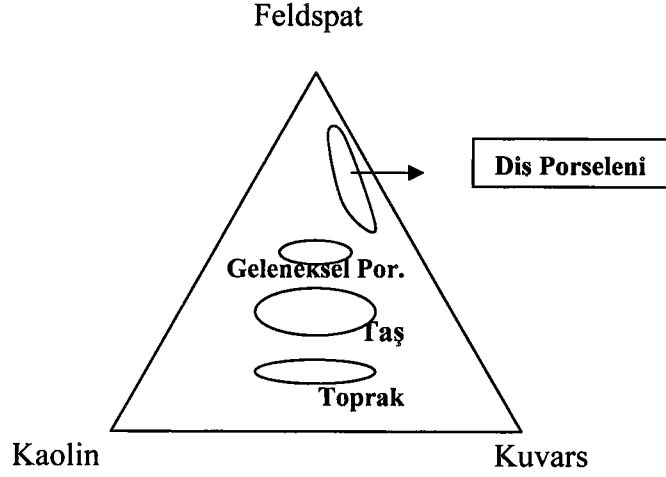
3.3 Diş Porseleninin Özellikleri Ve Yapısı

Diş porseleni kimyasal olarak çok dayanıklı , estetik, fizyolojik ve mekanik özellikleri bir arada bulundurmaktadır. Doğal dişlere benzeyen rengi, yarı saydamlığı, yüksek mukavemet mükemmel estetik özellikleri, sıcağa dayanımı ve termal genleşme katsayısı mine ve opak'a çok benzemektedir.

Basma mukavemeti yüksek olmasına rağmen (350-550 MPa), çekme mukavemeti çok düşüktür (20-60 MPa). Kırılgan bir yapıdır. Malzemenin az da olsa camlaşabilmesi kırılma mukavemetini azaltmaktadır [9,17,18]. Oda sıcaklığında viskozitesi yüksektir. Yapı, kuvars (SiO_2) ağırlıklıdır . Si/ Al arasındaki atomik oran 3:1' dir [31] .



Şekil 3.2 Diş porseleninin şematik gösterilmesi[18].a-β-Kuartz (SiO_2) b-diş Porseleni



Şekil 3.3. Porselenlerin faz diyagramı[18]

Çoğunlukla kuvars yapı olan seramik, bir yada birden fazla metalin, metal olmayan bir elementle genellikle oksijenle yaptığı bir kombinasyondur. Büyük olan oksijen atomları bir matris gibi görev yaparak, daha küçük metal atomlarını ve yarı metal silikon atomları arasında sıkıştırmıştır. Seramik kristalindeki atomik bağlar, hem iyonik hem de kovalent yapıdadır. Bu güçlü bağlar seramiklerde kararlılık, sertlik, ısı ve kimyasallara karşı direnç gibi özellikler sağlamaktadır.

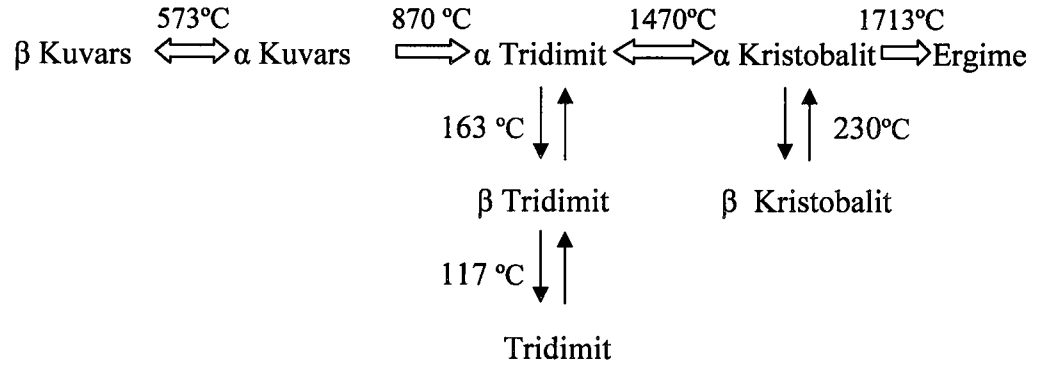
Kuvars ısı karşısında kristal yapı değişimlerinden dolayı hacimce büyümektedir. Üretim sırasında bu genleşmelerden dolayı çatlamlar ve parçalanmalar meydana gelebilir. Bu nedenle bu hızlar yeterli hızlarda geçilmelidir [14,19]. Feldspat'ın ergimesiyle camsı faz içinde dispersiyonu şeklinde oluşmaktadır. Feldspat, kuartz eriyince içyapıya nüfus ederek cam matriks yapı oluşturmaktadır [18,19].

Diş porselen kompozisyonu olarak kullanılmaktadır[8,9,11];

% 60-80 Feldspat

% 5- 50 Kaolin

% 20-25 Kuvars



Şekil 3.4 Silikanın faz dönüşüm grafiği [8,33]

($\text{K}_2\text{O}.\text{Al}_2\text{O}_3.6\text{Si}_2\text{O}_2$) ortoklas ve albit olarak bilinen ($\text{Na}_2\text{O}.\text{Al}_2\text{O}_3.6\text{Si}_2\text{O}_2$) feldspat içindeki (K_2O) ve (Na_2O) soda oranı önemlidir. Bu oran feldspat'ın özelliklerine etki etmektedir. Feldspat porselen hamuruna sertlik vererek, camsı yapı oluşturmaktadır. Potasyum ergimiş camın viskozitesini arttırarak [18] ısı genleşme katsayısını arttırmaktadır [19]. Soda infiltre sıcaklığını düşürmektedir.

Porselenin sinterlenmesi sırasında plastik akış fazlalığı tehlikelidir. Bu fazlalık köşelerin yuvarlatılması, diş yapısında uzaklaşmalara sebep olmaktadır. Potash (K_2O)' un yeterli miktarda olması bunu engellemektedir. Bu alkaliler, feldspat'ın bir parçası olarak ya birlikte eklenmekte ya da doğru oranlar hesaplanıp karbonatlar halinde eklenmektedirler. Kaolen ise plastizite sağlamaktadır.

Porselen tozları ergime sıcaklıklarına göre üç gruba ayrılır:

Yüksek ısı porseleni (1290-1370°C): Yapı itibariyle % 81 Feldspat, % 4 Kaolin, % 15 kuvars içerir. % 15 oranında büzölmeye uğrar, çok homojen bir yapı gösterir. Ergitici katılmamıştır. Şeffaflığı, sağlamlığı ve pişme süresince modeli bütün detayları ile korunması nedeniyle inley, tam seramik dişler(jacket kuron), köprülü protezler.

Orta ısı porseleni (1090-1260°C): Yapı itibariyle % 61 Feldspat, % 4 Kaolin, % 5 CaCO_3 , % 2 Na_2CO_3 , % 2 K_2CO_3 , % 1 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ içerir. İç yapısında kaolen bulunmadığından fakat ergitici bulunduğundan daha düşük sıcaklıklarda ergir ve inley, tam seramik dişler(ceket kuron), köprülü protezlerde kullanılmaktadır.

Düşük ısı porseleni (870-1060°C): % 30-35 oranında büzülme gösterir. Pişirme süresi çok kısadır. piştikten sonra porozlu bir yapıya sahip olduğundan ağız sıvısında bozulur, rengi değişerek gri bir renk alır. Pişirmeden sonra kırılğan bir hale geldiğinden önemli yapılarda kullanılmaz [21, 33].

Yapıya bağlı olarak diş seramiklerinin üretiminde üç ana katagori bulunmaktadır;

- Takviyeli seramik sistemleri,
- Reçine bağlı seramikleri,
- Spinel

Takviyeli sistemlerinde, diş seramiklerini desteklemek için farklı tip seramik malzeme ilave edilmektedir. Böylelikle yüksek tokluk ve sertliğe sahip oluşmaktadır. Fakat gerekli estetikten yoksun olmaktadırlar.

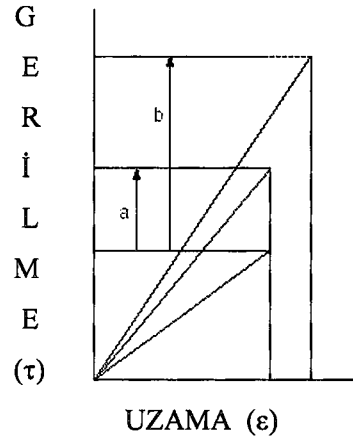
Buna karşılık, reçine bağlı seramiklerde, seramik diş yapısının kendisiyle seramiğin dentin ve minesine doğrudan bağlanmayla sağlanmaktadır. Diş dokusuna bağlanabilme kabiliyetiyle sertlikte artmaktadır.

Metal-seramik sistemlerde, diş seramikleri güçlü ve tok metal ile desteklenmektedir [18].

3.3.1 Takviyeli Diş Seramikleri

Yapılan çalışmalara göre, tüm seramik anterior diş'in porselen olarak üretilmesinde diş kaplama, diş yüzeye oturduğunda çatlamlar oluşmuştur. Porselenin sertliğinde vakumlu sinterleme fırınlarının kullanılmasıyla gerçekleştirilen bazı düzeltmeler, porozitenin azalmasına yardımcı olmuştur ve eğme mukavemeti 20-30 MPa' dan ~ 50-60 MPa' a artmıştır.

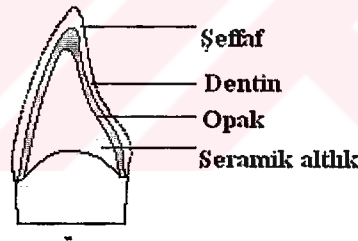
Diş seramiklerinin kritik gerilmeleri ~% 0,1' dir. Diğer bir anlamda kırılma mukavemeti artarken, malzemenin elastik modülü değerini de arttırmıştır. Eğer aynı zamanda çatlakların yayılması engellenebilirse yüksek gerilim (deformasyon) oluşmakta ve bu da yüksek mukavemetli seramik oluşturulabilmektedir.



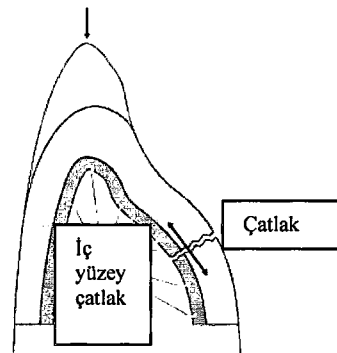
Şekil.3.5 Seramik malzemenin mukavemetinin arttırılması için (a) young modülünü arttırarak (b) çatlama riskine karşı direncin arttırılmasını sağlamaktadır.

Camın, karşı koyabileceği maksimum gerilme % 0,1'den daha azdır. Camlar, yüzey çatlaklarına aşırı derecede duyarlıdır, buda diş porseleninin uygulamasında en büyük engeldir. Fırın sıcaklığını düşürürken diş porseleninin yüzeyi, içinden daha çabuk soğur. Bu porselenin düşük termal iletkenliğinden kaynaklanmaktadır.

Dişin dış yüzeyi, iç yüzeyinden daha çok büzülür. Buda dış yüzeyde daha çok gerginlik oluşturur. İç taraf ise bu yüke karşı koymamaya çalışır .



Şekil 3.6 Diş krunun yandan görünüş [18]



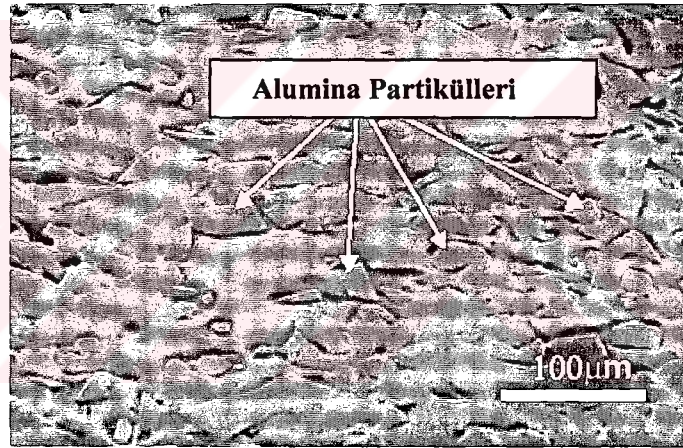
Şekil.3.7 Tam seramik diş yüzeyindeki büzölmelerden dolayı çatlak oluşumu gözlenmektedir [18]

Çekme mukavemetinin ölçülmesi zor olduğu için en doğru veriler eğme mukavemet değerleridir. Silisyum nitrür ve silisyum karbür mukavemet bakımından çok güçlü olmasına rağmen üretimde şekil verilebilirliği güç olduğundan, renk farklılığı olduğundan, termal genleşme katsayısının diş seramiklere uyumsuzluğu nedeniyle kullanımı uygun değildir. Alümina ve zirkonya beyaz ve sert olduğundan birçok diş seramiklerinde kullanılmaktadır.

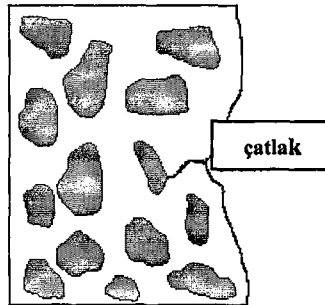
3.3.1.1 Alumina Takviyeli Tam Seramik Dişler (Ceket Kuron)

Alumina takviyeli porselen % 40-50 alümina içeren feldspatlı camdır. Şekil 3.9' da alümina tanecikleri camdan çok fazla güçlüdür ve çatlakların yayılmasını kuvars dan daha fazla önlemektedir. Alümina tanecikleri çatlak önleyicidirler.

Halbuki, feldspatlı porselenin eğme mukavemeti maksimum 60MPa'dır, alümina katkılı porselenin mukavemeti 120-150MPa ölçülmektedir.



Şekil 3.8 Feldspatlı porselen içinde nüfus etmiş alümina tanecikleri [18].



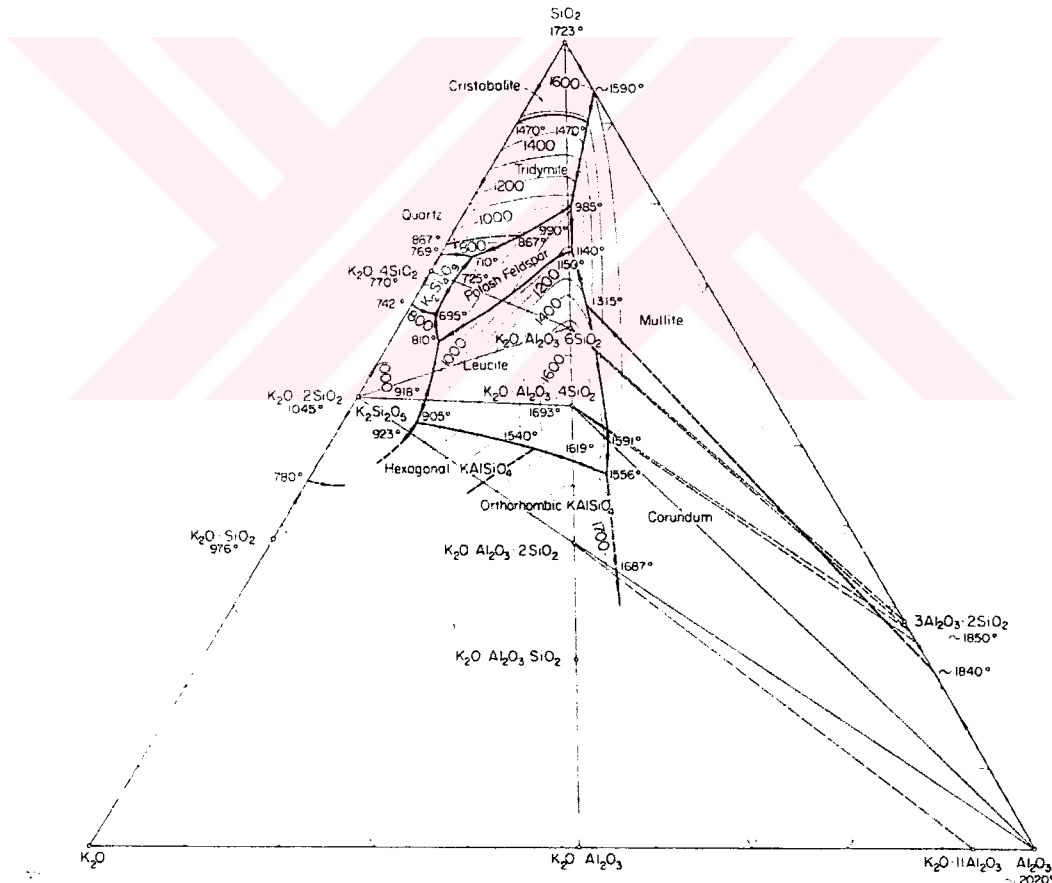
Şekil 3.9 Alümina tanecikleri çatlak önleyicidirler [18].

Dişin üretiminde, opak renk tonu alüminalı diş porseleni ile sağlanmaktadır. Mukavemet iyi olmasına rağmen üçlü diş köprülerinde kullanılması uygun değildir [18].

3.3.1.2 Cam Emdirilmiş Yüksek Mukavemetli Seramik Çekirdek Sistemleri

Feldspathı cama alümina katılımı ön sırlama işlemi esnasında yaklaşık % 40-50 hacimce ilave edilmektedir. In-Ceram (Vita), alternatif yeni bir sistem olarak adlandırılmıştır. Bu takviye malzemesi ~% 85 alümina içermektedir.

Seramik hammadde, ince taneli alümina tozunun slip döküm ile refrakter kalıba dökülerek daha sonra kurutularak oluşturulmaktadır. Kurutulan toz 10 saat 1120°C’ de sinterlenmektedir. Tam yoğunlaşma sağlanamamaktadır. Çünkü alümina’nın ergime sıcaklığı çok yüksektir. Sinterleme sıcaklığı, sıvı faz sinterleme sıcaklığına erişilemeyeceğinden katı faz sinterlemesi yapılmaktadır.



Şekil 3.10 SiO₂ – K₂O – Al₂O₃ üçlü faz diyagramı [34]

Sinterleme sonunda alümina taneleri birbirleriyle temas etmektedir ve poroziteli yapı oluşmaktadır. Porozlu yapının mukavemeti 6-10 MPa arasındadır. Poroziteli yapı, 4-5 saat 1100°C’ de sinterlendiğinde viskozitesi düşük olan lantanyum camı ile infiltre edilmiştir.

Alternatif diğer üretim metotlarından biri de In Ceram- spinel/Alümina/Zirkonya tozlarının kuru- presleme ile bloklar halinde üretilmesidir. Daha yoğun ve homojen bir yapı ayrıca cam infiltrasyonun’dan sonra daha yüksek eğme mukavemeti elde edilmektedir.

3.3.1.3 Saf Alumina Takviyeli

% 99,5 saflıktaki alümina, düşük sıcaklıkta birkaç formda bulunmaktadır. Fakat, bütün bu formlar, zaman, kristal boyutu ve atmosfere bağlı olarak, 1600-1800°C’ preslenmiş ve sinterlenmiş çok ince taneli polikristal α -alümina yapılmaktadır. Dönüşümü tersinir değildir [35,36].

Kristalin alümina kuvars dan daha güçlüdür. Kimyasal bağlanma alümina ve porselen yapı arasında gerçekleşmektedir. Yaklaşık tane boyutu 3-6 μ m dur [19].

Diş porselenlerinde; mukavemeti, yüksek sıcaklığa dayanımı, insan vücuduna uyumu nedeniyle kullanılmaktadır [35].

Az miktarda MgO (<% 0,5) sinterlemeyi kolaylaştırmak amacıyla kullanılmaktadır ve sinterleme esnasında tanelerin aşırı büyümesini engellemektedir [37]. % 99,7’den daha saf ve 4 μ m’dan daha küçük ortalama tane boyutuna sahip alümina, iyi eğme mukavemeti ve mükemmel basma mukavemeti göstermektedir. Bu yapı aynı zamanda spinel yapı olarak da adlandırılmaktadır.

Tablo 3.1 İmplant olarak kullanılabilecek %99,7'den daha saf Al_2O_3 'nın oda sıcaklığındaki fiziksel özellikleri [38-40]

Fiziksel Karakteristik	Değeri
Kırılma Tokluğu ($MPa \cdot m^{1/2}$)	4-5
Basma mukavemeti (MPa)	4500
Çekme mukavemeti (MPa)	220
Elastik modülü (GPa)	375-380
Vickers Sertlik (Hv 0.1); kg/mm^2	1400-2300; 14-23
Yoğunluk (g/cm^3)	3.96
tane boyutu (μm)	3-6

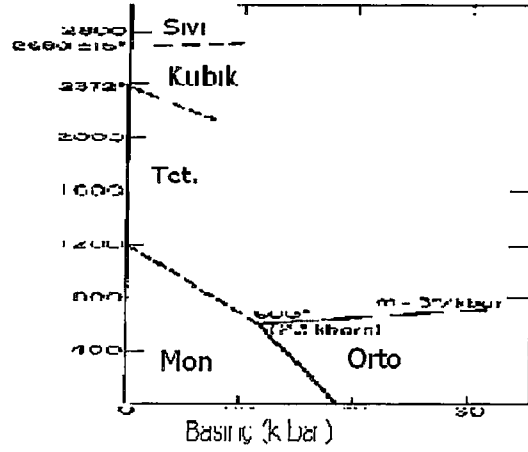
Saf alümina dan üretilen diş porseleni cam- alümina kompozit daha şeffaftır. Yüksek mukavemetli porselenin bir dezavantajı asit aşınışına dayanımının olmamasıdır.

Yapay diş ve kemiklerin yapımında kullanılacak malzemeler kimyasal reaksiyon ve aşınma nedeniyle meydana gelebilecek korozyon veya bozunma olmaksızın yaşayan doku içinde bulunabilmelidirler. Kyocera firması da seramiklerin bu özelliklerinden faydalanarak tek kristal aluminadan dünyanın ilk seramik diş implantını üretmiştir [40].

3.3.1.4 Saf Zirkonya Takviyeli

Zirkonya, sert bir malzemedir. Stabilize edilerek kullanılan zirkonya malzemelerin kırılma mukavemeti ve tokluğu oldukça yüksektir.

Zirkonya üç kararlı faza sahiptir. 2680°C'ye kadar kübik (k) formu kararlıdır, 2370°C- 1170°C arasında tetragonal (t) formu, ve 1170°C'nin altında monoklinik (m) formu kararlı haldedir. Tetragonal yapıdan monoklinik yapıya dönüşürken % 3-5 mertebesinde bir hacim genişmesi meydana gelmektedir. Bu genişleme sonucunda zirkonya seramiklerinin çatlamasına sebep olmaktadır.



Şekil 3.11 ZrO₂ tekli faz diyagramı [34].

Bu durumu önlemek ve yapıyı daha düşük sıcaklıklarda kübik yapıda kararlı kılmak amacıyla zirkonya'ya kalsiya (CaO), magnezya (MgO), yittria (Y₂O₃) gibi çeşitli stabilizör oksitler ilave edilir. Bu tip malzemeler kübik stabilize zirkonya (CZS) olarak bilinirler. Kübik yapıyı kararlı kılmak için kullanılan bu oksit ilaveler faz dönüşümü sıcaklıklarını düşürürler ve böylece kübik ve monoklinik (veya tetragonal) fazların karışımından oluşan malzemeler üretilir.

Uygun stabilizörlerin ilavesi ile iki tip zirkonya elde edilmektedir. Bunlardan birisi MgO ve CaO ilaveleri ile elde edilen kısmen stabilize zirkonya (PSZ), diğerleri ise Y₂O₃ ve CeO₂ ilaveleri ile elde edilen tetragonal zirkonya polikristal (TZP) dir [19].

Zirkonya İle Toklaştırılmış Alümina (ZTA); bir polikristalin α - Alümina matris ve disperse olmuş zirkonya partikülleri içermektedir. Zirkonya tetragonal (t) veya monoklinik (m) fazda olabilir. t-ZrO₂ partiküllerinin bulunması durumunda toklaşma, dönüşüm toklaşması vasıtasıyla sağlanmaktadır. m-ZrO₂ partiküllerinin bulunması durumunda ise mikro çatlaklar vasıtasıyla toklaşma sağlanmaktadır [25]. Daha çok m-ZrO₂ içeren ZTA'lar mükemmel tokluk ve ısı şok direncine sahiptirler, ama dayanımları düşüktür.

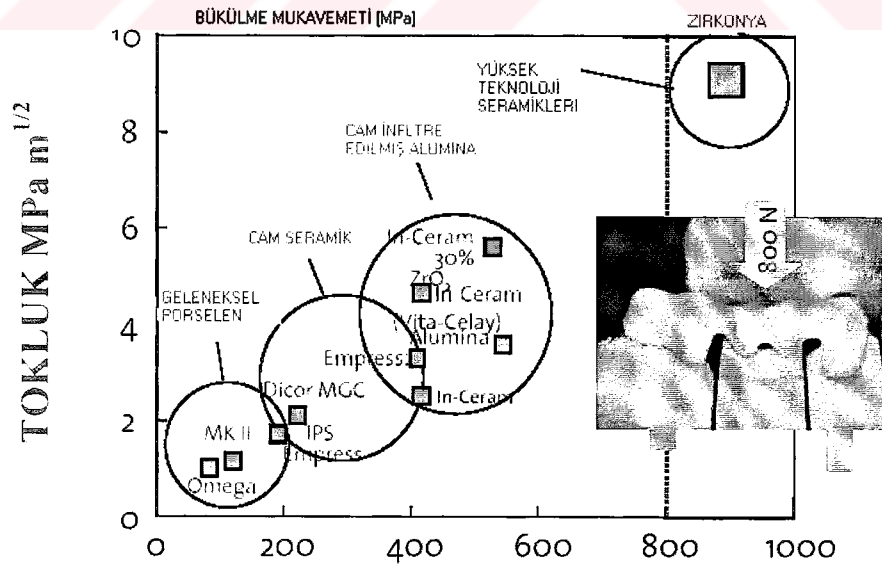
Bunun tersine, daha çok t-ZrO₂ içeren ZTA'lar mükemmel bir dayanıma sahiptirler, ama toklukları orta, termal şok dirençleri ise zayıftır. Çoğu ZTA'lar zirkonya ve alümina tozlarının karıştırılması ve bunu takiben bir densifikasyon işleminin uygulanmasıyla üretilmektedir.

Tablo 3.2 % 96,20 Saflıkta zirkonya seramiklerinin fiziksel karakteristikleri [39,40]

Fiziksel Karakteristik	Değeri
Eğme mukavemeti (MPa)	>900
Basma mukavemeti (MPa)	>2000
Vickers Sertlik (GPa)	11
Saflığı (% ağırlıkça)	%96.20
Yoğunluk (g/cm ³)	5.8
tane boyutu (μm)	0.4

Tam seramik diş üretiminde kullanılacak hammaddenin blok formda kullanımı, bilgisayar sistemli şekillendirmede kolaylık sağlamaktadır. ZrO₂ partikülleri sayesinde kırılma tokluğu ve bükülme mukavemeti değerleri diğer alternatif malzemelerden yüksektir. Kırılma yayılmasına karşı direnç anlamında kullanılan kırılma tokluğu genel olarak seramiklerde düşük olmasına karşın zirkonyum oksit, seramik malzemeler arasında en yüksek kırılma tokluğuna sahiptir.

Kuvvetlendirme mekanizması, yarı kararlı tetragonal zirkonyum oksit partiküllerinin % 3-5 hacim artışıyla monoklinik formlarına dönüşümü ile açıklanmaktadır. Bu prosese göre enerji çatlaklardan geri alınır ve bu olay eşzamanlıdır.



Şekil 3.12 Zirkonya'nın diğer seramik malzemelerle birlikte bükülme mukavemeti ve tokluk arasındaki ilişkisi görülmektedir. Grafiğe göre mekanik özellikleri diğer seramiklere göre çok daha fazla olduğu görülmektedir [42].

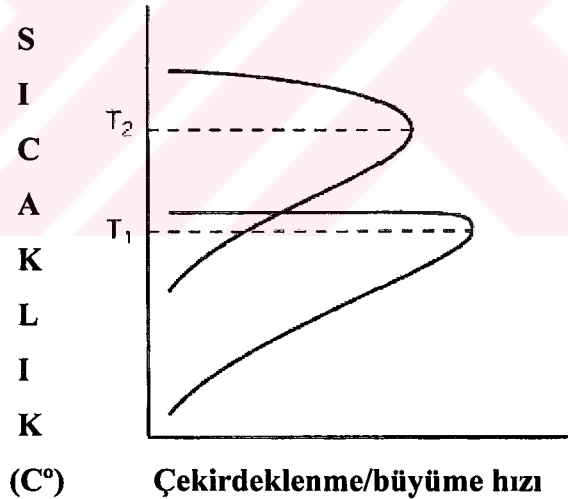
Diş porselenlerine zirkonya ilavesi, opaklaştırıcı etki vermektedir [19]. Zirkonya inceraamların avantajları; estetik ve mükemmel biyouyumluluk, yüksek sıcaklıkta sağlamlık, mükemmel fiziksel özellikler, gerilme dayanımı, termal şok dayanımı, vücut tarafından kabul edilebilirliği, yüksek kalitede alaşım kullanımı gibi ek masraf gerektirmemesidir [22].

3.3.2 Reçine Bağlı Seramikler

3.3.2.1. Cam Seramikler

İlk defa 1950’de Corning Glass Works tarafından geliştirilmiştir. Cam seramikler, ikincil ısıt işlem kademesinde çekirdeklenme ve kristal büyüme ile birlikte kontrollü kristalizasyonun gerçekleşmesiyle başarmaktadır. Camın yapısı içinde kontrollü kristalizasyon sonucu çok ince kristal taneler oluşturmaktadır. Kristallerin sayısı, büyüklüğü, kristalin camın ısıt işlem sıcaklığına bağlıdır.

Kristalin fazın oluşumunda iki önemli görüş bulunmaktadır. Kristal çekirdeklenme ve kristal büyüme şekil 3.13’de gösterilmektedir.



Şekil 3.13 T₁ çekirdeklenme hızını, T₂ cam seramik içindeki kristallerin büyümesi

Cam seramik oluşumu iki kademeli ısıt işlem içermektedir. Birinci ısıt işlem maksimum çekirdeklenme sıcaklığında gerçekleştirilerek oluşacak kristallerin miktarı arttırılmaktadır. Daha sonra belli bir süre için malzemenin sıcaklığı arttırılarak kristal büyümelere imkan verilmektedir. Optimum kristal büyüklüğü sağlanıncaya kadar bu sıcaklıkta bekletilmektedir.

Cam seramiklerde yüksek mukavemet elde edebilmek için kristallerin sayısı ve cam fazı içinde homojen olarak oluşumu önemlidir. Kristalin faz, sinterleme sırasında büyümekte ve % 50 ile % 100 arasında oluşmaktadır.

3.3.2.2 Cam Seramiklerin Mekanik Özellikleri

Cam seramiklerin mekanik özelliklerinin en fazla aşağıda belirtilen özelliklerden etkilendiğine inanılmaktadır:

- Kristalin fazın tane boyutu,
- Kristalin fazın yoğunluk miktarı,
- Fazlar arası bağ mukavemeti,
- Isıl genleşme farklılıkları.

Kırılgan katılarda, kırılma/çatlama yüzey hatalarından ya da iç yapıdan kaynaklanmaktadır. Örneğin mikro çatlaklar stres artırıcı etki yapmaktadırlar. Eğer kristalin faz yeteri kadar güçlüyse, çatlaklar camsı fazda gerçekleşmektedir.

Mikro çatlakların boyu, kristalin tanecikleri arasındaki mesafe ile sınırlandırılabilir. Kritik parametre, serbest yol anlamındadır, L_s camsı fazı göstermektedir:

$$L_s = d (1 - V_f) / V_f$$

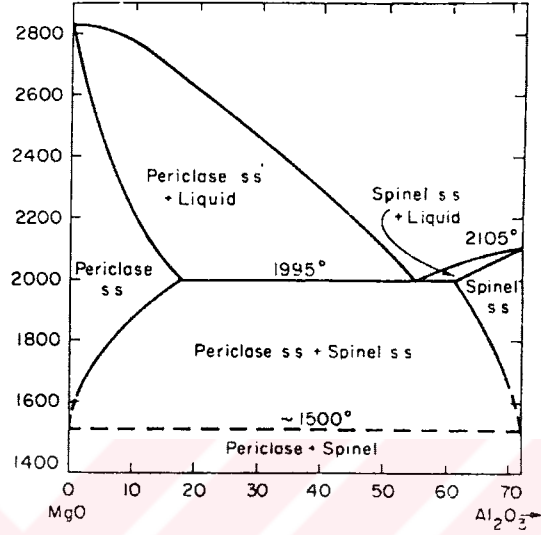
$d \rightarrow$ kristal çap

$V_f \rightarrow$ kristalin fazın hacim miktarı

Bu nedenle ufak kristaller ve kristallerin geniş hacim miktarı, serbest yol anlamındadır. Sonuç olarak malzemenin mukavemeti de iyidir.

3.3.3 Spinel

Spinel, MgO (<0.5%) ve Al₂O₃' bileşiminden oluşan , mükemmel özelliklere sahip olduğu için de inceram teknolojisinde kullanılabilen bir malzemedir. Yüksek ergime sıcaklığı (2135°C), normal ve yüksel sıcaklıkta yüksek mukavemet, kimyasal kararlılık, iyi ışık geçirgenliği ve düşük elektrik geçirgenliği gibi özelliklerine sahiptir.



Şekil 3.14 MgO- Al₂O₃ spinel faz dönüşümünü göstermektedir[34].

Tablo 3.3 Tam seramik diş porselenlerinin karşılaştırılması [18]

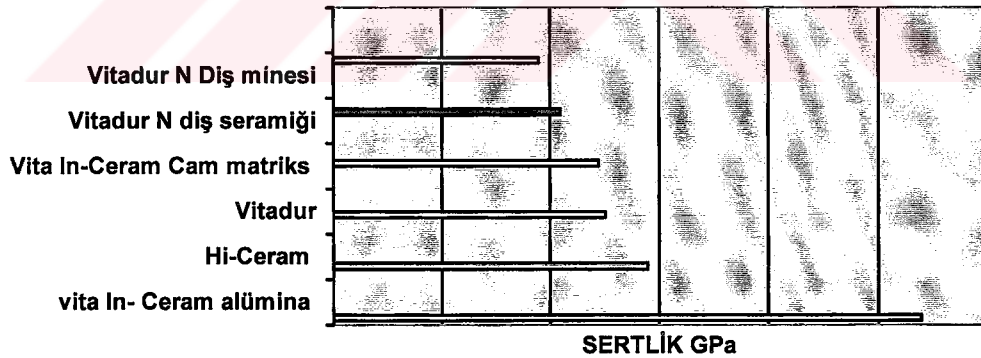
Sistem	Estetik			Ortalama maliyeti			Popülarite			Mukavemet		
	yükse	orta	düşük	yükse	orta	düşük	yükse	orta	düşük	yükse	orta	düşük
Porselen jacket												
kuron												
Alümina takviyeli			*			*			*			*
cam infiltre edilmiş		*		*					*	*		
alümina												
Saf alümina	*				*				*	*		
takviyeli												

3.4 Tam Seramik Dişler

Seramik malzemeler, mükemmel biyouyumluluk özelliğine sahiptir. Fakat düşük mukavemet, kırılma tokluğu, kritik çatlak büyümesinden dolayı çalışmalar sınırlıdır. Yorulma davranışı, mukavemet ve kritik çatlak büyümesi parametrelerine bağlıdır. Bu nedenle uzun ve kısa dönem uygulamalarda seramik dişlerin mukavemeti önem kazanmıştır.

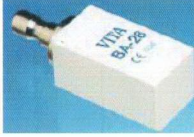
Geleneksel alümina kuron yerine metal bazlı porselen protezler kullanılarak kırılma dayanımı arttırılmaya çalışılmış fakat estetik açıdan doğal dişe daha yakın olarak tam seramik dişler daha uygun bulunmuştur. Bu nedenle çalışmalar bu dişlerin mukavemetini arttırmak üzerine yoğunlaşmıştır.

Bu tür dezavantajların üstesinden gelebilmek için giderek gelişen teknolojinin kullanımı ya da yöntem ve malzemelerin basitleştirilmesi çalışmaları yoğunluk kazanmıştır. Desteksiz seramik malzemeler gerilim ile kırılmaya eğimli oldukları için kullanılan metal döküm altyapılar iyi birer destek görevi görmesine karşın estetik olmadıklarından dolayı “all-ceram” lar eksikleri giderilerek geliştirilmektedir [18,10-17]. VITA Zahnfabrik firması tarafından yapılan araştırma ve geliştirmeler sonucu tam seramik diş üretimi günümüzde kullanımı yaygınlaşmaktadır.



Şekil 3.15 Vita Zahnfabrik firmasının ürettiği diş malzemelerinin Knoop sertlik karşılaştırması

3.4.1 Alumina / Zirkonya Tam Seramik Dişlerin Cad/Cam ile Üretim Şeması



Al_2O_3 / Zr_2O diş kuronları için 10x12x15mm'lik sinterlenmiş bloklar kullanılır



6. Oluşan kuron



1. Çalışma modeli ve ana modelin üretilmesi 25 dakika



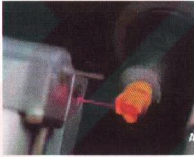
7. Kuron Etrafı temizlenir ve modele uygunluğu kontrol edilir



2. Vita Cerac Liquid ile modelin üstü optik tarama için homojen olarak kaplandı



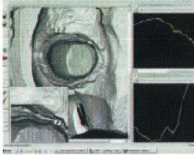
8. Lubricating sıvısının giderilmesi için Alumina 600°C de 33 dk / Zirkonya 700°C 33dk sinterleme yapılır (Vita Vacumat)



3. model taranır



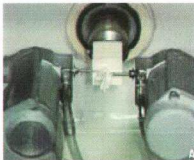
9. Kaliper ile kalınlığı ölçülür (minimum 0.5mm)



4. Pixel- Accurate Design programı ile 3D görüntüm



10. Vita In-ceram Alumina/Zirkonya Optimizer uygulanır, kuron kalıptan çıkarılır



5. taranan şekil Alumina/zirkonya blok'a Cad/Cam ile işlenir



11. Vita Vacumat ile 1120°C de 77 dk 2.sinterleme



12. Vita In-Ceram
Alumina/Zirkonya
Cam tozu
uygulanması



15. kumlama



13. Alumina
1140°C'de 77dk,
Zirkonya 1140°
2.30 saat
Vita Inceramat
fırnında
sinterlenmesi



16. Cam kontrol
sinterlemesi 1000°C
8 saat



14. etrafında kalan
cam temizlenir



17. Nihai kuron

Şekil 3.16 Alumina / Zirkonya Tam Seramik Dişlerin Cad/Cam ile Üretim Şeması
[10-16]

Alumina / Zirkonya Tam Seramik Dişlerinin Cad/Cam ile Üretiminin dışında laborantların yardımıyla da üretim şekli bulunmaktadır. Bu yöntem Ek olarak verilmiştir.

4. SİNERLEME

Toz cevherlerin aglomerasyon yolu ile yüksek fırın için istenen parça iriliğine, mukavemete ve gaz geçirgenliğine sahip duruma getirilmesi işlemidir. Sinterleme, pudra kütlesi içindeki partiküllerin atomlarının, ısının etkisi sonucu oluşan çekimle birbirine bağlanması olarak ta tanımlanabilir. Sinterleşme genellikle pudraların erime noktalarının altında meydana gelir. Sıcaklığın artması ile pudra kütlesinin sertliği artarken elektriksel direnci ve gözenekliliği azalır. Tane yapısında bazı değişiklikler olur ve yeniden kristallenme ile tane büyümesi meydana gelir.

Seramik parçalar mukavemet kazandırmak amacıyla yüksek sıcaklıklarda sinterlemeye tabi tutulurlar. Sıkıştırılmış toz parçalar arasındaki bağlantı yapışma, mekanik kitlenme ve benzeri türden zayıf bağlar olup kristal kafes içerisindeki bağ dayanımına kıyasla çok zayıf kalmaktadır. Sıkıştırılmış toz yapıları içerisindeki partiküller bir biri ile temas ediyor olsada her bir partikül diğerinden bağımsızdır. Sinterleme ile partikül temas noktaları artmakta ve atomlar ve iyonlar arasında fiziksel bir bağ oluşmaktadır. Bu türden bağ oluşumu kristal kafes sistemi içerisindeki yüksek dayanımlı atomsal bağlanma ile benzeştir. Tek fazlı sistemlerde (saf toz kullanımında) sinterleme tamamen katı fazda gerçekleşir. Çok fazlı sistemlerde (birden fazla türde toz bir arada kullanılması durumunda veya toz içerisinde bulunan safsızlıklar) sinterleme işlemi sıkıştırılmış parçanın katı formunun (iskeletini) koruyacak şekilde sıvı fazda gerçekleşebilir. Sinterleme ile preslenmiş toz parçalarda yoğunluk artışına neden olan boyutsal (veya hacimsel) küçülme meydana gelir. Bu durum özellikle çok ince taneli tozlarda daha fazla görülür.

Sinterleme, gözenekli yapıda bir form (şekil) kazandırılmış tozların spesifik yüzey alanının küçülmesi, partikül temas noktalarının büyümesi ve buna bağlı olarak gözenek şeklinin değişmesine ve gözenek hacminin küçülmesine neden olan ısı

olarak aktive edilmiş malzeme taşınımı olayı olarak tanımlanabilir. Diğer bir ifade ile sinterleme toz kütlelerinin veya gözenekli yapıda sıkıştırılmış toz parçaların özelliklerinin gözeneksiz yapıya sahip malzeme özelliklerine değiştirmek için yapılan bir ısıtım işlem uygulamasıdır. Bu işlem (proses) de gas-katı etkileşimi ve kimyasal reaksiyonlar vardır. Ayrıca proses bir çok malzeme taşınım olayını içeren kompleks bir mekanizmaya sahiptir. Sinterlemenin başlaması yapışık (yada sadece birbirine dokunan) bağlantıların katı-hal bağına dönüşümü ile olur. Burada bir partiküle ait yüzey atomu en az iki partikül tarafından paylaşılar duruma geçer.

4.1 Sinterlemede Taşınım ve İtici Güç

Herhangi bir katı hal sinterlemede sinterlemeye neden olan itici güç sistemin serbest enerjisinin azalmasıdır. Bu;

- partikül temas noktalarının büyümesi sonucu spesifik yüzey alanının küçülmesine,
- porosite (gözenek) hacminin azalması ve/veya gözeneklerin küreselleşmesine,
- toz partiküller bünyesinde üretim süreçlerinde oluşabilecek olan atom boşlukları ve dislokasyon gibi kristal yapı hatalarının elimine (yok) edilmesine, neden olur. Termodinamiğe göre herhangi bir katı malzemenin ergime derecesinin altında kararlı durumu tek kristalli halidir. Bu durum sinterlemede pratik olarak mümkün değildir. Çünkü çoğu zaman sinterlenmiş bir parça kalıntı gözeneklerin bulunduğu polikristal yapıdadır. İstenen dayanımın ve sertliğin elde edilebilmesi için yüksek yoğunlukta küçük ve homojen dağılımlı tane yapısına sahip parçalar elde edilmelidir.

4.2 Sinterleme Mekanizmaları

Genellikle katı hal sinterleme prosesi için kabul gören sinterleme mekanizmaları üç ana alt grup altında toplanabilir.

- 1. Aşama: Partiküller arası temas "boyun" olarak adlandırılan sinter köprülerine dönüşür. Bu aşamada toz partikülleri birbirinden bağımsız ve müstakildirler. İki partikül arasındaki temas düzlemlerinde tane sınırı

oluşumu başlar. Partiküllerin merkezleri çok küçük bir miktar birbirlerine yaklaşır. (Hacimsel daralma sınırlıdır.)

- 2. Aşama: Güçlü boyun oluşumuna müteakip bu ara aşamada şayet x:a oranı belli bir değerin üzerine çıkacak olur ise müstakil tane şekli tanınabilirliğini kaybeder. Düzenli bir boşluk ağı oluşumu gözlenir ve yeni mikro yapı oluşumuna izin veren tane büyümesi vuku bulur. Gözenekler parça yüzeyine kadar birbiri ile bağlantılıdır. Boyutsal küçülmenin en fazla görüldüğü aşama bu ara aşamadır.
- 3. Aşama: Kapalı gözenek oranı hızla azalır. Birbirinden izole edilen gözenekler küresel şekil kazanmaya başlar. Sayet gözenekler içerisinde hapsolmuş ve dışarıya çıkması (difüz olması) mümkün olmayan gas varsa ve gözenekteki gazın basıncı ile yüzey geriniminden doğan basınç denge halini aldığı sinterlenmiş yapıda teorik yoğunluğa çıkmak mümkün olamaz. Şayet vakumla sinterleme yönteminde olduğu üzere gözeneklerde gas yok ise veya gözenekteki gas anayapıdan kolayca difüze olup sistemden uzaklaşabiliyorsa yoğunluk artışı devam eder ve %100 teorik yoğunluğa ulaşılabilir.

Yüksek yoğunluk ve dayanım gerektiren çelikler, manyetik malzemeler, sementit karbürler gibi toz metalurjisi ürünlerinde çoğu kez 3. aşamaya çıkılabilir veya en azından ara aşamanın (2. Aşama) sonuna ulaşılabilir. Daha çok kaba toz boyutunda ve küresel şekilli tozlardan mamül yüksek gözenekli yapıda, gas veya sıvı geçirgenlik özellikleri aranan filitre türü toz metalurjisi ürünlerinde sadece 1. aşama yeterli sinterleme prosesini oluşturur.

Çok ince toz boyuttaki tozlarla yapılan sinterlemede sinterleme proseslerini (özellikle 1. aşamayı) tanımlamak oldukça zordur. Boyutsal küçülme ve tane büyümesi düşük sıcaklıklarda başlar ve sinterleme sıcaklık artışı ile birlikte gerçekleşir. Bu arada özellikle çelik gibi malzemelerde çok yüksek yoğunluklarda preslenmesi sonucu sinterlenmesinde çok küçük boyutsal küçülme vuku bulur. Bu durumda 1. ve 2. aşamaları birbirinden ayırmak mümkün olmayabilir.

4.3 Tek Fazlı Sistemlerde Sinterleme Mekanizmaları

Yüzey taşınımı (difüzyonu) muhtemel tüm sinterleme proseslerinde görünmektedir. Özellikle ince tanelerin ve buna bağlı olarak spesifik yüzey alanı fazla tozların kullanıldığı düşük sıcaklık sinterleme işlemlerinde birinci aşama sinter mekanizmasında baskın olarak yer alır. Yüzey taşınımında genel kabul boyutsal küçülme ve gözenek daralmasına neden olmamakla birlikte, düzensiz şekilli yüzeylerin düzgünleşmesi, gözeneklerin küreselleşmesi ve boyun genişleme hususunda etkin rol oynamaktadır. Tüm difüzyon mekanizmaları içerisinde yüzey difüzyonu en az aktivasyon enerjisine ihtiyaç duymaktadır (Şekil 9'da doğrunun eğitimi). Yüzey atomları gerçekte dışbükey (konveks) yüzeylerden içbükey (konkav) yüzeylere oranla en yüksek hareketlilik kabiliyetine sahiptirler. Dolayısıyla bu atomlar keskin boyun oluşumunda içbükey yüzeyler tarafından yakalanırlar. Yüzey taşınımı dışında tek fazlı sistemlerde düşük sıcaklıklarda tane sınırı difüzyon mekanizmasında önemli rol oynamaktadır.

Tane sınırı difüzyon patikası görevi üstlenmenin dışında orta ve sonraki aşamalarda önemli olan gözeneklerin küçülmesi suretiyle sinterlemede atom boşluklarının toplanması ve tane içerisinden uzaklaştırılmasında da cazibe merkezidir. Boşluklar yardımıyla kütle difüzyonu (taşınımı) bir çok sinterleme prosesinde baskın yöntemdir. Yüksek aktivasyon enerjisi nedeniyle yüksek sıcaklıklarda yüzey ve tane sınırı taşınımından daha baskındır.

Sinterleme Parametrelerinin Malzeme Özelliklerine Etkisi

Şekil 10'da düşük yoğunlukta preslenmiş tozların sinterleme süresi ve sıcaklığının yoğunluğa etkisi gösterilmektedir. Grafikte de görüleceği üzere yüksek sıcaklıklarda bünyesel küçülme sinterleme prosesinin ilk aşamasında gerçekleşmektedir.

Toz boyutunun tozların sinterleme yoğunluğu üzerine etkisi Şekil 11'de verilmiştir. İnce taneli tozların kaba tanelilere oranla kolay sinterlenebilirliği bu tozların yüksek oranda temas noktası ve yüksek yüzey enerjisine sahip olmaları nedeni ile itici gücün yüksek olmasından kaynaklanmaktadır.

Sinter öncesi soğuk presleme basıncının sinter sonrası boyut küçülmesine etkisi Şekil 12'de verilmektedir. Yüksek ön presleme işlemine tabi toz numuneler sadece küçük miktarda hacimsel küçülme göstermektedirler. Gümüş ve benzeri tozlarda olduğu üzere yüksek plastik deformasyona müsade eden çok ince tozlarda çok sıkı kapalı gözeneklerde hap solan yüksek basınçta gaslar sinterleme ile birlikte hacimsel genişleme gösterebilir (Şekil 12 b). Bu ve benzeri durumlarda düşük presleme basıncı kullanılmalıdır.

Sinterlemede yüksek yoğunluğa ulaşıldıktan sonra genel olarak tane boyutu büyümesi gözlemlenir. Bu durum sinter sonrası yüksek yoğunluk ve ince taneli yapı istenmesi durumunda göz önünde bulundurulmalıdır. Bu durumun sağlanması çoğu zaman zor olmakla birlikte yüksek yoğunluk ve ince taneli yapı malzemenin mekaniksel mukavemetini arttıran bir etki yapar. Dolayısıyla sinterleme prosesi en küçük tane boyutunu ve yüksek yoğunluk verecek şekilde optimize edilmelidir. Dayanım diğer bir değişle gözenek miktarı ve tane boyutuna bağlıdır. Bu durum hem seramik ve hemde metalik parçalar için geçerlidir. Şekil 13'de şematik olarak ortalama tane boyutu ve sinterlemenin tane boyutu büyümesini önleyicisi (inhibitör) katılarak veya katılmadan davranışı sergilenmiştir. Sinterlemede düşük yoğunluklarda gözenekler tane büyümesini engellemektedir. Ancak tane büyümesi daha çok boşlukların tamamen kaybolması ve tane sınırlarının artması ile birlikte gözlenmektedir. Bu aşamaya gelinmeden önce yardımcı sinterleme elemanlarının (inhibitörler) veya toz üretim süreçlerinden gelen safsızlıklar tane büyümesini önlerler ve yoğunluk artışına yardımcı olurlar. Örneğin MgO eklenerek Al_2O_3 'in sinterlenmesi.

5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

5.1 Kullanılan Hammaddeler

Bu çalışmada başlangıç hammaddeleri olarak Setr Zirkonya' nın kısmen stabilize zirkonya ZrO_2 tozu (% 3 mol MgO stabilize edilmiş, yoğunluğu $5,8\text{gr/cm}^3$, tane boyutu $0,4\mu$), Ticheny Alümina Al_2O_3 tozu (% 99,99 Al_2O_3 , 100ppm MgO stabilize edilmiş, yoğunluğu $3,96\text{gr/cm}^3$, tane boyutu $0,3\mu$). Feldspat ortoklatz (yoğunluğu $2,54\text{gr/cm}^3$), kuvars (yoğunluğu $2,65\text{gr/cm}^3$), kaolen (yoğunluğu $2,6\text{gr/cm}^3$) Eczacıbaşı Esan'dan alınmıştır.

5.2 Kullanılan Alet ve Cihazlar

Feldspat'lı yapıdan oluşan SF,YF ve zirkonya/alumina dış porselen karışımları homojen bir yapı elde edilebilmesi için alumina astar ve bilyalı değirmende karıştırılmıştır.

SF, YF, AL(alümina), ZF (zirkonya), ZTA (alümina stabilize zirkonya) tozları Premere 3010/4 Marka laboratuvar tipi pres yardımıyla preslenerek $0,4 \times 1,2\text{mm}$ tabletler ve $0,4 \times 1,1\text{mm}$ tabletler üretilmiştir.

Sinterleme deneyleri SFL Advanced High Temperature & Environmental Systems marka elektronik kontrollü yüksek sıcaklık fırınında normal atmosfer koşullarında gerçekleştirilmiştir.

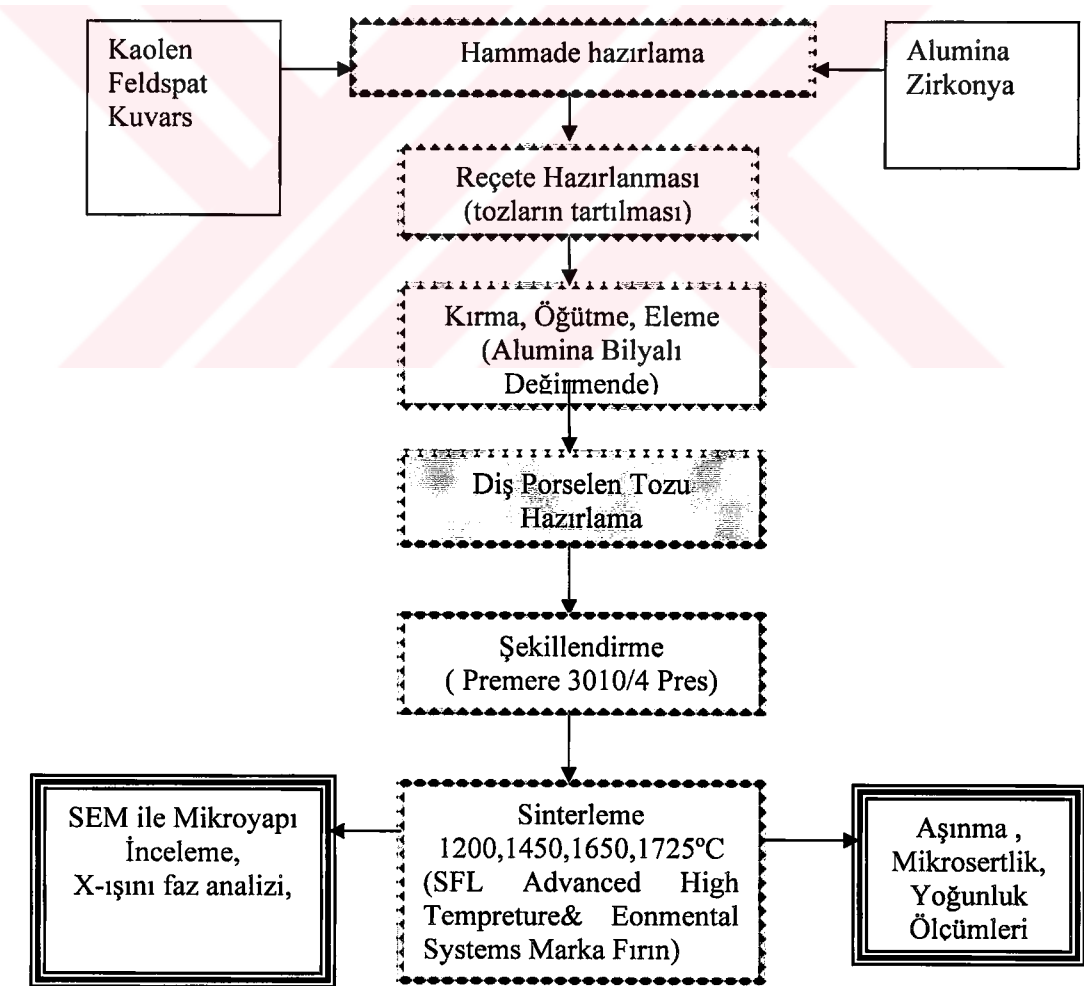
Sinterlenmiş numunelerin aşınma deneyi CSEM- TRIBOMETER Pin-on-disc Machine marka aşınma cihaz ile Tübitak MAM Merkezinde WC/Co bilye kullanılarak yapılmıştır. Aşınma çizgilerinin ölçümü Mahr Perton Perthometer S8P marka pirofilometre ile ölçülmüştür.

Sinterlenmiş numunelerin sertlik deneyleri TUKON TESTER WILSON marka vickers mikrosertlik test cihazında ve FISHER HP 100 X-Y Prog Ultra Mikrosertlik Cihazı ve Classen MFK model görüntüleme ve ölçümlendirme sistemi yardımıyla ölçülmüştür.

Sinterlenmiş numunelerin faz analizleri Rigaku RINT-2000 marka X- ışını difraktometresiyle (CuK α radyasyonu, 40 kV, 26 mA, 10°-80° tarama açısı, tarama hızı 2°/dak), tane morfolojisi ve aşınma çizgilerinin görüntüleri JEOL JSM-840 marka taramalı elektron mikroskopunda incelenmiştir.

Sinterlenmiş numunelerin yoğunluklarının tespitinde Archimed tekniği kullanılmış olup PG503-S METTLER TOLEDO marka üç desimal hassasiyette yoğunluk ölçüm aparatından yararlanılmıştır.

5.3 Deney Akış Diyagramı



Şekil 5.1 Diş seramik üretimi akış şeması

5.3.1 Reçete Hazırlama

Alümina (% 99,99 Al_2O_3) AL, Zirkonya (% 3 mol MgO stabilize) ZF, Alümina stabilize Zirkonya ZTA ve feldspat, kuvars, kaolin karışımından oluşan (YF/SF) beş farklı diş porselen kompozisyonu oluşturulmuştur.

Kompozisyonlar, literatür çalışması sonucu oluşturulmuştur. 5 farklı kompozisyon reçeteleri literatür değerlerine göre hazırlanmıştır [18,19,20,43]. Bu malzemeler ve bileşenleri Tablo 5.1’de gösterilmiştir.

Tablo 5.1 Reçetenin % bileşimi

	1 (YF)	2(SF)	3(AL)	4(ZF)	5 (ZTA)
Feldspat (ortoklaz)	% 75	% 25	—	—	—
Kuvars (SiO_2)	% 25	% 25	—	—	—
Kaolin					
($\text{Al}_2\text{O}_3.2\text{SiO}_2.2\text{H}_2\text{O}$)	—	% 50	—	—	—
Al_2O_3(100ppm MgO)	—	—	% 99,99	—	—
ZrO_2 (% 3 MgO)	—	—	—	% 97	—
$\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2$	—	—	—	—	%60+%40

Her hammadde için bu malzemelerden ne kadar ilave edileceği, reçetelere göre belirlenmiştir. Daha sonra belli bir ağırlık için reçeteye göre her malzemeden ne kadar karıştırılması gerektiği hesaplanmıştır ve hassas tartım yapılarak beş farklı hammaddenin hepsinden 50 şer gr. hazırlanmıştır.

5.3.2 Öğütme ve Tane Boyutunun Belirlenmesi

Feldispatlı diş porseleni üretimi amacıyla hazırlanan tozlar yaş öğütme işlemine tabi tutulmuştur. Genel olarak kullanılan kuvars malzeme: sıvı oranı 1:1.5 olarak alınarak 2 saat alümina bilyalı değirmende öğütülmüştür. Kurutmak ve nemini almak amacıyla 2 saat kadar 150°C ’ lik etüvde 2 saat süreyle bekletilmiştir.

YF ve SF kompozisyonları, 35 dk alüminalı değirmende malzeme:sıvı oranı 1:1.5 olarak öğütülmüş ve 280°C ’ lik etüvde 2 saat kurutulmuştur.

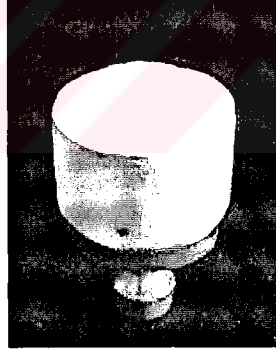
AL, kompozisyonu 03μ tane boyutuna sahip olduğundan tane boyutu küçültme işlemlerine tabi tutulmamıştır.

ZF, kompozisyonu $0,4\mu$ tane boyutuna sahiptir. Sıvı olarak aseton kullanılarak zirkonya esaslı bilyalı sistemde 18 saat öğütülmüştür. Kurutmak amacıyla 110°C 'lik etüvde 24 saat süreyle bekletilmiştir. Malzemenin bilyeler tarafından öğütülmesi esnasında homojen bir dağılım sağlamak ve indirilen tane boyutunu dar aralıklar içerisinde tutmak amacıyla sıvı aseton kullanılmıştır.

ZTA ise % 60 Al_2O_3 +% 40 ZrO_2 bileşiminden oluştuğundan aynı işlemlerden geçerek numune hazırlanmıştır.

5.3.3 Şekillendirme

Uygun bileşimle toz karışımlarının hazırlanmasından sonra, bu tozlar kuru presleme işlemiyle tablet haline gelmiştir. Tozun cinsine ve yoğunluğuna göre değişmekle beraber, her numune için ortalama olarak 1,5-3,5g. arasında toz kullanılmıştır. Bu toz, kalıbın içine konarak presleme yapılmıştır. Pres manuel olup, uygulanan yük 4 tondur. Bu yük 25 saniye süreyle uygulanmıştır.



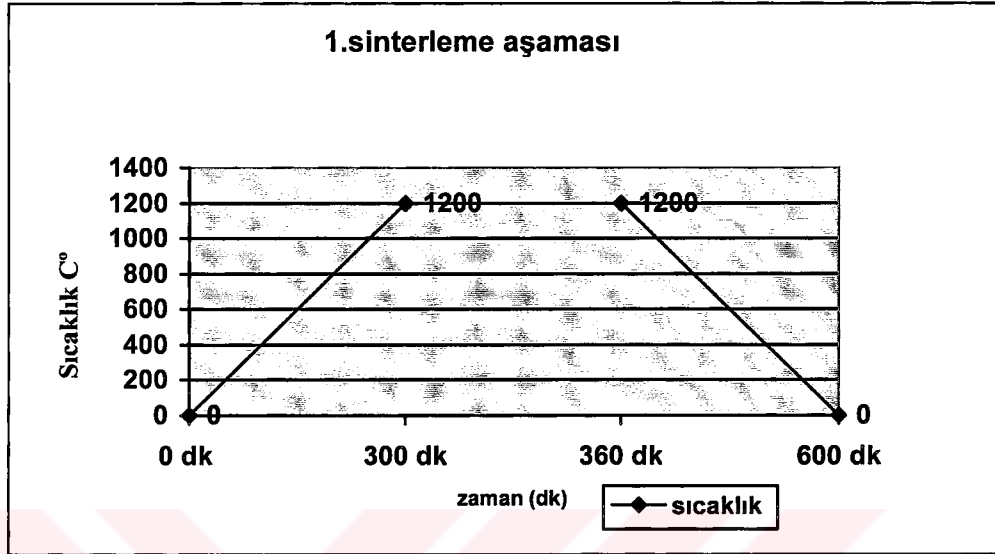
Şekil 5.2 Preslenerek hazırlanan numune

5.3.4 Sinterleme

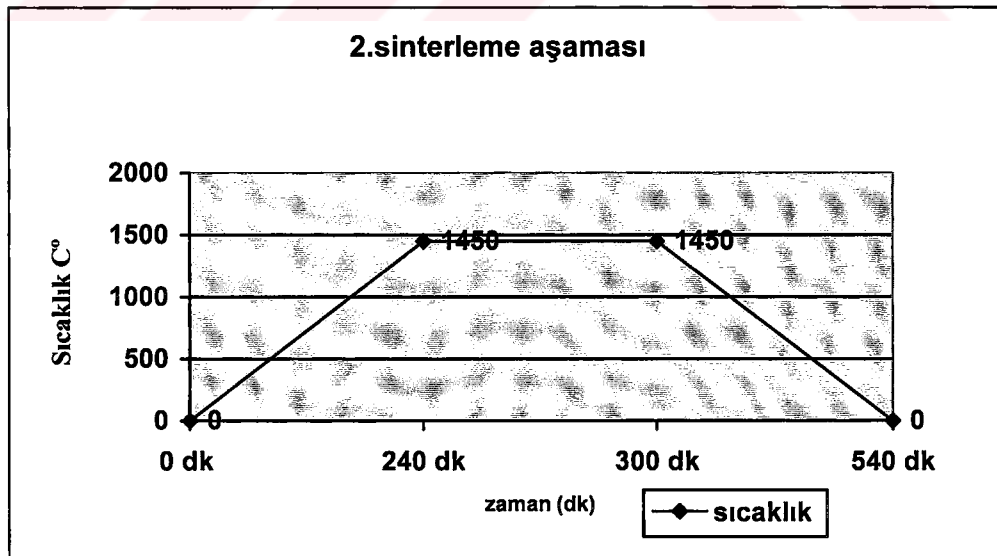
Tozların preslenmesiyle hazırlanan numuneler daha sonra SFL Advanced High Temperature & Environmental Systems marka elektronik kontrollü yüksek sıcaklık fırınında normal atmosfer koşullarında 1200°C - 1750°C arasında 1 saat süreyle sinterleme işlemine tabi tutulmuştur.

Sinterleme işlemi için, seramik malzemelere ait faz diyagramlarından yararlanmıştır.

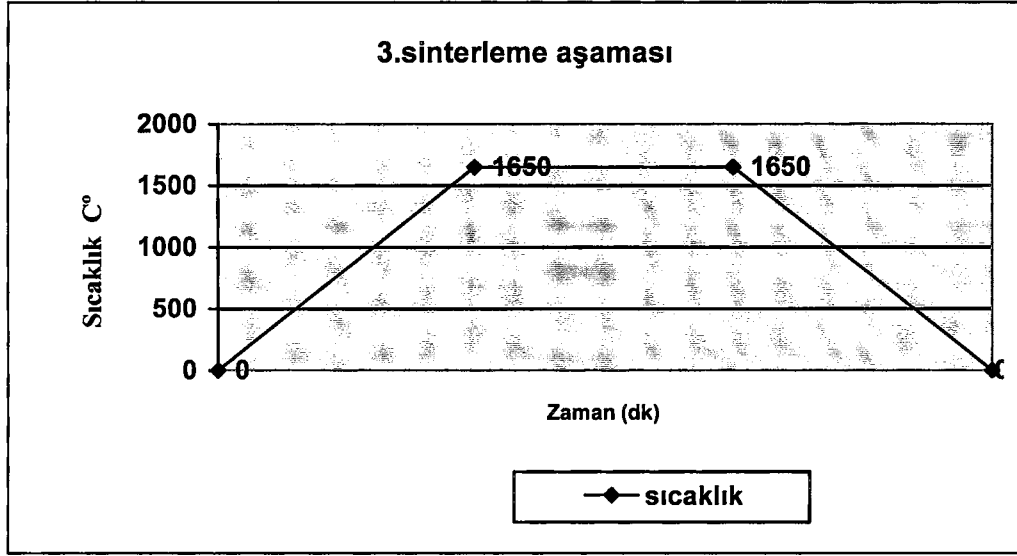
Sinterleme işlemi üç farklı sıcaklık rejiminde 1200°C, 1450°C, 1650°C, 1725°C' de gerçekleştirilmiştir.



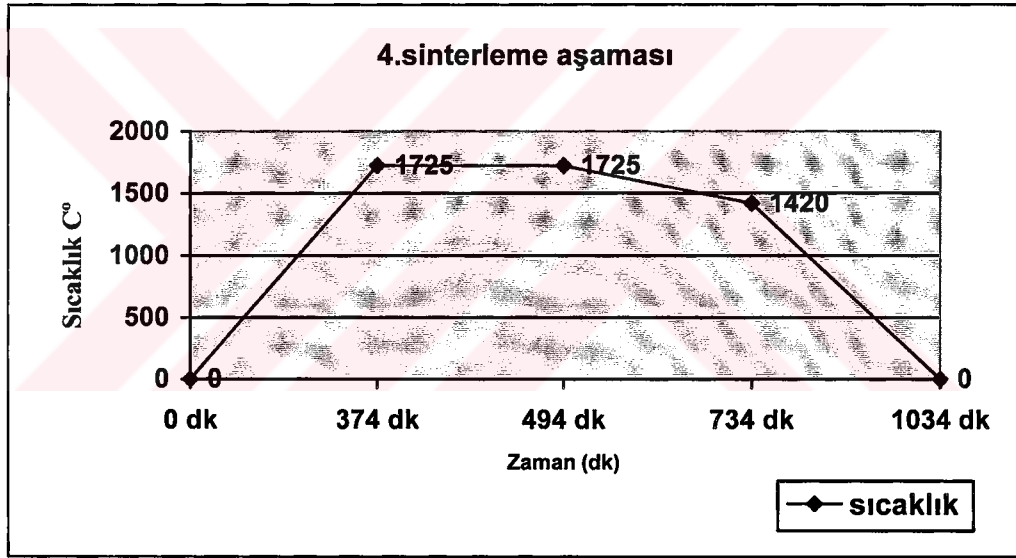
Şekil 5.3 1200°C'de 1.sinterleme aşanması fırın rejimi



Şekil 5.4 1450°C'de 2.sinterleme aşanması fırın rejimi



Şekil 5.5 1650 °C’de 3.sinterleme aşaması fırın rejimi



Şekil 5.6 1725°C’de 4.sinterleme aşaması , 2 saat 1725°C de sinterlemeden sonra 4 saatte 1725 °C’ den 1420°C’ ye indi.

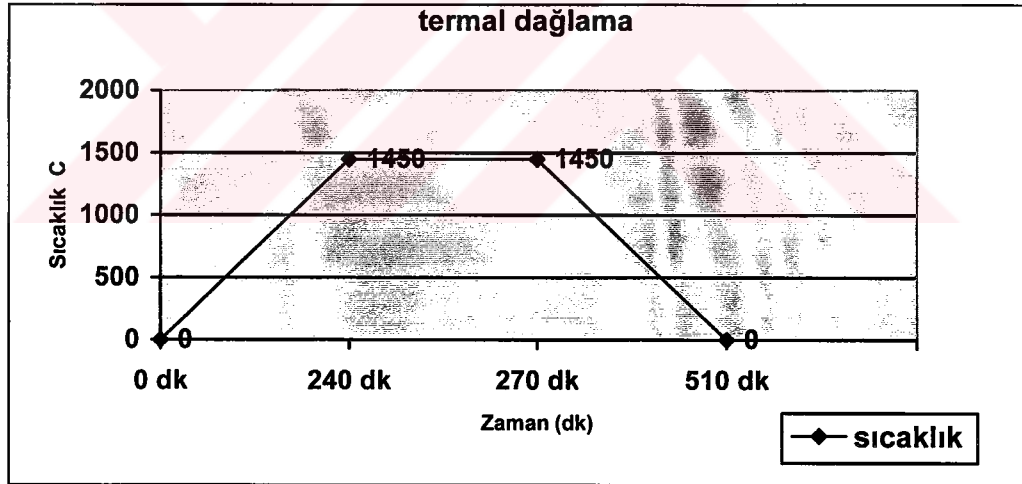
Sinterleme esnasında herhangi bir bağlayıcı kullanılmamıştır. Seramiklerin yüksek sıcaklıkta birbirleriyle bağ yapabilme özellikleri göz önüne alınmıştır.

Tablo 5.2 5 farklı diř porselen kompozisyonlarının sinterleme rejimi- kompozisyon iliřkisi

C°/ kompozisyon	1200C°	1450C°	1625C°	1725C°
YF	Ж	Ж		
SF	Ж	Ж		
ZF	-	Ж	Ж	Ж
AL	-	Ж	Ж	Ж
ZTA	-	Ж	Ж	Ж

5.3.5 S.E.M. (Taramalı Elektron Mikroskobu) Hazırlık

5.3.5.1 S.E.M için Metalurjik işlemler: Numunelerin sinterleme işleminde sonra JEOL JSM-840 marka taramalı elektron mikroskobuyla tane morfolojisi incelenmiştir. Bunun için, numuneler bakalite alınmadan sırasıyla 600 µ, 400 µ, 200 µ zımparalarla ve gelebilmesi içindir.



Şekil 5.7 Termal dađlama rejimi

5.3.5.2 Numune Kaplama

Elektron mikroskopisi tekniklerinde iletken olmayan numunelerin elektron demetiyle etkileşimleri sonucu řarj yapmalarını önlemek için numune yüzeyi iletken bir tabakayla kaplanmaktadır. En çok kullanılan kaplama türleri altın ve karbon kaplamadır. Yüksek kalitede elektron mikroskobu görüntüsü için altın, daha hassas

kimyasal analiz içinse karbon kaplama tercih edilmektedir. Tipik kaplama kalınlığı nanometre mertebelerindedir. Altın kaplama cihazı, Şekil 5.8’de görülmektedir.



Şekil 5.8 Altın kaplama cihazı

5.3.6 Karakterizasyon Deneyleri

5.3.6.1 Yoğunluk Ölçümü

Sinterleme sonucu elde edilen numunelerin yoğunluklarının tayininde ASTM D 3800- 79’da [44] belirtilmiş olan Archimed yöntemi kullanılmıştır. Sinterleme işleminden sonra bakalite alınmayan numuneler üç desimal hassasiyetindeki PG503- S METTLER TOLEDO marka cihazında ilk önce havadaki ağırlıkları ölçülmüştür daha sonra suyun sıcaklığı termometre yardımıyla ölçülerek kaydedilmiştir. Numune su içerisindeki hassas tartıya bırakılarak virgülden sonraki 3 desimal değişimi kaydedilmiştir. Sinterlenmiş numunelerin yoğunluğu (1) nolu eşitlikten hesaplanmıştır.

$$P = m_a / (m_a - m_b) \cdot \rho_w \quad (1)$$

m_a = Numunenin havadaki ağırlığı (gr.)

m_b = Numunenin sudaki ağırlığı (gr.)

ρ_w = Ölçüm sıcaklığında suyun yoğunluğu

5.3.6.2 Aşınma Testi

Seramikler, yüksek sıcaklık dayanımları ve sertlikleri, kimyasal dayanımı nedeniyle aşınma uygulamalarına elverişlidir [45].

Alman Standardı DIN 50320'ye göre aşınma, “katı, sıvı veya gaz karşı cisme göre izafi hareket ve temas şeklinde mekanik bir etkiden dolayı katı bir cismin yüzeyinden malzemenin ileri derecede istenmeyen kaybı” olarak tanımlanmaktadır [46].

Bu tanıma göre, yüzeylerin taşlanması, parlatılması veya mekanik parçaların ayrışmasını aşınma olayı olarak incelemek gerekmektedir, zira bu olaylardaki yüzey değişikliği arzu edilen bir işleme olayıdır. Aşınmayı, aşınmaya etki eden faktörlerin bileşik etkilerini dikkate alarak incelemek gerekmektedir. Yani aşınma bir sistem bütünlüğü içinde ele alınmalıdır. Aşınma özelliği veya mukavemeti, sertlik veya çekme mukavemeti gibi spesifik bir malzeme özelliği değil bir sistem özelliğidir. Bu sisteme tribolojik sistem denilmektedir [46].

Aşınmaya etki eden faktörler:

- Ana malzeme (aşınan ve aşındıran sürtünme elemanları)
- Yük
- Hareket
- Ara madde
- Çevre (ortam)

Aşınacak numunenin yüzey morfolojisi mikro ölçekte incelendiğinde ideal olarak süreksiz biçimde değildir. Yüzey enine kesitinde, farklı fazlar ve / veya farklı tane yönleri şeklinde heterojen bir yapı ve pürüzlü veya dalgalı biçimde yüzey topografyası görülmektedir.

Aşınma ;

1. Adhezif aşınma; iki katı cismin birbirleri üzerinde kaydığı ve birbirlerine bastırıldığı her yerde meydana gelmektedir.
2. Abrazif aşınma; uygulanan yük ve hareketin etkisiyle sürtünen iki cisimden sert olanının pürüzleri veya taneleri vasıtası ile diğerini çizerek üzerinden mikro talaş kaldırması olayıdır. Aşınma yüzeyinde, yüzeysel çukurlar ve küçük çatlaklar oluşmaktadır.
3. Seramikler gevrek malzeme olduğundan yüksek gerilme birikimleri mikro çatlama mekanizması meydana getirmektedir. Bu aşınma yüzeyinde geniş parçalar kaldırmaktadır.

4. Yorulma aşınması; yuvarlanma hareketi sırasında tekrarlı yükleme sonucunda malzemenin sürekli mukavemet sınırı geçilir ise, malzeme yüzeyinde küçük çukurcuklar meydana gelmektedir [46].

Deney şartları;

Takviyeli dış seramik numuneleri içinden sinterleme işlemi 1450°C' nin üstünde olan numuneler 14ZF, 16ZF, 14ZTA, 16ZTA, feldspat yapılı cam seramik numunelerden 1250°C ve 1450°C' de sinterlemeye tabi olmuş 12YF, 14YF, 12SF, 14SF numuneler TÜBİTAK MAM' da CSEM- TRIBOMETER Pin-on-disc Machine marka aşınma cihazında ASTM G 99 standartlarına uygun şekilde yapılmıştır.

Aşınma testine tabii tutulan numuneler, olarak belirlenmiştir.

Yük: 5 N

Bilya çapı: 6mm

Devir: 250 tur/ dak

Toplam süre: 20 dak

Ortam: normal atmosfer olarak belirlenmiştir.

Deney şartlarına göre numunelerin her biri 5N yük uygulanarak 20 dak aşınma deneyine tabi tutulmuştur.

5.3.6.3 Sertlik Testi

Aşınma deneyine tabi tutulmuş olan numuneler sertlik değerlerinin daha iyi ve sağlıklı olarak hesaplanabilmesi için test öncesinde numunelere bazı işlemler uygulamak gerekmektedir. Numunelerin cihaz standartlarına uygun bir şekilde kalıba (bakalite) alınması, yüzeyde bulunan homojen olmayan tabakanın kaldırılması (zımparalama) ve deney için uygun hale getirilmesi (parlatma) gibi aşamalardan oluşmaktadır. Bu nedenle numuneler bakalite alınmıştır, ardından sırasıyla 600, 400, 200, 6, 1µ'luk zımparalarla gerekli sürelerde zımparalanmıştır. Zımparalama işlemlerinden sonra elmas pasta ve çuha kullanılarak parlatma yapılmıştır. Bu işlemler sonrasında numuneler sertlik testi için hazır duruma gelmiştir.

Numuneler seramik esaslı olduğundan ve yüzeyleri hassas olduğundan Vickers mikrosertlik ile ölçümler yapılmıştır.

Kullanılan mikrosertlik cihazı minimum 100gr. maksimum 500gr. yük uygulamaktadır. Numunelerden 12YF, 12SF, 14ZF, 16ZF' ye 100 gr yük , 14ZTA, 16ZTA'ya 500gr yük Model LL Tukontester Wilson Mikro sertlik cihazı ile uygulanarak elde edilen baklava dilimi şeklindeki izin diyagonal köşegenleri arasındaki mesafe ölçülerek vickers mikrosertlik değerleri tespit edilmiştir. Numunelerden 14AL, 16AL, 17AL, 16ZTA, 17ZF, 14SF, 14YF Fisher HP 100 X-Y Prog Ultra Mikrosertlik cihazı ve Classen MFK model görüntüleme ve ölçülendirme sistemi yardımıyla vickers mikrosertlik değerleri ölçülmüştür.

İki farklı mikrosertlik cihazı kullanılmasının nedeni 12AL, 14AL, 16AL, 17AL, 16ZTA, 17ZF, 14SF, 14YF numunelerinin çok sert ve kırılğan bir yapıya sahip olmasından kaynaklanmaktadır. Bu nedenle 100mN ile mikrosertlik ölçümü yapılmıştır.

5.3.6.4 X- Işını Difraksiyonu Testi

Faz diyagramları doğrultusunda dış porselen numunelerin sinterleme işlemi sonucunda faz değişimlerinin tam olarak gerçekleştiği sonucuna varabilmek için X-Işını Difraksiyonu Rigaku RINT marka XRD yardımıyla çekilmiştir.

6. DENEY SONUÇLARI

6.1 Sinterlenmiş Numunelerin Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi

Bu çalışmada 5 farklı seramik bileşimi incelenmiştir. Buna göre;

1. nolu numune için (YF); normalde katı- katı sinterleme olarak kullanılmamalıdır. Vitrifikasyon dikkatli olarak kontrol edildiğinde estetik açıdan dişe çok yakın, şeffaf camsı görüntü elde edildiği gözlemlenmektedir. Yüzeyde gözle görülebilen mikroporlar veya hava kabarcıkları bulunmaktadır. Bu yapının sertlik değerlerinin ve yoğunluk değerlerinin düşük çıkması beklenmektedir.

2. nolu numune için (SF); ergimenin başladığı gözlenmiştir. Yüzey özelliklerine bakıldığı zaman mikroporların veya hava kabarcıklarının kalma riski yüksek gözükmemektedir. Şeffaf ,camsı görüntü elde edildiği gözlemlenmektedir. Sertlik değerinin YF' dan daha iyi olması beklenmektedir.

3. nolu numune için (AL); numunenin 3 sinterleme sıcaklığına bakıldığında %100 relatif yoğunluğa ulaşma sıcaklığının 1650°C ve 1600°C arasında olduğu tahmin edilmektedir. Boyutlar bakımından 1650°C ve 1725°C' da hiçbir fark görülmemiştir. Bu iki malzemenin yani 1650°C ve 1725°C de sinterlenmiş durumlarının elektron mikroskopunda incelenmesi gerekmektedir. Malzemenin optik özellikleri, saydam olduğu kanıtlanmıştır.

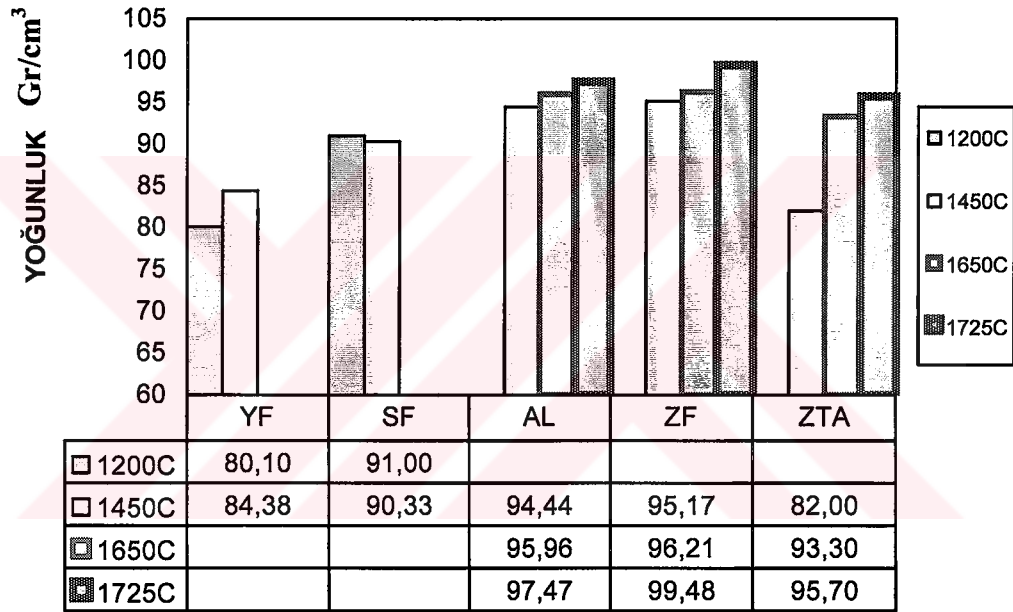
4. nolu numune için (ZF); %3 MgO mol yüzdesi içeren bu malzeme kimyasal çöktürme ile üretilmiştir. Oldukça homojen bir karışıma sahiptir. Sinterleme sıcaklığı olarak 1650°C uygun görülmüştür. Aynı malzemenin 1450°C'de sinterleme başlangıcını göstermektedir. Bu malzemenin 1725°C'lik durumuna bakıldığında tane büyümesi gözlenmiştir. Bu da saydamlığı arttırmış rengini krom sarıya çevirmiştir.

5. nolu numune için (ZTA); bu malzeme gerçek ZTA'ya benzememektedir. Mikroporozitenin olduğu ve sinterlemenin tamamlanmadığı 1725°C'deki malzemenin dahi görülmüştür. Numune yüzeyi çok porozitelidir.

6.2 Yoğunluk Ölçümü Sonuçları

1200-1450-1650-1725°C sıcaklıklarda 1 saat süreyle sinterlenen numunelerin yoğunlukları Archimed metoduyla ölçülmüştür. Yoğunluk ölçümü hassas terazi yardımıyla su içinde yapılmıştır. Yoğunluk sonuçlarına göre sıcaklığın artmasıyla numunelerde yoğunluk artışı gözlenmiştir. En yüksek yoğunluk ZF % 99,48 olarak kaydedilmiştir. En düşük yoğunluğun 12YF ve 14ZTA' da olmasının sebebi çok fazla poroziteli yapı olmasından kaynaklanmıştır.

Tablo 6.1 Tam seramik diş porseleni numunelerinin sinterleme sıcaklığındaki değişimine göre yoğunlukları tabloda verilmiştir.



6.3 Sertlik Deneyi Sonuçları

Elmas sertlik değeri= 10.000 kg/mm² olarak düşünüldüğünde

	1200 C°	1450 C°	1650 C°	1725 C°
12YF	673 ±151			
14YF		958 ±66		
12SF	978 ± 119			
14SF		1357 ±123		
12AL				
14AL		1746 ± 15		
16AL			2925 ± 340	
17AL				2982 ±44
12ZTA				
14ZTA		412 ± 42		
16ZTA			694 ± 131	
17ZTA				1400 ± 113
12ZF				
14ZF		1287 ± 80		
16ZF			1427 ± 102	
17ZF				1759 ± 155

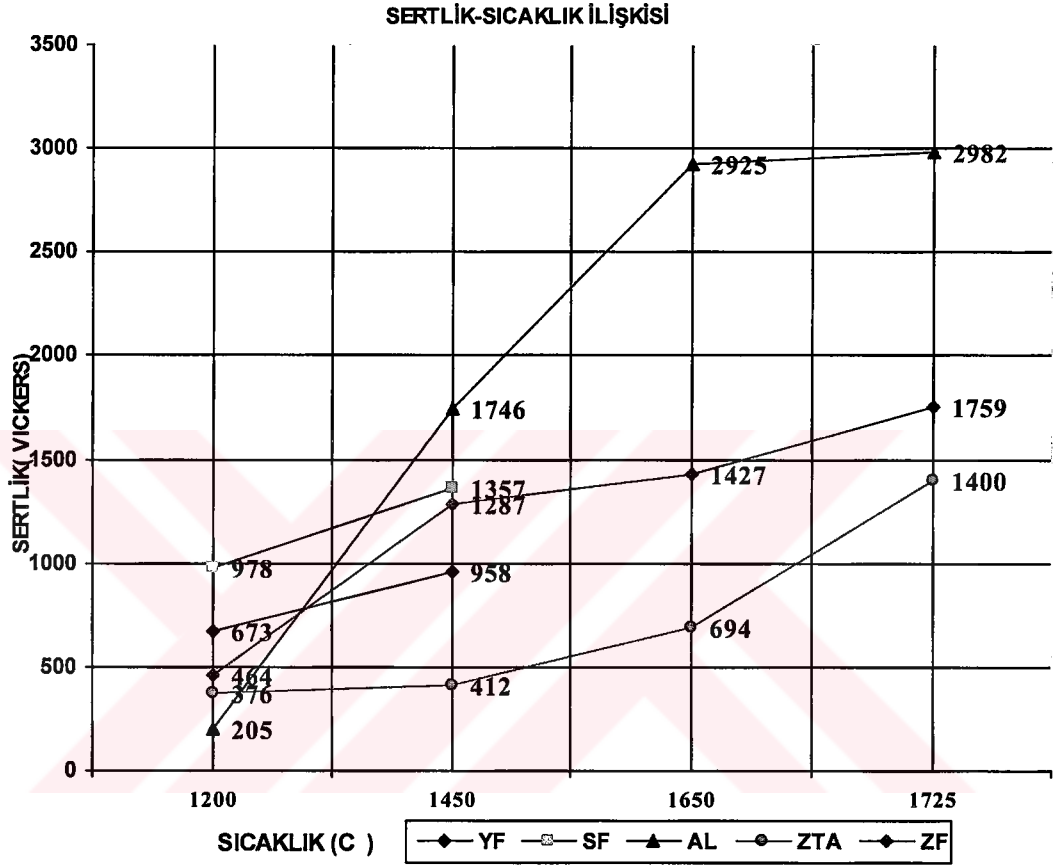
Şekil 6.1 Sıcaklığa bağlı olarak sertlik değişimi vickers değerleri verilmiştir.

Sertlik sonuçlarına bakıldığında ;

1. YF-SF diş seramik numunelerinin mikroyapılarından da anlaşılabacağı gibi mikroporozite miktarı çok fazladır. Sinterleme sonucunda yoğunluğun düşük çıkmasının diğer nedeni numunelerin camsı yapıya dönüşmüş olmasıdır. SF' in, diğer seramik diş numune YF' dan daha sert olma sebebi bileşimindeki farklılıktır, yoğunluğundan da anlaşılmaktadır..
2. En yüksek sertlik değerini AL vermiştir. Mikrosertlik ölçümleri sırasında uygulanan 100gr yük numune yüzeyinde kırılma olduğundan, sertlik ölçümü ultra mikrosertlik cihazında ölçülmüştür. Sertlik değerlerinin mikron mertebesinde yapılması nedeniyle AL' un sonuçları çok yüksek çıkmıştır.
3. ZTA, alumina esaslı zirkonya diş seramik numunesi takviyeli seramik numunelerden (AL,ZF) daha düşük sertlik değerleri elde edilmiştir.

Yoğunluğunun da düşük çıkması porozite miktarının fazla olduğunun göstergesidir. Sem fotoğraflarından da görüleceği üzere densifikasyon tam gerçekleşmemiştir.

4. ZF, yoğunluğu çok yüksek olmasına rağmen sertlik değerleri çok düşük çıkmıştır.

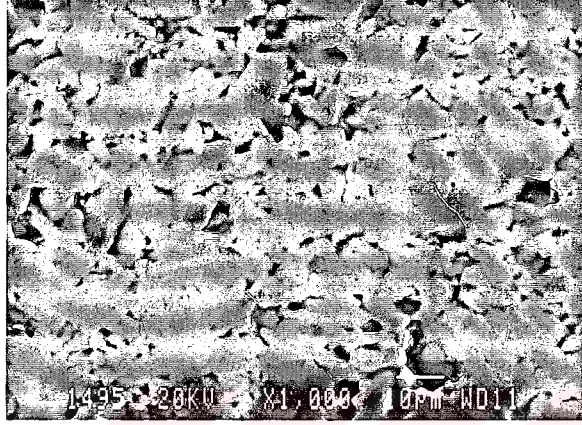


Şekil 6.2 Sertlik- Sıcaklık ilişkisini gösteren grafiğe göre sıcaklığın artmasıyla tüm diş porselen numunelerinin sertlik değerleri de artmıştır

Sertlik- sıcaklık ilişkisine bakıldığında tüm diş seramik numunelerin istenilen sonuçları verdiği görülmüştür.

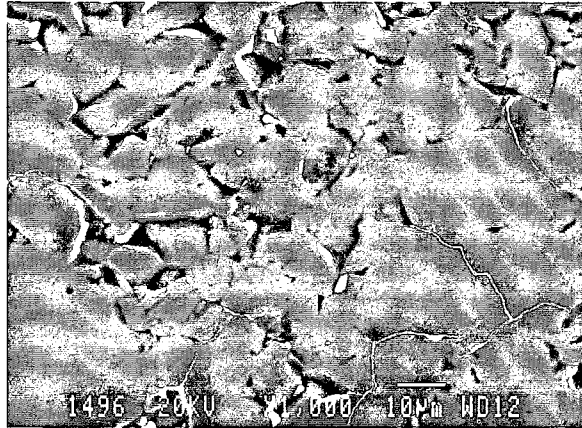
6.4 S.E.M Mikroyapı İncelemesi

16AL dış seramik numunesi; 1650°C de 1 saat sinterlenmiş olan 16AL' nin yoğunluğunun düşük olmasından da anlaşılacağı gibi mikroporozite, mikro çatlak, plaut miktarı çok fazladır. Daha iyi presleme şartlarıyla yapıdaki porozite miktarı azaltılabileceği düşünülmüştür.



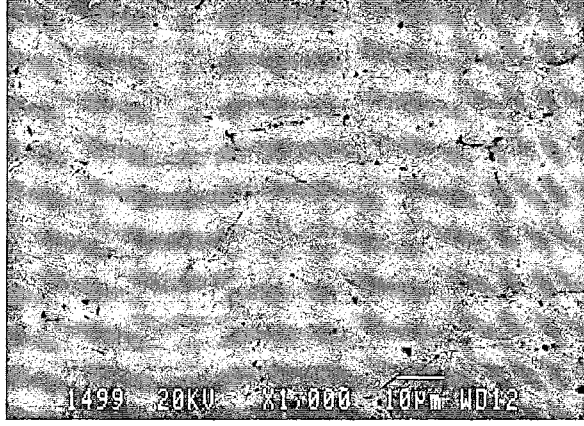
Şekil 6.3 16AL , X1000 büyütme

17AL dış seramik numunesi ; 1725°C'de 2 saat sinterlenmiş olan 17AL, sinterleme rejiminde 1420°C' ye 4 saat içinde inerek oda sıcaklığına yavaş inmiştir. Mikroporozite miktarı ve plaut miktarı 16AL' den daha azdır. Görülen çukurlar plaut boşluklarıdır. Porozite, plaut oranından çok daha azdır.



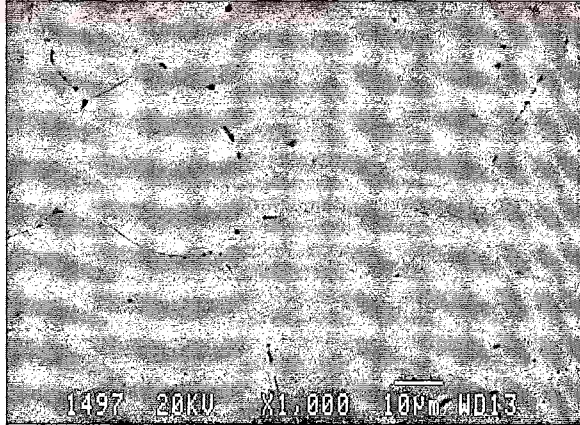
Şekil 6.4 17AL, X1000 büyütmede

16ZF diř seramik numunesi; zirkonyanın 1400°C civarındaki tane boyutu 1 μm olduėundan bu daėlamada tam tane oluřunu g z kmemektedir. En azından porozite g r lmemiřtir. 1650°C’ de 1 saat sinterlenmiř olan ZF mikroyapı resmi ařaėıda g r lmektedir.



řekil 6.5 16ZF, X1000 b y tmede

17ZF; 1725°C’de 2 saat sinterlenmiř olan 17ZF, sinterleme rejiminde 1420°C’ ye 4 saat i inde inerek oda sıcaklıėına inmiřtir. 17ZF burada tetragonal fazda g r lm řt r. Hi  porozite g r lmemiřtir. Tane sınırları  ok iyi g r lmektedir. En iyi mikroyapı oluřunu 17ZF de g r lm řt r.



řekil 6.6 17ZF, X1000 b y tme

17ZTA diş seramik numunesi; 1725°C’ de 2 saat sinterlendikten sonra 4saat içinde 1420°C sıcaklığa indirilmiştir. Yapıda mikroporozite miktarı azdır. Sinterleme sıcaklığının daha yüksek olması daha yoğun yapı oluşumunu sağlamıştır. Yapıda 2 farklı faz oluşumun görülmesi zirkonya ve alüminalı yapının oluşturduğu fazlardandır. Ağırlıkça alümina fazın daha fazla olduğu bilindiğinden gri faz zirkonya , koyu gri faz alümina mikro yapısını etmektedir.



Şekil 6.7 17ZTA’ nin X2500 büyütme

6.5 Aşınma Deneyi Sonuçları

Diş seramik numunelerin aşınma deneyi sonucunda aşınma çizgilerinin ölçümü Mahr Perton Perthometer S8P marka pirofilometre ile ölçülmüştür. Ölçümde optik uç kullanılarak 14ZTA diş seramik numunesi ölçülebilmıştır. 16ZTA diş seramik numunesi ise mekanik uç kullanılarak aşınma miktarı ölçülebilmıştır. Pirofilometre’ nin optik ve mekanik uçları çok hassas olduğundan , numunelerin yüzeyindeki aşınma çizgileri derin olmadığından ayrıca bazı numunelerde porozite bulunduğundan tüm numunelerin ölçümü yapılamamıştır. Bu sebepten dolayı aşınma-sertlik arasındaki ilişki kurularak aşınma miktarı belirtilecektir. Aşınma çizgilerinin daha iyi anlaşılabilmesi için SEM mikrofilmleri çekilmiştir.

Aşınma deneyi Sem resimleri Ek olarak verilmiştir.

Aşınma deneyi sonucunda;

1. SF, YF tam seramik diş numunelerinde bol miktarda açık porlar mevcuttur. Porozitenin fazla olması nedeniyle ve aşınma miktarının diğer seramik esaslı diş malzemelerinden daha fazla olması malzeme direnci açısından diş malzemesi olarak kullanımına uygun görülmemiştir.
2. ZF, tam seramik diş numunelerinde, porozite görülmemektedir. 14ZF' nin aşınma miktarı 16ZF' den daha fazladır. 16ZF' nin sinterleme sıcaklığının daha yüksek olması sertlik değerlerinin de yüksek elde edilmesini ve 14ZF' den daha az aşınmasını sağlamıştır. Genel olarak incelendiğinde en az aşınma miktarının ZF, tam seramik diş numunelerinde olduğu sonucuna varılmıştır. Mekanik ve mikroyapı özelliklerine bakıldığında tam seramik diş üretimine elverişli en ideal numunenin ZF olduğu sonuçlardan çıkarılmıştır.
3. ZTA tam seramik diş numunelerinde, 14ZTA' nın aşınma miktarı 14ZTA' den daha fazladır. 16ZTA' nın sinterleme sıcaklığının daha yüksek olması sertlik değerlerinin de yüksek elde edilmesi nedeniyle 14ZTA' dan daha az aşınmıştır. Daha yüksek sıcaklıklarda sinterlenen ZTA' nın mekanik ve mikroyapı özelliklerinin daha iyi sonuç vereceği anlaşılmıştır.
4. Sertlik- Aşınma değerleri arasındaki ilişki incelendiğinde;
Tam seramik diş numunelerinin aşınma değerlerinin azalan yönde karşılaştırılması;
14ZTA> 16ZTA>12YF >14YF>12SF>14SF>14ZF>16ZF
Tam seramik diş numunelerinin sertlik değerlerinin azalan yönde karşılaştırılması;
17AL>16AL>17ZF>14AL>16ZF>17ZTA>14SF>14ZF>12SF>14YF>
14ZTA>12YF

6.6 XRD Sonuçları

Sinterleme sıcaklığının 1200-1450-1650-1725°C numuneler üzerindeki artışıyla her numunenin faz değişimleri Tablo A.1-14' de verilmiştir.

Tablo 6.2 numunelerin sıcaklık değişimlerine göre çekilen X-ışını difraksiyonu sonucunda görünen fazlar tabloda verilmiştir.

	1200C°	1450 C°	1650 C°	1725 C°
12SF	Kuvars, corondum(Al_2O_3) Microcline $\text{K}(\text{AlSi}_3\text{O}_8)$; %25 Al_2O_3 serbest halde bulunmakta ve amorf yapı görülmektedir.			
14SF		corondum(Al_2O_3), Triksilite (K,Na) AlSiO_4 ; %25 Al_2O_3 serbest halde bulunmakta ve amorf yapı görülmektedir		
12YF	Alüminyum Silikat fazı dışında faz görülmemesinin sebebi yapıda feldspat oranının fazla olması ve camsı faz oluşmasıdır.			
14YF		camsı faz fazla olduğundan faz dönüşümleri görülmemiştir.		
14ZF		Yapıda %3 mol MgO Zirkonya içine stabilize olduğundan Zirkonyum magnezyum oksit fazları görölmüştür. Ayrıca zirkonya'nın monoklinik ve tetragonal faz dönüşümleri görölmüştür.		
16ZF			Yapıda %3 mol MgO Zirkonya içine stabilize olduğundan Zirkonyum magnezyum oksit fazları görölmüştür. Ayrıca zirkonya'nın monoklinik ve tetragonal faz dönüşümleri görölmüştür.	
17ZF				16ZF deki açıklamaların aynısı geçerlidir.
14ZTA		Yapıda %60 Al_2O_3 %40 ZrO_2 olduğundan; corondum, zirkonyum oksit ve baddeleyite fazları görölmüştür.		

16ZTA			Yapıda %60 Al_2O_3 %40 ZrO_2 olduğundan; corondum, magnezyum oksit ve baddeleyite fazları görülmüştür.	
17ZTA				Yapıda %60 Al_2O_3 %40 ZrO_2 olduğundan; corondum, magnezyum oksit ve baddeleyite fazları görülmüştür.
16AL			Yapıda 100ppm MgO olduğundan Alüminyum oksit ve corondum görülmüştür.	
17AL				Yapıda 100ppm MgO olduğundan vesinterleme sıcaklığının yüksek olmasından sadece Alüminyum oksit görülmüştür

7. GENEL SONUÇLAR

Yapılan “ Tam Diş Seramiklerinin Sinterleme Şartlarının Mekanik ve Mikroyapı Özelliklerine Etkisinin İncelenmesi ” konulu tezin sonucunda alümina ve zirkonya takviyeli diş kuronlarının mekanik ve mikroyapı özelliklerinin geleneksel seramik tozları ile üretilen diş seramiklerinden sertlik, aşınma, yoğunluk, mikroyapı özellikleri ile karşılaştırıldığında daha iyi olduğu sonucuna varılmıştır. Böylelikle yüksek sıcaklıkta üretilen tam diş seramiklerinin mekanik ve mikroyapıya olan etkisi de görülmüştür.



KAYNAKLAR

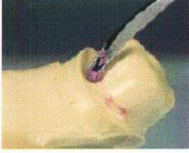
1. **Webster, J.G.**, 1988. Encyclopedia of Medical Devices and Instrumentation, V.1, John Wiley & Sons Press, New York.
2. **Bronzino, D.J.**, 1995. "The Biomedical Engineering-Handbook", Trinity College of Hartford, Connecticut, USA.
3. **Reese, J.A. and Velega, T.M.**, 1985. Restorative Dental Materials, V. 1, Quintessence Publishing Co.Ltd., London.
4. **Craig, R.G.**, 1993. Restorative Dental Materials, 9th Ed., The C.V. Mosby Co., Saint Louis- Missouri.
5. **Ravaglioli, A. And Krajewski, A.**, Bioceramics, Chapman & Hall ,London.
6. **Sarıtaş, S.**, 1996 . "I. Ulusal Toz Mealurjisi Konferansı", Ankara.
7. **HENCH, L.L.**, Volume 4., "Bioceramics form Concept to Clinic"
8. **Boyras , T. ,** 1998. Diş porselen Tozları, *Yüksek Lisans Tezi*, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
9. **A.Ravaglioli and A.Krajewski**, 1992. pp.298-310 Chapman & Hall Ltd., London, **F.Filser, H.Lüthy, P.Scharer, and L.Gauckler**, May 1998. 'All-Ceramic Dental Bridges By Direct Ceramic Machining (DCM))', *Materials In Medicine , Materials Department of Materials*, Zürich, 165-189
10. <http://www.ivoclar.com/VITA All- Ceramic Systems>
11. <http://www.ivoclar.com/Vita In -Ceram For Cerec>
12. <http://www.ivoclar.com/VITA All- Ceramics>
13. <http://www.ivoclar.com/Vita In-Ceram Sprints Direction For Use>
14. <http://www.ivoclar.com/VITA All- Ceramics Clinical Aspects>
15. <http://www.ivoclar.com/VITA All- Ceramic Systems Vita In -Ceram Zirconia>
16. <http://www.ivoclar.com/VITA Full Ceramics Vita In-Ceram Alumina>
17. **F.Filser, H.Lüthy, P.Scharer, and L.Gauckler**, May 1998. 'All-Ceramic Dental Bridges By Direct Ceramic Machining (DCM))', *Materials In Medicine , Materials Department of Materials*, Zürich, 165-189
18. www.fleshandbones.com/readingroom/pdf/265.pdf
19. **Ray, N.**, 1998. University Dental School& Hospital, Ceramic In Dentistry, 112
20. **Cuckler, J.M., Bearcroft, J., Asgian, C.M.**, 1995. Clin. Orthop. Relat. Res. , 317, 57-63
21. **Akın, E. ,** 1990. Diş Hekimliğinde Porselen, İ. Ü. Yayınları, İstanbul
22. **Kılıç, A.**, 2003. Doğal Seramik Hammaddelerden Porselen Diş Yapımı Ve Metal-Seramik arayüzey Karakterizasyonu, *Yüksek Lisans Tezi*, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
23. www.hekimim.com.tr
24. **Turfaner, M.**, 1997. Diş Morfolojisi ve Oklüzyon, İstanbul Üniv. Yayınları, İstanbul.
25. **Provenza, D.V.**, 1964. Oral Historology Inheritance and Development, J.B. Lippincott Co. Philadelphia

26. **Görker, T., Kılıç, A. Ve Ademdir , O.,** Haziran 2002. Mekanik Alaşımlama Yöntemiyle Hazırlanmış ve Basıncısız Sıcak Şekillendirilmiş Zirkonya Seramiklerinden Bağlayıcı Giderme, *11. Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi ve Fuarı*, İstanbul, s.5-9
27. **Manley, E.B. and Brain, E.B.,** 1947. An Atlas of Dental Histology, Blackwell Scientific Publications Ltd., Oxford.
28. **Brand, R.W. and Isselhard, D.E.,** 1986. Anatomy of Orofacial Structures, The C.V Mosby Co., Missouri.
29. **Güney, Y.,** 1987. Seramik Gençlik Kitabevi, İstanbul.
30. **Worrall, W.E.,** 1986. Clays and Ceramics Raw Materials, *Elsevier Applied Science Publishers*, London.
31. **Lenel, F.V.,** 1980. Powder Metallurgy Principles and Applications, MPIF Princeton , New Jersey.
32. **Arcasoy, A.,** 1983. Seramik Teknolojisi, Marmara Üniversitesi Güzel Sanatlar Fakültesi, Yayın No:457,
33. **Williams, D.F. and Cunningham, J.,** 1979. Materials in Clinical Dentistry, Oxford Univ. Press, Oxford.
34. Ternary Phas Diagrams in Materials Science, Metal Oxide Systems.
35. **Geçkinli, E.,** 1992. İleri Teknoloji Malzemeleri, İ.T.Ü. Kimya- Metalurji Fakültesi Metalurji Mühendisliği Bölümü, İstanbul.
36. **Hench, L.L, Wilson ,J.,** 1993, 'Introduction to Bioceramics', *World Scientific Pub.*
37. **Hench, L.L,** 1998. ' Bioceramics' , *Journal American Ceramic Society*, 81 [7], s. 1705-1728
38. **Onaran, K.,** 1997. *Malzeme Bilimi, Bilim Teknik Yayınevi*, 6.Basım, İstanbul.
39. **Keskin, A.,O.,** 2000. Hidroksiapatit Seramiklerinin Mekanik Özelliklerinin Zirkonya İlavesi İle Geliştirilmesi, İ.T.Ü., *Yüksek Lisans Tezi*, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
40. www.zirox.com/products
41. **Cherif. K., Gueroult. B., Rigakud M.,** 1996. Wear Behaviour Of Alumina Toughened Zirconia Materials ., 199, 113-21
42. **Rizkalla, A.S., Jones, D.W.,** 21 January 2003, *Dental Materials*, Mechanical properties of commercial high strength ceramic core materials
43. Handbook of Ceramics Ceramic Monographs
44. **ASTM D 3800-79,** 'Standart Test Method for High Modulus Fibers'
45. **ASTM G 99,** Standart Test Method For Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus
46. **Haluk. A.,** 2003, Endüstride Karşılaşılan Aşınma Problemlerinin İncelenmesi ve Tamir- Bakım Kaynak Yöntemleri Uygulanarak Kullanım Ömürlerinin Uzatılması, *Yüksek Lisans Tezi*, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.

ŞEKİL A.1 Alümina/ Zirkonya İnceram Üretim Akış Şeması [10-16]



1. Çalışma modeli ve ana modelin üretilmesi 25 dakika



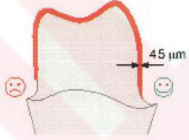
2. Modelin kenarlarının düzeltilmesi



7. Vita İnceram alumina /zirkonya tozunu uygulamadan önce ayrıştırıcı jel uygulanması



8. Vita inceram alumina/zirkonya tozu ile bağlayıcının ilavesi



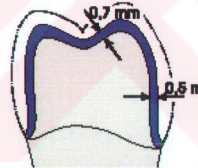
3. Taslak yapımı ve aralıkların cilalanması



9.a. karıştırılan alumina/zirkonya tozunun fırça yardımıyla uygulanması



4. Kopyalama 30 dakika



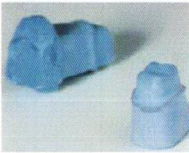
9.b. uygulamanın kalınlığı önemli ince olası kalıptan çıkarken çatlamalara sebep olabilir



5. Kopya kalıbın Vita İnceram alçı ile doldurulması Alçı kalıptan 2 saat sonra çıkartılabilir



9.c Scarpel yardımıyla etrafındaki fazlalıkların temizlenerek düzgün şekil elde edilmesi



6. Kenarlarının düzeltilmesi



10. Vita In-Ceram Stabilizatör yek kat sürtülerek 30 dk -3 saat bekletilir.



11. Vita In-Ceram Alumina 1120°C de 2 saat ; Zirkonya 1000°C de 2 saat 1. sinterleme , Zirkonya 1180°C de 2. sinterleme



12. sinterleme sonucu yapının kalıba oturduğunun ve kalınlığının kontrolü



13. Vita Alumina In-Ceram OPTIMIZER uygulanması (yüzeydeki mikro boşlukları doldurması için)



14. 1120°C de 40 dk Alumina OPTIMIZER / Zirkonya OPTIMIZER 1130 °C pişirilmesi



15. Vita In-Ceram Cam Tozunun Uygulanması



16. Vita Alumina In-Ceram 1100°C de 4-6 saat , Zirkonya 1140°C de 2.5 saat cam infiltrasyon pişirimi



17. Elmas temizleme başlığıyla etrafında kalan cam temizlenirken maksimum 3.0 bar baskı



18. Vita Alumina In-Ceram 960 °C 10 dk , Zirkonya 1000°C 5 dk cam kontrollü ısıtma

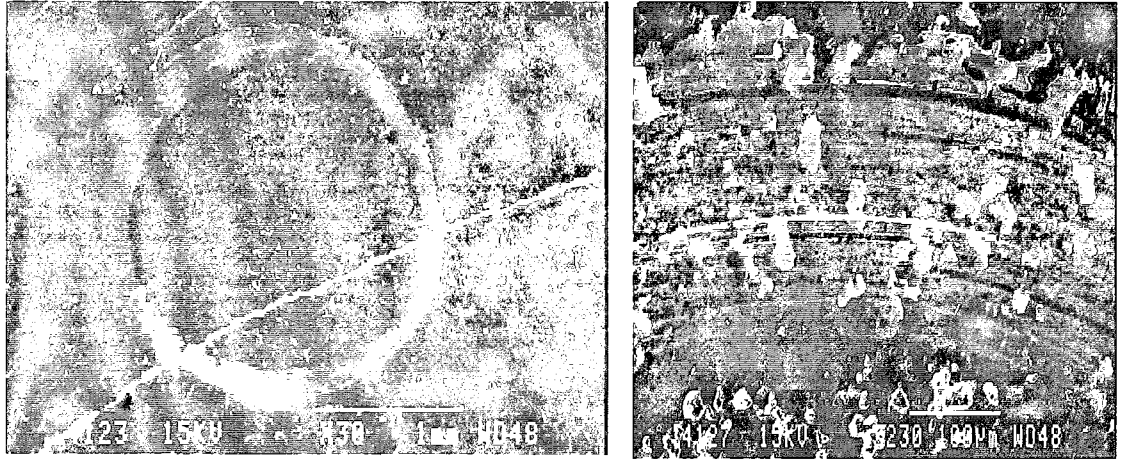


19. kumlama 2.5- 3 bar basınçla gerçekleştirilir

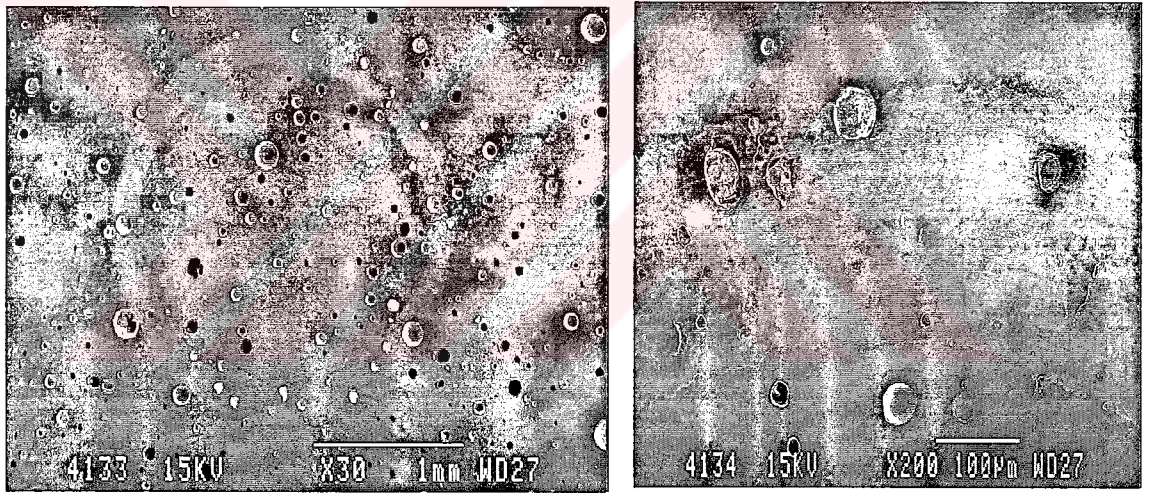


20. Vitadur Alpha ile krunun kaplanması

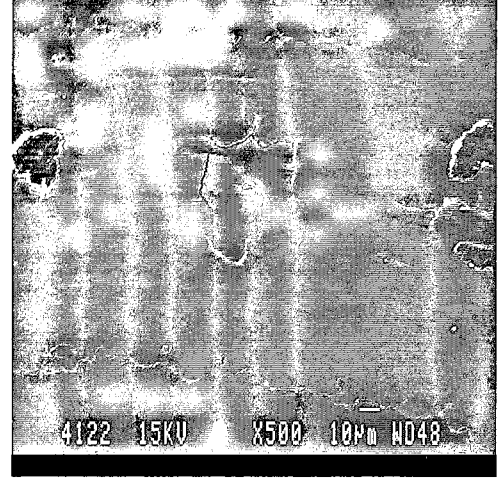
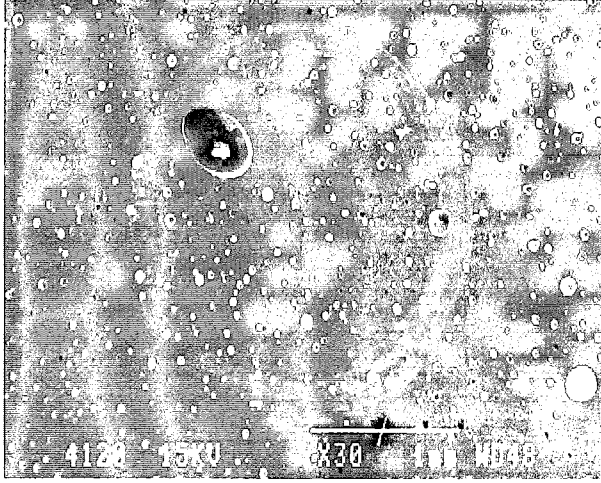
ŞEKİL B.1 Aşınma çizgilerini gösteren SEM resimleri



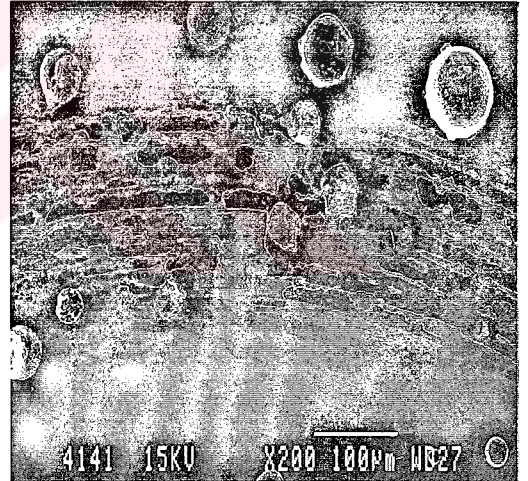
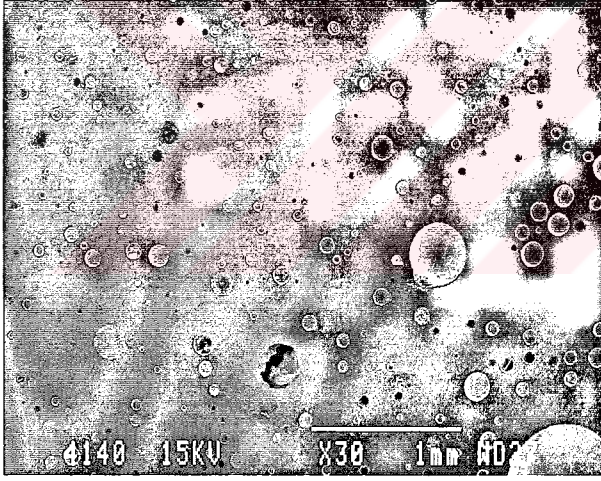
Şekil B.1-1 12SF diş seramik numunesinin X230 büyütmede aşınma çizgileri görülmektedir.



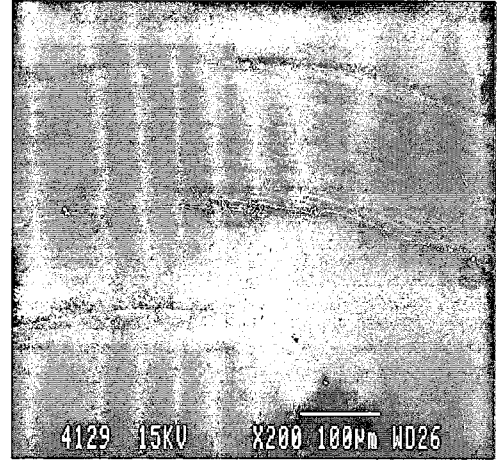
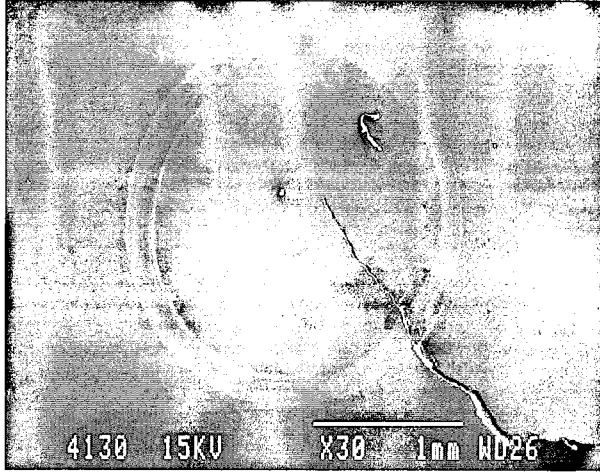
Şekil B-1.2 14SF diş seramik numunesinin X200 büyütmede aşınma çizgileri görülmektedir. Sertlik değerine baktığımızda 12SF' dan daha sert olduğu için aşınma miktarı da az oluşmuştur.



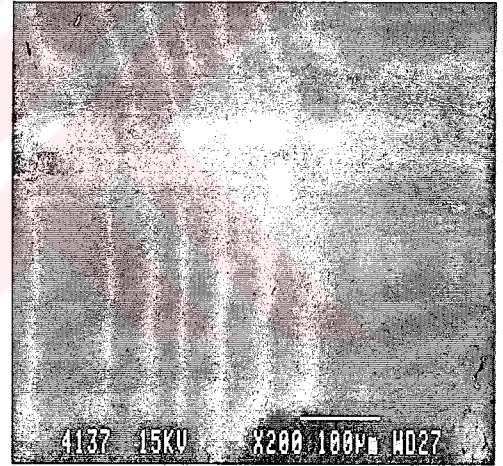
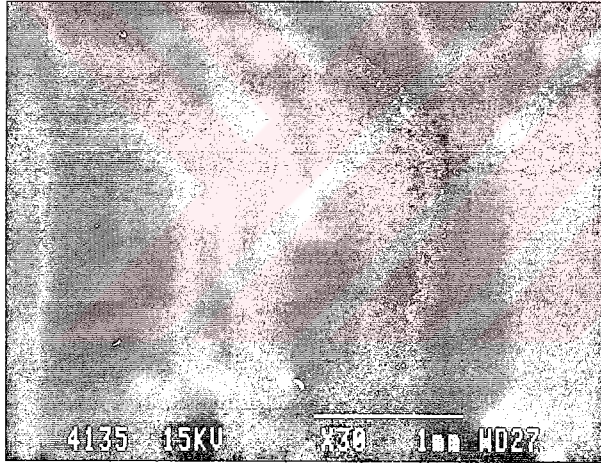
Şekil B-1.3 12YF diş seramik numunesinin X500 büyütmede aşınma çizgileri görülmektedir.



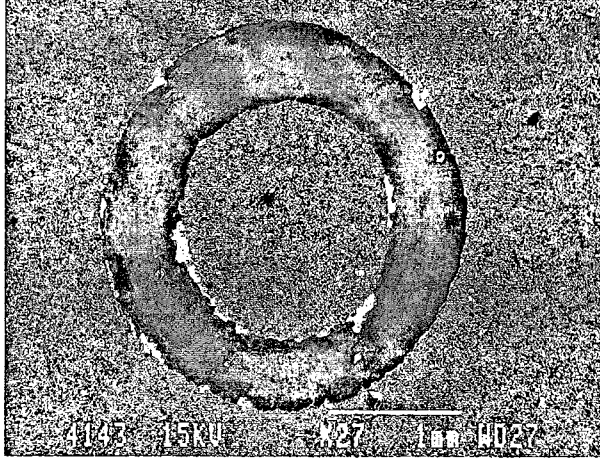
Şekil B-1.4 14YF diş seramik numunesinin X200 büyütmede aşınma çizgileri görülmektedir. Sertlik değerine baktığımızda 12YF' dan daha sert olduğu için aşınma miktarı da daha az oluşmuştur.



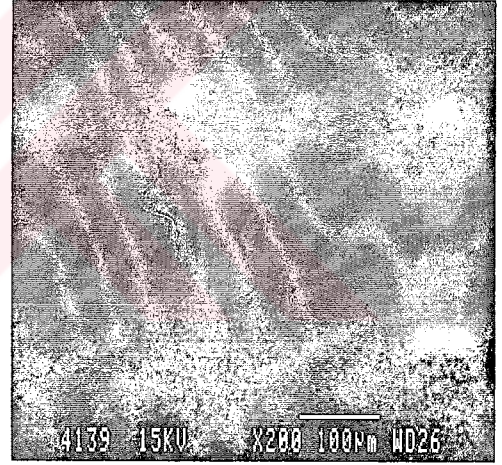
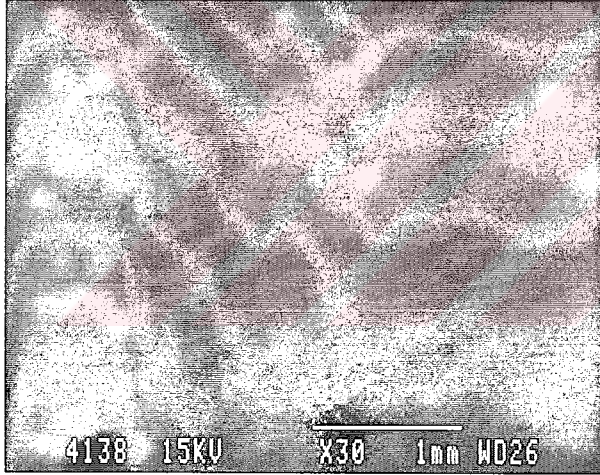
Şekil B-1.5 14ZF diş seramik numunesinin X200 büyütmede aşınma çizgileri görülmektedir. Yüzeyde porozite görülmemiştir.



Şekil B-1.6 16ZF diş seramik numunesinin X200 büyütmede aşınma çizgileri görülmektedir. Yüzeyde porozite görülmemiştir.

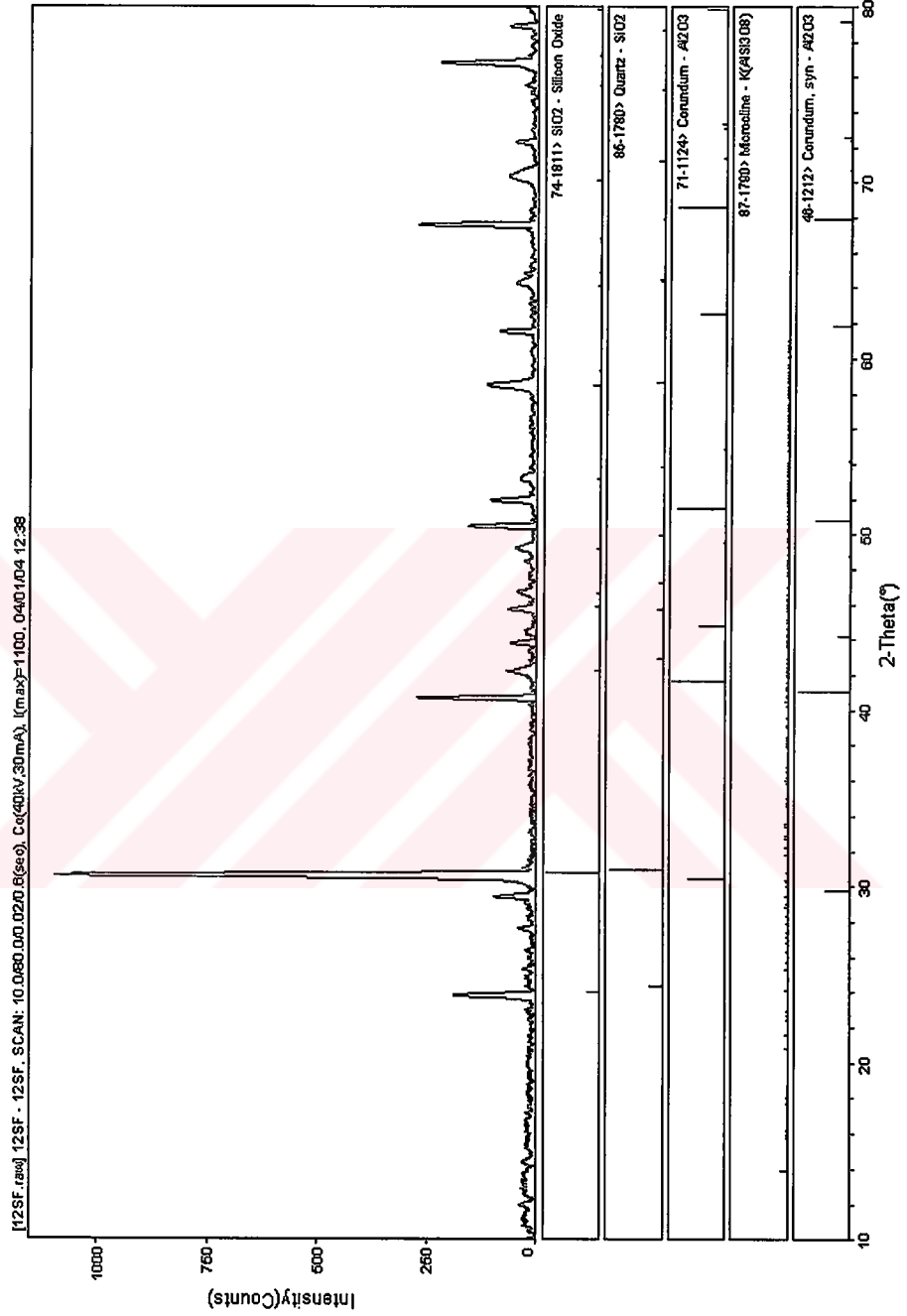


Şekil B-1.7 14ZTA diş seramik numunesinin X110 büyütmede aşınma çizgileri görülmektedir. Yüzeyde porozite çok fazla görülmüştür.



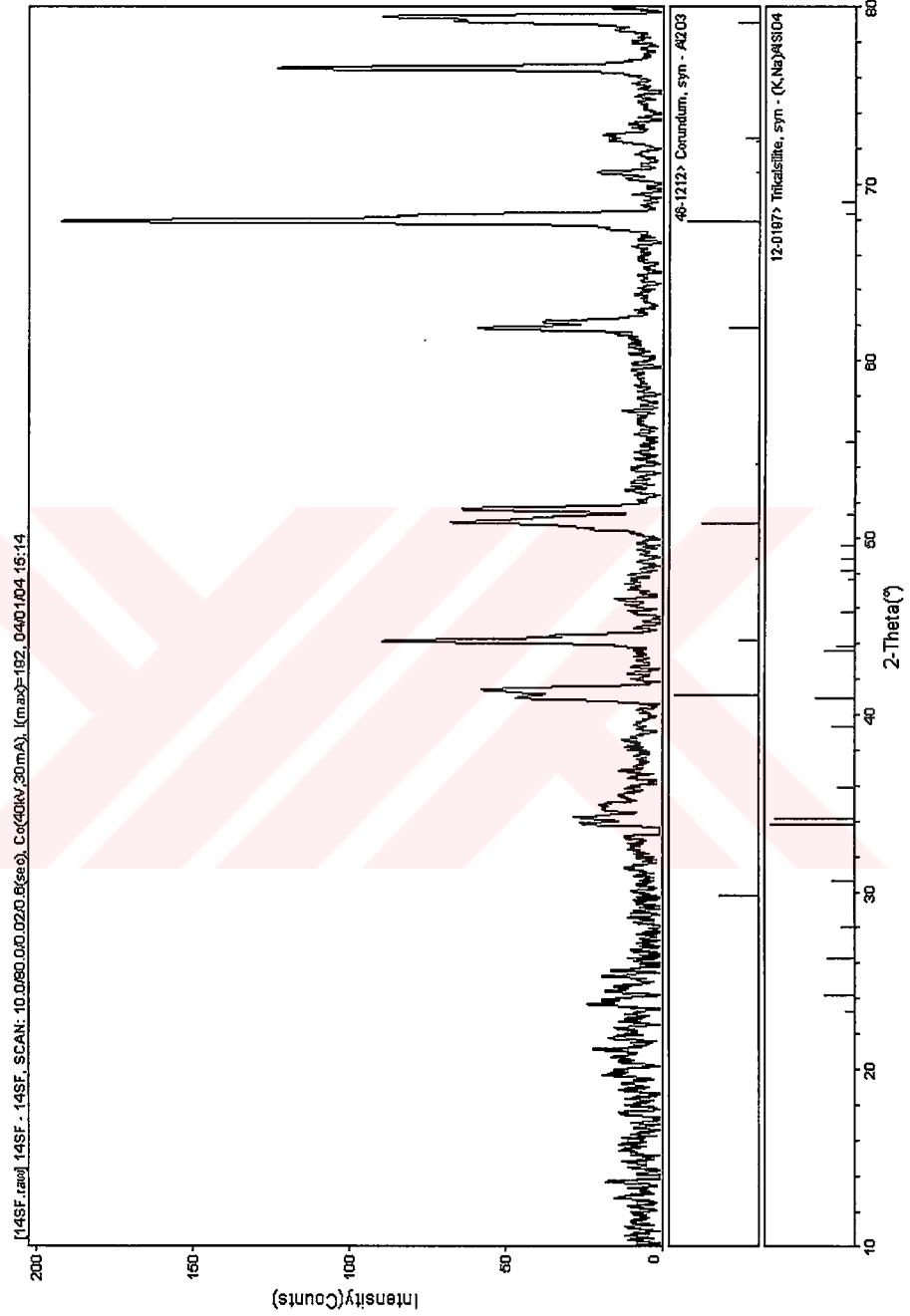
Şekil B-1.8 16ZTA diş seramik numunesinin X200 büyütmede aşınma çizgileri görülmektedir. Yüzeyde porozite çok fazla görülmüştür.

Tablo A.1. 12SF diř seramik numunenin X-ıřını analiz sonucuna gre 1200°C' de I.camsı yapı+K₂O.Al₂O₃.6SiO₂ ve II. %25-30 serbest Al₂O₃ olduėundan amorf yapı, Al₂O₃ pikleri , SiO₂ ortaya çıkmıřtır..

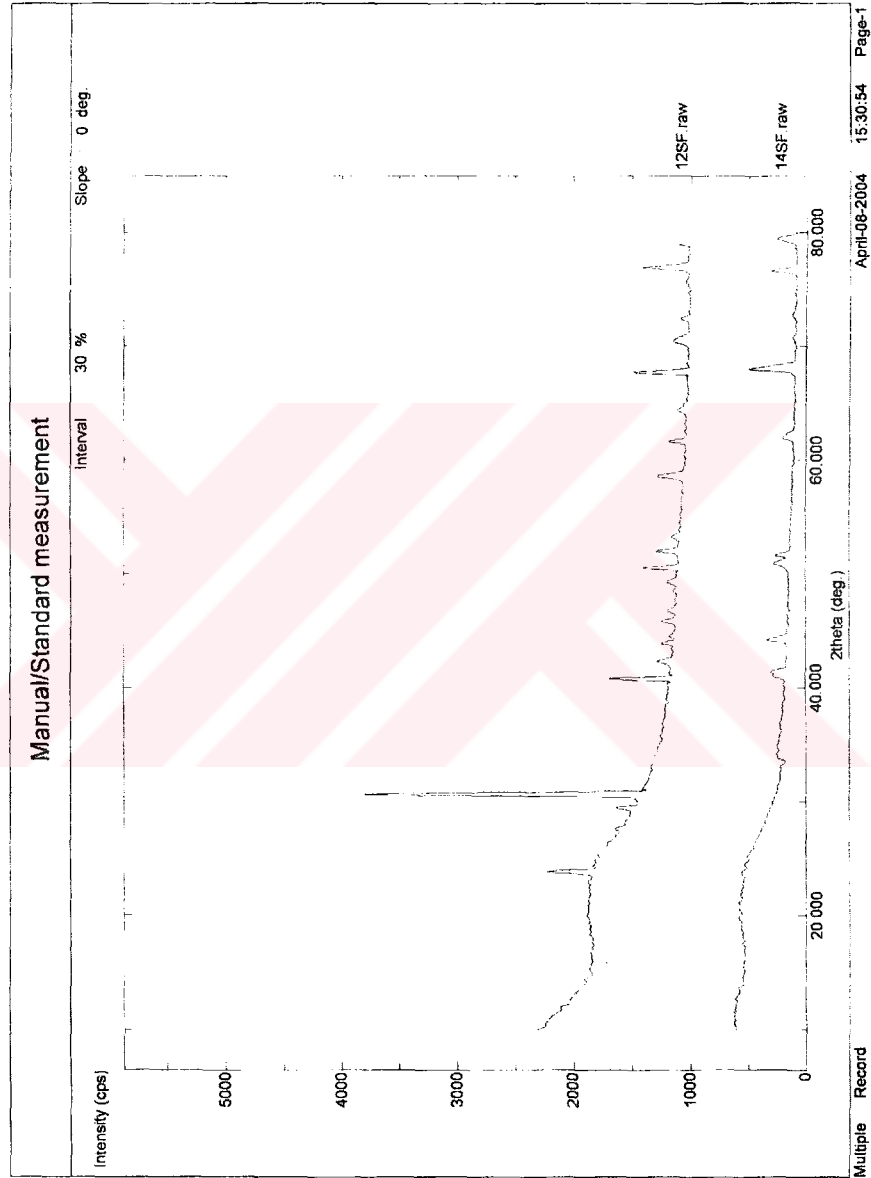


[Administrator] C:\Winmax\Data\File\Jditem> Thursday, Apr 22, 2004 12:33p (8/0/1/ADBE)

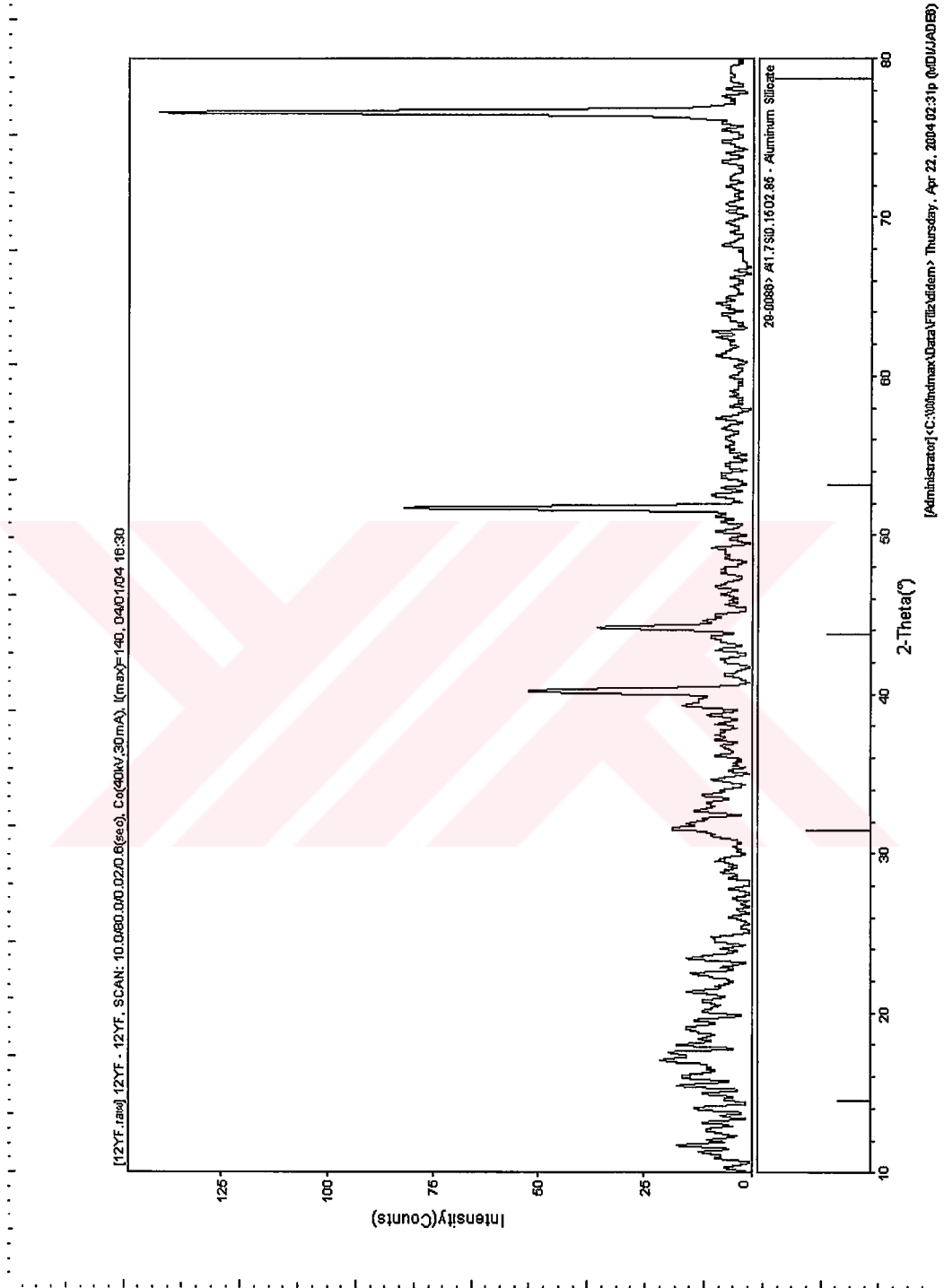
Tablo.A.2. 14SF diř seramik numunenin X-ıřını analiz sonucuna gre 1450°C' de l.camsı yapı+K₂O.Al₂O₃.6SiO₂ ve II. %25-30 serbest Al₂O₃ olduėundan amorf yapı, Al₂O₃ pikleri , SiO₂ ortaya çıkmıřtır.



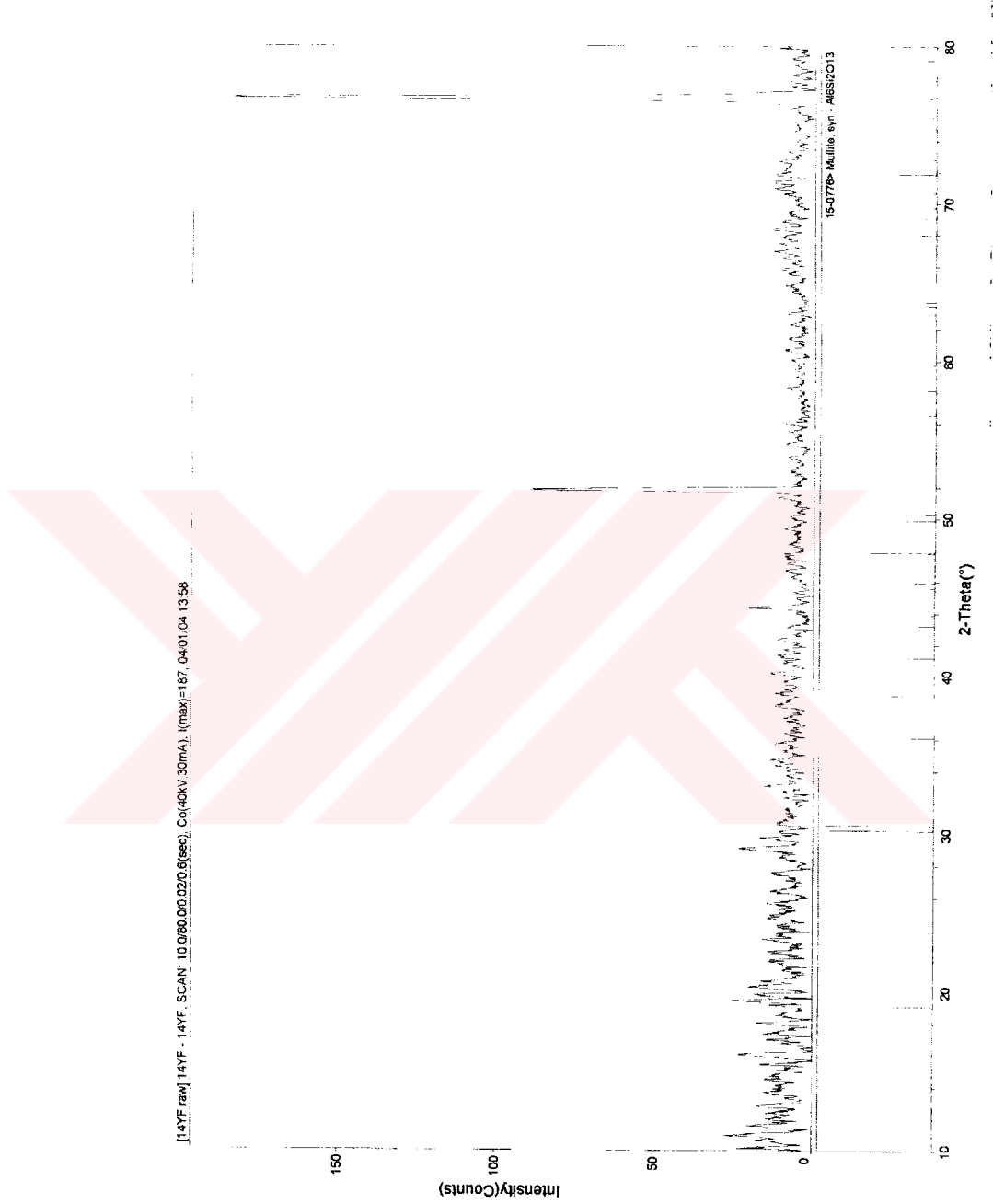
Tablo A.3. 12SF-14SF diş seramik numunenin X-ışını analiz sonucuna göre; iki farklı sıcaklıkta 1200°C ve 1450°C' nin bir arada gösterilmiştir.



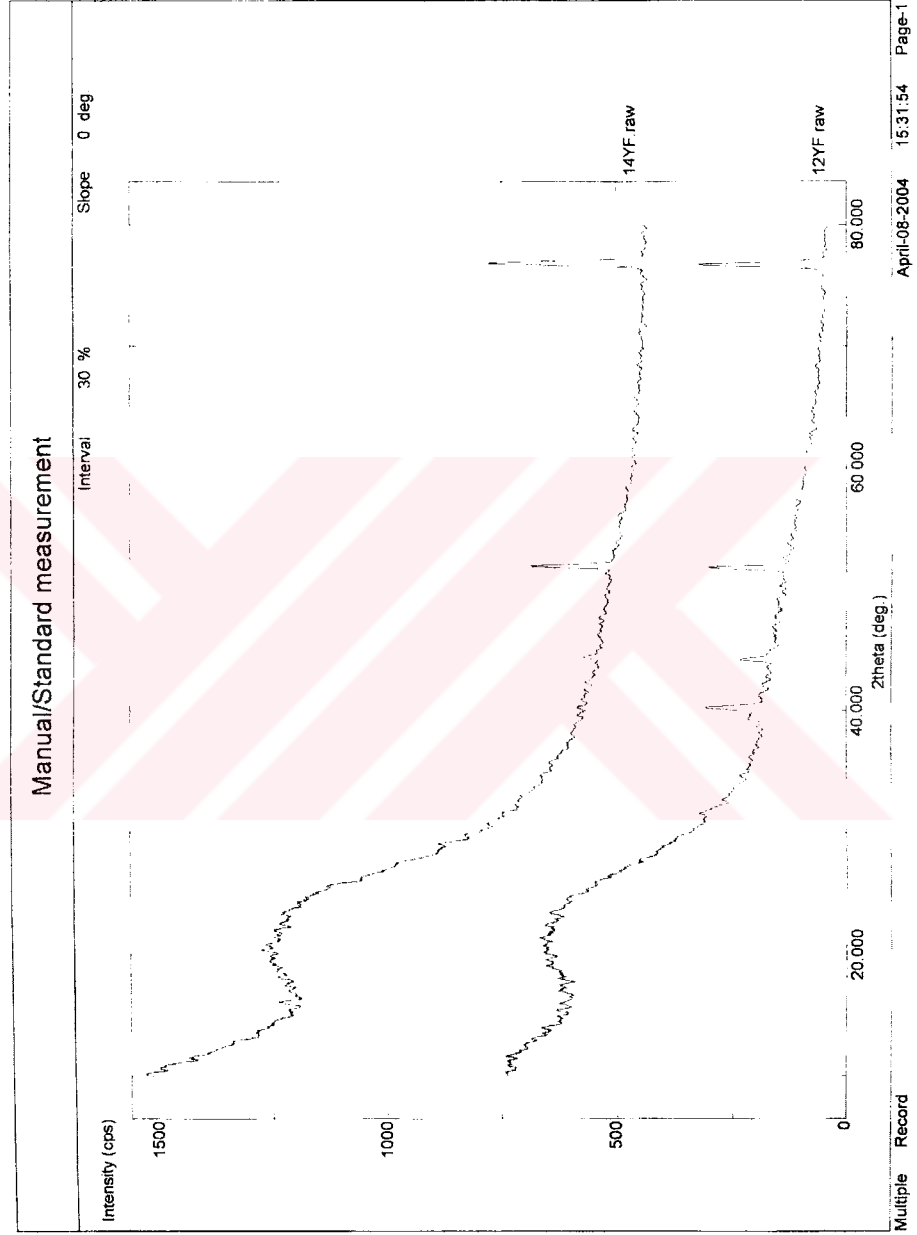
Tablo A.4. 12YF diř seramik numunenin X-ıřını analiz sonucuna gre cam yapı oluřtuđundan aluminum silikat fazı dıřında diđer fazlar grlememiřtir.



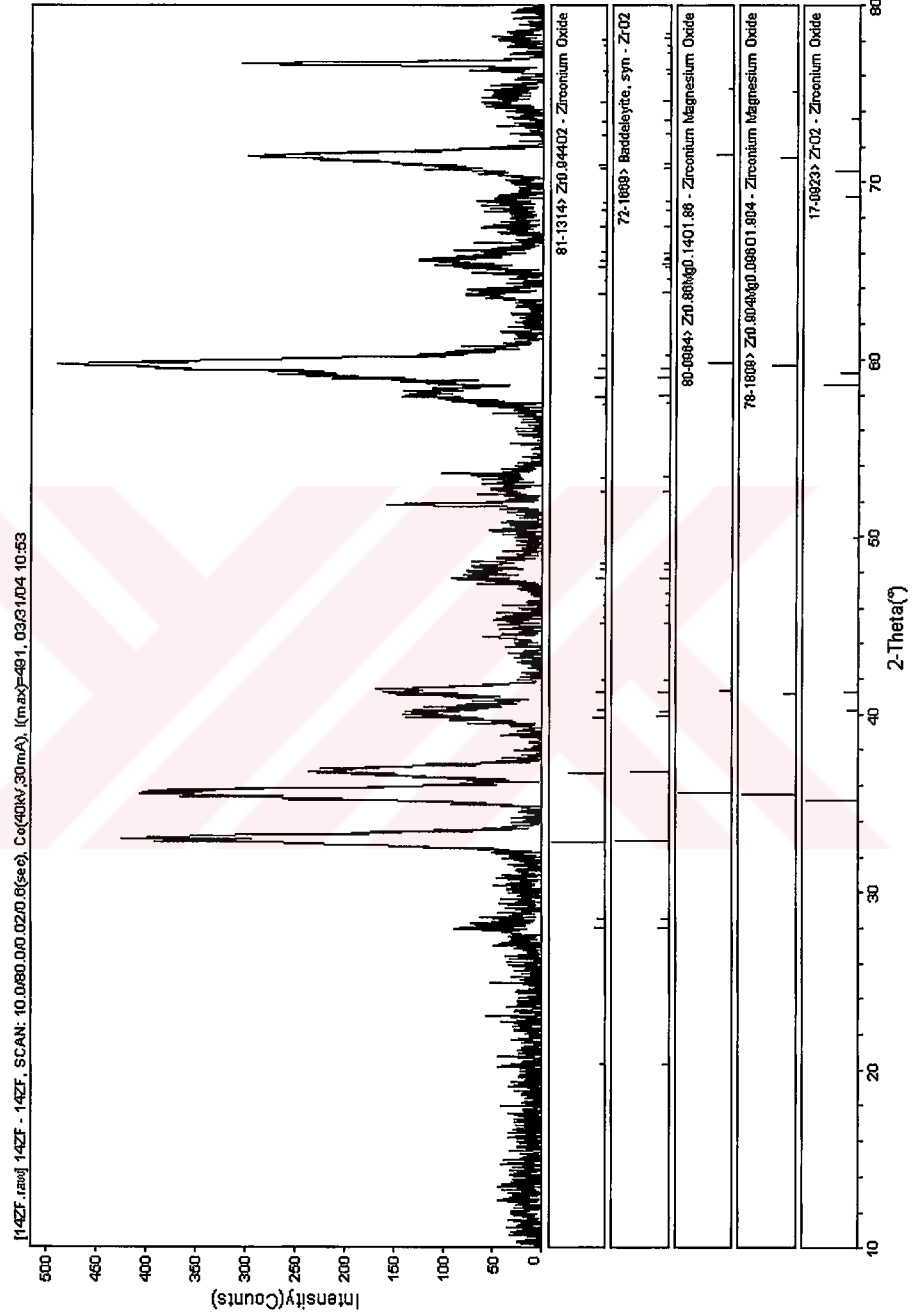
Tablo A.5. 14YF diř seramik numunenin X-ışını analiz sonucunda tamamen cam yapı oluřtuğundan faz dönüşümleri görülememiřtir..



Tablo A.6. 12YF-14YF diş seramik numunenin X-ışını analiz sonucunda amorf yapı görülmüştür.

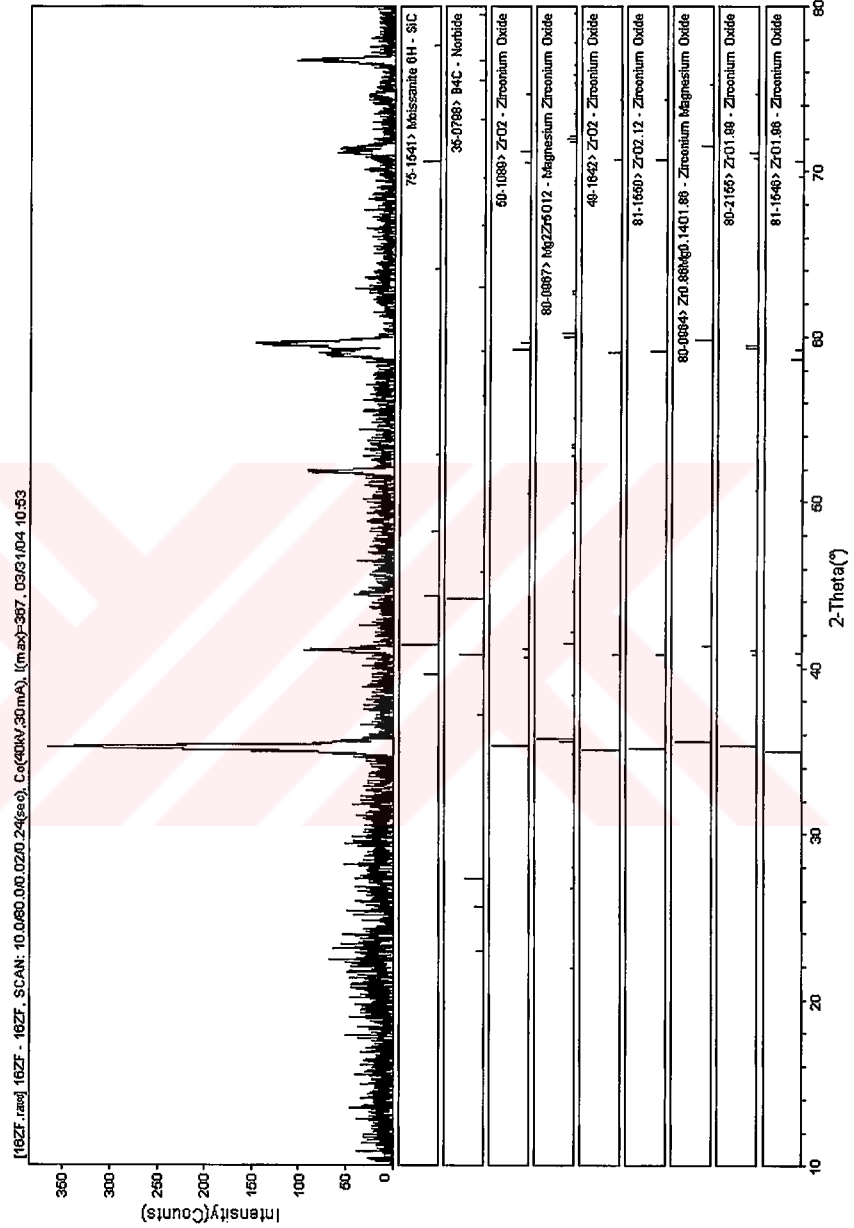


Tablo A.7 14ZF dış seramik numunenin X-ışını analiz sonucunda, 1450°C’de ZF numunenin faz dönüşümleri görülmüştür. Buna göre; Zirkonya’ nın monoklinik, tetragonal, faz dönüşümleri görülmüştür. Zirkonya’nın %3 MgO ile stabilize edildiğinden Zirkonyum-Magnezyum Oksit fazları da görülmüştür



[Administrator] C:\WinData\Filz\kdem> Thursday, Apr 22, 2004 01:11p (001\JAD.B)

Tablo A.8. 16ZF diř seramik numunenin X-ıřını analiz sonucunda, 1650°C’de ZF numunenin faz dnüşümleri görülmüřtür. Buna göre; Zirkonya’ nın monoklinik, tetragonal, faz dnüşümleri görülmüřtür. Zirkonya’nın %3 MgO ile stabilize edildiğinden Zirkonyum-Magnezyum Oksit fazları da görülmüřtür.



[Administrator] C:\Wpadmin\Data\Files\ddlem> Thursday, Apr 22, 2004 12:53p (MDI\AD.B)

[17x10.raw] 17x10 - 17x10, SCAN: 10.080,0.020,0.6(gso), Co(40KV,30mA), (max)=528, 04/22/04 11:38

Intensity(Counts)

2-Theta(°)

76.1641° Moissanite 8H - SiC

35.0788° B4C - Nonide

50.1089° ZrO2 - Zirconium Oxide

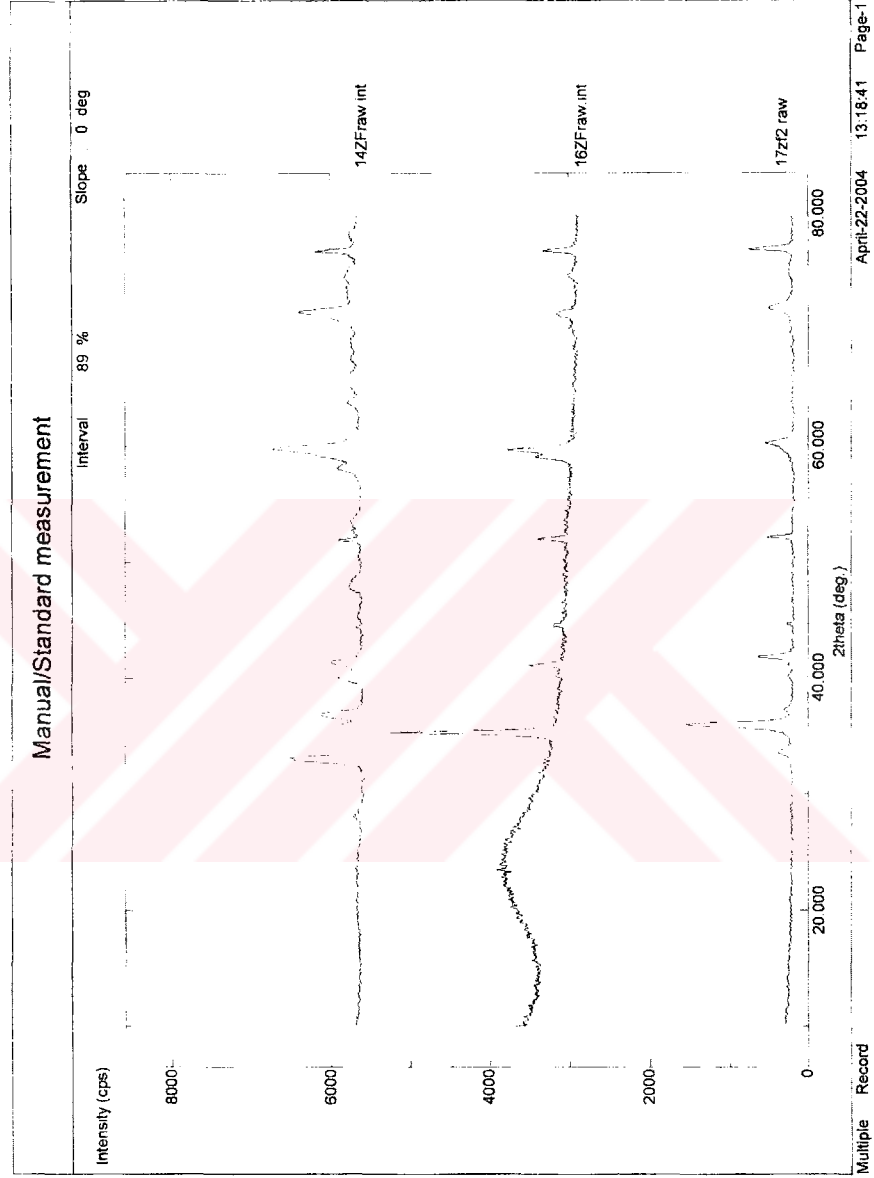
80.0887° Mg2Zr5O12 - Magnesium Zirconium Oxide

48.1642° ZrO2 - Zirconium Oxide

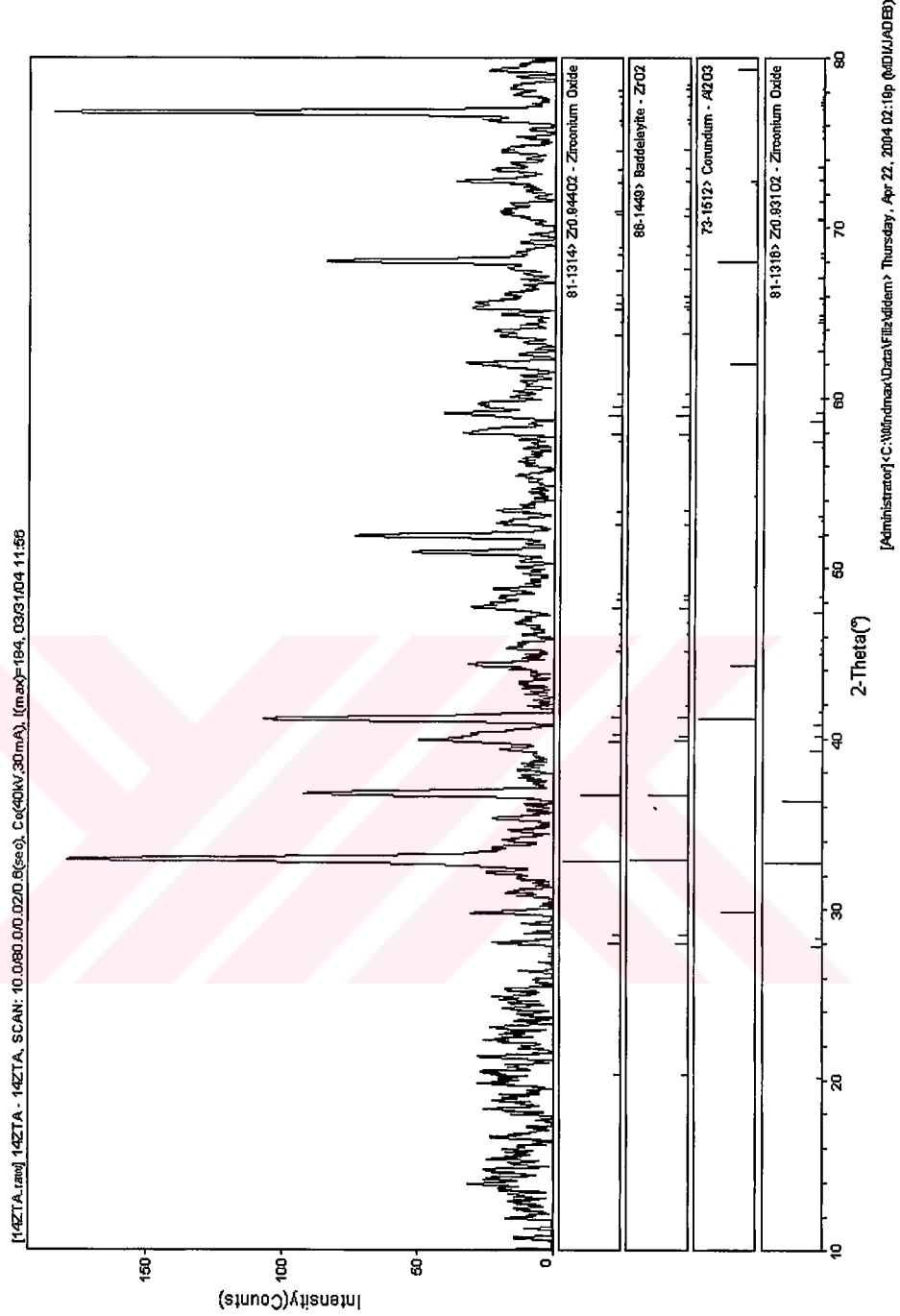
81.1650° ZrO2.12 - Zirconium Oxide

80.0884° ZrO.88Mg0.1401.88 - Zirconium Magnesium Oxide

Tablo A.10.14ZF-16ZF-17ZF diř seramik numunenin X-Iřını Analiz grafiklerinin birlikte gsterilmiřtir.

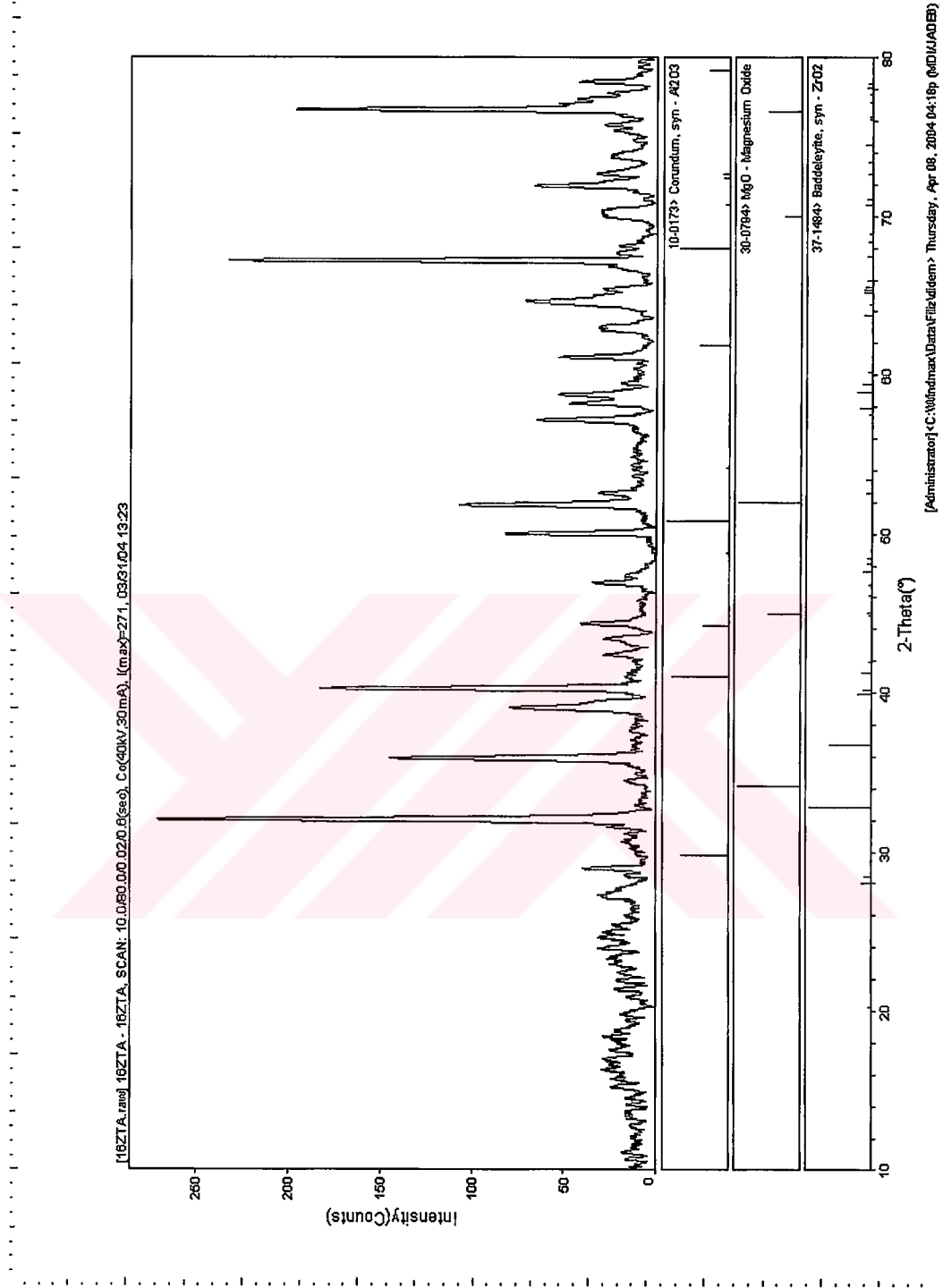


Tablo. A.11. 14ZTA dış seramik numunenin X-ışını analiz sonucunda, yapıda alümina ve zirkonya 1450°C’ de sinterlendiğinden iki farklı faz görülmüştür.

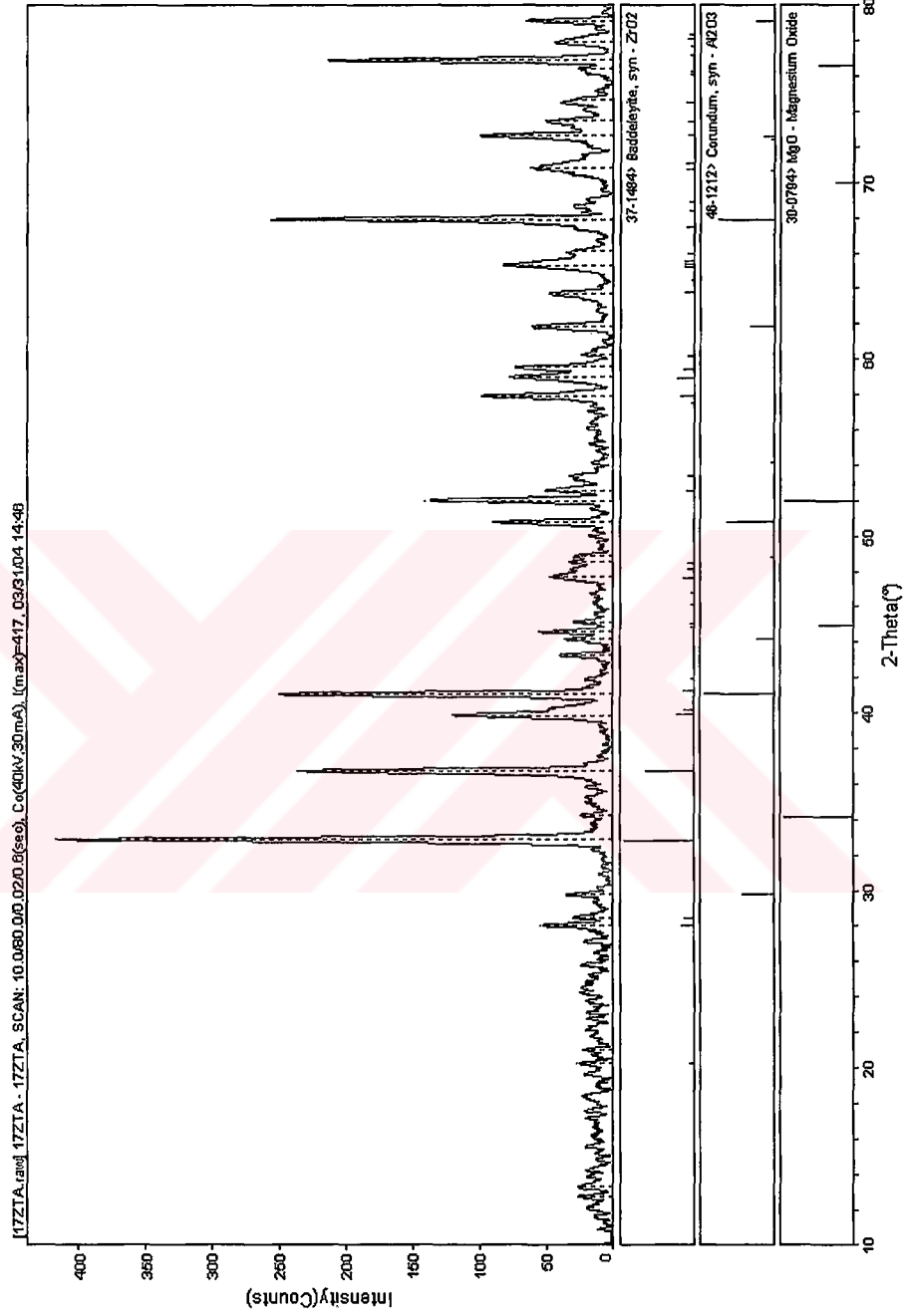


[Administrator] C:\00indmax\Uzay\Filiz\yildem> Thursday, Apr 22, 2004 02:19p (MIDUADIB)

Tablo. A.12. 16ZTA dış seramik numunenin X-ışını analiz sonucunda, 1650°C’ de Alüminanın faz dönüşümü ve Zirkonyanın faz dönüşümü görülmüştür.

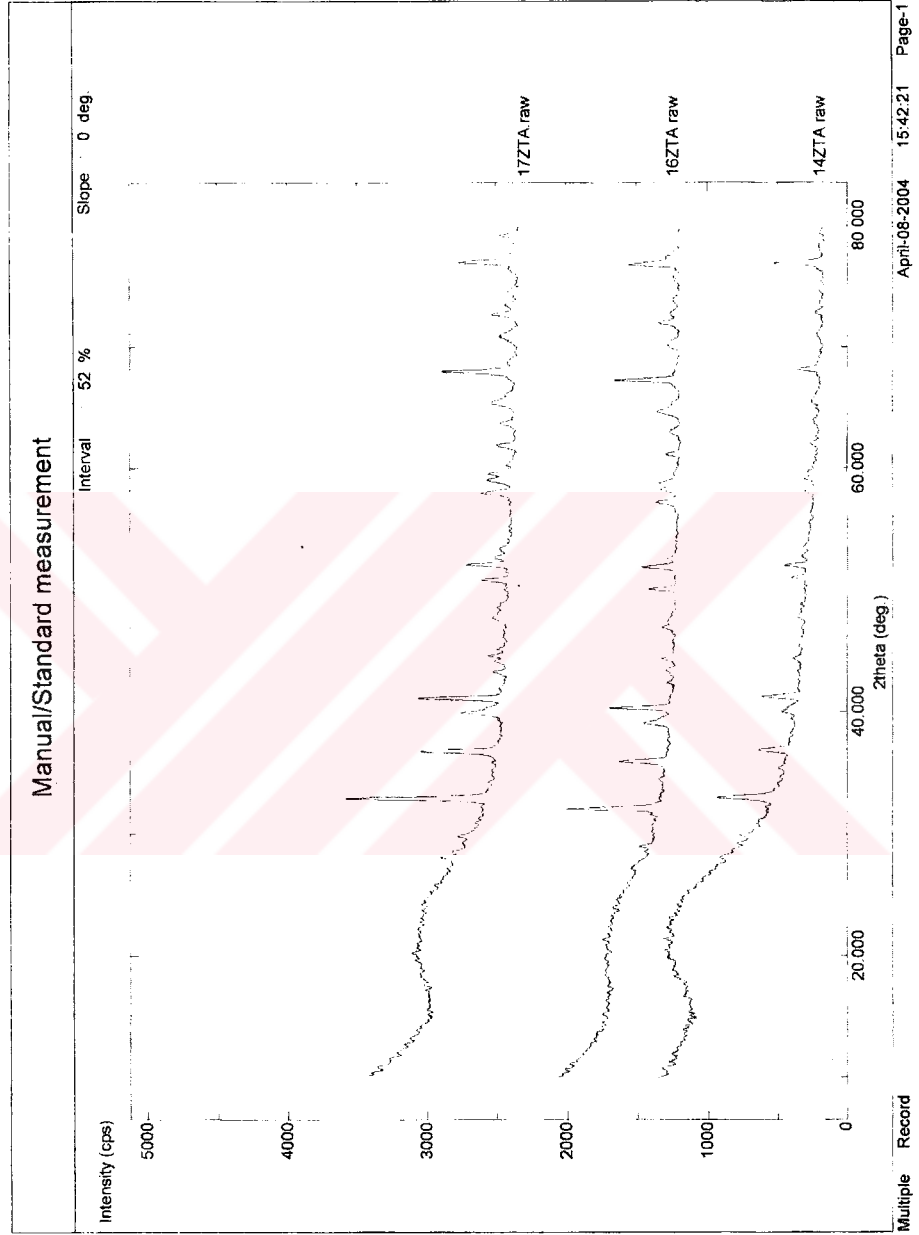


Tablo A.13. 17ZTA diř seramik numunenin X-ıřını analiz sonucunda, 1725°C' de Aluminanın faz dđnüşümü ve Zirkonyanın faz dđnüşümü görülmüşür.

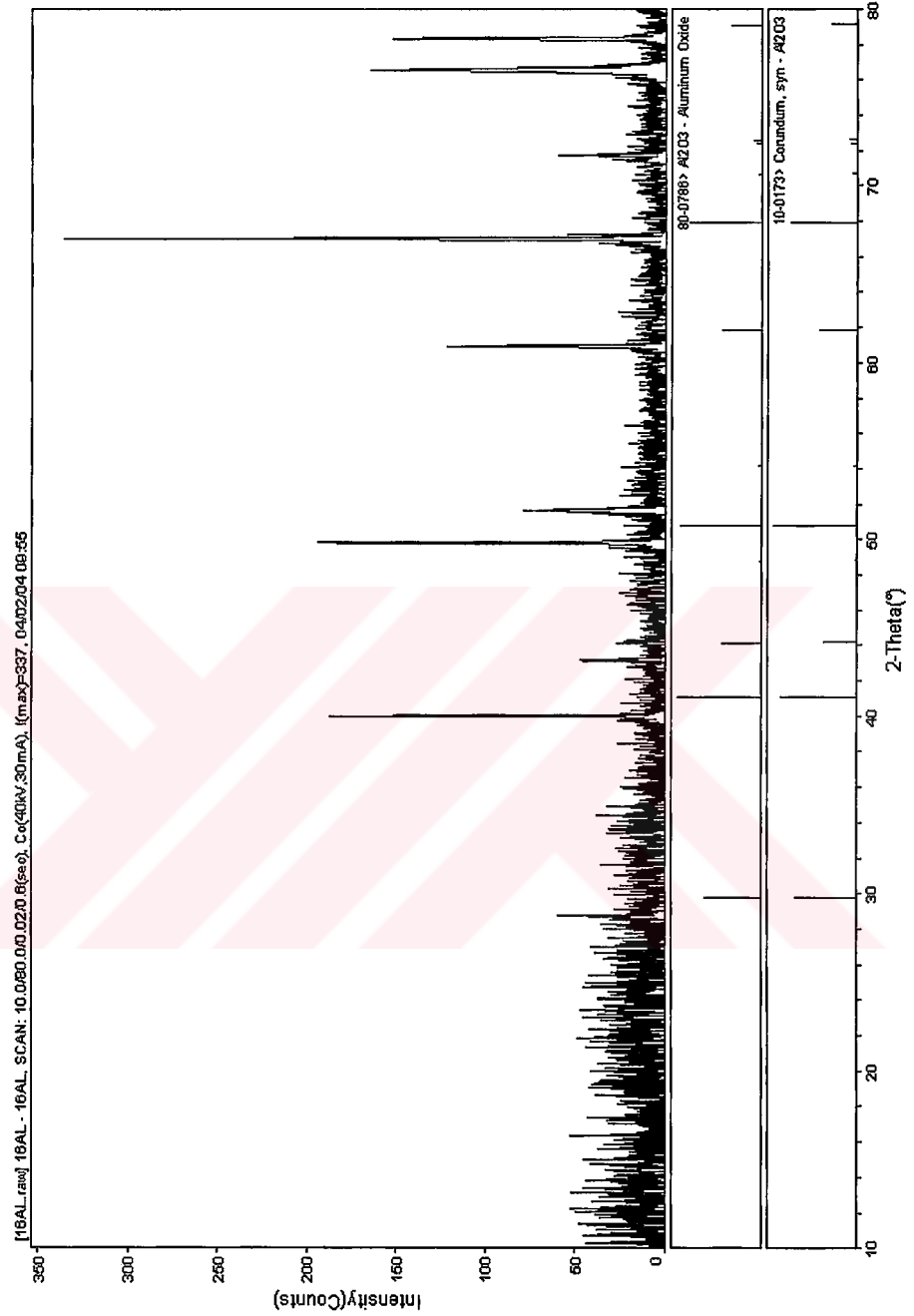


[Administrator] C:\Windmax\DATA\Filiz\Yildem> Thursday, Apr 08, 2004 04:14p (00D11A0EB)

Tablo A.14. 14ZTA-16ZTA-17ZTA diř seramik numunenin X-ışını analiz sonucunda grafikler birlikte gösterilmiştir.

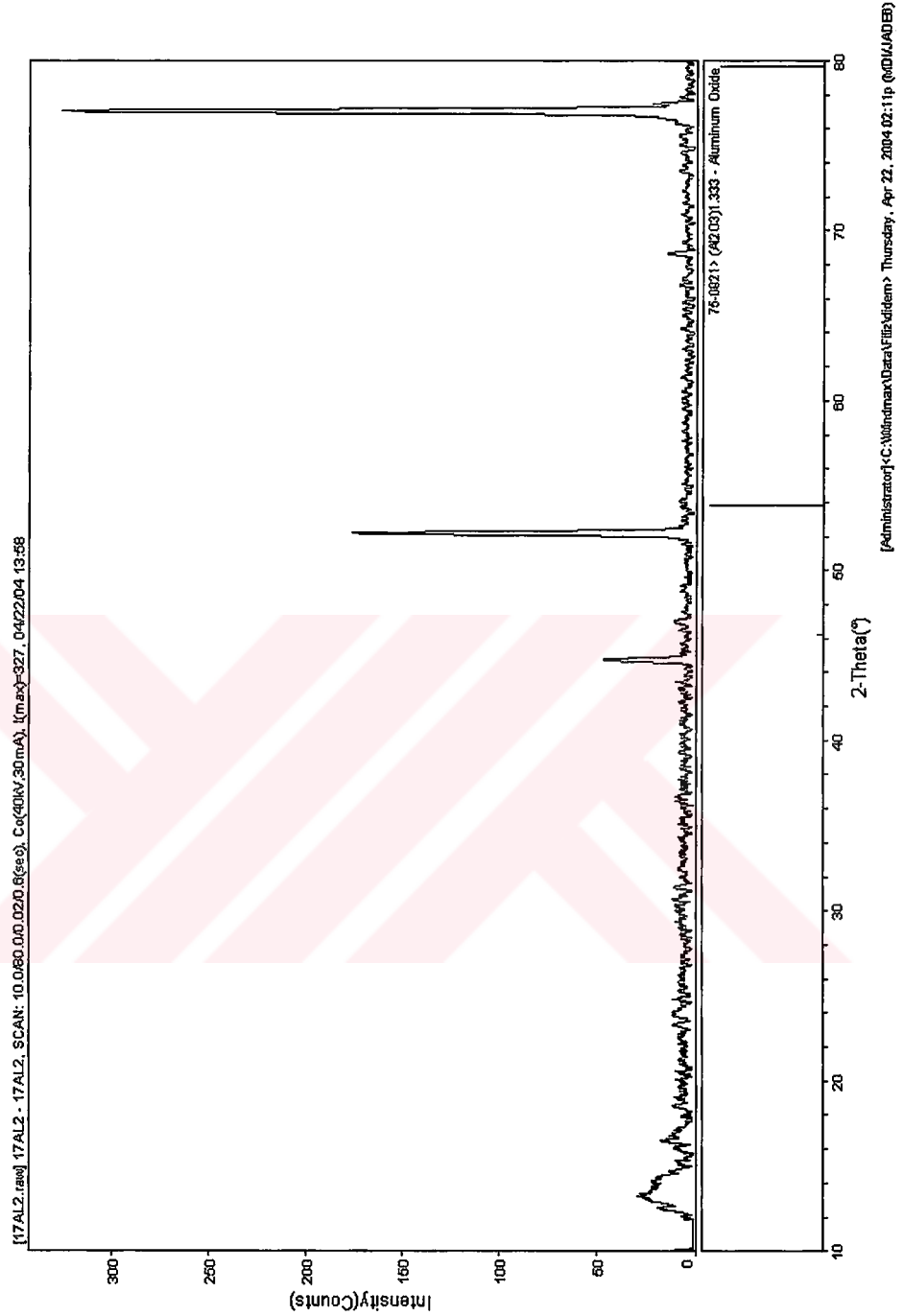


Tablo A.15. 16AL diř seramik numunenin X-ışını analiz sonucunda, Alumina' nın faz dönüşümü ve yapıdaki MgO' in faz dönüşümü görölmüşür.

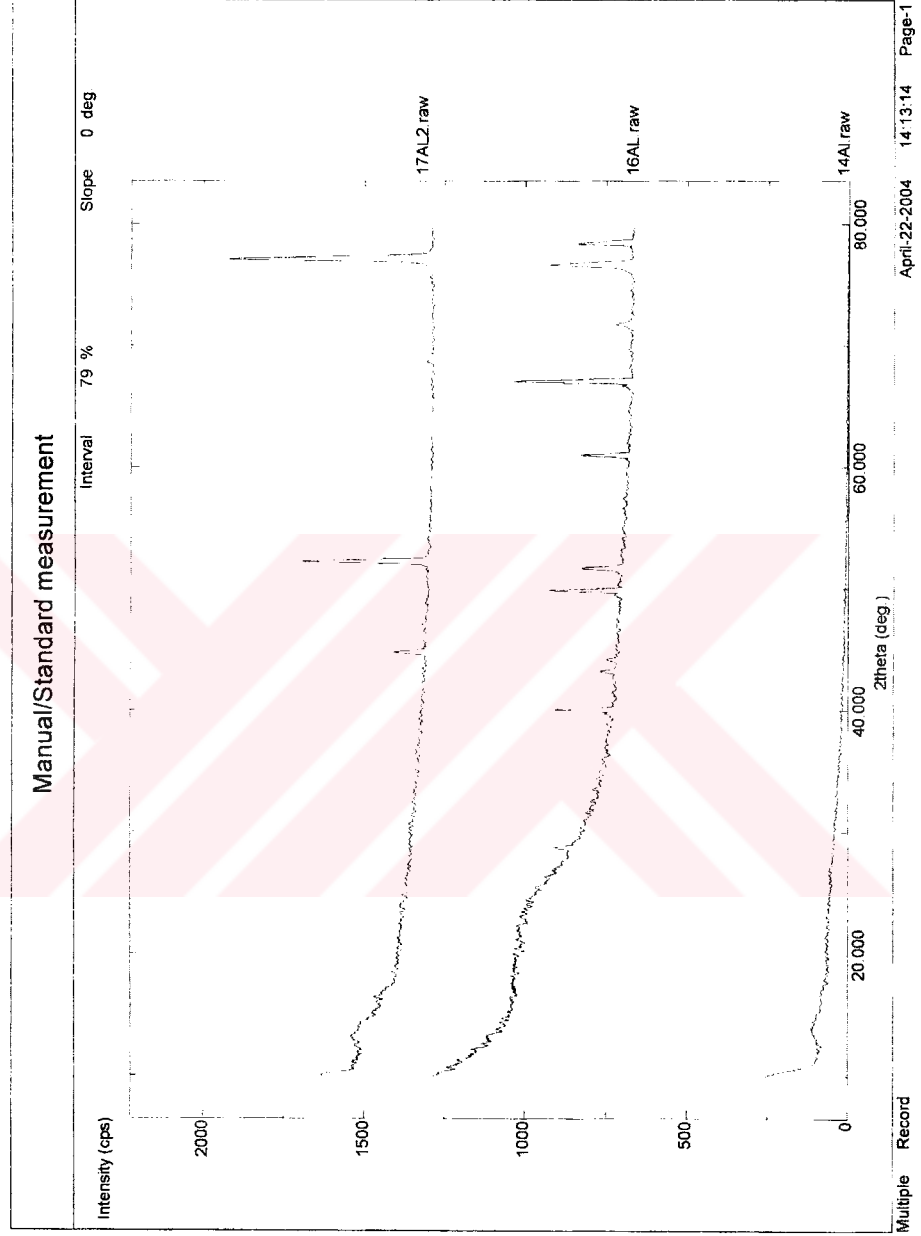


[Administrator] C:\06indmax\Data\Files\kadem> Thursday, Apr 22, 2004 01:31p 0601\AD05B)

Tablo A.17. 17AL diř seramik numunenin X-ıřını analiz sonucunda, ok yksek sıcaklıkta sadece almina' nın faz dnřm grlmřtr. Grafikte diğerk alanlar cam yapı olarak grlmřtr.



Tablo A.18. 14AL-16AL-17AL diř seramik numunenin X-ışını analiz sonucunda, grafiklerin birlikte gösterilmiştir. 17AL' nin amorf yapısı görölmüřtür.



ÖZGEÇMİŞ

1996 yılında Özel Marmara Lisesi Marmara Eğitim Kurumlarından mezun oldu. 2000 yılında Sakarya Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü'nden mezun oldu. 2001 yılında İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji Ve Malzeme Mühendisliği Seramik Programında yüksek lisans yapmaya hak kazandı. Mayıs-2004'den beri Ereğli Demir Çelik Fabrikaları A.Ş Pazarlama Kordinasyon Şefliğinde çalışmakta.

