



**TÜRKİYE CUMHURİYETİ
ANKARA ÜNİVERSİTESİ
SAĞLIK BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**



**SİNERLEME PARAMETRELERİNDEKİ
DEĞİŞİKLİKLERİN MONOLİTİK TRANSLUSENT
ZİRKONYA ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE
ETKİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ**

Caner ÖZTÜRK

**PROTETİK DİŞ TEDAVİSİ ANABİLİM DALI
DOKTORA TEZİ**

**DANIŞMAN
Prof. Dr. Gülşen CAN**

**ANKARA
2017**

**TÜRKİYE CUMHURİYETİ
ANKARA ÜNİVERSİTESİ
SAĞLIK BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**SİNERLEME PARAMETRELERİNDEKİ
DEĞİŞİKLİKLERİN MONOLİTİK TRANSLUSENT
ZİRKONYA ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE
ETKİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ**

Caner ÖZTÜRK

**PROTETİK DİŞ TEDAVİSİ ANABİLİM DALI
DOKTORA TEZİ**

**DANIŞMAN
Prof. Dr. Gülşen CAN**

**ANKARA
2017**

Ankara Üniversitesi

Sağlık Bilimleri Enstitüsü Müdürlüğü'ne,

Doktora tezi olarak hazırlayıp sunduğum “Sinterleme Parametrelerindeki Değişikliklerin Monolitik Transludent Zirkonya Özellikleri Üzerine Etkilerinin Değerlendirilmesi ” başlıklı tez; bilimsel ahlak ve değerlere uygun olarak tarafımdan yazılmıştır. Tezimin fikir ve hipotezi tümüyle tez danışmanım ve bana aittir. Tezde yer alan deneysel çalışma ve araştırmalar tarafımdan yapılmış olup, tüm cümleler, yorumlar bana aittir.

Yukarıda belirtilen hususların doğruluğunu beyan ederim.

Öğrencinin Adı Soyadı : Caner ÖZTÜRK

Tarih :

İmza :

Ankara Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü

Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalında

Caner ÖZTÜRK tarafından hazırlanan

“Sinterleme Parametrelerindeki Değişikliklerin Monolitik Transludent Zirkonya Özellikleri Üzerine Etkilerinin Değerlendirilmesi” adlı tez çalışması aşağıdaki jüri tarafından DOKTORA TEZİ olarak OY BİRLİĞİ ile kabul edilmiştir

Tez Savunma Tarihi: 20/02/2017

Prof. Dr. Ufuk HASANREİSOĞLU

Ankara Üniversitesi

Diş Hekimliği Fakültesi

Jüri Başkanı

Prof. Dr. Gülşen CAN

Aydın Üniversitesi

Diş Hekimliği Fakültesi

Üye

Prof. Dr. Lale KARAAĞAÇLIOĞLU

Ankara Üniversitesi

Diş Hekimliği Fakültesi

Üye

Prof. Dr. Selim ERKUT

Başkent Üniversitesi

Diş Hekimliği Fakültesi

Üye

Doç. Dr. Perihan OYAR

Hacettepe Üniversitesi Sağlık

Hizmetleri Meslek Yüksekokulu

Raportör

Tez hakkında alınan jüri kararı Ankara Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu tarafından onaylanmıştır.

Prof. Dr. K. Zafer KARAER

Sağlık Bilimleri Enstitüsü Müdürü

İÇİNDEKİLER

Etik Beyan	ii
Kabul ve Onay	iii
İçindekiler	iv
Önsöz	vi
Simgeler ve Kısaltmalar	vii
Şekiller	viii
Çizelgeler	ix
1. GİRİŞ	1
1.1. Zirkonya	1
1.2. Monolitik Zirkonya	4
1.3. Zirkonyanın Yapısal Özellikleri	5
1.4. Zirkonyanın Optik Özellikleri	8
1.5. Zirkonyanın Mekanik Özellikleri	10
1.6. Zirkonyanın Biyolojik Özellikleri	12
1.7. Sinterleme	13
1.8. X-Ray Kırınımı (XRD)	17
1.9. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM)	17
1.10. Renk	18
1.10.1. Renk Ölçümü	21
1.11. Yüzey Pürüzlülüğü	23
1.12. Esneklik Direnci	23
1.13. Tezin Amacı	24
2. GEREÇ VE YÖNTEM	26
2.1. Örneklerin Hazırlanması	27
2.2. Mikroyapısal Analiz (X-ray Kırınımı)	29
2.3. Tanecik Boyutu (SEM Analizi)	29
2.4. Renk Değişimi (ΔE)	30
2.5. Translusensi (T)	31
2.6. Yüzey Pürüzlülüğü (R_a)	31
2.7. Esneklik Direnci (σ)	32
2.8. İstatistiksel Analiz	33
3. BULGULAR	34
3.1. Mikroyapısal Analiz (X-Ray Kırınımı)	34
3.2. Tanecik Boyutu (SEM Analizi)	37
3.3. Renk Değişimi (ΔE)	41
3.4. Translusensi (T)	46
3.5. Yüzey Pürüzlülüğü (R_a)	51
3.6. Esneklik Direnci (σ)	55
4. TARTIŞMA	59
5. SONUÇ VE ÖNERİLER	69
ÖZET	71

SUMMARY	73
KAYNAKLAR	75
ÖZGEÇMİŞ	83



ÖNSÖZ

Öğrencilik yıllarımın başından, doktora eğitimimin sonuna kadar, herşeyden önce bana “DOĞRU” olmayı öğütleyen, desteğini ve sevgisini hep hissettiğim, öncelikle hocam sonra annem, ablam ve arkadaşım olan, mesleğe ve hayata dair tecrübelerini benimle esirgmeden paylaşan ve bana çok şey öğreten saygıdeğer danışman hocam Prof. Dr. Gülşen CAN’a,

Eğitimime sağladıkları katkılardan dolayı Ankara Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalı öğretim üyelerine,

Dostlukları, bilgi ve tecrübeleriyle doktora eğitimim boyunca bana hep destek olan Dr. Fehmi GÖNÜLDAŞ, Dr. Burcu BATAK ve Dr. Pınar ALTINCI’ya

Tez çalışmamın laboratuvar aşamalarındaki her türlü yardımı ve fedakârlığı için Mehmet Hazar ŞEREN’e

Doktora eğitimim boyunca güzel anlarımı paylaştığım sevgili asistan arkadaşlarıma,

Bir yerlerden beni muhakkak izlediklerini ve benimle gurur duyduklarını hissettiğim sevgili dayılarım Ali ERDOĞAN ve Hasan ERDOĞAN’a

Ve hayatımın her anında sonsuz ve karşılıksız sevgileri, destekleri ve fedakârlıkları ile bugünlere ulaşmamı sağlayan canım AİLEM’e,

Sonsuz teşekkürlerimi sunuyorum.

SİMGELER VE KISALTMALAR

Å	Angstrom
°C	Derece Santigrat
ΔE	Renk Değişimi
σ	Esneklik Direnci
μm	Mikron
dk	Dakika
EM	Elektron Mikroskobu
g/cm ³	Yoğunluk
GPa	Gigapaskal
HV	Yüzey Sertliği
HV/C	Munsell Hue-Value-Kroma
K	Isısal Genleşme Katsayısı
kV	Kilovolt
mA	Miliamper
mm	Milimetre
MPa	Megapaskal
N	Newton
nm	Milimetre
PSZ	Parsiyel Stabilize Zirkonya
Ra	Yüzey Pürüzlülüğü Birimi
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
T	Translusensi
t-m	Tetragonal fazdan monoklinik faza dönüşüm
TZP	Tetragonal Zirkonya Polikristali
WmK	Termal İletkenlik Katsayısı
X-ray	X Işını
XRD	X Işını Kırınımı
Y-TZP	İtrium ile Stabilize Tetragonal Zirkonya Polikristali
ZTA	Alumina ile Güçlendirilmiş Zirkonya

ŞEKİLLER

Şekil 1.1. Çift küre sinterleme modeli	15
Şekil 1.2. CIE Lab diagramı	20
Şekil 2.1. Sinterleme öncesi ve sonrası örneklerin görüntüsü	28
Şekil 2.2. Örneklerin final boyutlarının ölçümü	28
Şekil 2.3. X-ışını difraktometresi	29
Şekil 2.4. Taramalı elektron mikroskobu ve yüzeyi altın ile kaplamış örnek görüntüsü	30
Şekil 2.5. Dijital spektrofotometre	30
Şekil 2.6. Dijital spektrofotometre ve ölçüm yapılan siyah ve beyaz zeminler	31
Şekil 2.7. Profilometre ve örneklerin üzerinde ölçüm yapılan eksenler	32
Şekil 2.8. Universal test cihazı ve deney düzeneği	32
Şekil 3.1. Grup A alt gruplarında sinterleme sıcaklığı ve zamanının mikroyapı üzerine etkisi (X-ray kırınımı) bulguları	35
Şekil 3.2. Grup B alt gruplarında sinterleme sıcaklığı ve zamanının mikroyapı üzerine etkisi (X-ray kırınımı) bulguları	36
Şekil 3.3. Sinterleme sıcaklığı ve zamanına bağlı olarak tanecik boyutu değişimi	37
Şekil 3.4. Grup A alt grupları SEM görüntüleri	39
Şekil 3.5. Grup B alt grupları SEM görüntüleri	40
Şekil 3.6. Sinterleme sıcaklığı ve zamanına bağlı renk değişimi (ΔE)	42
Şekil 3.7. Sinterleme sıcaklığı ve zamanına bağlı translusensi (T) değişimi	47
Şekil 3.8. Sinterleme sıcaklığı ve zamanına bağlı yüzey pürüzlülüğü (R_a) değişimi	51
Şekil 3.9. Sinterleme sıcaklığı ve zamanına bağlı esneklik direnci (σ) değişimi	55

ÇİZELGELER

Çizelge 1.1.	Sinterleme Değişkenleri	14
Çizelge 2.1.	Gruplar ve örnek sayısı dağılımı	27
Çizelge 3.1.	Gruplar için ortalama tanecik boyutu değerleri	38
Çizelge 3.2.	Grup A ve Grup B için ortalama L_a ve b değerleri	41
Çizelge 3.3.	Grup A alt gruplar arasındaki Δe değerleri ortalama farklılıklar	44
Çizelge 3.4.	Grup B alt grupları arasındaki Δe değerleri ortalama farklılıklar	45
Çizelge 3.5.	Gruplar için A2 rengine göre ortalama renk değişimi (Δe) değerleri ve gruplar arasındaki ortalama farklılıklar	46
Çizelge 3.6.	Grup A alt grupları arasındaki translusensi (T) değerleri ortalama farklılıklar	48
Çizelge 3.7.	Grup B alt grupları arasındaki translusensi (T) değerleri ortalama farklılıklar	49
Çizelge 3.8.	Gruplar için ortalama translusensi (T) değerleri ve gruplar arasındaki ortalama farklılıklar	50
Çizelge 3.9.	Grup A alt grupları arasındaki yüzey pürüzlülüğü (R_a) değerleri ortalama farklılıklar	52
Çizelge 3.10.	Grup B alt grupları arasındaki yüzey pürüzlülüğü (R_a) değerleri ortalama farklılıklar	53
Çizelge 3.11.	Gruplar için ortalama yüzey pürüzlülüğü (R_a) değerleri ve gruplar arasındaki ortalama farklılıklar	54
Çizelge 3.12.	Grup A alt grupları arasındaki esneklik direnci (σ) değerleri ortalama farklılıklar	56
Çizelge 3.13.	Grup B grupları arasındaki esneklik direnci (σ) değerleri ortalama farklılıklar	57
Çizelge 3.14.	Gruplar için ortalama esneklik direnci (σ) değerleri ve gruplar arasındaki ortalama farklılıklar	58

1. GİRİŞ

1.1. Zirkonya

Doğal diş yapısına benzer, ideal bir restorasyon elde edilebilmek ve uygun restoratif materyaller üretebilmek dental materyaller bilimi için önemli bir çalışma alanıdır. Kron ve köprü protezlerinin yapımında uzun yıllar boyunca metal destekli seramik restorasyonlar kullanılmıştır. Tam seramik restorasyonların metal destekli porselen restorasyonlara göre estetik ve biyolojik üstünlükleri bu restorasyonların kullanımını gündeme getirmiştir. Yüksek biyouyumluluk, üstün renk ve estetik özelliklerinden dolayı tam seramik restorasyonlar protetik diş hekimliği uygulamalarında popüler hale gelmiştir. Tam seramik restorasyonlar arasında özellikle yüksek mekanik özelliklere sahip zirkonya restorasyonlar, yüksek biyouyumluluk, düşük termal iletkenliğe sahip olması, düşük alerjik potansiyeli gibi avantajları ile sabit restorasyonlar için yaygın olarak kullanılmaktadır.

Zirkonyum antik çağlardan beri bilinen bir materyaldir. Zirkonyum metalinin ismi Persçe de kullanılan Zar(altın) ve Gun(renk) kelimelerinden türetilmiş arapça Zargon (renkli altın) kelimesinden gelmektedir. Medikal uygulamalarda zirkonya olarak adlandırılan zirkonyum dioksit (ZrO_2) materyali ise 1789 yılında alman bir kimyacı olan Martin Heinrich Klaproth tarafından çekirdek yapıya ısıtma işlemi uygulanarak elde edilmiş ve uzun süre boyunca nadir oksitler ile seramik renklendirici ajan olarak kullanılmıştır. İyi kimyasal ve boyutsal stabilitesi, mekanik direnci, dayanıklılığı ve young modülünün paslanmaz çelik ile eşdeğer oluşu zirkonyanın seramik biyomateryal olarak kullanımını gündeme getirmiştir (Piconi ve Maccauro 1999).

Biyomateryal olarak zirkonya üzerinde ilk çalışmalar 16. yüzyılın sonlarında yapılmıştır. Zirkonyanın biyomedikal uygulamalarda kullanımı üzerine ilk yayın ise

Helmer ve Driskel tarafından 1969 yılında kalça protezi olarak zirkonyanın kullanılmasıyla ilgilidir (Helmer ve Driskell, 1969). İlk uygulamalarda materyalde katastropik kırılmalar meydana gelmiş, 2007 yılından itibaren bu kırılmanın sebebinin ise düşük sıcaklık bozunmasına bağlı olarak 20-250 °C sıcaklıklarda stabil olmayan tetragonal fazdan monoklinik faza dönüş olduğu tespit edilmiştir (Chevalier ve ark., 2011).

Materyalin ilk gelişim döneminde farklı kimyasal yapılarda zirkonyalar (ZrO_2 -MgO, ZrO_2 -CaO, ZrO_2 - Y_2O_3) biyomedikal uygulamalarda denenmiştir. İlerleyen dönemlerde araştırmacılar çalışmalarını daha çok Tetragonal Zirkonya Polikristali (TZP) olarak adlandırılan iyi bir tanecik altyapısına sahip seramikler üzerinde yoğunlaştırmıştır (Piconi ve Maccauro, 1999).

Diş hekimliğinde zirkonya ;

- Alümina ile güçlendirilmiş zirkonya (ZTA),
- Parsiyel stabilize zirkonya (PSZ),
- Tek fazlı polikristalin tetragonal zirkonya (TZP) olmak üzere 3 farklı yapıda kullanılmıştır.

Tetragonal zirkonya polikristalin yapının içine %2-3 oranında itrium oksit (Y_2O_3) ilavesi ile diş hekimliğinde en sık kullanılan oda sıcaklığında nanometre boyutlarında itria ile stabilize tetragonal zirkonya polikristali (Y-TZP) elde edilmektedir.

Diş hekimliğinde 1990 yılından itibaren ortodontik braket ve endodontik post uygulamalarında kullanılan zirkonya, dental CAD/CAM sistemlerinin gelişimiyle 1990'ların sonuna doğru protetik restorasyonlarda kullanılmaya başlanmıştır (Komine ve ark., 2010). CAD/CAM sistemlerinde zirkonya restorasyonlar, parsiyel sinterize ve green stage bloklardan yumuşak freze veya tamamen sinterize bloklardan sert freze

yöntemiyle yapılmaktadır. CAD/CAM sisteminde kullanılan zirkonya bloklar üç şekilde üretilmektedir.

1- Sinterize Olmayan (Green Stage) Zirkonya Bloklar; Y-TZP tozunun üretim aşamasında sinterleme işlemine tâbi tutulmadan sadece basınç uygulanarak sıkıştırılması sonucu hazırlanmaktadır.

2- Yarı Sinterize Zirkonya Bloklar(Presinterize veya Non-HIP); Y-TZP tozunun preslenebilmesi için pre-sinterizasyon sırasında elimine olan ve ZrO_2 'den ayrılması oldukça güç olan HfO_2 , Y-TZP tozunun içerisinde %2 oranında bulunmaktadır. Isı uygulamadan basınçla sıkıştırılan Y-TZP tozu 1350-1550 °C'da 2-5 saat süreyle pre sinterleme işlemine tabi tutulur. Yapıyı daha kompakt hale getiren sinterleme işlemi tam olarak uygulanmadığı için yapı oldukça porözdür ve mekanik özellikleri zayıftır. CAD/CAM sistemi ile aşındırma işlemi için belirli bir sertlikte hazırlanır. Sertlik değerinin artması aşındırma işlemini zorlaştırır. Zirkonya bloğun sinterlenmesi sırasında oluşan ortalama %25 büzülme sebebiyle restorasyonlar esas boyutundan daha büyük şekillendirilirler. Blokların renklendirilmesi, sinterleme işlemi öncesinde ya da sonrasında seryum, bizmut veya demir içerikli %0,01'lik solüsyonların içinde bekletilme ile gerçekleştirilir. Yapılan çalışmalarda bu renklendirme solüsyonlarının zirkonyanın kristal yapısını ya da mekanik özelliklerini etkilemediği belirtilmiştir (Kohorst ve ark., 2010).

3- Tam Sinterlenmiş Zirkonya Bloklar(Sinterize veya HIP); Y-TZP tozu öncelikle 1500 °C'de sinterlenerek %95 yoğunluğa ulaştırılır. Sonra partikül yoğunluğunu artırmak amacıyla 1000 bar basınç altında 1400-1500 °C arasına kadar izostatik bir ortamda genellikle argon gazı kullanılarak ısıtılır. Isıtma sonunda gri-siyah renk alan yapı, oksitlenip beyazlaşınca kadar atmosfer basıncı altında sinterleme işlemine devam edilir. Sinterleme işlemi tamamlandığında bloklar %99 yoğunluğa sahip olmaktadır.

CAD/CAM sistemlerinde, tam sinterlenmiş bloklara uygulanan sert freze yöntemi, tetragonal fazdan monoklinik faza dönüşümü tetikleyebilmektedir. Ayrıca

restorasyonda kırıklar oluşabilmekte ve yumuşak sinterlemeye göre daha fazla zaman kaybına sebep olmaktadır. Yarı sinterlenmiş bloklarda kullanılan yumuşak freze ise daha kolay ve daha hızlı bir yöntemdir. Sinterleme işlemi freze işleminden sonra yapıldığı için gerilim tipi streslerin sebep olduğu faz dönüşümleri minimize edilir. Att ve ark. (2009), pre-sinterize bloklardan elde edilen zirkonya restorasyonların, sinterize ve green stage bloklardan üretilenlerden daha başarılı olduğunu belirtmiştir. Komine ve ark. (2010), presinterize bloklardan üretilen dört üyeli köprü restorasyonların green-stage bloklardan üretilen restorasyonlardan daha iyi marjinal adaptasyona sahip olduğunu belirtmişlerdir (Kohorst ve ark., 2009; Luthardt ve ark., 2004; Tinschert ve ark., 2004).

Zirkonyanın yüksek kimyasal ve boyutsal stabilitesi, mekaniksel dayanıklılığı ve fraktür direnci restoratif diş hekimliği uygulamaları için idealdir (Aboushelib ve ark., 2005). Alt yapıların radyoopasitesi metaller ile kıyaslanabilir düzeydedir. Kenar uyumu kontrolü, fazla simanın uzaklaştırılması ve sekonder çürük teşhisi mümkündür (Raigrodski, 2004).

1.2. Monolitik Zirkonya

Seramik çelik olarak da adlandırılan zirkonya yüksek opasitesinden dolayı düşük estetik özelliklere sahiptir ve bu nedenle sabit restorasyonlarda altyapı materyali olarak kullanılmaktadır. Zirkonyanın altyapı materyali olarak kullanıldığı restorasyonlarda ise en büyük problem veneering porseleninde meydana gelen atma ve kopma problemleridir. Restorasyonun başarısı sadece alt yapıya değil veneering seramiğinin de başarısına bağlıdır.

Veneering porseleninde meydana gelen bu başarısızlığın ortadan kaldırılması için veneering porseleninden bağımsız olarak kullanılabilen monolitik zirkonya restorasyonların kullanımı gündemdedir. Monolitik zirkonya bloklarla veneering seramiğe gerek kalmaksızın daha translusent ve estetik restorasyonlar elde etmek mümkün hale gelmiştir. Güncel bir materyal olan translusent monolitik zirkonya materyali, estetik özellikleri artırılmış zirkonya materyalidir. Yüksek esneklik ve

kırılma dayanımı sayesinde posterior bölgede interokluzal mesafenin yetersiz olduğu durumlarda bile (0,5 mm) başarıyla kullanılabilmektedir (Jang ve ark., 2011). Cam seramiklerle göre daha düşük translusensi özelliklerine sahiptir. Fakat restorasyon kalınlık değişimlerine bağlı translusensi değişimlerine ise daha az hassastır (Rinke ve Fischer 2013; Vichi ve ark., 2011).

1.3. Zirkonyanın Yapısal Özellikleri

Zirkonya cam komponent içermeyen polikristalin yapıda polimorf bir materyaldir. Kristolografik olarak monoklinik, tetragonal ve kübik şekilli fazlarda bulunur. Saf zirkonya oda sıcaklığında monoklinik fazdadır ancak ısı uygulanmasıyla birlikte 1170 °C den sonra tetragonal, 2370 °C den sonra ise kübik faza dönüşür. Kübik faz ise erime sıcaklığı olan 2680 °C ye kadar stabildir.

Zirkonya yapısında, sıcaklığın tekrar 1170 °C nin yaklaşık 100 °C altına inmesiyle, tetragonal fazdan monoklinik faza dönüşüm başlar. Bu soğuma işlemi sırasında materyal yapısında %3-4 arasında hacimsel bir genişleme meydana gelir. Bu genişlemeye bağlı olarak oluşan stresler 1350 - 1700 °C arasında sinterlenen zirkonyanın oda sıcaklığına kadar soğuması esnasında yapısında kırılmalara yol açar.

Saf zirkonya yapısına stabilize edice oksitlerin eklenmesiyle (CaO, MgO, CeO₂, Y₂O₃) multifaz bir materyal olan parsiyel stabilize zirkonya geliştirilmiştir. Bu oksitlerden CaO ilk kez az miktarda yapıya eklenerek oda ısısında kübik fazın stabil kalması sağlanabilmiştir (Ruff ve ark., 1929). İtrium eklenmesiyle oda ısısında tetragonal fazın stabil olduğu ve daha dayanıklı olan Y-TZP üretilmiştir (Subbarao, 1981). Y-TZP yaklaşık olarak % 2-3 mol Y₂O₃ içermektedir ve yapı tamamen tetragonal taneciklerden oluşmaktadır. Materyalin yoğunluğu yaklaşık olarak >6 g /cm³, porözitesi <0,1 %, baskı dayanımı 2000 MPa, young modülü 210 GPa, ısısal genişleme katsayısı 11x10⁻⁶ K⁻¹, termal iletkenliği 2 W m K⁻¹ ve sertliği 1200 HV dir.

İtrium oksitin zirkonya içindeki konsantrasyonunun değiştirilmesi de materyalin mekanik özellikleri etkiler. % 2-3'lük konsantrasyonun artırılması, sistem içindeki tetragonal faz oranının azalmasına, tanecik boyutlarının ise artmasına sebep olur. Ayrıca % 2-3'lük konsantrasyonunun artırılması zirkonyanın sinterleme ısısının düşmesine, materyal yapısındaki kübik faz miktarının artmasına ve dolayısıyla kırılma dayanıklılığının azalmasına sebep olur.

Yarı kararlı tetragonal yapının doğası iyi anlaşılmalıdır. Tetragonal faz yapısına sahip zirkonyanın oda sıcaklığında kırılması ise matriks içerisinde bulunan tanecik boyutuna ve itria içeriğine bağlıdır. Kritik tanecik büyüklüğü durumunda, zirkonya yapısında faz dönüşümleri meydana gelebilmektedir ve bunu önlemek için ideal tanecik boyutu elde edilmelidir. İdeal kırılma sertliği için materyalin tanecik boyutunun 0,3 µm olması gerekmektedir. Uygun olmayan miktarlarda oksitlerin ilavesi, yüksek sıcaklıklar ve uzun sinterleme süresi gibi faktörler materyalin tanecik boyutlarının değişmesine sebep olmaktadır. Sonuç olarak materyal yapısal olarak zayıflamaktadır. Oda sıcaklığında tetragonal metastabil faz elde edilmesi için tanecik boyutu 0,8 µm nin altında olmalıdır. Tanecik boyutunun küçülmesi ise faz dönüşüm oranının azalmasına sebep olurken 0,2 µm nin altındaki değerlerde faz dönüşüm sertleşmesi gerçekleşmez ve materyalin mekanik özellikleri olumsuz etkilenir (Piconi ve Maccauro, 1999).

Hjerppe ve ark. (2009), artan sinterleme zamanının materyalin tanecik boyutunu arttırdığını fakat bu farkın anlamlı olmadığını tespit etmişlerdir. Öte yandan Jiang ve ark. (2011), Stawarczyk ve ark. (2013), Ebeid ve ark. (2014), ve Inokoshi ve ark. (2014), sinterleme parametrelerindeki değişikliklerin tanecik boyutu üzerine etkisini SEM analizi ile incelemişler, artan sinterleme sıcaklığı ve zamanının materyalin tanecik boyutunu arttırdığını tespit etmişlerdir.

İtrium ile stabilize edilen tetragonal zirkonyum polikristallerinin mekanik özellikleri, moleküllerin tetragonal fazdan monoklinik faza dönüşümüne bağlıdır. Zirkonya seramiklerde fraktür noktasında açığa çıkan gerilim stresleri tetragonal fazın monoklinik faza dönüşmesine sebep olmaktadır. Lokal olarak o bölgede hacimce % 3-

5 genleşme meydana gelmektedir. Hacim artışı fraktür noktasında sıkışma türü streslere yol açarak eksternal gerilme streslerini karşılar. Bu olgu dönüşüm güçlendirmesi veya “transformation toughening” olarak adlandırılmaktadır. Bu güçlendirme mekanizması fraktür ilerlemesini önlemez sadece materyal yapısal olarak daha güçlü hale gelir (Kosmac ve ark., 1999).

Transformasyon dayanımlı zirkonyanın ilginç bir özelliği ise yüzeyinde sıkışmaya bağlı oluşan yüzey yapısıdır. Yüzeydeki tetragonal tanecikler matriks tarafından sarılmaz. Dolayısıyla yüzeyde aşındırıcı uygulamalar sonucunda yüzeyin birkaç mikron derinindeki baskı streslerine bağlı olarak monoklinik faz dönüşümleri gerçekleşebilir.

Yüzey faz dönüşümleri ve buna bağlı oluşan yüzey sertliği zirkonyanın mekanik ve aşınma özelliklerini artırıcı rol oynamaktadır. Dönüşümün gerçekleştiği yüzeyin kalınlığı ise bu durumu sınırlandırıcı faktördür. Tetragonal fazdan monoklinik faza dönüşüm devam ettikçe yüzey kırıkları oluşabilmekte ve partiküllerin yüzeyden uzaklaşmasıyla birlikte mekanik dayanım ve aşınma üzerine katastropik etki yapmaktadır.

Tetragonal fazın kararlılığı ve zirkonyanın mekanik özellikleri, tanecik boyutuna ve yarı kararlı mikroyapıya bağlıdır. Zirkonyanın stabilitesi kendisinden beklenen uzun dönem başarı için anahtar faktördür. Zirkonyanın mekanik özellikleri yaşlanma adı verilen bozunma yani yarı kararlı tetragonal fazdan monoklinik faza dönüşümle gerçekleşir.

Bu bozunma aşağıdaki faktörlere bağlı oluşur (Swab,1991);

- 1- En önemli kritik değer sinterleme işlemini takiben soğuma esnasındaki 200-300 °C dir.
- 2- Yaşlanma; dayanım, direnç ve yoğunlukta düşüşe sebep olur monoklinik faz miktarı artar.

- 3- Mekanik özelliklerdeki bozunma tetragonal fazdan monoklinik faz (t-m) dönüşümüne bağlı olur ve materyal için makro ve mikro kırıklar meydana gelir.
- 4- Faz dönüşümü yüzeyde oluşur ve materyalin gövdesine doğru ilerler.
- 5- Tanecik boyutundaki azalma veya stabilite edici oksitlerin artırılması ile faz dönüşümü engellenebilir.
- 6- Nemli ya da ıslak ortam bu faz dönüşümünü artırır.

Hjerppe ve ark. (2009), termal siklus uygulanmış zirkonya materyalinin yapısında faz dönüşümü olduğunu tespit etmişlerdir. Ebeid ve ark. (2014), farklı sinterleme koşullarında üretilen zirkonyaların yapısındaki faz dönüşümlerini incelemişler ve materyal yapısında sadece tetragonal faz olduğunu tespit etmişlerdir. Inokoshi ve ark. (2014), artan sinterleme sıcaklığı ve zamana bağlı olarak materyal yapısında faz dönüşümü olduğunu, kübik fazın materyal yapısında tespit edildiği, yüksek sıcaklıklarda materyalde tetragonal fazdan monoklinik faza dönüşüm olduğunu ve materyal yapısındaki itria miktarındaki artışın materyal yapısındaki kübik fazın artışına sebep olduğunu belirtilmişlerdir. Preis ve ark. (2015), yüzey işlemleri uygulanmış zirkonya örnekler üzerinde faz dönüşümlerini değerlendirmişler, materyal yapısında monoklinik faza dönüşüm olduğunu herhangi bir işlem uygulanmamış örneklerde ise faz dönüşümü olmadığını tespit etmişlerdir.

1.4. Zirkonyanın Optik Özellikleri

İtria ile stabilize tetragonal zirkonya polikristali diş hekimliğinde kullanılan en dayanıklı seramik malzeme olmasına rağmen estetik özellikleri ve optik özellikleri (transluseri) materyalin dezavantajıdır. Özellikle anterior bölgede doğal dişlerin mevcut olduğu durumlarda restorasyonun ışığı yansıtma ve dağıtma özelliklerinin doğal dişle benzerlik göstermesi gerekmektedir. Zirkonyanın opak yapısı ise bu vakalarda olumsuz durum teşkil etmektedir. 10 yıllık bir süre zarfında yapılan araştırmalara ve gelişmelere bağlı olarak Y-TZP nin transluserisi materyalin densitesi artırılarak ve yapıdaki alümina ortadan kaldırılarak, artırılmıştır. Fakat bu transluseri değerleri sadece materyalin belirli bir kalınlığın altında olduğu durumlarda (0,5 mm)

sağlanabilmektedir. Yeni geliştirilen yüksek translusent monolitik zirkonya materyali ile daha estetik sonuçlar elde etmek mümkündür ancak cam seramik materyallerle karşılaştırıldığında zirkonya daha az translusent olup farklı kalınlıklardaki translusensi değişimine daha az hassastır (Wang ve ark., 2013).

Zirkonyanın translusensisi yapısındaki gözeneklerin (porların) miktarı azaltılarak artırılabilir. 200-400 μ boyut aralığında toplam hacimsel olarak % 0,05 gibi küçük bir değerdeki gözenek yapısı materyalin ışık geçirgenliğini azaltmaktadır. Zirkonyanın estetik özellikleri reziduel poroz miktarı ve nanometrik mikroyapı özellikleri geliştirilerek artırılabilir. Tanecik boyutunun 40 nm den küçük olduğu zirkonya materyali %50 ışığı yansıtma özelliğine sahiptir (Zhang ve ark., 2012). Materyalin nanometrik yapısı ve gözenek karakteristiği ise; blokların preslenme tekniği ,sinterleme parametreleri ve başlangıç partikül boyutu ile değiştirilebilir (Jiang ve ark., 2011).

Materyal yapısına eklenen bazı maddeler de zirkonyanın optik özelliklerini etkilemektedir. Örneğin alümina partikülleri materyal yoğunluğunu artırmakla birlikte tanecik boyutunu artırarak materyalin translusensini düşürmektedir. Bu sebeple üretici firmalar materyal yapısından alüminayı uzaklaştırmıştır. Öte yandan araştırmacılar materyalin optik özelliklerini artırmak için ışık geçirgen olan materyalin kübik fazını kullanmayı tercih etmiştir. Fakat kübik fazda materyalin direncinin tetragonal faza göre üç kat azaldığı belirtilmiştir (Zhang, 2014).

Seramik materyallerde translusensi; materyalin kalınlığına ve içeriğindeki kristal yapıya bağlıdır. Sinterleme parametreleri bu yapı içerisindeki kristal yapıyı etkiler dolayısıyla materyalin translusensisi üzerinde sinterleme parametrelerinin doğrudan etkisi vardır. Yapılan çalışmalarda, artmış sinterleme zamanının (holding time) zirkonyanın tanecik boyutunu arttırdığı ve tanecik boyutunun artmasından dolayı translusensiyi etkilediği belirtilmiştir (Ebeid ve ark., 2014; Jiang ve ark., 2011).

1.5. Zirkonyanın Mekanik Özellikleri

Kırılğan seramik materyallerin mekanik özellikleri; kırılma dayanımı, esneklik direnci ve yüzey pürüzlülüğü ile karakterizedir (ISO6862, 2008). Zirkonyanın mekanik özelliklerini etkileyen faktörler şöyle sıralanabilir; Stabilize edici itriyum oksitin (Y_2O_3) miktarı, zirkonya partiküllerinin boyutu ve şekli, üretim şekli ve sinterleme parametreleri, aşındırma ve yüzey uygulamaları, sıcaklık, nem, zaman, materyalin içindeki makro ve mikro çatlakların miktarı ve dağılımı ve materyal yapısındaki faz dönüşümleridir (Kelly ve Denry, 2008; Sundh ve ark., 2005).

Geleneksel olarak hazırlanan feldspatik porselen camsı bir materyaldir ve esneklik direnci yaklaşık olarak 100 MPa dır. Bu materyal molar bölgedeki çiğneme kuvvetlerini karşılayamamaktadır. Özellikle, Y-TZP daha iyi mekanik özelliklere, üstün kırılma dayanımına ve esneklik direncine sahiptir (Christel ve ark., 1989; Guazzato ve ark., 2004).

Zirkonyanın dayanıklılığı iki temel faktöre bağlıdır;

- 1- Isı genleşme katsayısı farklılığı; zirkonyanın içinde bulunan kübik ve tetragonal fazlar arasındaki ısı genleşme katsayısı farkıdır. Tetragonal fazın ısı genleşme katsayısı $6,5 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}$ iken, kübik fazın $10,5 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}$ 'dir. Aradaki katsayı farkı zirkonya içinde mikro çatlaklar oluşturarak iç gerilim ortaya çıkarmaktadır. Mikroçatlakların meydana gelmesi büyük çatlakların oluşmasına neden olabilecek enerjiyi dağıtmaktadır (Ardlin, 2002; Chevalier, 2006).
- 2- İç stres oluşumu; yarı stabil itria ile güçlendirilmiş bir restorasyonun yapısında kübik matriks içerisinde tetragonal ve monoklinik fazlar homojen olarak dağılmıştır. Kübik matriks içinde düzenli olarak yayılmış halde bulunan tetragonal faz uygulanmaya başlayan baskı sonucunda daha hacimli olan monoklinik faza geçiş yapmaktadır. Bu faz değişimi sırasında

kristallerdeki yaklaşık olarak % 4 oranındaki hacim artışı nedeniyle kübik matriks içerisinde basma gerilmeleri ile iç stres açığa çıkmaktadır. Bu gerilim alanları ise çatlak ilerlemesini önleyeci etki yaparak, zirkonyumun kuvvetler karşısındaki mekanik özelliklerini iyileştirmektedir. Bu nedenle zirkonya seramikleri akıllı seramikler olarak da adlandırılmaktadır (Garvie ve ark., 1975).

Önceki çalışmalarda zirkonya için ortalama esneklik direnci 608-1540 MPa aralığında olduğu ve bu farklılıkların materyalin yüzeyine uygulanan işlemlere (kumlama vs.) bağlı olarak ortaya çıktığı belirtilmiştir (Denry ve Holloway, 2006; Kosmaç ve ark., 1999). Ayrıca sinterleme parametrelerindeki değişikliklerin de materyalin esneklik direnci üzerinde etkili olduğunu belirten çalışmalar mevcuttur. Stawarczyk ve ark. (2013), artan sinterleme sıcaklığı ile zirkonyanın esneklik direncinin azaldığını belirtmişlerdir. Öte yandan sinterleme parametrelerindeki değişimlerin materyalin esneklik direnci üzerine etkisi olmadığını belirten çalışmalarda mevcuttur (Ebeid ve ark., 2009; Hjerpe ve ark., 2009).

Yüzey pürüzlülüğü, materyal yapısı ve üretim şekline bağlı olarak materyal yüzeyinde oluşan düzensizlikler olarak tanımlanabilir ve mikrometre (μm) ile ölçülür. Pürüzsüz yüzeyler hasta konforu açısından önemli olmakla birlikte 0,3 μm lik bir pürüzlülük hasta tarafından algılanabilmektedir. İdeal olarak bir restorasyonun dış yüzeyi peridontal sağlık ve estetik nedenlerden dolayı pürüzsüz olmalıdır. Plak akümüasyonu için kritik pürüzsüzlük miktarı 0,2 μm dir (Bollen ve ark., 1997; Teughels ve ark., 2006). Bunun sonucunda ise diş çürükleri, gingivitis, periodontitis gibi problemler ortaya çıkar. Öte yandan Heintze ve ark. (2008), pürüzlü yüzeylerin materyalin kırılma direncini azalttığını bildirmişlerdir. Zirkonya restorasyonlar için yüzey pürüzlülüğünde meydana gelen değişiklikler materyalin aşındırma özelliğini etkiler. Üretim aşamasında ve klinik uygulamalarda diş hekimi tarafından yapılan yüzey manuplasyonları materyalin aşındırma özelliği üzerinde doğrudan etkilidir. Ayrıca yüzey pürüzlülüğünde meydana gelen bu değişikliklerin faz dönüşümüne de sebep olduğu önceki çalışmalarda belirtilmiştir (Vagkopoulou ve ark., 2009). Preis ve ark. (2015), uygun parlatma işleminin materyalin yüzey pürüzlülüğünü ve

yüzeydeki faz dönüşümlerini azalttığını belirtmişlerdir. Ayrıca iyi bir şekilde parlatılmış zirkonya yüzeylerin cam seramiklere göre karşıt dişte daha az aşındırma yaptığı belirtilmiştir (Luthardt ve ark., 2002).

Genel olarak, yüzey pürüzlülüğü ile ilgili çalışmalar zirkonyaya uygulanan yüzey işlemlerinin etkilerini incelerken, sinterleme parametrelerindeki değişikliklerin zirkonyanın yüzey pürüzlülüğü üzerine etkisini inceleyen yeterli çalışma mevcut değildir. (Presi ve ark., 2015; Vagkopoulou ve ark., 2009). Ebeid ve ark. (2014), sinterleme parametrelerindeki değişikliklerin yüzey pürüzlülüğü üzerine etkisi olmadığını belirtmişlerdir.

1.6. Zirkonyanın Biyolojik Özellikleri

Zirkonyanın biyoyumluluğu in vitro ve in vivo çalışmalarla değerlendirilmiş ve doku cevabının diğer seramiklere göre daha iyi olduğu belirtilmiştir (Glauser ve ark., 2004; Canullo, 2007). Farklı seramiklerle yapılan sitotoksikite çalışmalarında gingival fibroblast hücrelerinde materyalin herhangi bir sitotoksik etki yapmadığı belirtilmiştir (Uo ve ark., 2003). Fibroblastlar, kan hücreleri ve osteoblastlar gibi hücre kültürleriyle yapılan çalışmalarda zirkonya materyali arasında herhangi bir sitotoksik reaksiyon gözlemlenmemiştir (Piconi ve Maccauro, 1999). Piconi ve ark. (2003), farklı fiziksel yapılardaki zirkonya seramikleri sitotoksikite açısından değerlendirmiş herhangi bir reaksiyona rastlamamışlardır. Kimyasal çözünme testleri ve %4 asetik asitle yapılan yaşlandırma çalışmaları sonucunda ise materyal yapısındaki çözünme miktarının kabul edilebilir sınırlarda olduğu tespit edilmiştir (Ardlin, 2002).

Zirkonyum doğada saf halde bulunmaz. Oksit ya da silikat formda bulunur. Silika formda ise yapısında yoğun konsatrasyonda U-235, U-238 ve Th-232 radyonuklid zincirleri olan rutile, ilmenit monazitin, halinde bulunur. Zirkonya ve uranyum dioksit doğada yaygın şekilde bileşik halinde bulunur. Bazı çekirdek yapılarda uranyum oranı %3 ün üzerindedir ve bazı granit taşlarında uranyum ve thoryum zirkonya ile birlikte tespit edilmiştir (Piconi ve Maccauro, 1999). Zirkonya üretim aşaması ise bu elementlerin etkin şekilde yapıdan uzaklaştırılmasını sağlar.

Fakat uranyum ve thoryum bazı zirkonya tozlarında belirli oranlarda bulunabilmektedir, bu oran ise toz üretim aşamasına ve elde edilen saflık miktarına bağlıdır. Bu safsızlık yapısına sahip seramiklerin biyomateryal olarak kullanımı uygun değildir. Yüksek oranda saf hale getirilmiş TZP seramiklerin doğal yapısı nedeniyle sahip oldukları radyoaktif aktiviteleri, alümina, titanyum ya da krom-kobalttan daha fazla olsa da, Uluslararası Radyasyondan Korunma Komisyonun kabul ettiği dozun daha altındadır. Bu sonuçlar daha önce yapılan çalışmalarla desteklenmiştir (Fujisawa ve ark., 1996; Picconi ve Maccauro, 1999).

1.7. Sinterleme

Sinterleme, gözenekli yapıda bir form kazandırılmış tozların 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 olarak tanımlanabilir. Sinterleme metal ve/veya seramik tozlardan ısı enerjisiyle yoğun malzemeler elde edilmesi tekniğidir.

Sinterleme bir üretim sürecidir; istenilen yoğunlukta (yoğunluk kontrollü) malzeme üretilmesine olanak veren bir tekniktir. Malzeme bilimini oluşturan dört temel unsurdan sentez/süreç elemanı içerisinde sınıflandırılabilir. Sinterlemede amaç, tekrarlanabilir bir süreçte kontrol edilebilir sinterleme değişkenlerinin yardımıyla tasarlanmış yoğun bir mikroyapı elde etmektir. Mikroyapı kontrolü, tanecik boyutu, materyal yoğunluğu, gözenek dağılımı ve fazların dağılımının kontrolü demektir. Mikroyapı kontrolünün genel amacı ise ince taneli tam yoğun malzeme elde etmektir (Kang, 2005).

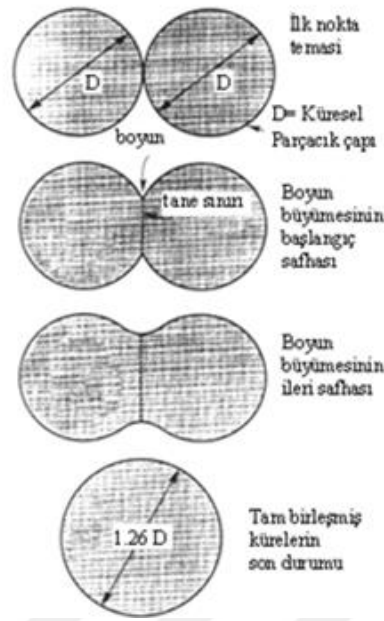
Sinterleme süresi kullanılan malzemeye göre değişir. Sinterleme sıcaklığı yükseldikçe sinterleme süresi kısalır. Toz kütlelerinde, sahip oldukları büyük yüzeylerden dolayı yüzey enerjisi bulunur. Sinterleme sırasında tozların birbiriyle bağlanması ve toz yüzeylerinin düzelmesiyle yüzey alanları azalır. Böylece yüzey enerjisi de azalır. Sinterleme işleminde değişkenler hammadde değişkenleri ve süreç

değişkenleri olmak üzere ikiye ayrılır. Çizelge 1.1’ de sinterleme üzerinde etkili olan değişkenler görülmektedir (Kang, 2005).

Çizelge 1.1. Sinterleme değişkenleri

Hammadde Değişkenleri		Süreç Değişkenleri
Seramik Tozlarla İlgili Fiziksel Değişkenler	Seramik Tozlarla İlgili Kimyasal Değişkenler	—Sıcaklık —Zaman —Basınç —Atmosfer —Isıtma ve soğutma hızları vb.
—Şekil —Boyut —Tanecik boyutu dağılımı —Topaklanma —Karışım vb.	—Bileşen —Safsızlık —Stokiyometrik olmama —Homojenizasyon vb.	

Sıkıştırılmış toz parçalar arasındaki bağlantı yapışma, mekanik kitlenme ve benzeri türden zayıf bağlar olup kristal kafes içerisindeki bağ dayanımına kıyasla çok zayıf kalmaktadır. Bu sebeple; sıkıştırılmış ham yoğunluktaki T/M parçalarına mukavemet ve yüksek yoğunluk kazandırmak amacıyla ergime noktasının altındaki sıcaklıkta ısıtma işlemi uygulanır. Sinterlemenin başlaması noktasal olarak temas halinde bulunan toz parçacıklarının katı-hal bağına dönüşümü ile olur. Sinterleme işlemi sırasında, nokta teması ile başlayan, ara parçacık bağının gelişmesi ile devam eden mekanizmaya çift küre sinterleme modeli denilmektedir (Şekil 1.1). Bu modelde, parçacık temasının sonucunda oluşan boyun büyümesiyle yeni bir tane sınır oluşur ve iki parçacık tek bir parçacık oluşturacak şekilde birleşir. Sinterleme sıcaklığı, tek bileşenli sistemlerde materyalin ergime sıcaklığının 2/3 veya 4/5’i alınarak tespit edilirken, birden fazla bileşenli sistemlerde ise sinterleme sıcaklığı, ergime sıcaklığı yüksek olan bileşenin ergime sıcaklığının altında, ergime sıcaklığı düşük olan bileşenin ergime sıcaklığının üzerinde seçilir.



Şekil 1.1. Çift küre sinterleme modeli

Güncel zirkonya materyalleri genellikle 1350 °C ile 1600 °C arasında sinterlenmektedir. İtium yüksek sinterleme sıcaklıklarında tanecik yapısı içine katılmaktadır (Scott, 1975). 1600 °C den yüksek sinterleme sıcaklıkları ise tanecik boyutunda aşırı büyümeye ve zirkonya mikroyapısındaki boşlukların artmasına sebep olmaktadır. Yapılan çalışmalarda 1400 °C altındaki sinterleme sıcaklıklarında materyalin mekanik ve optik özelliklerinin istenilen seviyede olmadığı gözlemlenmiştir (Jang ve ark., 2011; Stawarczyk ve ark., 2013).

Fabrikasyon prosedürleri zirkonya materyalinin translusensisi üzerine etkilidir. Başlangıç partikül boyutu, sinterleme sıcaklığı artış oranları, sinterleme sıcaklığı ve atmosferi materyal translusensisini etkileyen faktörlerdir. Bu faktörlerin yanında final sinterleme sıcaklığı, materyal densitesi ve zirkonyanın mikroyapısı üzerinde etkili esas faktördür.

Düşük sıcaklıklarda zirkonyum yapısında meydana gelen bozunmalar ve materyal direnci birçok faktöre bağlıdır. Bu faktörler; stabilize edici oksitin miktarı, stabilizatörün dağılımı, faz kompozisyonu, tanecik boyutu ve dağılımı ve sekonder fazların varlığıdır. Belirtilen bu faktörler birbirlerine bağımlı olmakla birlikte, büyük

ölçüde sinterleme faktörlerinden etkilenmektedir. Stabil bir zirkonya elde etmek için sinterleme koşulları predominant faktörler olarak karşımıza çıkmaktadır (Hallman ve ark., 2012). Ancak dental araştırmalarda bu koşulların etkisini inceleyen çok az çalışma mevcuttur (Hallman ve ark., 2012).

Yüksek sinterleme sıcaklıkları ve zamanı dental zirkonyanın faz kompozisyonunu, mikroyapısını ve mekanik özelliklerini etkileyebilmektedir. İnokoshi ve ark. (2014), artmış sinterleme zamanı ve 1450 °C üzerindeki sıcaklıklarda zirkonya yapısında kübik fazın arttığını belirtmiş ve 1650 °C de dört saat sinterlenen zirkonya materyalinin yapısında monoklinik fazın yüksek oranda tespit etmişlerdir. Bu çalışmada artan sinterleme sıcaklığı ile birlikte tanecik boyutunun arttığı ve artmış tanecik boyutuna sahip zirkonyanın içerisinde stabilizatör miktarında azalma olduğu ve böylece daha az stabil olan zirkonya materyainin özelliklerinin olumsuz etkilendiği bildirilmiştir.

Yeni geliştirilen monolitik zirkonya materyali direkt olarak ağız içi koşullarla ilişki içindedir ve bu durum materyalin stabilitesini olumsuz etkileyebilmektedir. Öte yandan önceki çalışmalarda başarılı estetik restorasyonlar elde edebilmek için translusensi primer faktörlerden biri olarak kabul edilmektedir. Ancak sinterleme sıcaklığının materyal translusesisi üzerine etkisi inceleyen yeterli çalışma mevcut değildir (Jiang ve ark., 2011). Seramiklerde translusensi, materyal kalınlığı ve kristalin içerikten etkilenir. Sinterleme parametreleri ise kristalin yapı üzerinde etkilidir (Tsukuma ve ark., 1984). Sinterleme sıcaklığındaki bekleme süresinin tanecik boyutunda artışa sebep olduğu ve dolayısıyla translusensiyi etkilediği belirtilmiştir. 1600 °C üzeri sıcaklıklarda sinterlenen zirkonyanın esneklik direncinin azaldığı ve translusensisinin arttığı söylenebilir. Genel olarak seramikler için düşük esneklik direnci gösteren materyalleri yüksek translusensisi olduğu belirtilmiştir (Matsui ve ark., 2009).

1.8. X-Ray Kırınımı (XRD)

Bir malzemenin atomik yapısını görüntülemek, yüksek çözünürlüğe sahip çeşitli elektron mikroskopları kullanarak mümkündür. Fakat bilinmeyen yapıları belirtmek veya yapısal parametreleri tayin etmek için kırınım tekniklerini kullanmak gerekir. Katıların kristal yapılarını incelemek için en çok kullanılan kırınım tekniği X-ray kırınımıdır (XRD).

X-ray kırınımı pek çok bilimsel alana temel teşkil etmektedir. Bu yöntem, muhtelif malzemelerin özellikle mineral ve alaşımların, atom büyüklüklerini, kimyasal bağlarının uzunluklarını ve türleri ile atomik ölçek farklarını bulmakta kullanılmıştır. X-ray kırınımı hala yeni malzemelerdeki atomik yapının tanımlanması ve farklı deneylere konu olan malzemeler arasındaki benzerliklerin anlaşılması için kullanılan başlıca yöntemdir.

Bu teknik ince kalınlıktaki materyallerin analizi için uygundur. X ışınlarının dalga boyları, yoğunlaştırılmış maddedeki atomik mesafeler ölçüsündedir ve bu özellik, yapısal araştırmalarda kullanılmalarını sağlar. X-ray kırınım teknikleri, yıkıcı değildir ve incelenen numuneye zarar vermez (Ealick, 2000).

X-Ray kırınım metoduyla elde edilen profillerin yorumlanması ilkesine dayanan analizler elde edilebilecek bilgiler şunlardır; numuneyi oluşturan bilinmeyen kristalin fazın nitel mineralojisi, karışım halindeki kristalin fazların nitel mineralojisi, kristalin materyalin kristalinite özellikleri, kristal birim hücre parametrelerinin tespiti ve kristallerin termal genleşme katsayılarıdır (Cullity, 1996).

1.9. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM)

Taramalı elektron mikroskopu (SEM), birçok dalda araştırma-geliştirme çalışmalarında, mikro elektronikte yonga üretiminde, sanayinin değişik kollarında hata

analizlerinde, biyolojik bilimlerde, tıp ve kriminal uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır.

Elektron mikroskobu (EM) yüksek büyütme yapar ve büyük bir alan derinliğine sahiptir, yani yüksek rezolüsyonlu görüntüler oluşturur. Görüntünün kalitesi, netliği ve detay zenginliği rezolüsyona bağlıdır ki EM’da bu oran 2-20 Å dur (Benjamin ve Raymond, 1978; Bozzola ve Russell, 1998).

SEM ile biyolojik, botanik, hücre biyolojisi, tıp (adli tıp, anatomi, mikrobiyoloji, biyokimya, fizyoloji, toksikoloji, patoloji), madde bilimleri ve yeryüzü bilimlerinden elde edilen örnekler 100 000 kez büyütülerek yüzey yapıları görüntülenebilir ve yüzeyde meydana gelen farklılıklar değerlendirilebilir (Benjamin ve Raymond, 1978; Bozzola ve Russel, 1998). Bitki ve hayvan dokuları, mikroskobik kristallerin, metallerin, plastiklerin ve seramiklerin yapısının incelenmesi SEM’in kullanılabileceği alanlar arasındadır.

SEM’de yüzeyin görüntülenmesi için elektronları yansıtacak bir madde ile yüzeylerin kaplanması gereklidir. Bu madde altın veya palladyumdur. Kaplamanın kalınlığı örneğe göre ayarlanır ve genellikle bu kalınlık 100 Å dur. Kaplamada kullanılan materyalin, yüzeyde küme şeklinde toplanmamasına dikkat edilmelidir (Bozzala ve Russel, 1998).

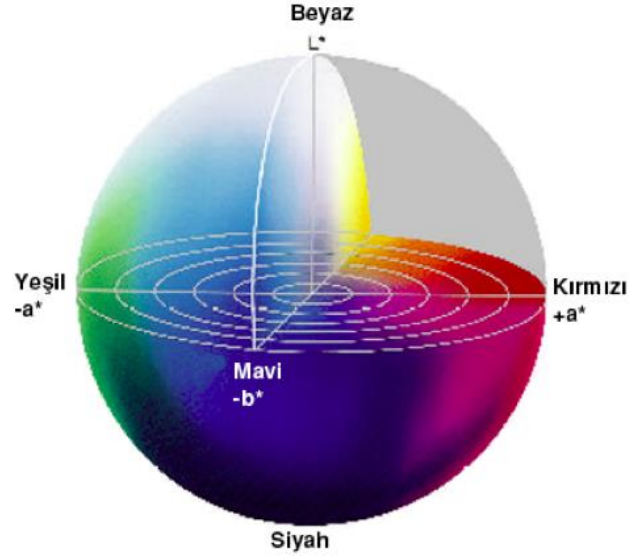
1.10. Renk

Işık, dalga boyu nanometrelerle ifade edilen, görünür bir elektromanyetik enerji olarak tanımlanır (Rosenstiel ve ark., 2001). Işık spektrumundaki üç temel renk kırmızı, yeşil ve mavi-menekşe iken, opak pigmentlerin temel renkleri kırmızı, sarı ve mavidir. Renk, ışık enerjisinin fiziksel olarak bir obje ile karşılaşması ve bu olayın da bir gözlemci tarafından psikofiziksel olarak algılanması ile oluşur. Gözün en hassas olduğu renk ise 550-570 nm dalga boyundaki sarımsı yeşildir (Phillips 1991). Dış

hekimliğinde renkle ilgili yapılan çalışmalarda, Munsell renk sistemi ve CIE Lab renk sistemi olmak üzere iki renk sistemi kullanılmaktadır.

Munsell renk sisteminde renkler, uzaysal olarak silindiriksel koordinatlarda gösterilmektedir. Bu sistemdeki üç değişken, Munsell Hue (ana renk), Munsell Value (parlaklık) ve Munsell Chroma (yoğunluk)'dır. HV/C şeklinde ifade edilir. Materyalin içinde bulunan ve rengi oluşturulan partiküllere pigment, materyalin renklenmesine ise pigmentasyon denir (Craig, 1989). Belirli bir ışık kaynağında aynı görünen fakat farklı ışın dağılımına sahip iki renk metamer, bu olaya da metamerizm ve materyalin ışığı geçirmeme özelliğine de opasite adı verilir (Fisher, 1999). Yarı saydamlık (translusensi), materyal yüzeyinden geçen ışığın veya materyal yüzeyinden yansıyan ışığın miktarı olarak tanımlanabilir (Kingry ve ark., 1976), saydamlık (transparency) ise bir materyalin içinden ışığın tamamen geçmesi özelliğidir. Munsell Renk Sistemi dış hekimliği literatüründe en çok kullanılan renk tanımlama sistemidir (Pizzamiglio, 1991). Bu sistemde ana renk (hue) kuvvetli rengi zayıf renkten ayırt etmemizi sağlayan karakterdir. Yoğunluk ve parlaklık ters orantılıdır (Paravina ve Powers, 2004). Ancak Munsell renk sisteminde renk farklılık miktarının tanımlanabilmesi mümkün değildir.

Işık ve renk üzerine araştırmalar yapan ve uluslararası bir kuruluş olan CIE Uluslararası Aydınlatma Komisyonu (Commission Internationale de l'Eclairage' - CIE) tarafından 1931'de XYZ tristimulus değerleri tanımlanmıştır. 1976'da ise geliştirilen CIE Lab renk sisteminde rengi tanımlamak için L, a ve b olmak üzere üç koordinat kullanılmaktadır (Şekil 1.2).



Şekil 1.2. CIE Lab diagramı

CIE Lab renk sistemine göre rengin üç farklı boyutu bulunmaktadır. Tüm renkler, üç farklı eksenin kesişerek, merkezini oluşturduğu bir küre içinde yer alır (Ferracane, 2001). CIE Lab renk sisteminin en önemli avantajı iki örnek arasındaki renk farklılığının belirlenebilmesidir. L koordinatı, rengin açıklık/koyuluk veya parlaklık ya da siyah/beyaz karakterini belirtmektedir. Saf siyah 0, saf beyaz ise 100 L değerini almaktadır. Açık renkteki cisimler daha yüksek L değerine sahipken, koyu renkteki cisimlerin L değerleri daha düşüktür. a ve b koordinatları rengin kromatik karakterini göstermektedir. a değeri rengin kırmızılık-yeşillik oranını, b değeri ise sarılık-mavilik oranını göstermektedir. a değeri pozitif ise kırmızılık miktarını, negatif ise yeşillik miktarını belirtirken; b değeri pozitif ise sarılık miktarını, negatif ise mavilik miktarını belirtmektedir (Rosenstiel ve Land, 2006).

Bu üç koordinatın kesişim yeri o rengin değerini verir. Bu sistem tek bir değerle renk değişimini tanımlayabilir. Bu sistemde renk parametereleri (L, a, b), renk değişikliği (ΔE) ve translusensi (T) tespit edilir. Renk değişikliği (ΔE) değeri aşağıdaki formül kullanılarak hesaplanır;

$$\Delta E = [(\Delta L)^2 + (\Delta a)^2 + (\Delta b)^2]^{1/2}$$

Renk deęişikliği ΔE deęeri insan gözüyle fark edilsin ya da edilmesin bu sistemle hesaplanabilir. Eęer ΔE deęeri birden büyükse renk deęişimi görsel olarak %50 popülasyon tarafından farkedilebilir. Fakat ağız içi ortam farklılıkları ve kontrol edilemeyen faktörlere baęlı olarak ΔE deęerinin 3,7 ve altında olduęu durumlarda renk deęişimi klinik olarak kabul edilebilir sınırlardadır (Ruyter ve ark., 1987; Johnston ve Kao, 1989)

1.10.1. Renk Ölçümü

Günümüzde birçok yöntem renk ölçümü için kullanılmaktadır. Bunlar karşılaştırma kâğıtları, renkli porselen ya da akrilik skalalar kullanılarak yapılan görsel (subjektif) renk seçimi ve spektrofotometre, kolorimetre gibi cihazlar kullanılarak yapılan objektif enstrümental renk ölçümüdür.

Standart diş rengine sahip skalalarla yapılan görsel renk seçimi diş hekimliğinde en sık kullanılan yöntemdir (Van der Burgt ve ark., 1990). Bu yöntem diş ve skalanın aynı ışık altında seçildięi subjektif bir analizdir. Ortamın renk koşulları, hekimin deneyimi, göz kusurları ve renk körlüğü gibi fizyolojik bozukluklar bu yöntemin objektif olmasını engellemektedir. Ayrıca sözlü olarak aktarılabilecek renk deęerleri bu yöntemde sınırlıdır. Buna rağmen göz iki obje arasındaki ufak renk farklılıklarını tespit edebilecek hassasiyete sahiptir (Paul ve ark., 2002; Seghi ve ark., 1989).

Görsel renk analizinin dezavantajları; renk skalalarının doğal diş renklerinin hepsini içermemesi, diş hekimleri arasında ve aynı bireyde günün farklı saatlerinde seçilen renkte tutarsızlıklar olabilmesi ve standardizasyon sağlanamaması, elde edilen sonuçları CIE Lab renk sisteminde göstermenin olanaksız olması, ticari renk skalalarının birbiriyle uyumlu olmaması şeklinde sıralanabilir (Culpepper , 1970; Donahue ark., 1991). Bu dezavantajlara rağmen görsel renk analizi renk seçimi için hızlı ve ucuz bir yöntemdir. Diş beyazlatma çalışmaları ve uzun dönem diş renk deęişimleri bu yöntemle başarıyla deęerlendirilebilmiştir (Mokhlis ve ark., 2000).

Dijital renk ölçüm cihazları görsel ölçümlerde ortaya çıkan tutarsızlıklar ve yetersiz hassasiyet problemlerinin üstesinden gelmek için üretilmiş cihazlardır. Bu cihazlar; taşınabilir spektrofotometre, kolorimetre ve dijital kameralardır ve ölçüm geometrisi, konfigürasyon, dizayn ve fiyat gibi farklılıklarla birbirinden ayrılır. Bu cihazların doğruluk ve hassasiyetleri ile ilgili çalışmalar literatürde mevcuttur (Baumann ve Schifferdecker, 1994; Douglas, 1997; Dozic ve ark., 2007).

Spektrofotometreler renk seçimi için hassas ölçüm yapabilen kullanışlı ve esnek cihazlardır(Chu St ve ark., 2010; Paul ve ark., 2004). Görünür spektrumda 1-25 nm aralığında obje üzerinden yansıyan ışığın miktarını ölçebilirler. Bir spektrofotometrenin yapısında; optik radyasyon kaynağı, ışık kaynağı, optik ölçüm yapan bir sistem, bir dedektör ve ışığı analiz edecek sinyale dönüştürücü bir sistem mevcuttur.

Spektrofotometre ile elde edilen veriler diş hekimlerinin anlayacağı şekilde işlenmeli ve dönüştürülmelidir. Bu cihazların büyük çoğunluğunda elde edilen veriler dental skalarla uyumlu şekildedir (Lagouvardos ve ark., 2009).

Konvansiyonel yöntemlerle ve görsel renk seçimiyle kıyaslandığında spektrofotometrelerin % 33 oranında hassasiyeti arttırdığı ve vakaların % 93 ünde daha objektif olabileceğini belirten çalışmalar mevcuttur (Paul ve ark., 2004).

Dijital spektrofotometreler klinik çalışmalarda diş rengi tespiti için standart referans haline gelmiştir ve farklı çalışmalarda dental materyallerin renk farklılıklarının ve translusensilerinin değerlendirilmesinde kullanılmaktadır (Meireless ve ark., 2008; Paravina ve ark., 2008; Ozturk ve ark., 2008). Cihazların hassasiyeti ve doğruluğu ile ilgili yapılan deneysel çalışmalarda ise iyi sonuçlar elde edilmiştir (Lehmann ve ark., 2010).

1.11. Yüzey Pürüzlülüğü

Pürüzlülük olarak adlandırılan yüzey pürüzlülüğü, yüzey özelliklerinin bir komponentidir. Materyalin yüzeyindeki normal vektörlerdeki ideal forma göre oluşan sapmalar olarak tanımlanabilir. Eğer bu sapma büyükse materyal pürüzlü küçük ise materyal pürüzsüzdür. Pürüzlülük materyalin çevre ortamla olan etkileşiminde önemli bir rol oynamaktadır. Pürüzlülük genellikle yüzeyin sürtünme ve aşınma özellikleri ile ilişkilidir. Pürüzlü yüzeyler daha çabuk aşınır ve pürüzsüz yüzeylere göre daha fazla sürtünme katsayısına sahiptir. Pürüzlülük materyalin mekanik bileşenleri açısından belirleyici bir faktördür. Yüzey yapısındaki düzensizlikler materyal yapısında oluşacak kırık ve korozyonu indükleyici etki yapmaktadır (Whitehouse, 2004).

Genel olarak yüzey pürüzlülüğü ölçümleri kontakt ya da optik ölçüm yapabilen profilometre ile yapılmaktadır. Yüzey pürüzlülüğü bir profil üzerinde ya da bir yüzeyde ölçülebilir. Profil üzerinde yapılan ölçümler daha yaygındır. Yüzey ölçümleri ise daha anlamlı sonuçlar vermektedir. Birçok farklı pürüzlülük parametresi bulunmakla birlikte Ra parametresi en yaygın olarak kullanılan parametredir. Büyük Ra değerlerine sahip yüzeyler genellikle daha fazla sürtünme ve aşınma miktarına sahiptir (Whitehouse, 2004).

1.12. Esneklik Direnci

Yırtılma modülü, bükülme direnci veya kırılma dayanımı olarak adlandırılan esneklik direnci, esneklik testine tabi tutulan materyalin kırılmadan hemen önce materyal yapısında oluşturduğu stres özelliği olarak adlandırılmaktadır. Esneklik direnci ile materyalin kırılma anındaki en yüksek stres değerleri tespit edilir. Ölçülen stres değeri ise “ σ ” sembolü ile ifade edilir.

Herhangi bir materyale uygulanan kuvvet sonucu oluşan eğilme ile materyalin iç bükey kısmında baskı stresleri dış bükey kısmında ise gerilim stresleri oluşmaktadır. Birçok materyalin baskı streslerine olan direnci gerilim streslerine olan direncinden

fazladır. Bu sebeple uygulanan kuvvete karşı materyal yüzeyinde oluşan maksimum gerilim kuvveti esneklik direnci olarak ifade edilebilir (ASTM C1161-02c, 2008; William ve Callister, 2003).

Materyal homojen ise materyalin esneklik direnci ile gerilim stresi aynıdır. Genel olarak her materyal bünyesinde stresin yoğunlaştığı ve lokalize olarak materyali zayıflatan mikroyapısal küçük ya da büyük defektlere sahiptir. Eğer materyal yapısal olarak defektli bir yapıya sahip değilse ulaşılan maksimum stres, materyalin esneklik dayanımı olarak kabul edilebilir.

Üç nokta bükme testi; materyalin bükülme esnasındaki elastik modülünü, esneme stresini ve gerilimini ölçmeye yarayan bir yöntemdir. Bu yöntemin en önemli avantajı örnek hazırlamanın ve test etmenin kolay oluşudur. Bu yöntemi; yükleme şekli, materyal geometrisi ve gerilim oranları etkilemektedir. Üç nokta bükme testi genellikle universal test cihazı üzerine fıkse edilen test apareyleri ile yapılır. Örnekler iki destek üzerine yerleştirilir ve iki desteğin ortasından kuvvet uygulayan 3. yükleme ucu örnek kırılana kadar kuvvet uygulamaya devam eder.

1.13. Tezin Amacı

Sinterleme parametrelerindeki değişiklikler direkt olarak zirkonyanın özellikleri ve mikroyapısı üzerinde etkilidir (Chevalier, 2006). Özellikle üreticiler tarafından kısa sinterleme siklusu ile kısa sürede hazırlanabilen translusent monolitik zirkonya restorasyonlar üretilebildiğinden bu yana, sinterleme parametrelerindeki değişikliklerin bu materyallerin özellikleri üzerine etkisi dental çalışmalarda farklı bir ilgi alanı oluşturmıştır. Bazı araştırmacılar zirkonya kor materyalinin translusensisi, tanecik boyutu, esneklik direnci gibi özellikleri üzerinde sinterleme zamanı ve sıcaklığının etkisini araştırmışlardır. Fakat düşük ısısal bozunmayı ve faz dönüşümünü arttıracı olacak ağız içi koşullarla doğrudan ilişkili, güncel materyaller olan translusent monolitik zirkonya özellikleri üzerinde sinterleme parametrelerinin etkisi hala soru işaretidir (Hjerppe ve ark., 2008; Jiang ve ark., 2011; Kim ve ark., 2013; Stawarczyk ve ark., 2013).

Çalışmamızda ticari olarak elde edilebilen, kendinden renkli iki farklı translusent monolitik zirkonya materyallerinin yapısal, mekanik ve optik özellikleri üzerine doğrudan üretim süresini belirleyen sinterleme parametrelerinden sinterleme sıcaklığı ve zamanının etkisi araştırmak amaçlanmıştır. Çalışmamızın hipotezi, translusent monolitik zirkonya materyalinin optik, mekanik ve yapısal özelliklerini sinterleme parametrelerindeki değişikliklerden etkilenmeyeceği ve kısa sürede ideal özelliklere sahip translusent monolitik zirkonya restorasyonlar üretilebileceğidir.



2. GEREÇ VE YÖNTEM

Çalışmamız, Ankara Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Bilimsel Araştırma Laboratuvarında ve Orta Doğu Teknik Üniversitesi Metalurji Bölümünde yürütülmüştür. Transludent monolitik zirkonya materyalinin özellikleri üzerinde sinterleme sıcaklıkları ve sinterleme zamanlarının etkilerini incelediğimiz çalışmamızda;

İki farklı pre-sinterize, kendinden renkli (pre-shaded) A2 renginde translüsent monolitik zirkonya materyali özellikleri üzerinde sinterleme sıcaklığı ve zamanının etkisi

- Grup A (Incoris TZI C, Sirona Dental Systems GmbH Bensheim, Almanya) üretici firma tarafından sinterleme sıcaklığı ve zamanı bildirilmeyen,
- Grup B (Upcera, Shenzhen Upcera Co.,Ltd, Shenzhen, Çin) sinterleme sıcaklığı ortalama 1500 °C ve zamanı ortalama 90 dakika olan iki materyal ile değerlendirilmiştir.

Sinterleme sıcaklıkları ve sinterleme zamanlarının transludent monolitik zirkonya materyalinin özelliklerinden,

- Mikroyapısal analiz (X-Ray Kırınımı)
- Tanecik Boyutu (SEM Analizi)
- Renk değişimi (ΔE)
- Translusensi (T)
- Yüzey Pürüzlülüğü (Ra)
- Esneklik Direnci (σ) özellikleri üzerine etkisi incelenmiştir.

2.1. Örneklerin Hazırlanması

Sinterleme sıcaklığı ve sinterleme zamanı etkilerini incelemek için Grup A ve Grup B pre-sinterize bloklardan microcut (Microcut 201, Mekton Instruments Inc., Bursa, Türkiye) cihazı ile $19 \times 15,5 \times 1,6 \pm 0,05$ mm boyutlarında kesitler alınarak örnekler hazırlanmıştır.

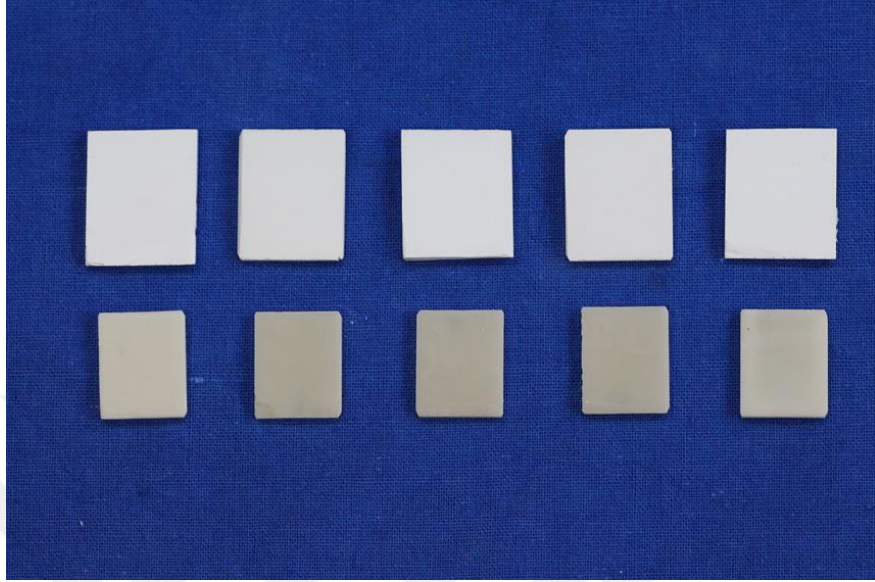
Grup A ve Grup B için ayrı ayrı olmak üzere üretici önerileri doğrultusunda hazırlanan kontrol grupları ile birlikte sinterleme sıcaklık ve zaman değişimlerine göre 17 alt grup oluşturulmuştur. Her grupta örnek sayısı 10 olmak üzere ($n=10$) toplamda 34 grup ve 340 örnek üzerinde çalışmamız yürütülmüştür (Çizelge 2.1).

Çizelge 2.1. Gruplar ve örnek sayısı dağılımı

Örnek sayısı (n)					
Grup A	30 dk.	1 saat	2 saat	4 saat	Toplam
1400°C	10	10	10	10	40
1450°C	10	10	10	10	40
1500°C	10	10	10	10	40
1600°C	10	10	10	10	40
Kontrol	10				10
Toplam					170
Örnek sayısı (n)					
Grup B	30 dk.	1 saat	2 saat	4 saat	Toplam
1400°C	10	10	10	10	40
1450°C	10	10	10	10	40
1500°C	10	10	10	10	40
1600°C	10	10	10	10	40
Kontrol	10				10
Toplam					170

Sinterleme fırınında (InFire HTC Speed, Sirona Dental Systems GmbH Bensheim, Almanya) her iki zirkonya materyali için 10'ar adet ($n:10$) örnek çalışmamızda belirlenen sinterleme sıcaklıkları ve zamanlarına göre ayrı ayrı sinterlenmiştir. Isınma ve soğuma zamanları standart olarak $10^\circ\text{C}/\text{dk}$ ya ayarlanmıştır. Fırının sıcaklık değişimleri internal termometreden kontrol edilmiştir. Fırından çıkarılan örnekler oda ısısında soğumaya bırakıldıktan sonra boyutsal değişimlerin etkisini ortadan kaldırmak için bütün örneklerin boyutları dijital mikrometre ile

kontrol edilerek ölçüm yapılmayacak yüzeylerden yapılan düzenlemelerle final boyutu 15,5 x 12,5 x 1,2 mm olan örnekler elde edilmiştir (Şekil 2.1, 2.2).



Şekil 2.1. Sinterleme öncesi ve sonrası örneklerin görüntüsü



Şekil 2.2. Örneklerin final boyutlarının ölçümü

Tüm örnekler bir siklus, solüsyon sıcaklıkları 5 ve 55 °C, bir solüsyonda bekleme süresi 20 saniye, geçiş süresi 10 saniye olarak, ortalama 1dakika da tamamlanacak şekilde (10 000 siklus) termal yaşlandırma işlemi (Thermocycler THE-1100 SD Mechatronik GMBH, Feldkirchen, Almanya) uygulanmıştır. İsoopropanol solüsyonuyla temizlenen örnekler gruplara göre ayrılarak, kuru havada oda sıcaklığında bekletilmiştir.

2.2. Mikroyapısal Analiz (X-ray Kırınımı)

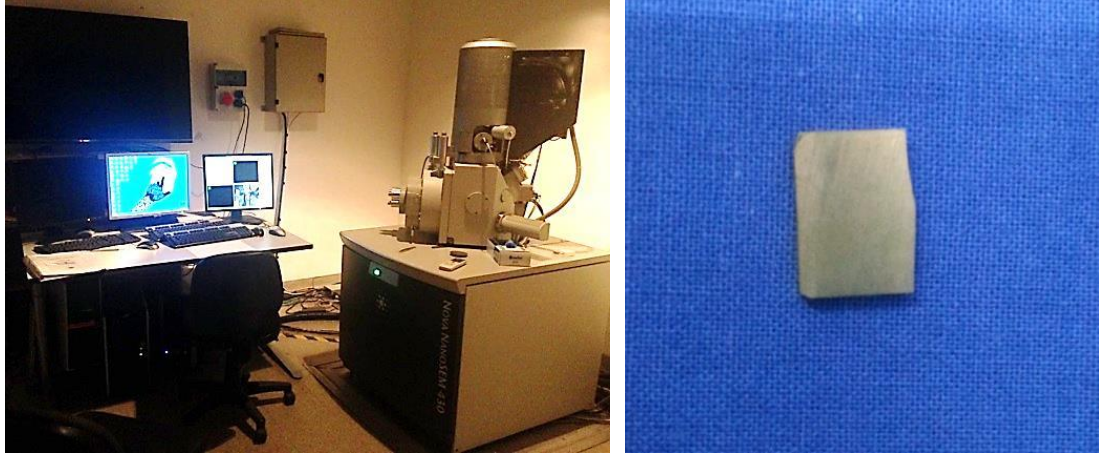
Farklı sinterleme sıcaklıklarının ve zamanlarının tetragonal fazdan monoklinik faza olan mikroyapısal değişim üzerine etkileri kristallografik olarak her gruptan rastgele seçilen üç örnek üzerinde X-ışını Difraktometresi (Bruker D8 Advance, Bruker AXS GmbH, Karlsruhe, Almanya) kullanılarak incelenmiştir (Şekil 2.3). Cu K α radyasyonu uygulanan örneklerin yüzey spektrumu -10 ile 90 derece arasında 1 derece/dakika ile tespit edilmiştir. Voltaj 40 kV, akım 40 mA şeklinde ayarlanmıştır. Oransal değişim Bragg-Brentano ya da Parallel Beam Geometry yöntemi kullanılarak tespit edilmiştir.



Şekil 2.3. X-ışını difraktometresi

2.3. Tanecik Boyutu (SEM Analizi)

Grup A ve Grup B üzerinde sinterleme sıcaklığı ve zamanının tanecik boyutu üzerine etkisi her alt gruptan rastgele seçilen bir örnek üzerinde değerlendirilmiştir. Örnekler iletkenliğinin artırılması için altın (Au) ile kaplanarak yüzey topografisi 5,5-6 mm çalışma aralığında 60 000 magnifikasyon değerinde taramalı elektron mikroskobu (FEI Nova NanoSEM 430 FEG, Cae GmbH Austin, Texas) kullanılarak tanecik büyüklüğü hesaplanmıştır (Şekil 2.4).



Şekil 2.4. Taramalı elektron mikroskobu ve yüzeyi altın ile kaplanmış örnek görüntüsü

2.4. Renk Değişimi (ΔE)

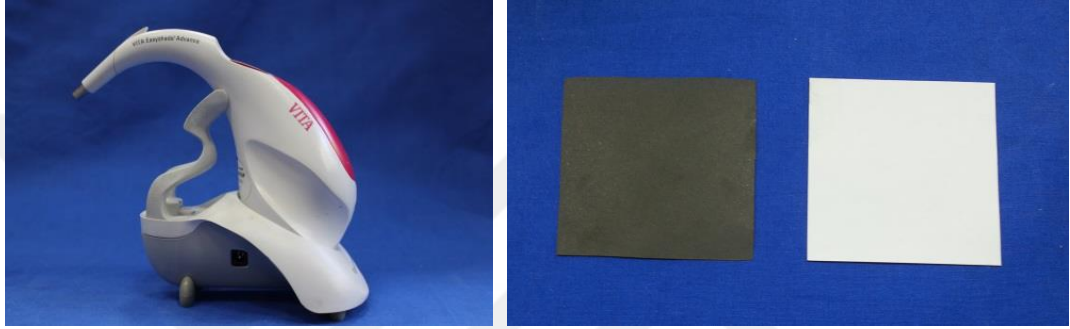
Grup A ve Grup B üzerinde sinterleme sıcaklığı ve zamanının renk değişimi üzerine etkileri spektrofotometre (Easysshade compact, Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Almanya) ile gün ışığını taklit eden floresan lamba (Activa 172, Sylvania, Almanya) içeren düzenek içerisinde, CIE D65 aydınlatmasına uygun bir ortamda incelenmiştir (Şekil 2.5). Doğal gri zeminde spektrofotometre restorasyon modu A2 renginde seçilerek ve her örneğin merkezinden üç ölçüm yapılarak örneklerin A2 rengine göre olan ortalama renk değişimi (ΔE) değerleri cihazın otomatik hesaplaması ile elde edilmiştir. Her ölçümden sonra spektrofotometre kalibre edilmiştir.



Şekil 2.5. Dijital spektrofotometre

2.5. Translusensi (T)

Grup A ve Grup B üzerinde sinterleme sıcaklığı ve zamanının niceliksel olarak translusensi değerlerine etkisi beyaz ve siyah zemin üzerindeki herbir örneğin merkezinden spektrofotometre ile üçer ölçüm yapılarak elde edilen ortalama L, a ve b değerleri ile translusensi değerleri hesaplanarak incelenmiştir (Şekil 2.6). Her ölçüm sonrası cihaz kalibre edilerek ölçümler tamamlanmıştır.



Şekil 2.6. Dijital spektrofotometre ve ölçüm yapılan siyah ve beyaz zeminler

Translusensi değeri aşağıdaki formül kullanılarak tespit edilmiştir;

$$T = [(L^*B - L^*S)^2 + (a^*B - a^*S)^2 + (b^*B - b^*S)^2]^{1/2}$$

T= Translusensi

L* B = Beyaz zemindeki parlaklık,

L* S = Siyah zemindeki parlaklık

a* B = Beyaz zemindeki kırmızı-yeşil renk,

a* S = Siyah zemindeki kırmızı-yeşil renk

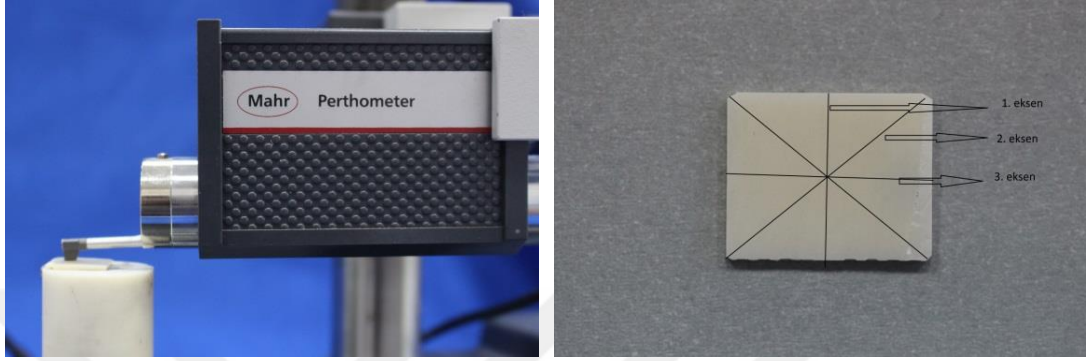
b*B = Beyaz zemindeki sarı-mavi renk,

b* S = Siyah zemindeki sarı-mavi renk

2.6. Yüzey Pürüzlülüğü (Ra)

Grup A ve Grup B örneklerin yüzey pürüzlülüğü üzerine sinterleme sıcaklığı ve zamanının etkisi, herbir örneğin merkezinden geçecek üç farklı eksen üzerinden

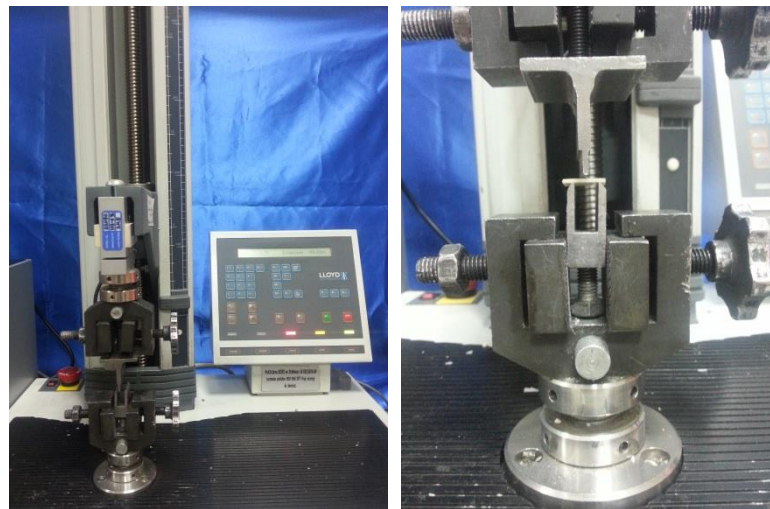
profilometre (Perthometer M2, Mahr GmbH, Göttingen, Almanya) ile yapılan üçer ölçümle elde edilen değerlerin (R_a) ortalaması alınarak değerlendirilmiştir. (Şekil 2.7). Yüzey pürüzlülüğü ölçümü parametresi: $nOc: \times 5$; $Oc/L: 0,8$; range: 20×5 olacak şekilde her ölçümden önce cihaz kalibre edilmiştir.



Şekil 2.7. Profilometre ve örneklerin üzerinde ölçüm yapılan eksenler

2.7. Esneklik Direnci (σ)

Grup A ve Grup B üzerinde sinterleme sıcaklığı ve zamanının esneklik direnci üzerine etkisi ISO 6872:2008'e göre üç nokta bükme testi yöntemiyle universal test cihazı (LRX, Lloyd Instruments Ltd., Hampshire, İngiltere) kullanılarak ölçülmüştür (Şekil 2.8).



Şekil 2.8. Universal test cihazı ve deney düzeneği

Kuru ortamda oda sıcaklığında iki dayanak arası mesafe 8,5 mm olacak şekilde, örneklere 1mm/dk ilerleme hızı ile kırılana kadar kuvvet (N) uygulanmıştır. Esneklik direnci aşağıdaki formülle hesaplanmıştır;

$$\sigma = 3 \cdot N \cdot l / 2 \cdot b \cdot d^2$$

σ = esneklik direnci

N = kırılma kuvveti (kg/mm²)

l = destekler arası mesafe (8,5 mm)

b = örnek genişliği (12,5 mm)

d = örnek kalınlığı (1,2 mm)

2.8. İstatistiksel Analiz

Çalışmamızın bulguları, Spss (spss version 20, SPSS INC, Chicago, IL, USA) yazılımı kullanılarak analiz edilmiştir. Renk, translusensi, yüzey pürüzlülüğü ve esnekli direnci değişimi verilerinin normal dağılım gösterip göstermediği Saphiro-Wilks testi kullanılarak belirlenmiştir. Ayrıca verilerin homojen dağılım analizi Levene testi yapılarak %5 anlamlılık düzeyinde incelenmiştir. Her grup için alt gruplar arasındaki farklılıklar tek yönlü varyans analizi (one-way ANOVA) ve Tukey's HSD çoklu karşılaştırma testi kullanılarak $p < 0,05$ anlamlılık düzeyinde belirlenmiştir. Farklı gruplar arasındaki aynı koşullarda sinterlenen alt grupların karşılaştırılması için T- testi uygulanmıştır ve gruplar arasındaki fark $p < 0,05$ anlamlılık düzeyinde Spss programı kullanılarak belirlenmiştir.

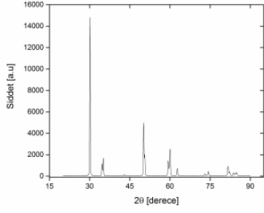
3. BULGULAR

Sinterleme sıcaklıkları ve zamanlarının, yarı sinterize monoklinik zirkonya olan Grup A ve Grup B alt gruplarının mikro yapı, tanecik boyutu, renk, translusensi, yüzey pürüzlülüğü ve esneklik direnci üzerine etkilerini inceledğimiz çalışma bulguları istatistiksel olarak analiz edilmiştir.

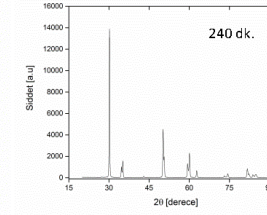
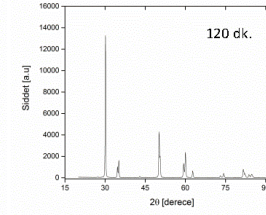
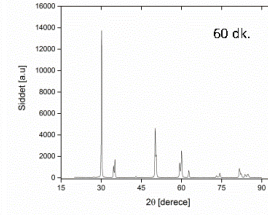
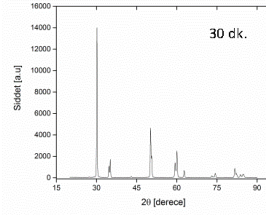
3.1. Mikroyapısal Analiz (X-Ray Kırınımı)

Farklı sıcaklık ve zamanda sinterlenmiş gruplar arasında tetragonal fazdan monoklinik (t-m) faza dönüşüm gözlenmemiştir. Genel olarak çalışmamızın sonuçlarına göre değişen sinterleme sıcaklığı ve zaman faktörünün zirkonya materyalinde meydana gelen faz dönüşümü üzerine etkisi olmadığı tespit edilmiştir. X-ray kırınımı analizi sonucu grupların faz dönüşüm grafikleri şekil 3.1 ve şekil 3.2 de gösterilmiştir.

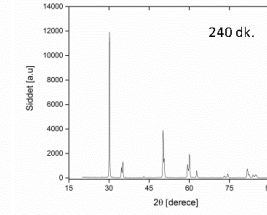
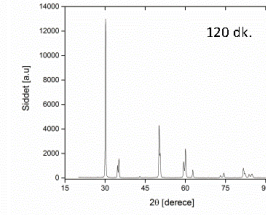
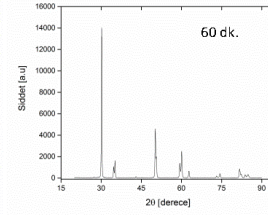
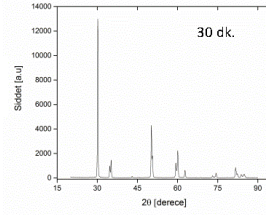
Kontrol
Grubu



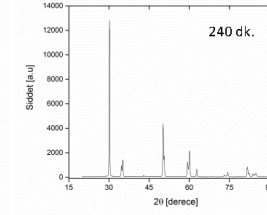
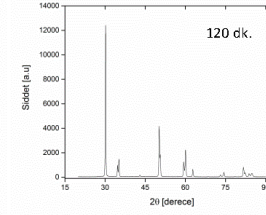
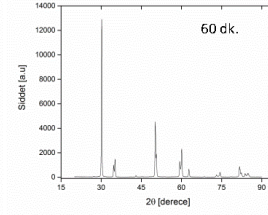
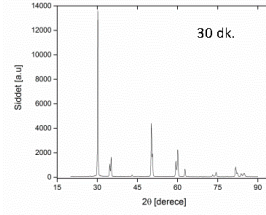
1400°C



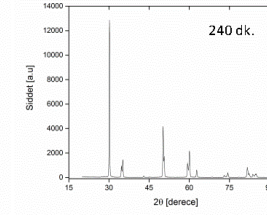
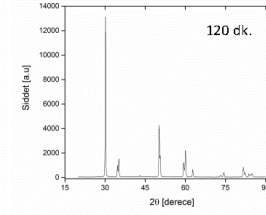
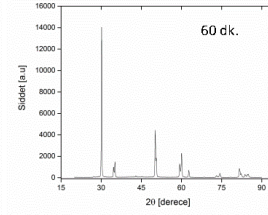
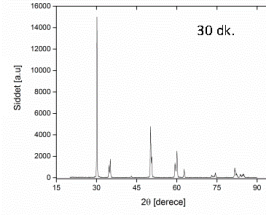
1450°C



1500°C



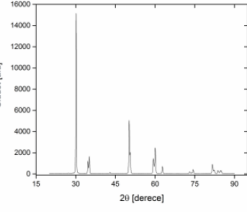
1600°C



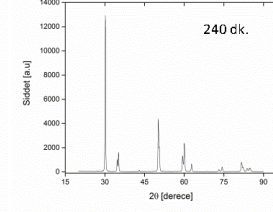
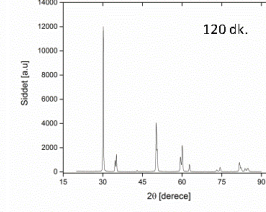
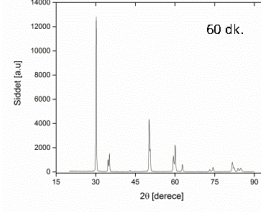
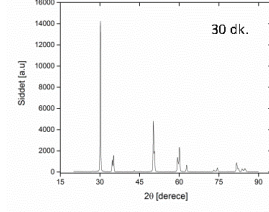
Şekil 3.1. Grup A alt gruplarında sinterleme sıcaklığı ve zamanının mikroyapı üzerine etkisi (X-ray kırınımı) bulguları



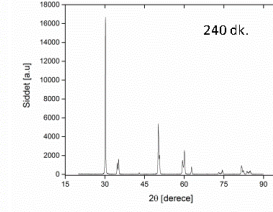
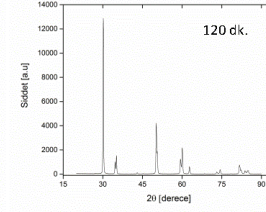
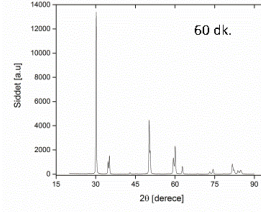
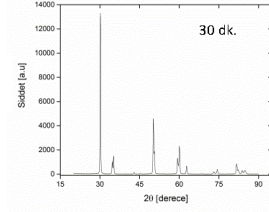
Kontrol
Grubu



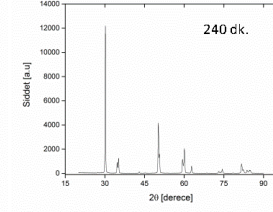
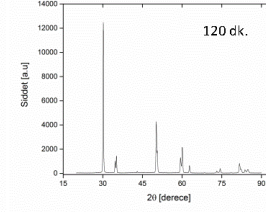
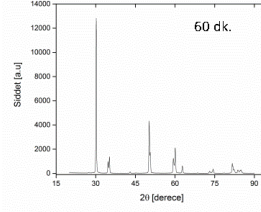
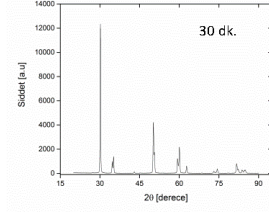
1400°C



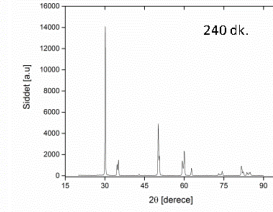
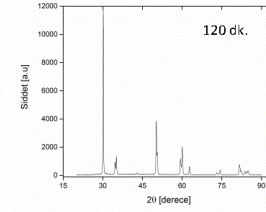
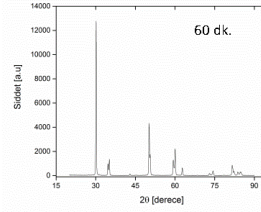
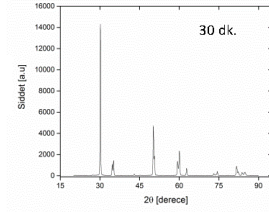
1450°C



1500°C



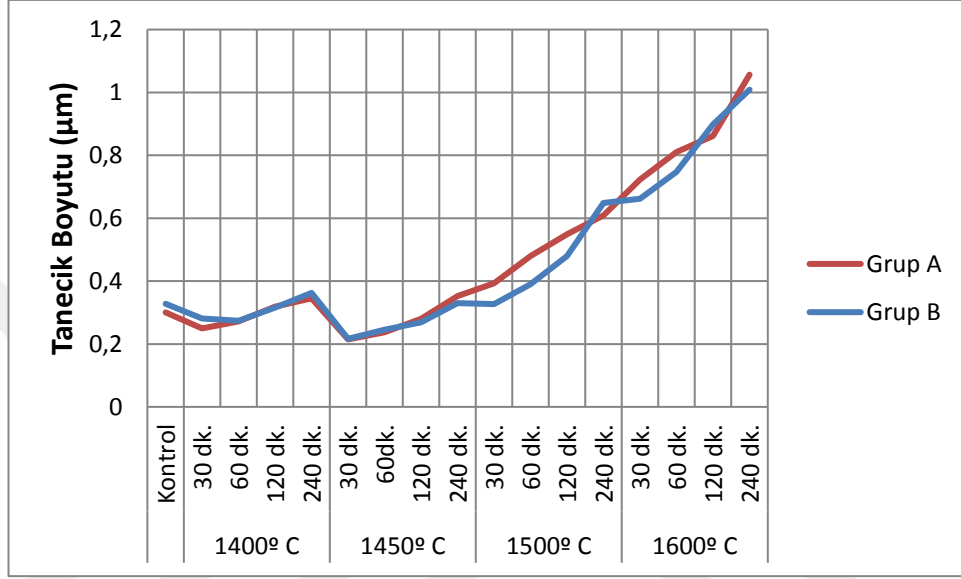
1600°C



Şekil 3.2. Grup B alt gruplarında sinterleme sıcaklığı ve zamanının mikroyapı üzerine etkisi (X-ray kırınımı) bulguları

3.2. Tanecik Boyutu (SEM Analizi)

Grup A ve Grup B için tanecik boyutu üzerinde sinterleme sıcaklığı ve zamanının etkili olduğu gözlenmiştir (Şekil 3.3).



Şekil 3.3. Sinterleme sıcaklığı ve zamanına bağlı olarak tanecik boyutu değişimi

Kontrol gruplarında tanecik boyutu zirkonya materyali için ideal olan 0,3 µ olarak tespit edilmiştir. Artan sinterleme sıcaklık ve zaman materyalin tanecik boyutunu arttırmıştır (Çizelge 3.1).

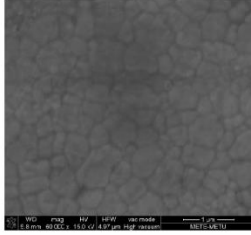
Çizelge 3.1. Gruplar için ortalama tanecik boyutu değerleri

		Grup A		Grup B	
		Ortalama	Standart Sapma	Ortalama	Standart Sapma
1400° C	Kontrol	0,33	0,03	0,30	0,03
	30 dk.	0,28	0,03	0,25	0,04
	60 dk.	0,27	0,05	0,27	0,04
	120 dk.	0,32	0,04	0,32	0,09
	240 dk.	0,36	0,04	0,33	0,06
1450° C	30 dk.	0,22	0,02	0,21	0,03
	60dk.	0,24	0,02	0,24	0,03
	120 dk.	0,27	0,03	0,28	0,03
	240 dk.	0,33	0,04	0,35	0,05
1500° C	30 dk.	0,33	0,03	0,39	0,03
	60 dk.	0,39	0,03	0,48	0,05
	120 dk.	0,48	0,04	0,55	0,05
	240 dk.	0,65	0,08	0,61	0,07
1600° C	30 dk.	0,66	0,12	0,72	0,11
	60 dk.	0,75	0,13	0,81	0,13
	120 dk.	0,9	0,24	0,86	0,19
	240 dk.	1,01	0,16	1,06	0,25

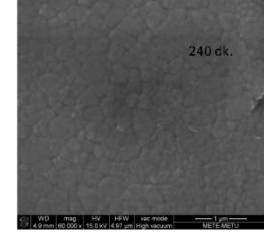
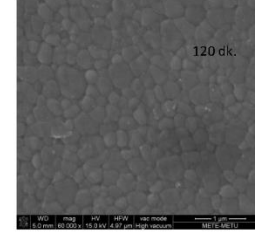
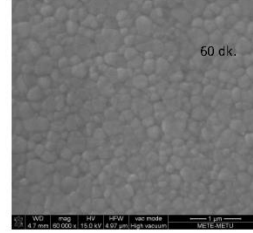
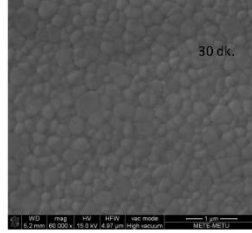
Her iki grup için 1600 °C ve 240 dakikada sinterlenen örneklerde en yüksek tanecik boyutu değerinin en yüksek olduğu gözlenmiştir ve Grup B için tanecik boyutunun daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Grupların SEM analizi görüntüleri şekil 3.4 ve şekil 3.5’de gösterilmiştir.



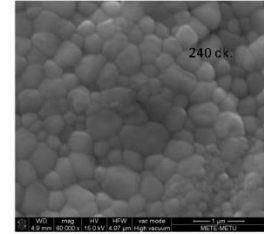
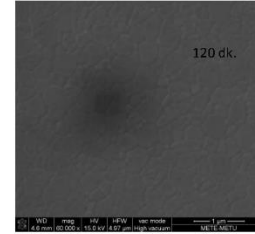
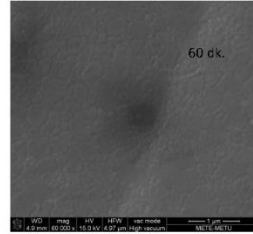
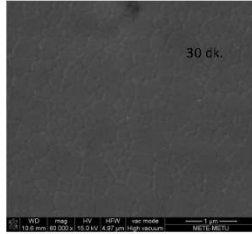
Kontrol
Grubu



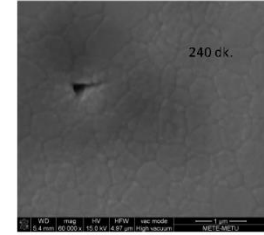
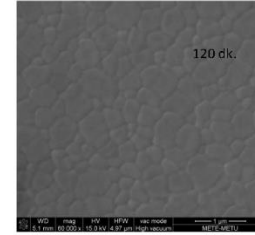
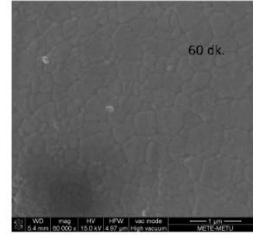
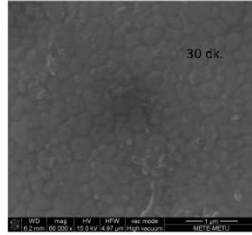
1400°C



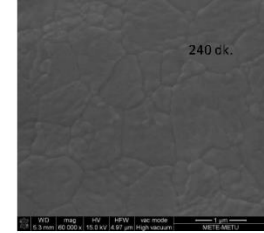
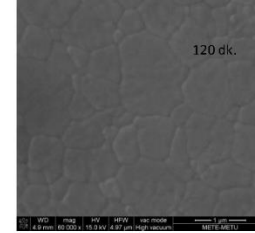
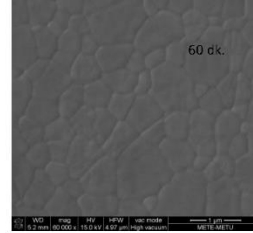
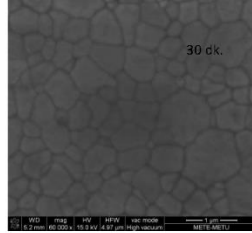
1450°C



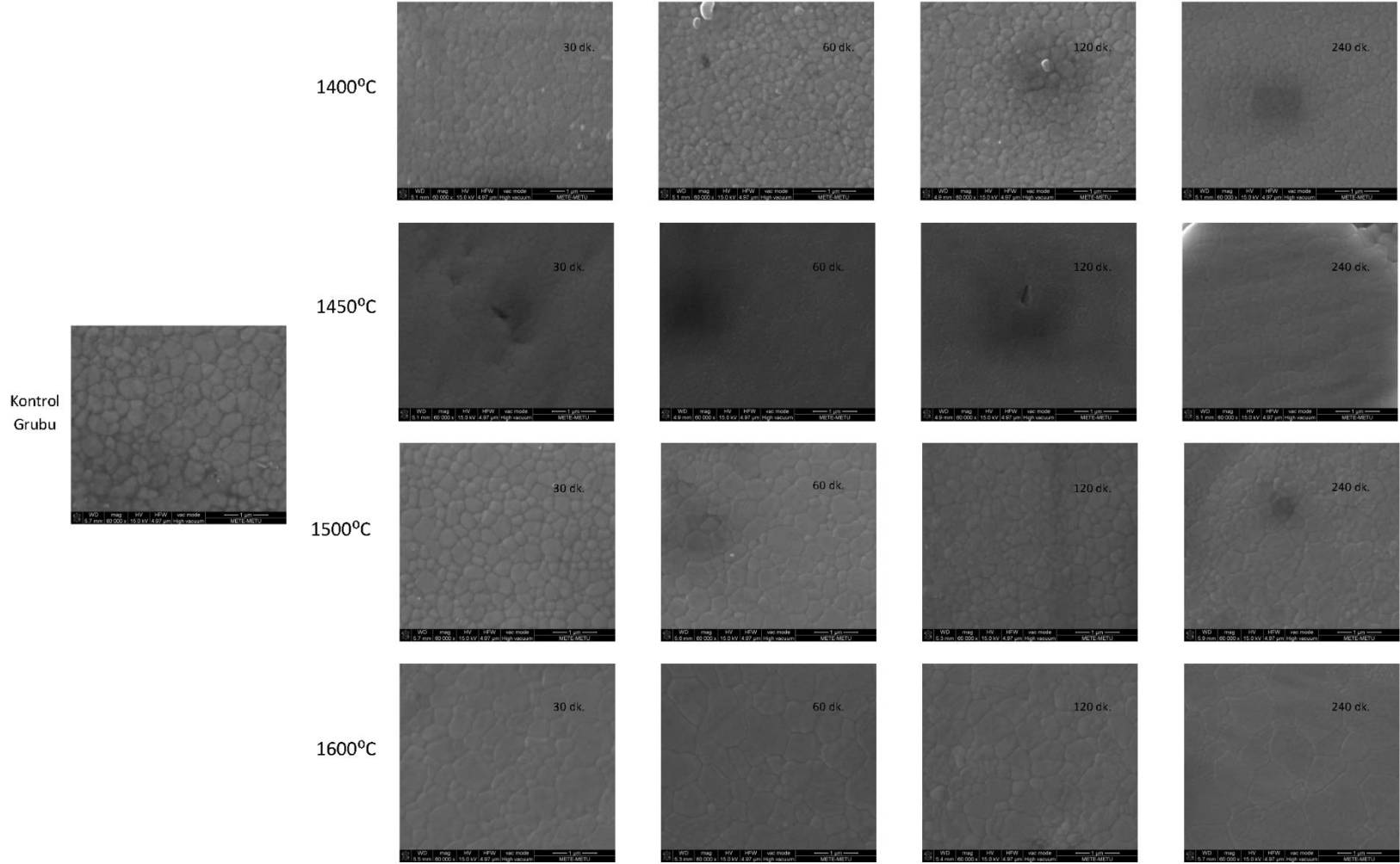
1500°C



1600°C



Şekil 3.4. Grup A alt grupları SEM görüntüleri



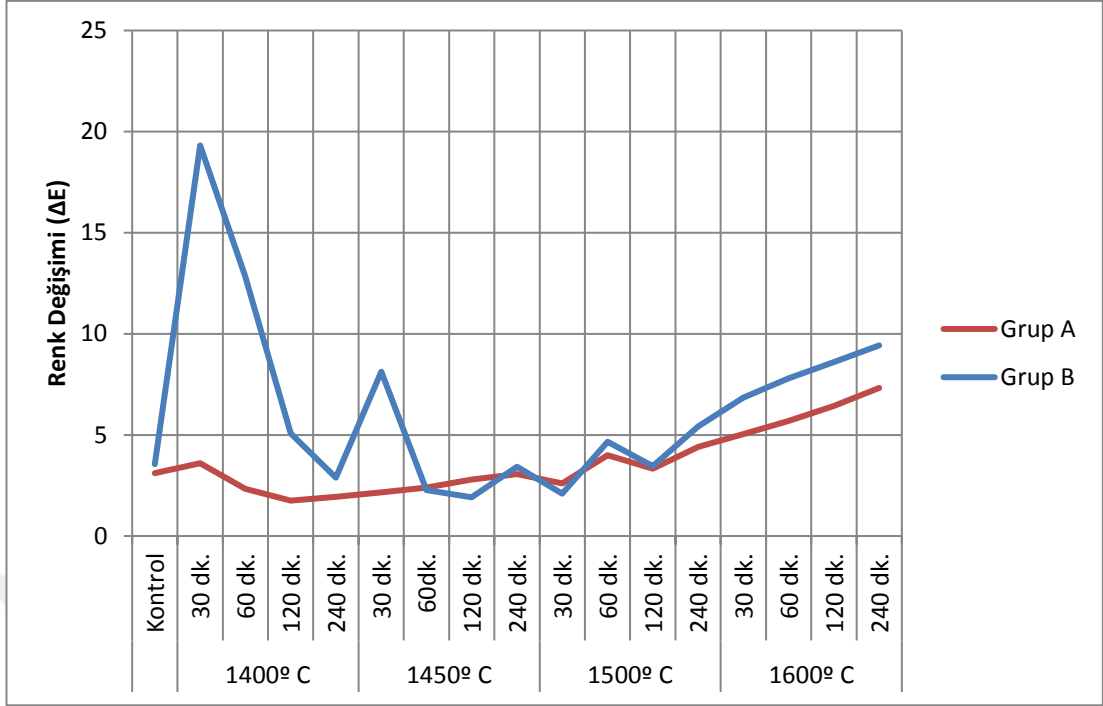
Şekil 3.5. Grup B alt grupları SEM görüntüleri

3.3. Renk Değişimi (ΔE)

Genel olarak düşük sıcaklık ve zaman değerlerinde sinterlenen alt gruplar daha koyu renk tonuna sahipken (A3-A4) uzun sinterleme zamanı ve yüksek sıcaklıklarda sinterlenen alt grupların renk tonunun daha açık (A1) hale geldiği gözlemlenmiştir. Fakat Grup A için yüksek sinterleme sıcaklığı ve zamanı uygulanmayan alt grupların renk değişimine daha az hassas olduğu gözlemlenmiştir (Çizelge 3.2., Şekil 3.6). Grup A ve Grup B için, sinterleme zamanı ve sıcaklık değişimine bağlı olarak alt gruplar arasında oluşan renk değişiminin istatistiksel olarak anlamlı olduğu tespit edilmiştir ($p < 0,05$) (Çizelge 3.3 ve 3.4).

Çizelge 3.2. Grup A ve Grup B için ortalama L, a ve b değerleri

	Grup A			Grup B		
	L	a	b	L	a	b
Kontrol	79,28	4,88	28,47	80,42	3,86	27,49
1400 °C 30 dk.	74,31	7,53	38,65	31,10	11,72	28,62
1400 °C 60 dk.	76,99	6,69	36,60	46,01	12,71	40,12
1400 °C 120 dk.	77,63	5,71	33,82	64,68	10,21	41,52
1400 °C 240 dk.	78,29	5,81	33,12	73,77	7,84	38,33
1450 °C 30 dk.	76,98	6,05	34,17	58,89	10,97	40,36
1450 °C 60 dk.	79,48	5,91	32,73	73,08	7,64	37,08
1450 °C 120 dk.	78,95	6,11	30,04	79,59	4,78	31,38
1450 °C 240 dk.	79,05	5,05	28,79	80,61	4,01	28,03
1500 °C 30 dk.	78,99	5,04	30,03	78,43	5,50	31,88
1500 °C 60 dk.	78,48	5,26	28,47	81,60	3,28	24,70
1500 °C 120 dk.	79,06	5,14	29,24	81,34	3,62	27,57
1500 °C 240 dk.	78,91	5,46	28,76	81,65	3,21	23,67
1600 °C 30 dk.	79,12	4,74	26,59	82,33	2,68	21,09
1600 °C 60 dk.	76,58	5,23	25,72	82,73	2,97	20,12
1600 °C 120 dk.	76,89	5,34	25,37	82,95	3,00	19,16
1600 °C 240 dk.	76,64	5,45	24,69	83,94	2,92	17,72



Şekil 3.6. Sinterleme sıcaklığı ve zamanına bağlı renk değişimi (ΔE)

Grup A değerlendirildiğinde, sinterleme zamanının değişmediği ve sinterleme sıcaklığının arttığı alt gruplarda renk değişiminin istatistiksel olarak anlamlı olduğu tespit edilmiştir ($p<0,05$) (Çizelge 3.3). 1500 °C ve 30 dakika ve daha düşük değerlerde sinterlenen alt gruplarda renk değişiminin klinik olarak kabul edilebilir sınırlarda olduğu, daha yüksek sıcaklık ve zamanda sinterlenen alt grupların renk değişiminin ise klinik olarak kabul edilebilir sınırın üstünde olduğu görülmüştür. Kontrol grubu ile birlikte toplam 11 alt grupta elde edilen Δe değerleri klinik olarak kabul edilebilirken, diğer altı gruptan elde edilen Δe değerleri klinik olarak kabul edilebilir sınırın üzerindedir. Düşük sinterleme sıcaklıklarında artan zaman ile birlikte renk değişimi değeri azalırken, yüksek sinterleme sıcaklıklarıyla birlikte artan zaman ile Δe değeri artmıştır. En yüksek renk değişimi 1600 °C de 240 dakika sinterlenen alt gruplarda, en az renk değişimi ise 1400 °C de 120 dakika sinterlenen alt gruplarda gözlemlenmiştir (Çizelge 3.5)

Grup B değerlendirildiğinde, sinterleme zamanının değişmediği ve sinterleme sıcaklığının arttığı alt gruplarda renk değişiminin istatistiksel olarak anlamlı olduğu tespit edilmiştir ($p<0,05$) (Çizelge 3.4).

Grup B için 1500 °C ye kadar olan sıcaklık değerlerinde artan sinterleme zamanı ile birlikte Δe değeri düşerken 1600°C de sinterlenen gruplarda Δe değerleri yükselmektedir. Klinik olarak kabul edilebilir Δe değerleri kontrol grubu ile birlikte altı grupta izlenmiş diğer 11 grupta ise Δe değerleri klinik olarak kabul edilebilir sınırların üstünde olduğu gözlemlenmiştir. En yüksek Δe değeri 1400 °C de 30 dakika sinterlenen alt grupta gözlemlenmişken en düşük Δe değeri ise 1450 °C de 120 dakika sinterlenen alt grupta gözlemlenmiştir (Çizelge 3.5).



Çizelge 3.3. Grup A alt gruplar arasındaki Δe değerleri ortalama farklılıklar

Renk Değişimi (ΔE)		Kontrol	1400°C				1450°C				1500°C				1600°C			
			30 dk.	60 dk.	120 dk.	240 dk.	30 dk.	60 dk.	120 dk.	240 dk.	30 dk.	60 dk.	120 dk.	240 dk.	30 dk.	60 dk.	120 dk.	240 dk.
	Kontrol	(-)	-0,48	0,78	1,36*	1,18	0,96	0,72	0,33	0,05	0,5	-0,87	-0,2	-1,29*	-1,92*	-2,57*	-3,31*	-4,20*
1400°C	30 dk.	0,48	(-)	1,27*	1,85*	1,67*	1,45*	1,20*	0,81	0,53	0,99	-0,39	0,28	-0,8	-1,43*	-2,08*	-2,82*	-3,72*
	60 dk.	-0,78	-1,27*	(-)	0,58	0,39	0,17	-0,06	-0,45	-0,73	-0,28	-1,66*	-0,99	-2,08*	-2,71*	-3,35*	-4,10*	-4,99*
	120 dk.	-1,36*	-1,85*	-0,58	(-)	-0,18	-0,4	-0,64	-1,03	-1,31*	-0,86	-2,24*	-1,57*	-2,66*	-3,29*	-3,93*	-4,68*	-5,57
	120 dk.	-1,18	-1,67*	-0,39	0,18	(-)	-0,22	-0,46	-0,85	-1,13	-0,67	-2,06*	-1,39*	-2,47*	-3,10*	-3,75	-4,49*	-5,39*
1450°C	30 dk.	-0,96	-1,45*	-0,17	0,4	0,22	(-)	-0,24	-0,63	-0,91	-0,45	-1,84*	-1,17	-2,25*	-2,88*	-3,53*	-4,27*	-5,17
	60 dk.	-0,72	-1,20*	0,06	0,64	0,46	0,24	(-)	-0,39	-0,67	-0,21	-1,59*	-0,92	-2,01*	-2,64*	-3,29*	-4,03*	-4,92
	120 dk.	-0,33	-0,81	0,45	1,03	0,85	0,63	0,39	(-)	-0,28	0,17	-1,20*	-0,53	-1,62*	-2,25*	-2,9*	-3,64*	-4,53
	240 dk.	-0,05	-0,53	0,73	1,31*	1,13	0,91	0,67	0,28	(-)	0,45	-0,92	-0,25	-1,34*	-1,97*	-2,62*	-3,36*	-4,25
1500°C	30 dk.	-0,5	-0,99	0,28	0,86	0,67	0,45	0,21	-0,17	-0,45	(-)	-1,38*	-0,71	-1,80*	-2,43*	-3,07*	-3,82*	-4,71*
	60 dk.	0,87	0,39	1,66*	2,24*	2,06*	1,84*	1,59*	1,20*	0,92	1,38*	(-)	0,67	-0,41	-1,04	-1,69*	-2,43*	-3,33*
	120 dk.	0,2	-0,28	0,99	1,57*	1,39*	1,17	0,92	0,53	0,25	0,71	-0,67	(-)	-1,08	-1,71*	-2,36*	-3,10*	-4,00*
	240 dk.	1,29*	0,8	2,08*	2,66*	2,47*	2,25*	2,01*	1,62*	1,34*	1,80*	0,41	1,08	(-)	-0,63	-1,27*	-2,02*	-2,91
1600°C	30 dk.	1,92*	1,43*	2,71*	3,29*	3,10*	2,88*	2,64*	2,25*	1,97*	2,43*	1,04	1,71*	0,63	(-)	-0,64	-1,39*	-2,28*
	60 dk.	2,57*	2,08*	3,35*	3,93*	3,75*	3,53*	3,29*	2,90*	2,62*	3,07*	1,69*	2,36*	1,27*	0,64	(-)	-0,74	-1,63*
	120 dk.	3,31*	2,82*	4,10*	4,68*	4,49*	4,27*	4,03*	3,64*	3,36*	3,82*	2,43*	3,10*	2,02*	1,39*	0,74	(-)	-0,89
	240 dk.	4,20*	3,72*	4,99*	5,57*	5,39*	5,17*	4,92*	4,53*	4,25*	4,71*	3,33*	4,0*	2,91*	2,28*	1,63*	0,89	(-)

*p< 0,05

Çizelge 3.4. Grup B alt grupları arasındaki ΔE değerleri ortalama farklılıklar

Renk Değişimi (ΔE)		Kontrol	1400°C				1450°C				1500°C				1600°C			
			30 dk.	60 dk.	120 dk.	240 dk.	30 dk.	60 dk.	120 dk.	240 dk.	30 dk.	60 dk.	120 dk.	240 dk.	30 dk.	60 dk.	120 dk.	240 dk.
	Kontrol	(-)	-15,76*	-9,26*	-1,52*	0,67	-4,57*	1,29	1,64*	0,12	1,46*	-1,1	0,1	-1,86*	-3,28*	-4,24*	-5,04*	-5,87*
1400°C	30 dk.	15,76*	(-)	6,49*	14,23*	16,43*	11,19*	17,05*	17,40*	15,88*	17,22*	14,65*	15,86*	13,89*	12,47*	11,52*	10,71*	9,89*
	60 dk.	9,26*	-6,49*	(-)	7,74*	9,93*	4,69*	10,55*	10,90*	9,39*	10,72*	8,16*	9,37*	7,40*	5,98*	5,02*	4,22*	3,39*
	120 dk.	1,52*	-14,23*	-7,74*	(-)	2,19*	-3,04*	2,81*	3,16*	1,65*	2,98*	0,41	1,62*	-0,34	-1,76*	-2,71*	-3,52*	-4,34*
	120 dk.	-0,67	-16,43*	-9,93*	-2,19*	(-)	-5,24*	0,62	0,97	-0,54	0,79	-1,77*	-0,56	-2,53*	-3,95*	-4,91*	-5,71*	-6,54*
1450°C	30 dk.	4,57*	-11,19*	-4,69*	3,04*	5,24*	(-)	5,86*	6,21*	4,69*	6,03*	3,46*	4,67*	2,70*	1,28*	0,33	-0,47	-1,3
	60 dk.	-1,29	-17,05*	-10,55*	-2,81*	-0,62	-5,86*	(-)	0,35	-1,16	0,17	-2,39*	-1,18	-3,15*	-4,57*	-5,53*	-6,33*	-7,16*
	120 dk.	-1,64*	-17,40*	-10,90*	-3,16*	-0,97	-6,21*	-0,35	(-)	-1,51*	-0,18	-2,74*	-1,53*	-3,50*	-4,92*	-5,88*	-6,68*	-7,51*
	240 dk.	-0,12	-15,88*	-9,39*	-1,65*	0,54	-4,69*	1,16	1,51*	(-)	1,33	-1,23	-0,023	-1,99*	-3,41*	-4,36*	-5,17*	-5,99*
1500°C	30 dk.	-1,46*	-17,22*	-10,72*	-2,98*	-0,79	-6,03*	-0,17	0,18	-1,33	(-)	-2,56*	-1,35	-3,32*	-4,74*	-5,70*	-6,50*	-7,33*
	60 dk.	1,1	-14,65*	-8,16*	-0,41*	1,77*	-3,46*	2,39*	2,74*	1,23	2,56*	(-)	1,21	-0,75	-2,18*	-3,13*	-3,94*	-4,76*
	120 dk.	-0,1	-15,86*	-9,37*	-1,62*	0,56	-4,67*	1,18	1,53*	0,02	1,35	-1,21	(-)	-1,96*	-3,39*	-4,34*	-5,15*	-5,97*
	240 dk.	1,86*	-13,89*	-7,40*	0,34*	2,53*	-2,70*	3,15*	3,50*	1,99*	3,32*	0,75	1,96*	(-)	-1,42*	-2,37*	-3,18*	-4,00*
1600°C	30 dk.	3,28*	-12,47*	-5,98*	1,76*	3,95*	-1,28	4,57*	4,92*	3,41*	4,74*	2,18*	3,39*	1,42*	(-)	-0,95	-1,76*	-2,58*
	60 dk.	4,24*	-11,52*	-5,02*	2,71*	4,91*	-0,33	5,53*	5,88*	4,36*	5,70*	3,13*	4,34*	2,37*	0,95	(-)	-0,8	-1,63*
	120 dk.	5,04*	-10,71*	-4,22*	3,52*	5,71*	0,47	6,33*	6,68*	5,17*	6,50*	3,94*	5,15*	3,18*	1,76*	0,8	(-)	-0,82
	240 dk.	5,87*	-9,89*	-3,39*	4,34*	6,54*	1,3	7,16*	7,51*	5,99*	7,33*	4,76*	5,97*	4,00*	2,58*	1,63*	0,82	(-)

*p< 0,05

Çizelge 3.5. Gruplar için A2 rengine göre ortalama renk değişimi (Δe) değerleri ve gruplar arasındaki ortalama farklılıklar

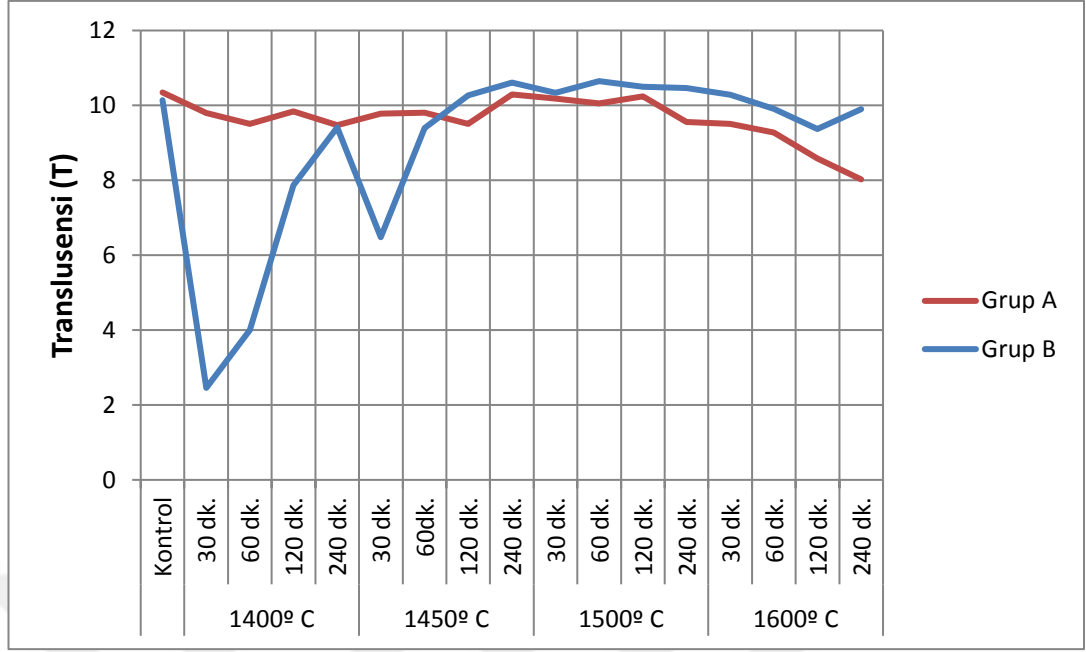
		Grup A		Grup B		Grup A-B
		Ortalama	Standart Sapma	Ortalama	Standart Sapma	Ortalama Farklılık
1400° C	Kontrol	3,12	0,16	3,56	0,52	-0,44*
	30 dk.	3,60	1,28	19,32	0,82	-15,7*
	60 dk.	2,33	0,77	12,82	1,04	-10,49*
	120 dk.	1,75	0,57	5,08	1,12	-3,33*
1450° C	240 dk.	1,93	0,39	2,89	0,66	,953*
	30 dk.	2,15	0,5	8,13	2,27	-5,97*
	60dk.	2,4	0,5	2,27	1,11	0,13
	120 dk.	2,79	0,64	1,92	0,56	,87*
1500° C	240 dk.	3,07	0,65	3,43	0,47	-0,36
	30 dk.	2,61	0,69	2,1	0,76	0,51
	60 dk.	3,99	0,54	4,66	0,51	-0,67*
	120 dk.	3,32	0,68	3,45	0,4	-0,13
1600° C	240 dk.	4,41	0,86	5,42	0,5	-1,01*
	30 dk.	5,04	0,62	6,84	0,34	-1,80*
	60 dk.	5,69	0,63	7,8	0,58	-2,11*
	120 dk.	6,43	1,02	8,60	0,62	-2,17*
	240 dk.	7,32	1,27	9,43	0,41	-2,10*

*p< 0,05

Aynı koşullarda sinterlenmiş, Grup A ve Grup B alt gruplar incelendiğinde dört grup dışında, gruplar arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlıdır ($p<0,05$). Düşük sıcaklıklarda sinterlenen alt gruplar arasındaki renk değişimi farkı daha fazla iken artan sıcaklık ve zaman değerleriyle birlikte renk değişimi farkı azalmaktadır. Grup B sıcaklık ve zaman değişimlerinden daha fazla etkilenirken, Grup A ‘nın daha stabil olduğu görülmüştür. (Çizelge 3.5).

3.4. Translusensi (T)

Genel olarak artan sinterleme sıcaklığı ve zamanına bağlı olarak grupların translusensi değerlerinin arttığı söylenebilir fakat en yüksek sinterleme sıcaklık ve zamanı değerlerinde ise grupların translusensisinde azalma görülmektedir (Şekil 3.7).



Şekil 3.7. Sinterleme sıcaklığı ve zamanına bağlı translusensi (T) değişimi

Grup A değerlendirildiğinde, sinterleme sıcaklık ve zaman değişimine bağlı olarak alt gruplar arasında oluşan translusensi değişiminin bazı gruplar için istatistiksel olarak anlamlı olduğu tespit edilmiştir ($p < 0,05$) (Çizelge 3.6). Grupların translusensi değerleri karşılaştırıldığında ise 1 600 °C de 120 ve 240 dakika sinterlenen alt gruplar ($p < 0,05$) harcindeki diğer alt gruplarla kontrol grubu arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark bulunamamıştır. 1600 °C ve 60 dakika ve artan sinterleme sıcaklık ve zamanı ile translusensi değerlerinde istatistiksel olarak anlamlı azalma tespit edilmiştir ($p < 0,05$).

Grup B değerlendirildiğinde, sinterleme zamanı ve sıcaklık değişimine bağlı olarak alt gruplar arasında oluşan translusensi değişiminin bazı alt gruplar için istatistiksel olarak anlamlı olduğu tespit edilmiştir ($p < 0,05$). 1400 °C de 30,60 ve 120 dakika ve 1450 °C de 30 dakika sinterlenen alt grupların genel olarak translusensi değerlerinin düşük olduğu ve kontrol grubu ile aralarında istatistiksel olarak anlamlı bir fark olduğu tespit edilmiştir ($p < 0,05$) (Çizelge 3.7).

Çizelge 3.6. Grup A alt grupları arasındaki translusensi (T) değerleri ortalama farklılıklar

Translusensi (T)		Kontrol	1400°C				1450°C				1500°C				1600°C			
			30 dk.	60 dk.	120 dk.	240 dk.	30 dk.	60 dk.	120 dk.	240 dk.	30 dk.	60 dk.	120 dk.	240 dk.	30 dk.	60 dk.	120 dk.	240 dk.
	Kontrol	(-)	0,54	0,84	0,5	0,87	0,56	0,53	0,84	0,05	0,16	0,28	0,1	0,78	0,84	1,07	1,76*	2,32*
1400°C	30 dk.	-0,54	(-)	0,29	-0,04	0,32	0,01	-0,01	0,29	-0,49	-0,38	-0,26	-0,44	0,24	0,29	0,52	1,21	1,77*
	60 dk.	-0,84	-0,29	(-)	-0,33	0,03	-0,27	-0,3	0	-0,78	-0,67	-0,55	-0,74	-0,05	0	0,23	0,92	1,48*
	120 dk.	-0,5	0,04	0,33	(-)	0,36	0,05	0,02	0,33	-0,45	-0,34	-0,21	-0,4	0,28	0,33	0,56	1,25	1,81*
	120 dk.	-0,87	-0,32	-0,03	-0,36	(-)	-0,31	-0,33	-0,03	-0,82	-0,71	-0,58	-0,77	-0,08	-0,03	0,19	0,88	1,44*
1450°C	30 dk.	-0,56	-0,01	0,27	-0,05	0,31	(-)	-0,02	0,27	-0,5	-0,4	-0,27	-0,46	0,22	0,27	0,5	1,19	1,75*
	60 dk.	-0,53	0,01	0,3	-0,02	0,33	0,02	(-)	0,3	-0,48	-0,37	-0,24	-0,43	0,25	0,3	0,53	1,2	1,78*
	120 dk.	-0,84	-0,29	0	-0,33	0,03	-0,27	-0,3	(-)	-0,78	-0,67	-0,55	-0,73	-0,05	0	0,23	0,92	1,48*
	240 dk.	-0,05	0,49	0,78	0,45	0,82	0,5	0,48	0,78	(-)	0,1	0,23	0,04	0,73	0,78	1,01	1,70*	2,26*
1500°C	30 dk.	-0,16	0,38	0,67	0,34	0,71	0,4	0,37	0,67	-0,1	(-)	0,12	-0,06	0,62	0,67	0,9	1,59*	2,15*
	60 dk.	-0,28	0,26	0,55	0,21	0,58	0,27	0,24	0,55	-0,23	-0,12	(-)	-0,18	0,5	0,55	0,78	1,47*	2,03*
	120 dk.	-0,1	0,44	0,74	0,4	0,77	0,46	0,43	0,73	-0,04	0,06	0,18	(-)	0,68	0,73	0,97	1,66*	2,22*
	240 dk.	-0,78	-0,24	0,05	-0,28	0,08	-0,22	-0,25	0,05	-0,73	-0,62	-0,5	-0,68	(-)	0,05	0,28	0,97	1,53*
1600°C	30 dk.	-0,84	-0,29	0	-0,33	0,03	-0,27	-0,3	0	-0,78	-0,67	-0,55	-0,73	-0,05	(-)	0,23	0,92	1,48*
	60 dk.	-1,07	-0,52	-0,23	-0,56	-0,19	-0,5	-0,53	-0,23	-1,01	-0,9	-0,78	-0,97	-0,28	-0,23	(-)	0,68	1,25
	120 dk.	-1,76*	-1,21	-0,92	-1,25	-0,88	-1,19	-1,22	-0,92	-1,70*	-1,59*	-1,47*	-1,66*	-0,97	-0,92	-0,68	(-)	0,56
	240 dk.	-2,32*	-1,77*	-1,48*	-1,81*	-1,44*	-1,75*	-1,78*	-1,48*	-2,26*	-2,15*	-2,03*	-2,22*	-1,53*	-1,48*	-1,25	-0,56	(-)

*p< 0,05

Çizelge 3.7. Grup B alt grupları arasındaki translusensi (T) değerleri ortalama farklılıklar

Translusensi (T)		Kontrol	1400°C				1450°C				1500°C				1600°C			
			30 dk.	60 dk.	120 dk.	240 dk.	30 dk.	60 dk.	120 dk.	240 dk.	30 dk.	60 dk.	120 dk.	240 dk.	30 dk.	60 dk.	120 dk.	240 dk.
	Kontrol	(-)	7,68*	6,13*	2,27*	0,72	3,65*	0,74	-0,13	-0,47	-0,19	-0,5	-0,35	-0,32	-0,14	0,23	0,76	0,23
1400°C	30 dk.	-7,68*	(-)	-1,54*	-5,41*	-6,95*	-4,02*	-6,93*	-7,81*	-8,15*	-7,87*	-8,19*	-8,03*	-8,00*	-7,82*	-7,44*	-6,91*	-7,44*
	60 dk.	-6,13*	1,54*	(-)	-3,86*	-5,40*	-2,48*	-5,39*	-6,26*	-6,611*	-6,33*	-6,64*	-6,49*	-6,46*	-6,28*	-5,90*	-5,37*	-5,90*
	120 dk.	-2,27*	5,41*	3,86*	(-)	-1,54*	1,38*	-1,52*	-2,40*	-2,74*	-2,46*	-2,78*	-2,62*	-2,59*	-2,41*	-2,03*	-1,50*	-2,03*
	120 dk.	-0,72	6,95*	5,40*	1,54*	(-)	2,92*	0,012	-0,86	-1,2	-0,92	-1,23	-1,08	-1,05	-0,87	-0,49	0,036	-0,49
1450°C	30 dk.	-3,65*	4,02*	2,48*	-1,38*	-2,92*	(-)	-2,91*	-3,78*	-4,13*	-3,85*	-4,16*	-4,01*	-3,98*	-3,80*	-3,42*	-2,89*	-3,42*
	60 dk.	-0,74	6,93*	5,39*	1,52*	-0,01	2,91*	(-)	-0,87	-1,21	-0,93	-1,25	-1,09	-1,06	-0,88	-0,51	0,02	-0,5
	120 dk.	0,13	7,81*	6,26*	2,40*	0,86	3,78*	0,87	(-)	-0,34	-0,06	-0,37	-0,22	-0,19	-0,01	0,36	0,89	0,36
	240 dk.	0,47	8,15*	6,61*	2,74*	1,2	4,13*	1,21	0,34	(-)	0,27	-0,03	0,11	0,14	0,33	0,7	1,24	0,71
1500°C	30 dk.	0,19	7,87*	6,33*	2,46*	0,92	3,85*	0,93	0,06	-0,27	(-)	-0,31	-0,15	-0,13	0,05	0,42	0,96	0,43
	60 dk.	0,5	8,19*	6,64*	2,78*	1,23	4,16*	1,25	0,37	0,03	0,31	(-)	0,15	0,18	0,36	0,74	1,27	0,74
	120 dk.	0,35	8,03*	6,49*	2,62*	1,08	4,01*	1,09	0,22	-0,11	0,15	-0,15	(-)	0,02	0,21	0,58	1,12	0,59
	240 dk.	0,32	8,0*	6,46*	2,59*	1,05	3,98*	1,06	0,19	-0,14	0,13	-0,18	-0,02	(-)	0,18	0,55	1,09	0,56
1600°C	30 dk.	0,14	7,82*	6,28*	2,41*	0,87	3,80*	0,88	0,01	-0,33	-0,05	-0,36	-0,21	-0,18	(-)	0,37	0,91	0,38
	60 dk.	-0,23	7,44*	5,90*	2,03*	0,49	3,42*	0,51	-0,36	-0,7	-0,42	-0,74	-0,58	-0,55	-0,37	(-)	0,53	0
	120 dk.	-0,76	6,91*	5,37*	1,50*	-0,03	2,89*	-0,02	-0,89	-1,24	-0,96	-1,27	-1,12	-1,09	-0,91	-0,53	(-)	-0,52
	240 dk.	-0,23	7,44*	5,90*	2,03*	0,49	3,42*	0,5	-0,36	-0,71	-0,43	-0,74	-0,59	-0,56	-0,38	0	0,52	0

*p<0,05

Çizelge 3.8. Gruplar için ortalama translusensi (T) değerleri ve gruplar arasındaki ortalama farklılıklar

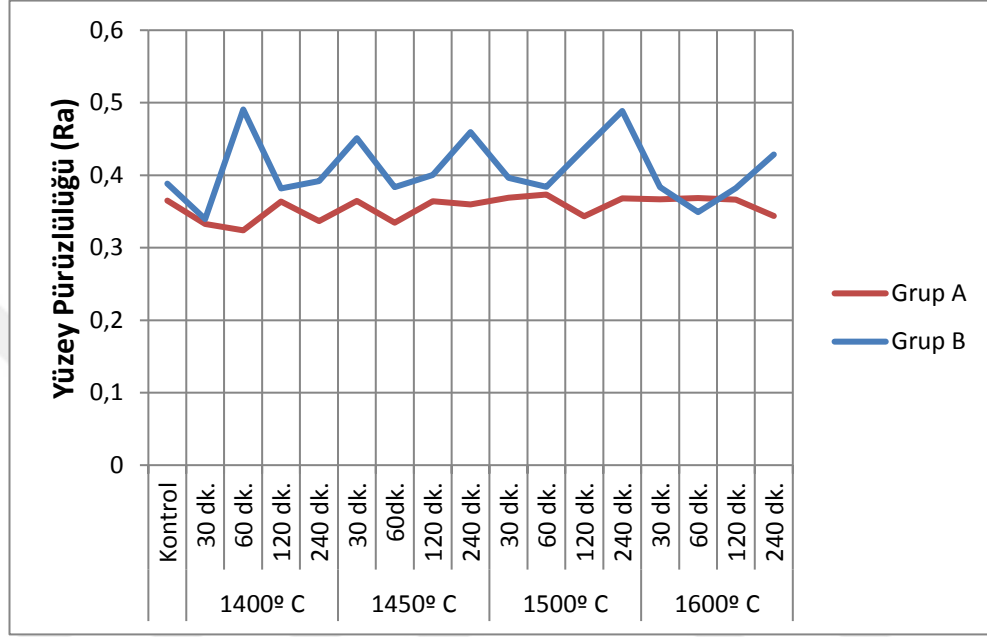
		Grup A		Grup B		Grup A-B
		Ortalama	Standart Sapma	Ortalama	Standart Sapma	Ortalama Farklılık
1400° C	Kontrol	10,35	0,4	10,14	0,51	0,2
	30 dk.	9,8	0,79	2,46	0,44	7,33*
	60 dk.	9,50	0,63	4,00	0,78	5,50*
	120 dk.	9,84	1,17	7,87	0,78	1,97*
	240 dk.	9,47	0,32	9,41	1,55	0,06
1450° C	30 dk.	9,78	0,85	6,48	0,90	3,3*
	60dk.	9,81	0,66	9,4	0,29	0,41
	120 dk.	9,50	0,89	10,27	1,68	-0,76
	240 dk.	10,29	0,37	10,61	0,25	-0,32*
1500° C	30 dk.	10,18	0,63	10,33	1,03	0,38
	60 dk.	10,06	0,24	10,65	0,65	-0,59*
	120 dk.	10,24	0,68	10,49	0,32	-0,24
	240 dk.	9,56	1,08	10,47	0,46	-0,9*
1600° C	30 dk.	9,50	1,06	10,28	0,33	-0,77*
	60 dk.	9,27	1,05	9,91	0,34	-0,63
	120 dk.	8,58	0,94	9,37	0,76	-0,78
	240 dk.	8,02	1,63	9,90	0,16	-1,87*

*p< 0,05

Aynı şartlarda sinterlenmiş Grup A ve Grup B alt gruplar karşılaştırıldığında ise gruplar arasında translusensi değerleri açısından istatistiksel olarak anlamlı fark belirli gruplarda gözlemlenmiştir(p<0,05). Düşük sıcaklıklarda Grup B translusensi değerleri daha düşükken artan sıcaklıklarla birlikte Grup B translusensi değerlerinin arttığı ve en yüksek sıcaklık ve zaman değerlerinde Grup A' dan daha yüksek translusensi değerlerine ulaştığı gözlemlenmiştir (Çizelge 3.8).

3.5. Yüzey Pürüzlülüğü (Ra)

Grup A ve Grup B yüzey pürüzlülüğü üzerinde sinterleme sıcaklığı ve zamanının etkili olmadığı gözlemlenmiştir (Şekil 3.8).



Şekil 3.8. Sinterleme sıcaklığı ve zamanına bağlı yüzey pürüzlülüğü (Ra) değişimi

Grup A veya Grup B kendi aralarında değerlendirildiğinde yüzey pürüzlülüğü değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark tespit edilememiştir. (Çizelge 3.9 ve 3.10) Ancak aynı sinterleme koşulları uygulanmış Grup A ve Grup B alt grupların bazıları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark olduğu tespit edilmiştir ($p < 0,05$) ve bu gruplar arasında Grup B' nin yüzey pürüzlülüğünün daha fazla olduğu gözlemlenmiştir (Çizelge 3.11). Gruplara genel olarak bakıldığında ise Grup B alt grupların yüzey pürüzlülüğü Grup A alt gruplara göre daha fazla olduğu gözlemlenmiştir.

Çizelge 3.9. Grup A alt grupları arasındaki yüzey pürüzlülüğü (Ra) değerleri ortalama farklılıklar

Yüzey Pürüzlülüğü (Ra)		Kontrol	1400°C				1450°C				1500°C				1600°C			
			30 dk.	60 dk.	120 dk.	240 dk.	30 dk.	60 dk.	120 dk.	240 dk.	30 dk.	60 dk.	120 dk.	240 dk.	30 dk.	60 dk.	120 dk.	240 dk.
1400°C	Kontrol	(-)	0,03	0,04	0	0,02	0	0,03	0	0	0	0	0,02	0	-99,86	0	0	0,02
	30 dk.	-0,03	(-)	0	-0,03	0	-0,03	0	-0,03	-0,02	-0,03	-0,04	-0,01	-0,03	-99,89	-0,03	-0,03	-0,01
	60 dk.	-0,04	0	(-)	-0,03	-0,01	-0,04	-0,01	-0,04	-0,03	-0,04	-0,04	-0,01	-0,04	-99,9	-0,04	-0,04	-0,01
	120 dk.	0	0,03	0,03	(-)	0,02	0	0,02	0	0	0	0	0,02	0	-99,86	0	0	0,02
1450°C	120 dk.	-0,02	0	0,01	-0,02	(-)	-0,02	0	-0,02	-0,02	-0,03	-0,03	0	-0,03	-99,89	-0,03	-0,02	0
	30 dk.	0	0,03	0,04	0	0,02	(-)	0,03	0	0	0	0	0,02	0	-99,86	0	0	0,02
	60 dk.	-0,03	0	0,01	-0,02	0	-0,03	(-)	-0,02	-0,02	-0,03	-0,03	0	-0,03	-99,89	-0,03	-0,03	0
	120 dk.	0	0,03	0,04	0	0,02	0	0,02	(-)	0	0	0	0,02	0	-99,86	0	0	0,02
1500°C	240 dk.	0	0,02	0,03	0	0,02	0	0,02	0	(-)	0	-0,01	0,01	0	-99,87	0	0	0,01
	30 dk.	0	0,03	0,04	0	0,03	0	0,03	0	0	(-)	0	0,02	0	-99,86	0	0	0,02
	60 dk.	0	0,04	0,04	0	0,03	0	0,03	0	0,01	0	(-)	0,02	0	-99,85	0	0	0,02
	120 dk.	-0,02	0,01	0,01	-0,02	0	-0,02	0	-0,02	-0,01	-0,02	-0,02	(-)	-0,02	-99,88	-0,02	-0,02	0
1600°C	240 dk.	0	0,03	0,04	0	0,03	0	0,03	0	0	0	0	0,02	(-)	-99,86	0	0	0,02
	30 dk.	99,86	99,89	99,9	99,86	99,89	99,86	99,89	99,86	99,87	99,86	99,85	99,88	99,86	(-)	99,86	99,86	99,88
	60 dk.	0	0,03	0,04	0	0,03	0	0,03	0	0	0	0	0,02	0	-99,86	(-)	0	0,02
	120 dk.	0	0,03	0,04	0	0,02	0	0,03	0	0	0	0	0,02	0	-99,86	0	(-)	0,02
	240 dk.	-0,02	0,01	0,01	-0,02	0	-0,02	0	-0,02	-0,01	-0,02	-0,02	0	-0,02	-99,88	-0,02	-0,02	(-)

*p< 0,05

Çizelge 3.10. Grup B alt grupları arasındaki yüzey pürüzlülüğü (Ra) değerleri ortalama farklılıklar

Yüzey Pürüzlülüğü (Ra)		Kontrol	1400°C				1450°C				1500°C				1600°C			
			30 dk.	60 dk.	120 dk.	240 dk.	30 dk.	60 dk.	120 dk.	240 dk.	30 dk.	60 dk.	120 dk.	240 dk.	30 dk.	60 dk.	120 dk.	240 dk.
	Kontrol	(-)	-99,81	-0,1	0	-99,86	-199,77	-99,85	-0,01	-0,07	-99,86	-99,85	-0,04	-99,95	0	0,039	0	-299,61
1400°C	30 dk.	99,81	(-)	99,71	99,82	-0,047	-99,95	-0,03	99,8	99,74	-0,05	-0,03	99,76	-0,13	99,82	99,85	99,82	-199,79
	60 dk.	0,1	-99,71	(-)	0,1	-99,76	-199,67	-99,75	0,09	0,03	-99,76	-99,75	0,05	-99,84	0,1	0,14	0,1	-299,5
	120 dk.	0	-99,82	-0,1	(-)	-99,87	-199,77	-99,86	-0,018	-0,077	-99,87	-99,86	-0,054	-99,95	0	0,03	0	-299,61
	240 dk.	99,86	0,04	99,76	99,87	(-)	-99,9	0	99,85	99,79	-0,003	0	99,81	-0,08	99,86	99,9	99,87	-199,74
1450°C	30 dk.	199,77	99,95	199,67	199,77	99,9	(-)	99,91	199,76	199,7	99,9	99,91	199,72	99,82	199,77	199,81	199,77	-99,83
	60 dk.	99,85	0,03	99,75	99,86	0	-99,91	(-)	99,84	99,78	-0,01	0	99,8	-0,09	99,86	99,89	99,86	-199,75
	120 dk.	0,01	-99,8	-0,09	0,01	-99,85	-199,76	-99,84	(-)	-0,05	-99,85	-99,84	-0,03	-99,93	0,016	0,05	0,01	-299,59
	240 dk.	0,07	-99,74	-0,03	0,07	-99,79	-199,7	-99,78	0,05	(-)	-99,79	-99,78	0,02	-99,88	0,07	0,11	0,07	-299,54
1500°C	30 dk.	99,86	0,05	99,76	99,87	0	-99,9	0,01	99,85	99,79	(-)	0,01	99,82	-0,08	99,87	99,9	99,87	-199,74
	60 dk.	99,85	0,03	99,75	99,86	0	-99,91	0	99,84	99,78	-0,01	(-)	99,8	-0,09	99,86	99,89	99,86	-199,75
	120 dk.	0,04	-99,76	-0,05	0,05	-99,81	-199,72	-99,8	0,03	-0,02	-99,82	-99,8	(-)	-99,9	0,05	0,08	0,05	-299,56
	240 dk.	99,95	0,13	99,84	99,95	0,087	-99,82	0,09	99,93	99,88	0,08	0,09	99,9	(-)	99,95	99,99	99,95	-199,66
1600°C	30 dk.	0	-99,82	-0,1	0	-99,86	-199,77	-99,86	-0,01	-0,07	-99,87	-99,86	-0,05	-99,95	(-)	0,03	0	-299,61
	60 dk.	-0,03	-99,85	-0,14	-0,03	-99,9	-199,81	-99,89	-0,05	-0,11	-99,9	-99,89	-0,08	-99,99	-0,03	(-)	-0,03	-299,65
	120 dk.	0	-99,82	-0,1	0	-99,87	-199,77	-99,86	-0,01	-0,07	-99,87	-99,86	-0,05	-99,95	0	0,03	(-)	-299,61
	240 dk.	299,61	199,79	299,5	299,61	199,74	99,83	199,75	299,59	299,54	199,74	199,75	299,56	199,66	299,61	299,65	299,61	(-)

*p<0,05

Çizelge 3.11. Gruplar için ortalama yüzey pürüzlülüğü (Ra) değerleri ve gruplar arasındaki ortalama farklılıklar

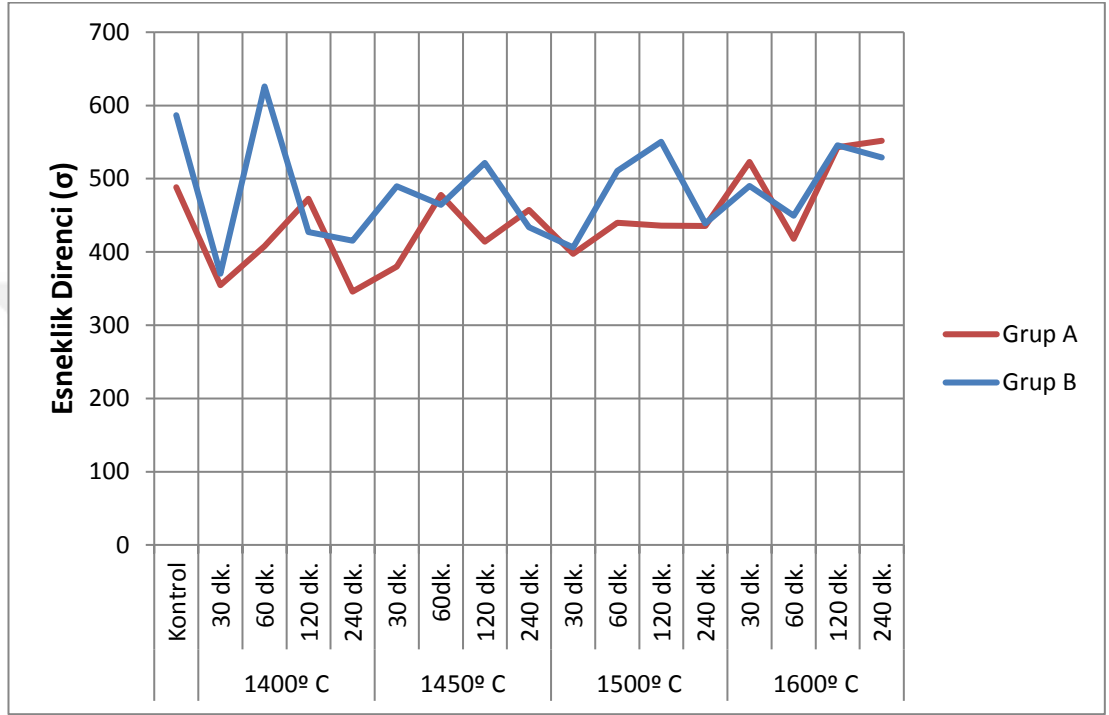
		Grup A		Grup B		Grup A-B
		Ortalama	Standart Sapma	Ortalama	Standart Sapma	Ortalama Farklılık
1400° C	Kontrol	0,36	0,05	0,39	0,1	-0,02
	30 dk.	0,33	0,04	0,34	0,12	0,01
	60 dk.	0,32	0,04	0,49	0,08	-0,16*
	120 dk.	0,36	0,04	0,38	0,08	-0,01
	240 dk.	0,34	0,06	0,39	0,14	-0,05
1450° C	30 dk.	0,36	0,06	0,45	0,13	-0,08
	60dk.	0,33	0,07	0,38	0,05	-0,04
	120 dk.	0,36	0,05	0,40	0,11	-0,03
	240 dk.	0,36	0,05	0,46	0,11	-0,09*
1500° C	30 dk.	0,37	0,06	0,4	0,12	-0,02
	60 dk.	0,37	0,08	0,38	0,13	0,01
	120 dk.	0,34	0,04	0,44	0,12	-0,09*
	240 dk.	0,37	0,04	0,49	0,09	-0,12*
1600° C	30 dk.	0,37	0,03	0,38	0,12	-0,01
	60 dk.	0,37	0,07	0,35	0,11	0,01
	120 dk.	0,37	0,06	0,38	0,13	-0,01
	240 dk.	0,34	0,07	0,43	0,02	-0,08*

*p< 0,05

Grup A için en fazla yüzey pürüzlülüğü 1500 °C ve 30 dakika sinterlenen alt grupta gözlemlenmişken en az yüzey pürüzlülüğü değeri ise 1400 °C ve 60 dakika sinterlenen alt grupta izlenmiştir. Grup B alt gruplarında en fazla yüzey pürüzlülüğü 1400 °C ve 60 dakika, en az ise 1400°C ve 30 dakika sinterlenen alt grupta izlenmiştir (Çizelge 3.11).

3.6. Esneklik Direnci (σ)

Grup A ve Grup B için esneklik direnci üzerinde sinterleme sıcaklığı ve zamanının etkili olmadığı gözlemlenmiştir (Şekil 3.9).



Şekil 3.9. Sinterleme sıcaklığı ve zamanına bağlı esneklik direnci (σ) değişimi

Grup A ve Grup B alt gruplarından elde edilen sonuçlar incelendiğinde, Grup B için sadece iki alt grup arasında istatistiksel olarak anlamlı fark tespit edilmiş ($p < 0,05$), Grup A alt grupları arasında anlamlı bir fark bulunamamıştır (Çizelge 3.12 ve 3.13).

Çizelge 3.12. Grup A alt grupları arasındaki esneklik direnci (σ) değerleri ortalama farklılıklar

Esneklik Direnci (σ)		Kontrol	1400°C				1450°C				1500°C				1600°C			
			30 dk.	60 dk.	120 dk.	240 dk.	30 dk.	60 dk.	120 dk.	240 dk.	30 dk.	60 dk.	120 dk.	240 dk.	30 dk.	60 dk.	120 dk.	240 dk.
	Kontrol	(-)	133,82	80,55	16,02	142,66	108,54	10,45	74,28	30,97	90,89	48,86	52,49	53,16	-34,45	70,52	-54,29	-63,26
1400°C	30 dk.	133,82	(-)	-53,26	-117,8	8,84	-25,28	-123,37	-59,54	-102,85	-42,92	-84,95	-81,33	-80,65	-168,27	-63,29	-188,12	-197,09
	60 dk.	-80,55	53,26	(-)	-64,53	62,1	27,98	-70,1	-6,27	-49,58	10,33	-31,69	-28,065	-27,39	-115	-10,03	-134,85	-143,82
	120 dk.	-16,02	117,8	64,53	(-)	126,64	92,52	-5,56	58,25	14,95	74,87	32,84	36,47	37,14	-50,47	54,5	-70,31	-79,28
	120 dk.	-142,66	-8,84	-62,1	-126,64	(-)	-34,12	-132,21	-68,38	-111,69	-51,76	-93,79	-90,17	-89,5	-177,11	-72,14	-196,96	-205,93
1450°C	30 dk.	108,54	25,28	-27,98	-92,52	34,12	(-)	-98,09	-34,26	-77,57	-17,64	-59,67	-56,05	-55,37	-142,99	-38,01	-162,84	-171,81
	60 dk.	-10,45	123,37	70,1	5,56	132,21	98,09	(-)	63,82	20,51	80,44	38,41	42,04	42,711	-44,9	60,07	-64,75	-73,72
	120 dk.	-74,28	59,54	6,27	-58,25	68,38	34,26	-63,82	(-)	-43,3	16,61	-25,41	-21,78	-21,11	-108,73	-3,75	-128,57	-137,54
	240 dk.	-30,97	102,85	49,58	-14,95	111,69	77,57	-20,519	43,3	(-)	59,92	17,89	21,52	22,19	-65,42	39,55	-85,27	-94,24
1500°C	30 dk.	-90,89	42,92	-10,33	-74,87	51,76	17,64	-80,44	-16,61	-59,92	(-)	-42,03	-38,4	-37,73	-125,34	-20,37	-145,19	-154,16
	60 dk.	-48,86	84,95	31,69	-32,84	93,79	59,67	-38,41	25,41	-17,89	42,03	(-)	3,62	4,29	-83,31	21,65	-103,16	-112,13
	120 dk.	-52,49	81,33	28,06	-36,47	90,17	56,05	-42,04	21,78	-21,52	38,4	-3,62	(-)	0,67	-86,94	18,03	-106,79	-115,76
	240 dk.	-53,16	80,65	27,39	-37,14	89,5	55,37	-42,71	21,11	-22,19	37,73	-4,29	-0,67	(-)	-87,61	17,36	-107,46	-116,43
1600°C	30 dk.	34,45	168,27	115	50,47	177,11	142,99	44,9	108,73	65,42	125,34	83,31	86,94	87,61	(-)	104,97	-19,84	-28,81
	60 dk.	-70,52	63,29	10,03	-54,5	72,14	38,01	-60,07	3,75	-39,55	20,37	-21,65	-18,03	-17,36	-104,97	(-)	-124,82	-133,79
	120 dk.	54,29	188,12	134,85	70,31	196,96	162,84	64,75	128,57	85,27	145,19	103,16	106,79	107,46	19,84	124,82	(-)	-8,97
	240 dk.	63,26	197,09	143,82	79,28	205,93	171,81	73,72	137,54	94,24	154,16	112,13	115,76	116,43	28,81	133,79	8,97	(-)

*p< 0,05

Çizelge 3.13. Grup B grupları arasındaki esneklik direnci (σ) değerleri ortalama farklılıklar

Esneklik Direnci (σ)		Kontrol	1400°C				1450°C				1500°C				1600°C			
			30 dk.	60 dk.	120 dk.	240 dk.	30 dk.	60 dk.	120 dk.	240 dk.	30 dk.	60 dk.	120 dk.	240 dk.	30 dk.	60 dk.	120 dk.	240 dk.
	Kontrol	(-)	216,25	-39,41	159,24	171,36	96,93	122,42	64,92	153,04	180,26	75,94	36,26	147,39	96,32	137,26	40,83	57,5
1400°C	30 dk.	-216,25	(-)	-255,66*	-57	-44,89	-119,31	-93,82	-151,32	-63,2	-35,98	-140,31	-179,98	-68,85	-119,92	-78,98	-175,41	-158,74
	60 dk.	39,41	255,66*	(-)	198,66	210,77	136,35	161,84	104,34	192,46	219,68	115,35	75,68	186,81	135,74	176,68	80,25	96,92
	120 dk.	-159,24	57	-198,66	(-)	12,11	-62,3	-36,81	-94,31	-6,19	21,02	-83,3	-122,97	-11,84	-62,91	-21,97	-118,4	-101,73
	120 dk.	-171,36	44,89	-210,77	-12,11	(-)	-74,42	-48,93	-106,43	-18,31	8,9	-95,42	-135,09	-23,96	-75,03	-34,09	-130,52	-113,85
	30 dk.	-96,93	119,31	-136,35	62,3	74,42	(-)	25,49	-32	56,11	83,33	-20,99	-60,67	50,46	-0,61	40,32	-56,1	-39,43
1450°C	60 dk.	-122,42	93,82	-161,84	36,81	48,93	-25,49	(-)	-57,5	30,62	57,84	-46,48	-86,16	24,97	-26,1	14,83	-81,59	-64,92
	120 dk.	-64,92	151,32	-104,34	94,31	106,43	32	57,5	(-)	88,12	115,34	11,01	-28,66	82,47	31,39	72,33	-24,09	-7,42
	240 dk.	-153,04	63,2	-192,46	6,19	18,31	-56,11	-30,62	-88,12	(-)	27,22	-77,1	-116,78	-5,65	-56,72	-15,78	-112,21	-95,54
	30 dk.	-180,26	35,98	-219,68	-21,02	-8,9	-83,33	-57,84	-115,34	-27,22	(-)	-104,32	-144	-32,87	-83,94	-43	-139,43	-122,76
1500°C	60 dk.	-75,94	140,31	-115,35	83,3	95,42	20,99	46,48	-11,01	77,1	104,32	(-)	-39,67	71,45	20,38	61,32	-35,1	-18,43
	120 dk.	-36,26	179,98	-75,68	122,97	135,09	60,67	86,16	28,66	116,78	144	39,67	(-)	111,13	60,05	100,99	4,57	21,23
	240 dk.	-147,39	68,85	-186,81	11,84	23,96	-50,46	-24,97	-82,47	5,65	32,87	-71,45	-111,13	(-)	-51,07	-10,13	-106,56	-89,89
	30 dk.	-96,32	119,92	-135,74	62,91	75,03	0,61	26,1	-31,39	56,72	83,94	-20,38	-60,05	51,07	(-)	40,94	-55,48	-38,81
1600°C	60 dk.	-137,26	78,98	-176,68	21,97	34,09	-40,32	-14,83	-72,33	15,78	43	-61,32	-100,99	10,13	-40,94	(-)	-96,42	-79,75
	120 dk.	-40,83	175,41	-80,25	118,4	130,52	56,1	81,59	24,09	112,21	139,43	35,1	-4,57	106,56	55,48	96,42	(-)	16,66
	240 dk.	-57,5	158,74	-96,92	101,73	113,85	39,43	64,92	7,42	95,54	122,76	18,43	-21,23	89,89	38,81	79,75	-16,66	(-)

*p< 0,05

Ancak aynı sinterleme koşulları uygulanmış Grup A ve Grup B alt gruplarından iki alt grup arasında, Grup B' nin esneklik direncinin daha fazla olması ile istatistiksel olarak anlamlı fark tespit edilmiştir ($p<0,05$) (Çizelge 3.14).

Gruplara genel olarak bakıldığında ise Grup B 'nin esneklik direncinin Grup A' ya göre daha fazla olduğu söylenebilir fakat aradaki fark sadece iki alt grup için istatistiksel olarak anlamlıdır.

Çizelge 3.14. Gruplar için ortalama esneklik direnci (σ) değerleri ve gruplar arasındaki ortalama farklılıklar

		Grup A		Grup B		Grup A-B
		Ortalama	Standart Sapma	Ortalama	Standart Sapma	Ortalama Farklılık
1400° C	Kontrol	488,50	87,53	586,54	236,32	-98,04
	30 dk.	354,68	126,67	370,23	142,02	-15,61
	60 dk.	407,94	92,97	625,96	187,87	-218,01*
	120 dk.	472,48	204,01	427,30	130,20	45,17
	240 dk.	345,84	94,73	415,18	81,54	-69,34
1450° C	30 dk.	379,96	123,24	489,61	186,61	-109,65
	60dk.	478,05	177,25	464,12	102,60	13,93
	120 dk.	414,21	99,34	521,62	179,75	-107,39
	240 dk.	457,53	103,81	433,50	56,88	24,03
1500° C	30 dk.	397,60	90,16	406,28	163,58	-8,67
	60 dk.	439,63	51,55	510,60	174,54	-70,96
	120 dk.	436,01	75,94	550,28	126,14	-114,27*
	240 dk.	435,34	118,11	439,15	79,73	-3,81
1600° C	30 dk.	522,95	158,15	490,22	40,02	32,73
	60 dk.	417,98	51,12	449,28	134,27	-31,3
	120 dk.	542,80	192,52	545,71	102,84	-2,9
	240 dk.	551,77	119,94	529,04	171,32	22,72

* $p<0,05$

Grup A alt gruplar için en fazla esneklik direnci 1600 °C ve 240 dakikada sinterlenen alt grupta gözlenirken en az esneklik direnci 1400°C ve 240 dakikada sinterlenen alt grupta izlenmiştir. Grup B alt gruplar arasında en fazla esneklik direnci 1400 °C ve 60 dakikada sinterlenen alt grupta gözlenirken, en az esneklik direnci ise 1400°C ve 30 dakikada sinterlenen alt grupta izlenmiştir. (Çizelge 3.14).

4. TARTIŞMA

Ankara Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesinde yürütülen çalışmamızda sinterleme parametrelerinden sıcaklık ve zamanın güncel materyaller olan kendinden renkli translusent monolitik zirkonya özellikleri üzerine etkisi incelenmiştir.

Güncel diş hekimliği uygulamalarında kısa sinterleme süreci ile zirkonya restorasyonların hızlı bir şekilde üretilmesini sağlamak klinik olarak önemli bir faktördür. Sinterleme işleminde sinterleme sıcaklık ve zaman değişkenleri birbiriyle ilişkili olup, bir değişken üzerinde yapılacak değişikliklerle diğer değişken değerleri değiştirilebilmektedir. Ayrıca sinterleme parametrelerinden sinterleme sıcaklık ve sinterleme zamanı restorasyonun üretim süresini doğrudan etkileyen faktörlerdir. Bu sebeple çalışmamızda sinterleme işlemindeki süreç değişkenlerinden sıcaklık ve zaman faktörlerinin pre-sinterize zirkonya materyaline ait yapısal, mekanik ve optik özellikleri üzerine etkisinin incelenmesi amaçlanmıştır. Çalışmamızda iki farklı ticari olarak elde edilebilen kendinden renkli translusent monolitik zirkonya materyali kullanılmıştır. Materyallerden Grup A' nın chair-side CAD/CAM sistemleri ile uyumlu olması iki materyalinde güncel materyaller olması ve üretim aşamalarının azaltılabilesinden dolayı tercih edilmiştir. Kendinden renkli monolitik zirkonya materyali daha homojen renk özelliklerine sahiptir ve boyama işlemi materyalin esneklik direnci üzerine etkili değildir. Ayrıca ekstra boyama işlemi ile birlikte oluşacak zaman kaybı ve olası standardizasyon hataları da ortadan kaldırmaktadır (Sedda ve ark., 2015).

Çalışmamızda örnek boyutları 15,5 x 12,5 x 1,2 mm olarak belirlenmiştir. Boyutların belirlenmesinde blokların boyutu, diğer literatür incelemeleri (Jiang ve ark., 2011; Inokoshi ve ark., 2014; Stawarczyk ve ark., 2013) ve yüksek translusent zirkonya materyalinin farklı kalınlıklardaki translusensi değişimine daha az hassas olması (Ilie ve Stawarczyk, 2015) göz önünde tutularak belirlenmiştir. Sinterleme sıcaklık ve zamanı değerleri ise zirkonya için ideal sinterleme sıcaklığı olarak kabul

edilen 1400 °C -1600 °C (Scott 1975) arasında, farklı sinterleme süreleri uygulanacak şekilde belirlenmiştir. Çalışmamızda bütün laboratuvar aşamaları tek bir hekim tarafından yapılarak standardizasyon sağlanmaya çalışılmıştır.

Çalışmamızda materyal yapısındaki faz dönüşümleri X-ray kırınımı yöntemiyle tespit edilmiştir. Dental araştırmalarda yaygın olarak kullanılan yöntemin, örnekler üzerinde herhangi bir bozucu etkisinin olmaması da önemli bir avantajdır. Yöntemin dezavantajı ise analizin materyal yüzeyinde yapılması ve daha derin yüzey yapısının incelenmesinin zor olmasıdır.

Yüksek büyütme oranı, büyük alan derinliği gibi avantajlarından dolayı çalışmamızda zirkonya materyalinin tanecik boyutu analizinde taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. Yöntemin dezavantajları yüksek maliyeti ve örneklerin hazırlanmasında hassasiyet gerektirmesidir (Bozzola ve Russel 1998).

Diş hekimliğinde en yaygın olarak kullanılan renk analizi yöntemi görsel renk analiz yöntemidir. Dünya genelinde VITA klasik renk skalası klinik ve laboratuvar aşamalarında kullanılmaktadır (Chu ve ark., 2010; Paravina ve ark., 2007). Yöntemin subjektif olması, sayısal verilerin elde edilememesi ve üretici firma, materyalin translusensisi, hekim faktörü gibi etkenlerden etkilendiği için hataya açık olması, hassas ve objektif ölçüm yapılmasına olanak vermez (Lehmann ve ark. 2011). Dijital renk analizi cihazları, hassasiyeti ve tekrarlanabilirliği artıran cihazlardır (Lehmann ve ark., 2007). Spektrofotometreler, diş hekimliği uygulamalarında ve bilimsel çalışmalarda yaygın olarak kullanılan en hassas, faydalı ve esnek cihazlardır (Lagouvardos ve ark., 2009). Yapılan bir çalışmada spektrofotometre kullanımının hassasiyeti % 33 arttırdığı ve % 93,3 vakada daha objektif değerlendirmenin yapılabileceği belirtilmiştir (Paul ve ark., 2002). Beş farklı renk analiz cihazının karşılaştırıldığı bir çalışmada ise en hassas ölçümün Vita Easysshade ile elde edildiği bildirilmiştir (Dozic ve ark. 2007). Bu bilgiler doğrultusunda çalışmamızda renk analizi için spektrofotometre cihazı kullanılmıştır. Bu sistemlerin belirli sınırlamaları mevcuttur ve uygulayıcı bu özellikleri göz önüne alarak renk analizi yapmalıdır. Yüzeylerin kurvaturu, materyalin translusensisi, uniform dağılım göstermiş renk

yapısı ve ölçüm yapılacak materyalin çapının cihazın ölçüm penceresinden daha ufak olduğu ya da materyalin translusensisinin fazla olduğu ve ışının cihaza tekrar dönmediği durumlarda ortaya çıkabilen edge-lost etkisi gibi faktörler bu cihazların ölçüm sonuçlarını etkileyebilmektedir (Bolt ve ark. 1994, Kim ve ark. 2009). Bu sebeple çalışmamızda düz yüzeylere sahip homojen renk dağılımı gösteren ve çapı cihazın ölçüm penceresinden daha geniş örnekler kullanılarak renk analizi yapılmıştır. Ayrıca örnek merkezinden üç ayrı ölçüm yapıp bu ölçümlerin ortalama değerleri elde edilmiştir. Böylece ölçümler standart hale getirilmiştir.

Çalışmamızda sinterleme parametrelerindeki değişikliklerin zirkonyanın yüzey pürüzlülüğü üzerine etkisi kontakt profilometre cihazı ile tespit edilmiştir. Yüzey pürüzlülüğü ölçümlerinin yapıldığı çalışmalarda kontakt ölçüm yapabilen profilometre denen cihazlar yaygın olarak kullanılmaktadır. Profilometri yöntemiyle elde edilen Ra değeri ise porselen yüzeylerdeki yüzey pürüzlülüğünü ölçmek için kullanılır. Bu değer yüzey yapısındaki pürüzlülük ve yüzey yapısıyla ilgili sayısal veri elde etmeyi olanaklı kılmaktadır (Frühauf, 1998; Whitehead ve ark., 1999). Bu yöntem yüzeyden bağımsız, yüksek çözünürlükte yüzey profili hakkında bilgi veren ve bilimsel olarak kabul edilmiş bir yöntemdir (Frühauf, 1998). Kontakt profilometri tekrarlanabilirlik, rahat uygulanabilirlik ve güvenilirlik gibi avantajlara sahiptir. Bu yöntemin dezavantajı ise, cihazın ölçüm yapan ucunun çok küçük ve dikey engebeli tarzındaki düzensizlikleri ölçmede yetersiz olabilmesidir. Ayrıca ölçüm yapan ucun yumuşak yüzeylerde çizikler oluşturabilmesi de dezavantajıdır (Whitehead ve ark., 1999).

Esneklik testleri kolay örnek hazırlama prosedürleri sebebiyle sadece dental seramikler için değil ayrıca diğer dental materyallerin incelenmesi için de yaygın olarak kullanılan yöntemlerdir (Zeng ve ark., 1996). Test düzeneğinin değiştirilebilmesi bu yöntemin avantajıdır (Kanie ve ark., 2002). Yaygın olarak kullanılan esneklik direnci test yöntemleri üç nokta ve dört nokta bükme testleridir. Bu yöntemlerde örneklerin kenarlarında oluşabilecek kırıkların önüne geçilmesindeki zorluklar yöntemin dezavantajıdır. ISO standartlarına göre önerilen test yöntemleri ise üç nokta bükme testi ve biaksiyel bükme testidir (ISO 6862:2008). Biaksiyel bükme testinin avantajı ise diğer testlerde oluşabilecek kenar kırıklarının önüne

geçilebilmesidir. Değişik test yöntemlerini doğrudan birbiriyle kıyaslamanın doğru olmayacağı yapılan çalışmalarda belirtilmiştir (Higgs ve ark., 2001;Vallo, 2002). Öte yandan dental seramikler için hangi test yönteminin diğerlerinden daha üstün olduğu belirlenebilmiş değildir. Çalışmamızda zirkonya materyalinin esneklik direnci üç nokta esneklik direnci testi ile ölçülmüştür.

Zirkonya yapısındaki katastropik kırılmalara, su penetrasyonuna bağlı olarak oluşan düşük-ısı bozunmasıyla birlikte materyalin yapısındaki tetragonal fazdan monoklinik faza dönüşümün sebep olduğu belirtilmiştir (Lawson, 1995). Denry ve Kelly (2008) bazı zirkonya materyallerinin yaşlanmaya eğilimli olduğunu ve bazı üretim tekniklerinin bu bozunmada önemli rolü olduğunu belirtmişlerdir. Bu parametreler içinde sinterleme zamanı,sıcaklığı ve atmosferi esas rol oynayan parametrelerdir (Hallman ve ark., 2012). Güncel bir materyal olan monolitik zirkonya doğrudan ağız ortamı ve tükürük ile ilişkilidir ve bu durum materyalin yaşlanmasına ve yapısında bozulmalara sebep olabilmektedir (Chevalier ve ark. 2011). Çalışmamızda zirkonya materyali için olası ağız içi koşullar düşünülerek gruplara termal yaşlandırma işlemi uygulanmıştır. Peterson ve ark. (1966), ağız içi ortamda en düşük tolere edilebilir değerin 10 °C olduğu ve bu değerin hastaları rahatsız ettiğini, 15 °C nin ise hastalara herhangi bir rahatsızlık vermediğini belirtmişlerdir. Palmer ve ark. (1992), ise ağız içi ortamda tespit edilen en düşük sıcaklığı 4,5 °C olarak tespit etmişlerdir. Plant ve ark. (1974), en yüksek değer olarak 50-55 °C arasındaki sıcaklıklarda hastaların rahatsızlık duymadıklarını belirtmişlerdir. Literatürdeki çalışmalar incelendiğinde ise bir siklus için ortalama tamamlanma süresi 53 saniye olarak belirtilmiştir (Gale ve Darvell, 1999). Çalışmamızda bir siklus, solüsyon sıcaklıkları 5-55 °C, bir solüsyonda bekleme süresi 20 saniye ve 10 sn geçiş süresi olmak üzere bir dakikada tamalanmıştır. Literatürde herhangi bir materyal için uygulanabilecek termal siklus prosedürü hala tartışmalı olmakla birlikte genel olarak 10 000 siklusun ortalama bir yıllık bir süreye eşdeğer yaşlandırma yapacağı belirtilmiştir (Gale ve Darvell 1999).Çalışmamızdaki örneklere 10 000 siklus uygulanmış ve ortalama bir yıllık yaşlandırma yapılmıştır.

Zirkonya materyali üzerinde oluşan yüzey faz dönüşümleri materyalin mekanik özelliklerini olumsuz etkilemektedir ve materyalin aşındırma özelliklerini arttırıcı rol

oynamaktadır. Tetragonal fazdan monoklinik faza dönüşüm devam ettikçe yüzey kırıkları oluşabilmektedir. Zirkonyanın mekanik özellikleri ve tetragonal fazın kararlılığı; tanecik boyutuna ve yarı kararlı mikroyapıya bağlıdır. Çalışmamızda sinterleme parametrelerinden sıcaklık ve zaman değişikliklerinin, materyalin yüzeyindeki faz dönüşümüne etki etmediği gözlemlenmiştir. Çalışmamıza paralel olarak Ebeid ve ark. (2014), değişen sinterleme zaman ve sıcaklığının monolitik zirkonyanın yüzey yapısında faz dönüşümüne sebep olmadığını belirtmişlerdir. Inokoshi ve ark. (2014), üç farklı ticari zirkonya materyali üzerinde sinterleme parametrelerindeki değişimlerin faz dönüşümü üzerine etkisini incelemiş, artan sinterleme zamanı ve sıcaklığına bağlı olarak yüzey yapısında kübik fazın arttığını, en yüksek sinterleme sıcaklığında kararsız yapıya bağlı olarak yüzeyde monoklinik fazın gözlemlendiğini, değişen zaman ve sıcaklığa bağlı olarak bu üç materyalde de faz değişimi gözlemlendiğini belirtmişlerdir. Hjerpe ve ark. (2009), azaltılmış sinterleme zamanı ile birlikte parsiyel stabilize zirkonya materyalinin yapısında herhangi bir faz dönüşümü olmadığını belirtmişlerdir ve termal siklus uygulanan örneklerde monoklinik fazın arttığını tespit etmişlerdir. Stato ve Shimada (1985) ise suda bekleyen zirkonya materyalinde tetragonaldan monoklinik faza dönüşümün olduğunu tespit etmişlerdir. Çalışmamızda ise termal siklus işleminin materyalin yüzeyindeki faz dönüşümleri üzerinde herhangi bir etkisi olmamıştır. Bu farklılığın sebebi ise zirkonyanın materyal yapısı ve içeriği ile ilişkilendirilebilir.

Zirkonya materyalinin yapısal sağlamlığı ve ideal optik özelliklerinin elde edilebilmesi için tanecik boyutu önemli bir etkidir. Sinterleme sıcaklık ve zamanının zirkonyanın tanecik boyutu üzerine etkisi SEM analizi ile incelendiği bu çalışmada, artan sinterleme sıcaklık ve zamanı her iki grubun da tanecik boyutunu arttırdığı gözlemlenmiştir. Önceki çalışmalarda Swain (1986), Ebeid ve ark. (2014), Jiang ve ark. (2011), Inokoshi ve ark. (2014) ve Stawarczyk ve ark. (2013), bizim sonuçlarımızı destekler nitelikte sonuçlar elde etmişlerdir. Sato ve Shimada (1985) zirkonyanın optimal mekanik özellikleri gösterebilmesi için ideal tanecik boyutunun 0,3 µm olduğunu belirtmişlerdir. Çalışmamızda ise tanecik boyutları 0,21-1,05 µm arasında değişmektedir. En büyük tanecik boyutu her iki grup için 1600 °C de 240 dakika sinterlenen alt gruplarda tespit edilmiştir. İdeal tanecik boyutu değerleri ise sadece kontrol grubunda gözlemlenmiştir. Fakat değişen tanecik boyutuna rağmen grupların

mekanik özelliklerinin değişmediği gözlemlenmiştir. Hjerppe ve ark. (2009), artan sinterleme sıcaklık ve zamanıyla materyalin tanecik boyutunun 0,77- 1,05 µm arasında değiştiğini ama bu farkın anlamlı olmadığını tespit etmişlerdir. Genel olarak artmış tanecik boyutuna sahip dental zirkonyaların faz dönüşümüne daha yatkın olduğu belirtilmiştir (Kosmac ve Kocjan 2012). Bizim çalışmamızda ise gruplar arasında tanecik boyutunun değişmesine rağmen materyal yapısında faz dönüşümü olmadığı gözlemlenmiştir. Ebeid ve ark. (2014), bizim çalışmamıza paralel olarak tanecik boyutundaki değişimin zirkonya yapısındaki faz dönüşümlerine etkili olmadığını belirtmişlerdir. Öte yandan Inokoshi ve ark. (2014), yaptıkları çalışmanın sonuçları ise bizim çalışmamızla paralellik göstermemektedir. Bu farklılığın ise çalışmalarda kullanılan materyallerin özelliklerinden oluşabileceği tahmin edilmektedir.

Renk uyumu ve stabilitesi dental restorasyonların estetik başarısı için önemli bir faktördür. Sinterleme parametrelerindeki değişikliklerin zirkonyanın renk özellikleri üzerine doğrudan etkili olduğu tespit edilmiştir. Grup B için bu değişim daha belirginken Grup A için ise bu değişim daha düşüktür. Grup A alt gruplarından 1500 °C de 60 dakika sinterlenen gruplardan sonraki artan sıcaklık ve zaman değerlerinde materyalde meydana gelen renk değişimi klinik olarak kabul edilebilir değerlerin üzerindedir. Ancak Grup B örneklerde düşük sıcaklık ve daha az zamanda sinterlenen 1400 °C de 30-60-120 dakika, 1450 °C de 30 dakika ve 1500 °C de 60 dakika ve daha yüksek sıcaklık ve daha uzun zamanda sinterlenen grupların renk değişimi klinik olarak kabul edilebilir sınırların üzerindedir. İki grup için 1500 °C de 60 dakika ve daha fazla sinterleme sıcaklık ve zamanı değişimleri materyalin renk özelliğini olumsuz etkilemiştir. Artan sıcaklık ve zamana bağlı zirkonya materyalindeki renk değişimi koyudan açığa doğru şekillenmiştir. Bu durum göz önüne alındığında, farklı materyallerin ve farklı boyayıcı ajanların kullanılması materyalin renk değişikliği üzerinde etkili olduğu, 1500 °C ve daha yüksek sıcaklık ve daha uzun zamanda sinterlenen zirkonya materyalinde renk özelliklerinin olumsuz etkilenebileceği söylenebilir. Ayrıca boyama işlemi için kullanılan demir oksit gibi materyallerin artmış sinterleme sıcaklık ve zamanına bağlı olarak materyal yapısından uzaklaşması da renk değişimi üzerine etkili olduğu söylenebilir. Ebeid ve ark. (2014), değişen sinterleme sıcaklık ve zamanına bağlı olarak materyalin renk özelliklerinde değişim olduğunu fakat bu değerlerin klinik olarak kabul edilebilir sınırların altında olduğunu

belirtmişleridir. Bu sonuçlar bizim çalışmamızla benzerlik göstermekle birlikte, kullanılan zirkonyanın farklı yapısı ve değiştirilen sinterleme sıcaklığı aralığının bizim çalışmamıza göre daha sınırlı olması sonuçlar arasındaki farklılığın sebebi olarak düşünülebilir.

Doğal dişlerin renk ve translusensi özellikleri hastadan hastaya hatta dişten dişe farklılık göstermektedir. Restorasyonun klinik başarısı için, materyallerin sadece renk özelliklerinin değil translusensi özelliklerinin de doğal dişlere benzer olması gerekmektedir (Kim ve Lee, 2006; Yu ve Lee, 2008). Translusensi değerleri incelendiğinde, düşük sinterleme sıcaklığı ve zamanı uygulanan Grup B alt gruplarda translusensi değerlerinin düşük olduğu, sıcaklık ve zamanın artmasıyla birlikte materyalin translusensisinin arttığı ve aşırı yüksek değerlerde de düştüğü gözlemlenmiştir. Grup A için ise translusensi değerinin sabit olduğu sadece yüksek sinterleme sıcaklığı ve zamanına bağlı olarak translusensi değerlerinin azaldığı gözlemlenmiştir. Grup B' ye göre Grup A sinterleme sıcaklığı ve zamanındaki değişikliklerden daha az etkilenmiştir. Bu durum materyal yapısındaki farklılıklar, başlangıç tanecik boyutu, materyal yapısının içeriğindeki porozite miktarı ve sinterleme değişkenlerinin poroz yapı üzerindeki farklı etkileri gibi faktörlerle ilişkilendirilebilir. Ebeid ve ark. (2014), Jiang ve ark. (2011), Stawarczyk ve ark. (2013), artan sinterleme sıcaklığı ile birlikte zirkonyanın translusensisinin arttığını belirtmişlerdir. Bu sonuçlar bizim çalışmamızı destekler niteliktedir. Bu duruma, sinterleme işlemi ile zirkonyanın tanecikleri arasındaki poroz yapıların ortadan kalkmasının sebep olduğu düşünülebilir. Sonuç olarak zirkonyanın translusensisi artar ve daha iyi optik özellikler sergiler. Zhang ve ark. (2011), aşırı yüksek sinterleme sıcaklığına bağlı olarak zirkonya yapısındaki reziduel poroz miktarının arttığını ve zirkonyanın translusensi değerlerinin azaldığını belirtmişlerdir. Çalışmamızda, yüksek sinterleme sıcaklığı ve daha uzun sinterleme zamanı uygulanan örneklerde translusensi değerlerinde meydana gelen azalma ise bu sebeple ilişkilendirilebilir. Çalışmamızda Grup A için ortalama translusensi değerleri 8,02-10,35 arasında değişmekte iken Grup B için bu değerler 2,46-10,65 arasında değişmektedir. Transludent monolitik zirkonya materyalinin translusensi değerlerinin çalışmamıza benzer yöntemlerle ölçüldüğü bir başka çalışmada ortalama translusesi değerlerinin 9,15-11,69 arasında olduğu yüksek transludent lityum disilikat porselenler için ise bu değer ortalama 18,15 olduğu

bildirilmiştir (Kim ve Kim, 2014). Benzer bir başka çalışmada ise zirkonya için translusensi değerinin ortalama 14,05 olduğu belirtilmiştir (Vichi ve ark., 2016). Ayrıca literatürde 1mm kalınlığındaki dentin ve mine dokusunun translusensisinin ölçüldüğü bir çalışmada ortalama değerlerin 16,4 ve 18,7 olduğu belirtilmiştir (Yu ve ark., 2009). Önceki literatür çalışmaları ve bizim sonuçlarımız doğrultusunda translucent monolitik zirkonyanın translusensi değerlerinin dentin ve mine dokusundan düşük olduğu, cam seramiklerin ise bu değerlere daha yakın translusensi değerine sahip olduğu söylenebilir. Dolayısıyla yüksek estetik gereksinimlerin olduğu anterior restorasyon uygulamalarında materyalin düşük translusensi değerleri göz önünde tutulmalıdır.

Zirkonya restorasyonlar için yüzey pürüzlülüğünde meydana gelen değişiklikler materyalin aşındırma özelliğini etkiler. Sinterleme parametrelerinden sıcaklık ve zamanın zirkonyanın yüzey pürüzlülüğü üzerine etkisinin incelendiği çalışmamızda, farklı materyaller ve sinterleme koşullarının zirkonyanın yüzey pürüzlülüğü üzerine anlamlı bir etkisi olmadığı tespit edilmiş, aynı şartlarda sinterlenen gruplar arasında ise genel olarak Grup B'nin yüzey pürüzlülüğünün daha fazla olduğu gözlemlenmiştir. Ebeid ve ark. (2014), artan sinterleme sıcaklığı ve zamanındaki artışa bağlı olarak materyalin yüzey pürüzlülüğü değerinde (Ra) azalma meydana geldiğini fakat bu değişimin anlamlı olmadığını tespit etmişlerdir. Bu sonuçlarda bizim çalışmamıza paralellik göstermektedir. Gruplar arasındaki yüzey pürüzlülüğü değişimlerinin anlamlı olmaması, tanecikler arasındaki poröz miktarının sinterleme faktörleriyle yeteri kadar azalmaması ve materyalin başlangıç yüzey yapısı ile ilişkilendirilebilir. Zirkonya restorasyonlara uygulanan olası yüzey işlemleri materyalin aşındırma performansını doğrudan etkilemektedir. Preis ve ark. (2015), farklı sinterleme koşullarında üretilmiş materyallerde yüzey pürüzlülüğü açısından anlamlı bir fark olmadığını fakat bu değer glazing ve polishing işlemlerinden sonra anlamlı şekilde azaldığını, buna bağlı olarak da yüzeyde faz dönüşümünün azaldığını belirtmişlerdir. Önceki çalışmalarda yüzey pürüzlülüğünün bakteriyel tutulum ile ilişkili olduğu, pürüzlü yüzeylerde daha fazla bakteri tutulumunun olduğu belirtilmiştir. Bollen ve ark. (1997), diş yüzeyine veya herhangi bir restorasyonun yüzeyine ait pürüzlülüğünün 0,2 μm ' dan daha az olması gerektiğini ve bu değer bakteriyel tutulumu için eşik değeri olduğunu belirtmişlerdir. Çalışmamızın sonuçları incelendiğinde, bütün gruplar için

yüzey pürüzlülüğü değerleri 0,3 µm nun üzerindedir. Bu sonuçlar göstermektedir ki zirkonya materyali için sinterleme ve ağız içi uyumlama işlemleri sonrasında polishing ve glazing işlemlerinin hassas bir şekilde ve aşamaları atlanmadan yapılmalıdır.

İtria ile stabilize tetragonal zirkonya polikristali yüksek esneklik direnci sebebiyle diş hekimliğinde kullanılan en dayanıklı tam seramik materyaldir. Çalışmamızda elde edilen sonuçlara göre sinterleme sıcaklık ve zamanı grupların esneklik direnci üzerine anlamlı bir etki göstermemiştir. Aynı şartlarda sinterlenmiş Grup B ve Grup A alt gruplar arasındaki ortalama değerler incelendiğinde Grup B'nin esneklik direncinin daha fazla olduğu fakat bu farkın da istatistiksel olarak anlamlı olmadığı gözlemlenmiştir. Çalışmamıza paralel olarak Hjerppe ve ark. (2009), sinterleme parametrelerindeki değişikliklerin ve termal yaşlandırma işleminin materyalin esneklik direnci üzerine herhangi bir etkisi olmadığını belirtmişlerdir. Ebeid ve ark. (2014), translucent monolitik zirkonya materyalinin esneklik direnci üzerinde sinterleme parametrelerinin anlamlı bir etkisi olmadığını tespit etmişlerdir. Çalışmamızın sonuçlarından farklı olarak Inokoshi ve ark. (2014), değişen sinterleme parametrelerinin materyalin mekanik özelliklerini etkilediğini belirtmişlerdir. Trunec (2008), değişen parametrelere bağlı olarak değişen tanecik boyutuyla ilgili olarak materyalin kırılma dayanımının değiştiğini bildirmiştir. Stawarczyk ve ark. (2013), artan sinterleme sıcaklığıyla birlikte zirkonyanın esneklik direncinin düştüğünü, en yüksek direnci 1400 °C ve 1550 °C arasında, en düşük direncin ise düşük sıcaklıklarda elde edildiğini belirtmişlerdir. Bu durumun sebebi olarak, artan tanecik boyutunun kırık formasyonuna yatkınlığı artırdığı düşünülmektedir. Benzer olarak Jiang ve ark. (2011), 1550 °C nin üzerindeki sinterleme sıcaklıklarında taneciklerin migrasyonuna bağlı olarak materyalin esneklik direncinde azalma olduğunu belirtmişlerdir. Bu sonuçlar çalışmamızla örtüşmemektedir. Çalışmamızda sinterleme parametrelerine bağlı olarak tanecik boyutunda ortalama 0,8 µm değişiklik olmasına rağmen zirkonyanın esneklik direncinde herhangi bir anlamlı değişim olmadığı tespit edilmiştir. Diğer çalışmalarla olan bu farklılığın sebebi ise, kullanılan malzemenin yapısı, hazırlanma şekline, özellikle çalışmamızda materyal yapısındaki faz dönüşümlerinin meydana gelmemesi ile ilgili olabileceği düşünülmektedir. Daha önce yapılan invitro çalışmalarda zirkonya için ortalama esneklik direncinin 608-1540 MPa arasında değiştiği belirtilmektedir (Denry ve Holloway, 2006). Çalışmamızın

sonuçlarına göre zirkonya materyali için ortalama esneklik direnci değeri 350-650 MPa arasında değişmektedir.

Sinterleme sıcaklığı ve sinterleme zamanı translusent monolitik zirkonya materyalinin özellikleri üzerine etkilerinin incelendiği çalışmamızda, sinterleme sıcaklık ve zamanı değişiklikleri, literatür çalışmaları ve üretici firma önerileri doğrultusunda belirli sıcaklık ve zaman aralıklarında gerçekleştirilmiştir. Daha yüksek veya düşük sıcaklıklarda ve daha kısa veya uzun sürelerde yapılacak sinterleme işleminin materyalin özellikleri üzerine etkisini inceleyecek daha fazla çalışmaya ihtiyaç vardır. Çalışmamızda sinterleme süreci üzerine doğrudan etkili olan sinterleme sıcaklığı ve zamanı faktörleri değerlendirilirken, sinterleme süreci üzerine etkili diğer bir faktör olan sinterleme fırının dakikadaki sıcaklık artış miktarı (rising-time) literatür çalışmaları ve üretici önerileri doğrultusunda sabit tutularak bu parametrenin materyal özellikleri üzerine etkisi her grup için standart hale getirilmiştir. Öte yandan kısıtlı da olsa literatürde bu faktörün materyal özellikleri üzerine etkilerini inceleyen çalışmalar mevcuttur (Hjerpe ve ark., 2009). Sinterleme süreci üzerine doğrudan etkili olan bu faktörün materyalin özellikleri üzerine etkisini inceleyen daha fazla literatür çalışmasına ihtiyaç vardır. Güncel materyaller olan kendinden renkli translusent monolitik zirkonya materyali ile ilgili literatürde sınırlı çalışma olması, bu çalışmalarda kullanılan materyallerin farklı olması sonuçların standart şekilde karşılaştırılmasını zorlaştırmaktadır. Materyalin üretim aşamasında materyalin özellikleri üzerine etkili olan diğer sinterleme parametrelerinin etkisini inceleyen yeterli sayıda literatür çalışması olmaması, bu alanda daha fazla sayıda kapsamlı çalışmalara ihtiyaç olduğunu göstermektedir.

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu tez çalışmasında, iki farklı translusent monolitik zirkonya materyali özellikleri üzerine sinterleme parametrelerinden sıcaklık ve zaman faktörlerinin etkisi incelenmiştir. Çalışmamızın limitasyonları dahilinde elde edilen bulgular esas alındığında şu sonuçlar elde edilmiştir;

1- Sinterleme parametrelerindeki değişiklikler, zirkonya materyali yapısındaki t-m faz dönüşümüne sebep olmamaktadır.

2- Artan sinterleme sıcaklığı ve zamanı zirkonya materyalinin tanecik boyutunu arttırmaktadır.

3- Sinterleme parametrelerindeki değişiklikler, zirkonya materyalinin renk değişimi üzerinde istatistiksel olarak anlamlı bir etkiye sahiptir ($p < 0,05$). İdeal renk özelliklerinin elde edildiği sinterleme sıcaklığı 1450 °C -1500 °C, sinterleme zamanı ise 60 ve 120 dakikadır.

4- Sinterleme parametrelerindeki değişiklikler, zirkonya materyalinin translusensisi üzerinde istatistiksel olarak anlamlı bir etkiye sahiptir ($p < 0,05$). En yüksek translusensi değerlerinin elde edildiği sinterleme sıcaklığı 1450 °C -1500 °C, sinterleme zamanı ise 60 ve 240 dakikadır.

5- Sinterleme parametrelerindeki değişiklikler, zirkonya materyalinin yüzey pürüzlülüğü üzerinde anlamlı bir etkiye sahip değildir. Bütün gruplar için yüzey pürüzlülüğü klinik olarak kabul edilebilir değerlerin üzerindedir.

6- Sinterleme parametrelerindeki deęişiklikler, zirkonya materyalinin esneklik direnci üzerinde anlamlı bir etkiye sahip deęildir.

Bulgularımız doęrultusunda, alıřmamızın hipotezi kısmen doęrulanmıř olup, yapısında faz dnüşümü barındırmayan stabil özellikteki zirkonya materyalinin mekanik özelliklerinin sinterleme parametrelerinden etkilenmedięi, ancak optik ve estetik özelliklerinin sinterleme parametre deęişikliklerinden doęrudan etkilendięi tespit edilmiřtir. Özellikle estetik gereksinimin daha az olduęu posterior restorasyonlar için sinterleme süresi kısaltılarak daha hızlı restorasyonlar üretebilmenin mümkün olduęu, anterior restorasyonlar için ise sinterleme süresini kısaltmanın restorasyonun estetik başarısını olumsuz etkileyebileceęi düşünölmektedir. Bu doęrultuda zirkonya restorasyonlardan beklenen kriterler göz önüne alınarak restorasyonun üretim süreci tamamlanmalı, simantasyon öncesi ise zirkonya restorasyonlar için polishing ve glazing işlemlerinin hassas bir şekilde ve aşama atlanmadan yapılması gerekmektedir. alıřmamızın sonuçları doęrultusunda zirkonya materyalinin endikasyonları ve limitasyonlarının daha açık hale geldięi bununla birlikte, daha ileri alıřmalarla zirkonya materyalinin optik ve estetik özelliklerinin arttırılabileceęi söylenebilir. Bu bakımdan arařtırmamız, aydınlatıcı sonuçlar içermekle birlikte, konuyla ilgili daha ileri alıřmalara ihtiyaç olduęunu vurgulamaktadır.

ÖZET

Sinterleme Parametrelerindeki Değişikliklerin Monolitik Transludent Zirkonya Özellikleri Üzerine Etkilerinin Değerlendirilmesi

Tam seramik restorasyonlar üstün biyouyumluluk, optik ve mekanik özellikleri nedeniyle metal destekli restorasyonlara alternatif olarak kullanılmaktadır. Tam seramik sistemler içinde ise özellikle yüksek mekanik özelliklere sahip zirkonya restorasyonlar, yüksek biyouyumluluk, düşük termal iletkenliğe bağlı olarak daha az pulpa irritasyonuna sebep olması, düşük alerjik potansiyeli gibi avantajları ile sabit restorasyonlar için yaygın olarak kullanılan güncel tedavi seçenekleridir. Güncel bir materyal olan monolitik transludent zirkonya materyali ile veneering seramiğe gerek kalmaksızın tek parça estetik restorasyonlar elde etmek mümkündür.

Zirkonyanın üstün özelliklerini kazanabilmesi için pek çok faktör etkili olmakla birlikte, özellikle sinterleme koşullarından olan; sinterleme zamanı, sinterleme sıcaklığı ve sinterleme atmosferi en önemli faktörler olarak belirtilmektedir. Bazı araştırmacılar zirkonya kor materyalinin translusensisi, tanecik boyutu, esneklik direnci gibi özellikleri üzerinde sinterleme zamanı ve sıcaklığının etkisini araştırmıştır, fakat bu değişikliklerin güncel materyaller olan transludent monolitik zirkonya özellikleri üzerindeki etkisi hala soru işaretidir. Bu çalışmada bu materyallerin üretim aşamasında sinterleme parametrelerinden olan sinterleme sıcaklık ve zamanı üzerindeki değişikliklerle kısa sürede ideal optik, mekanik ve yapısal özelliklere sahip restorasyonlar elde edilebilecek optimum sinterleme koşullarını belirleyebilmek bu çalışmada amaçlanmıştır.

Çalışmamızda pre-sinterize, kendinden renkli (A2) translüsent monolitik zirkonya materyalleri olan Grup A ve Grup B yapısal, optik ve mekanik özellikleri üzerinde sinterleme sıcaklığı ve zamanının etkisi değerlendirilmiştir. İki materyal için sinterleme değişkenlerine göre kontrol grubu da dahil olmak üzere (n=10) toplam 34 grupta 15,5 x 12,5 x 1,2 mm boyutlarında 340 örnek hazırlanmıştır. X-ray kırınımı ve SEM analizi ile yüzey faz dönüşümleri ve tanecik boyutu değişiklikleri, Spektrofotometre ile renk ve translusensi değişimleri ve üç nokta bükme testi ve profilometri ölçümü ile materyalin esneklik direnci ve yüzey pürüzlülüğü değişimleri incelenmiştir. Her materyal için gruplar arasındaki farklılıklar tek yönlü varyans analizi (tek yönlü ANOVA) ve Tukey's HSD çoklu karşılaştırma testi kullanılarak $p<0,05$ anlamlılık düzeyinde belirlenmiştir. Farklı materyaller arasındaki aynı koşullarda sinterlenen grupların karşılaştırılması için T-testi kullanılmış, gruplar arasındaki fark $p<0,05$ anlamlılık düzeyinde SPSS programı kullanılarak belirlenmiştir.

Farklı sıcaklık ve zamanda sinterlenmiş gruplar arasında tetragonal fazdan monoklinik faza dönüşüm gözlenmemiştir. Grup A ve Grup B tanecik boyutu üzerinde sinterleme sıcaklığı ve zamanının etkili olduğu ve artan sıcaklık ve zamana bağlı olarak tanecik boyutunun arttığı gözlemlenmiştir. Sonuçlarımıza göre tanecik boyutları değeri 0,21-1,05 μm arasında değişmektedir. Sinterleme parametrelerindeki değişiklikler, grupların renk değişimi ve translusensi değerleri üzerinde anlamlı bir etkiye sahip olduğu tespit edilmiştir ($p<0,05$). İdeal renk özelliklerinin elde edildiği sinterleme sıcaklığı 1450 °C -1500 °C olup renk değişimi değerleri (ΔE), 1,75- 19,31 arasında değişmektedir. Grup A için ortalama translusensi (T) değerleri 8,02-10,34 değerleri arasında değişmekte iken Grup B için ise bu değerler 2,45-10,64 değerleri arasında değişmektedir. Sinterleme parametrelerindeki değişiklikler, zirkonya materyalinin yüzey pürüzlülüğü ve esneklik direnci üzerinde etkili değildir. Bütün gruplar

iin yzey przllė (Ra) klinik olarak kabul edilebilir deėerlerin zerindedir. alıřmamızın sonularına gre ise zirkonya materyali iin ortalama esneklik direnci deėeri (σ) 350-650 MPa arasında deėiřmektedir.

alıřmamızın sonularına gre, yapısında faz dnřm barındırmayan stabil zellikteki zirkonya materyalinin mekanik zelliklerinin sinterleme parametrelerinden etkilenmemiř, fakat optik ve estetik zelliklerinin sinterleme parametre deėiřikliklerinden doėrudan etkilenmiřtir. İdeal sinterleme sıcaklıėının 1450°C-1500°C arasında zamanın ise 60-120 dakika arasında olduėu tespit edilmiřtir.

Anahtar Kelimeler: Mekanik zellikler, Monolitik zirkonya, Optik zellikler, Sinterleme parametreleri, Yapısal zellikler.



SUMMARY

Evaluation of the Effects of Sintering Parameters on Properties of Monolithic Translucent Zirconia

All ceramic restorations are used as an alternative to metal supported restorations due to their superior biocompatibility, optical and mechanical properties. Among all ceramic systems, zirconia restorations with particularly high mechanical properties are the current treatment options commonly used for fixed restorations with advantages such as high biocompatibility, low pulp irritation due to low thermal conductivity and low allergic potential. With the monolithic translucent zirconia material, a current material, it is possible to obtain one-piece aesthetic restorations without the need for veneering ceramics.

Many factors are effective to obtain the superior properties of zirconia, especially sintering conditions as sintering temperature, and sintering atmosphere are the most important. Some researchers have investigated the effect of sintering time and temperature on properties such as translucency, particle size, and resilience of zirconia core material, but the effect of these changes on the translucent monolithic zirconia properties, are still questionable. So, aim of the this study was to determine the optimum sintering conditions to obtain ideally optic, mechanical and structural properties of monolithic zirconia restorations.

In our study, the effect of sintering temperature and time on the structural, optical and mechanical properties of pre-sintered, self-colored (A2) translucent monolithic zirconia materials was evaluated. 34 subgroups (n=10) together with the control groups with specimens diameter of 15,5 x 12,5 x 1,2 mm (totally 340 specimens) were formed according to sintering parameters for two materials. Surface phase transformations and particle size changes by X-ray diffraction and SEM analysis for structural properties, color and translucency changes by spectrophotometer for optic properties, profilometry measurements for surface roughness and mechanical properties changes by 3 point bending test were evaluated respectively. Differences between groups for each material were determined at a level of significance of $p < 0,05$ using one-way ANOVA and Tukey's HSD multiple comparison test. The T-test was used to compare the groups in the same sintering conditions between different two materials, and the difference between the groups was determined using the SPSS program at a significance level of $p < 0,05$.

No phase transformation was observed between sintered groups at different temperatures and time. It has been observed that the sintering temperature and time are effective on the particle size of the Group A and Group B are effective and the particle size increases with increasing temperature and time. According to our results, the particle size values range from 0,21 to 1,05 μm . Changes in the sintering parameters have a significant effect on the color change and translucency values of the zirconia materials. ($P < 0,05$). The sintering temperature for ideal color characteristics are obtained between 1450 °C -1500 °C and the color change values (ΔE) vary between 1,75 and 19,31. The mean translucency (T) values for the Grup A ranged from 8,02 to 10,35, while for the Grup B these values ranged from 2,46 to 10,65. Changes in the sintering parameters do not affect the surface roughness and flexural strength of the zirconia material. Surface roughness (Ra) for the groups are above the clinically acceptable values for all groups. According to results of our study, the average flexural strength value (σ) for zirconia material ranges from 350 to 650 MPa.

According to the results of our study, the mechanical properties of the zirconia material without phase transformation were not affected by the sintering parameters but optical and aesthetic properties were directly affected by the sintering parameter changes. It was determined that the ideal sintering parameters are between 1450 °C -1500 °C sintering temperature and between 60-120 minutes holding time.

Key words: Mechanical properties, Monolithic zirconia, Optical properties, Sintering parameters, Structural properties.



KAYNAKLAR

- ABOUSHELIB MN, DE JAGER N, KLEVERLAAN CJ, FEILZER AJ (2005). Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. *Dent Mater*, Oct **10**: 984-991.
- ARDLIN BI (2002). Transformation-toughened zirconia for dental inlay, crowns and bridges: chemical stability and effect of low-temperature aging on flexural strength and surface structure. *Dent Mater* Dec., **8**: 590-595.
- ASTM C1161-02c (2008). Standard Test Method for Flexural Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature, ASTM International, West Conshohocken, PA.
- ATT W, KOMINE F, GERDS T, STRUB JR (2009). Marginal adaptation of three Different zirconium Dioxide three-unit fixed dental prosthesis. *J Prosthetic Dent.*, **101**, 239-247.
- BAUMANN MA, SCHIFFERDECKER B (1994). Color determination in dental ceramics. *Schweiz Monatsschr Zahnmed.*, **104**:423–429.
- BENJAMIN FT, RAYMOND T J (1978). Diagnostic Electron Microscopy, Volum I. John Wiley and Sons, Inc. New York.
- BOLLEN CM, LAMBRECHTS P, QUIRYNEN M (1997). Comparison of surface roughness of oral hard materials to the threshold surface roughness for bacterial plaque retention: a review of the literature. *Dent Mater*, **13**: 258-269.
- BOLT RA, BOSCH JJ, COOPS JC (1994). Influence of window size in small-window colour measurement, particularly of teeth. *Phys Med Biol*, **39**: 1133-1142.
- BOZZOLA JJ, RUSSELL LD (1998). Electron Microscopy Principles and Techniques for Biologist, 2 th edition. Jones and Bartlett Publishing, Inc. London.
- CANULLO L (2007). Clinical outcome study of customized zirconia abutments for single-implant restorations. *Int J Prosthodont* Sep-Oct, **5**: 489-493.
- CHEVALIER J (2006). What future for zirconia as a biomaterial? *Biomaterials*, **27**: 535-543.
- CHEVALIER J, LOH J, GREMILLARD L, MEILLE S, ADOLFSON E (2011). Low-temperature degradation in zirconia with a porous surface. *Acta Biomater*, **7**: 2986–2993.
- CHRISTEL P, MEUNIER A, HELLER M, TORRE JP, PEILL CN (1989). Mechanical properties and short-term in-vivo evaluation of yttrium-oxide partially-stabilized zirconia. *J Biomed Mater Res*, **23**: 45–61.
- CHU ST J, TRUSHKOWSKY RD, PARAVINA RD (2010). Dental color matching instruments and systems. Review of clinical and research aspects. *J Dent Res*, **38 Suppl 2**: e2-16.

- CRAIG RG (1989). Restorative dental materials. 8th ed., CV Mosby Co., St. Louise.
- CULLITY BD (1996). X ışınlarının Difraksiyonu, (Çev. A. Sümer), İstanbul Teknik Üniversitesi Yayınları, İstanbul.
- CULPEPPER WD (1970). A comparative study of shade-matching procedures. *J Prosthet Dent*, **24**: 166-173.
- DENRY I, KELLY JR (2008). State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater*, **24**: 299–307.
- DENRY IL, HOLLOWAY JA (2006). Microstructural and crystallographic surface changes after grinding zirconia-based dental ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, **2**: 440–8.
- DONAHUE JL, GOODKIND RJ, SCHWABACHER WB, AEPPLI DP (1991). Shade color discrimination by men and women. *J Prosthet Dent*, **65**: 699-703.
- DOUGLAS RD (1997). Precision of in vivo colorimetric assessments of teeth. *J Prosthet Dent* **77**: 464–470.
- DOZIC A, KLEEVERLAAN CJ, EL ZOHAIRY A, FEILZER AJ, KHASHAYAR G (2007). Performance of five commercially available tooth color measuring devices. *J Prosthodont*, **16**: 93–100.
- EALICK SE (2000). “Advances in multiple wavelength anomalous diffraction crystallography”. *Current Opinion in Chemical Biology*, **5**: 495–499. doi:10.1016/S1367- 5931(00)00122-8. PMID 11006535.
- EBEID K, WILLE S, HAMDY A, SALAH T, ETREBY A, KERN M (2014). Effect of changes in sintering parameters on monolithic translucent zirconia. *Dent Mater*, Dec; **12**: e419-24.
- FERRACANE JL (2001). Materials in dentistry (Principles and Applications). 2nd ed., A Wolters Kluwer Co., Philadelphia.
- FISHER J (1999). Esthetics and prosthetics, an interdisciplinary consideration of the state of the art. Quintessence Publishing Co., Berlin.
- FRÜHAUF J (1998). Problems of contour measuring on microstructures using a surface profiler. *Meas Sci Technol*, **9**: 293-296.
- FUJISAWA A, SHIMOTOSO T, MASUDA S, MAKINOUCHI K (1996). The development of zirconia balls for THR with a high mechanical strength, low phase transformation. In: Kokubo T, Nakamura T, Miyaji F, editors. Bioceramics 9. Amsterdam: Elsevier Science Publ.
- GALE MS, DARVELL BW (1999). Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *Journal of Dentistry*, **27**: 89–99.
- GARVIE RC, HANNINK RH, PASCO RT (1975). Ceramic steel? *Nature*, **258**: 703-704.

- GLAUSER R, SAILER I, WOHWEND A, STUDER S, SCHIBLI M, SCHARER P (2004). Experimental zirconia abutments for implant-supported single-tooth restorations in esthetically demanding regions: 4-year results of a prospective clinical study. *Int J Prosthodont*, May-June; **3**: 285-290.
- GUAZZATO M, ALBAKRY M, RINGER SP, SWAIN MV (2004). Strength, fracture toughness, and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater*, **20**: 449-456.
- HALLMANN L, ULMER P, REUSSER E, LOUVEL M, HAEMMERLE CHF (2012). Effect of dopants and sintering temperature on microstructure and low temperature degradation of dental Y-TZP-zirconia. *J Eur Ceram Soc*, **32**: 4091-4104.
- HEINTZE SD, CAVALLERI A, FORJANIC M, ZELLWEGE G, ROUSSON V (2008). Wear of ceramic and antagonist—a systematic evaluation of influencing factors in vitro. *Dent Mater*; **24**: 433-449.
- HELMER JD, DRISKELL TD (1969). Research on bioceramics. Symp. On Use of Ceramics as Surgical Implants. South Carolina (USA): Clemson University.
- HIGGS WAJ, LUCKSANASOMBOOL P, HIGGS RJED, SWAIN MV (2001). Evaluating acrylic and glass-ionomer cement strength using the biaxial flexure test. *Biomater*, **22**: 1583-1590.
- HJERPPE J, NARHI T, FROBERG K, VALLITTU PK, LASSILA LV (2008). Effect of shading the zirconia framework on biaxial strength and surface microhardness. *Acta Odontol Scand*, **66**: 262-267.
- HJERPPE J, VALLITTU PK, FRÖBERG K, LASSILA LVJ (2009). Effect of sintering time on biaxial strength of zirconium dioxide. *Dent Mater*, **25**: 166-171.
- ILIE N, STAWARCZYK B (2015). Quantification of the amount of blue light passing through monolithic zirconia with respect to thickness and polymerization conditions. *J Prosthet Dent*, **113**: 114-121.
- INOKOSHI M, ZHANG F, MUNCK J, MINAKUCHI S, NAERT I, VLEUGELS J, MEERBEEK BV, VANMEENSEL K (2014). Influence of sintering conditions on low-temperature degradation of dental zirconia. *Dent Mater*, **30**: 669-678.
- ISO6862 (2008). Dentistry-ceramic materials. Geneva: International Organization for Standardization.
- JANG GW, KIM HS, CHOE HC, SON MK (2011). Fracture strength and mechanism of dental ceramic crown with zirconia thickness. *Procedia Eng*, **10**: 1556-1560.
- JIANG L, LIAO Y, WAN Q, LI W (2011). Effects of sintering temperature and particle size on the translucency of zirconium dioxide dental ceramic. *J Mater Sci: Mater Med*, **22**: 2429-2435.
- JOHNSTON WM, KAO EC (1989). Assessment of appearance match by visual observation and clinical colorimetry. *J Dent Res*, **68**: 819-822.

- KANG SJL (2005). Sintering Densification Grain Growth and Microstructure. Elsevier Butterworth – Heinemann, p. 279, Oxford.
- KANIE T, ARIKAWA H, FUJII K, BAN S (2002). Mechanical properties of reinforced denture base resin: the effect of position and the number of woven glass fibers. *Dent Mater J*, **3**: 261-269.
- KELLY JR, DENRY I (2008). Stabilized zirconia as a structural ceramic: an overview. *Dent Mater*, **24**: 289-298.
- KIM HK, KIM SH (2014). Effect of the number of coloring liquid applications on the optical properties of monolithic zirconia. *Dent mater*, **30**: 229–237.
- KIM JH, LEE YK, POWERS JM (2006). Influence of a series of organic and chemical substances on the translucency of resin composites. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, **77**: 21-27.
- KIM MJ, AHN JS, KIM JH, KIM HY, KIM WC (2013). Effects of the sintering conditions of dental zirconia ceramics on the grain size and translucency. *J Adv Prosthodont*, **5**: 161–166.
- KIM-PUSATERI S, BREWER JD, DAVIS EL, WEE AG (2009). Reliability and accuracy of four dental shade-matching devices. *J Prosthet Dent*, **101**: 193-199.
- KINGERY WD, BOWEN HK, UHLMANN DR (1976). Introduction to ceramics. 2nd ed. New York: Wiley; p. 646–676.
- KOHORST P, BRINKMANN H, LI J, BORCHERS L, STIESCH M (2009). Marginal accuracy of four-unit zirconia fixed dental prostheses fabricated using different computer-aided design/computer-aided manufacturing systems. *Eur J Oral Sci*, **117**: 319–325.
- KOHORST P, JUNGHANS J, DITTMER MP, BORCHERS L, STIESCH M (2010). Different CAD/CAM-processing routes for zirconia restorations: Influence on fitting Accuracy. *Clin Oral Investig*. doi: 10-1007/s00784-010-0415-9.
- KOMINE F, BLATZ BM, MATSUMURA H (2010). Current status of zirconia-based fixed restorations. *J Oral Sci*, **52**: 531-539.
- KOSMAČ T, KOCJAN A (2012). Ageing of dental zirconia ceramics. *J Eur Ceram Soc*, **32**: 2613–2622.
- KOSMAČ T, OBLAK C, JEVNIKAR P, FUNDUK N, MARION L (1999). The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. *Dent Mater*, **6**: 426–433.
- LAGOVARDOS PE, FOUGIA AG, DIAMANTOPOULOU SA, POLYZOIS GL (2009). Repeatability and interdevice reliability of two portable color selection devices in matching and measuring tooth color. *J Prosthet Dent*, **101**: 40–45.
- LAWSON S (1995). Environmental degradation of zirconia ceramics. *J Eur Ceram Soc*, **15**: 485–502.

- LEHMANN KM, DEVIGUS A, IGIEL C, WENTASCHEK S, SATTATI AZAR M, SCHELLER H (2011). Repeatability of color-measuring devices. *Eur J Esthet Dent*, **6**: 462-470.
- LEHMANN KM, IGIEL C, SCHMIDTMANN I, SCHELLER H (2010). Four color-measuring devices compared with a spectrophotometric reference system. *J Dent* **38**: 65–70.
- LUTHARDT RG, HOLZHUTER MS, RUDOLPH H, HEROLD V, WALTER MH (2004). CAD/CAM-machining effects on Y-TZP zirconia. *Dent Mater* **20**: 655–662.
- LUTHARDT RG, HOLZHUTER MS, SANDKUHL O, HEROLD V, SCHNAPP JD, KUHLSCH E, WALTER M (2002). Reliability and properties of ground YTZP-zirconia ceramics. *J Dent Res*, **81**: 487–491.
- MATSUI K, YOSHIDA H, IKUHARA Y (2009). Isothermal sintering effect on phase separation and grain growth in yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal. *J Am Ceram Soc*, **92**: 467–475.
- MEIRELESS SS, DEMARCO FF, DOS SI, DUMITH SC, BONA AD (2008). Validation and reliability of visual assessment with a shade guide for tooth-color classification. *Oper Dent*, **33**: 121–126.
- MOKHLIS GR, MATIS BA, COCHRAN MA, ECKERT GJ (2000). A clinical evaluation of carbamide peroxide and hydrogen peroxide whitening agents during day time use. *J Am Dent Assoc*, **131**: 1269-1277.
- OZTURK O, ULUDAG B, USUMEZ A, SAHIN V, CELIK G (2008). The effect of ceramic thickness and number of firings on the color of two all-ceramic systems. *J Prosthet Dent*, **100**: 99–106.
- PALMER DS, BARCO MT, BILLY EJ (1992). Temperature extremes produced orally by hot and cold liquids. *J Prosthet Dent*, **67**: 325–327.
- PARAVINA RD, JOHNSTON WM, POWERS JM (2007). New shade guide for evaluation of tooth whitening -colorimetric study. *J Esthet Restor Dent*, **19**: 276-283.
- PARAVINA RD, MAJKIC G, STALKER JR, KIAT-AMNUAY S, CHEN JW (2008). Development of a model shade guide for primary teeth. *Eur Arch Paediatr Dent*, **9**: 74–78.
- PARAVIA RD, POWERS JM (2004). Esthetic color training in dentistry. St. Louis: Elsevier Mosby: **26**: 139-142.
- PAUL S, PETER A, PIETROBAN N, HAMMERLE CHF (2002). Visual and spectrophotometric shade analysis of human teeth. *J Dent Res*, **81**: 578-582.
- PAUL SJ, PETER A, RODONI L, PIETROBON N (2004). Conventional visual vs spectrophotometric shade taking for porcelain-fused-to metal crowns: a clinical comparison. *Int J Periodont Rest*, **24**: 222-231.
- PETERSON EA, PHILLIPS RW, SWARTZ ML (1966). A comparison of the physical properties of four restorative resins. *J Amer Dent Assoc*, **73**: 1324–1336.

- PEVEN DR, GRUHN JD (1985). The Development of Electron Microscopy. Arch. Pathol Lab. Med, July: 683-691.
- PHILLIPS RW (1991). Skinner's Science of Dental Materials. 9 thd., WB Saunders Comp. Philadelphia. 527-547.
- PICONI C, MACCAURO G (1999). Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*; **1**: 1-25.
- PICONI C, MACCAURO G, MURATORI F, BRACH DEL PREVER E (2003). Alumina and zirconia ceramics in joint replacements. *J Appl Biomater Biomech* Jan-Apr; **1**: 19-32.
- PIZZAMIGLIO EA (1991). A color selection technique. *J Prosthet Dent*, **66**: 592-596.
- PLANT CG, JONES DW, DARVELL BW (1974). The heat evolved and temperatures attained during setting of restorative materials. *Brit Dent J*, **137**: 233-238.
- PREIS V, SCHMALZBAUER M, BOUGEARD D, FEYRER S, ROSENTRITT M (2015). Surface properties of monolithic zirconia after adjustment treatments and in vitro wear simulation. *J Dent*, **43**: 133-139.
- RAIGRODSKI AJ (2004). Contemporary materials and technologies for all-ceramic fixed partial dentures: a review of the literature. *J Prosthet Dent*. Dec; **6**: 557-562.
- ROSENSTIEL SF, LAND M, FUJIMOTO J (2001). Contemporary Fixed Prosthodontic. C.V. Mosby.
- ROSENSTIEL SF, LAND MF, FUJIMOTO J (2006). Contemporary fixed prosthodontics. 4th Ed. St. Louis: Mosby, 709-726.
- RUFF O, EBERT F, STEPHEN E (1929). Contributions to the ceramics of highly refractory materials: II. System zirconia-lime. *Z anorg Allg Chem*, **1**: 215-224.
- RUYTER IE, NILNER K, MOLLER B (1987). Color stability of dental composite resin materials for crown and bridge veneers. *Dent Mater*, **3**: 246-251.
- STATO T, SHIMADA M (1985). Transformation of yttria-doped tetragona ZrO₂ polycrystals by annealing in water. *J Am Ceram Soc* **6**: 356-359.
- SCOTT HG (1975). Phase relationships in the zirconia-yttria system. *J Mater Sci*, **10**: 1527-1535.
- SEDDA M, VICHI A, CARRABBA M, CAPPERUCCI A, LOUCA C, FERRARI M (2015). Influence of coloring procedure on flexural resistance of zirconia blocks, *J. Prosthet. Dent*. **114**: 98-102.
- SEGHI RR, JOHNSTON WM, O'BRIEN WJ (1989). Performance assessment of colorimetric devices on dental porcelains. *J Dent Res*, **68**:1755-1759.
- STAWARCZYK B, OZCAN M, HALLMAN L, ENDER A, MEHL A, HSMMERLET CHF (2013). The effect of zirconia sintering temperature on flexural strength, grain size and contrast ratio. *Clin Oral Invest*, **17**: 269-274.

- SUBBARAO EC (1981). Zirconia- an overview. In: Heuer AH, Hobbs LW, editors. *Advances in ceramics*, vol. 3. Science and Technology of Zirconia. Amsterdam: Elsevier, 1-24.
- SUNDH A, MOLIN M, SJÖGREN G (2005). Fracture resistance of yttrium oxide partially-stabilized zirconia allceramic bridges after veneering and mechanical fatigue testing. *Dent Mater*, **21**: 476-482.
- SWAB JJ (1991). Low temperature degradation of Y-TZP materials. *J Mater Sci*, **26**: 6706-6714.
- SWAIN MV (1986). Grain-size dependence of toughness and transformability of 2mol% Y-TZP ceramics. *J Mater Sci Lett*, **5**: 1159–1162.
- TEUGHELS W, VAN ASSCHE N, SLIEPEN I, QUIRYNEN M (2006). Effect of material characteristics and/or surface topography on biofilm development. *Clin Oral Implants Res*, Oct;17 **Suppl 2**: 68-81.
- TINSCHERT J, NATT G, HASSENPFUG S, SPIEKERMANN H (2004). Status of current CAD/CAM technology in dental medicine. *Int J Comput Dent*, **7**: 25–45.
- TRUNEC M (2008). Effect of grain size on mechanical properties of 3Y-TZP ceramics. *Ceram-Silik*, **52**: 165–171.
- TSUKUMA K, KUBOTA Y, TSUKI DATE T (1984). Thermal and mechanical properties of Y₂O₃-stabilized tetragonal zirconia polycrystals. In: Clausen N, Ruehle M, Heuer AH (eds) *Science and technology of zirconia II*. The American Ceramic Society, Columbus, OH, pp 382–390.
- UO M, SJÖGREN G, SUNDH A, WATARI F, BERGMAN M, LERNER U (2003). Cytotoxicity and bonding property of dental ceramics. *Dent Mater* Sep, **6**: 487-492.
- VAGKOPOULOU T, KOUTAYAS SO, KOIDIS P, STRUB JR (2009). Zirconia in dentistry: Part 1. Discovering the nature of an upcoming bioceramic. *Eur J Esthet Dent*; **4**: 130–151.
- VALLO CI (2002). Flexural strength distribution of a PMMA-based bone cement. *J Biomed Mater Res*, **63**: 226-236.
- VAN DER BURGT TP, TEN BOSCH JJ, BORSBOOM PCF, KORTSMIT WJPM (1990). A comparison of new and conventional methods for quantification of tooth color. *J Prosthet Dent*, **63**: 155-162.
- VICHI A, SEDDA M, FONZAR RF, CARRABBA M, FERRARI M (2016). Comparison of Contrast Ratio, Translucency Parameter, and Flexural Strength of Traditional and “Augmented Translucency” Zirconia for CEREC CAD/CAM System. *J Esthet Restor Dent* **28**: 32-39.
- VICHI A, LOUCA C, CORCIOLANI G, FERRARI M (2011). Color related to ceramic and zirconia restorations: a review. *Dent Mater*, **27**: 97-108.
- WANG F, TAKAHASHI H, IWASAKI N (2013). Translucency of dental ceramics with different thicknesses. *J Prosthet Dent*, **110**: 14-20.

- WHITEHEAD SA, SHEARER AC, WATTS DC, WILSON NHF (1999). Comparison of two stylus methods for measuring surface texture. *Dent Mater*, **15**: 79-86.
- WHITEHOUSE D (2004). Surfaces and their Measurement. Boston: Butterworth-Heinemann. ISBN 978- 0080972015.
- WILLIAM D, CALLISTER, JR (2003). Materials Science and Engineering, Hoken: John Wiley & Sons, Inc.
- YU B, AHN JS, LEE YK (2009). Measurement of translucency of tooth enamel and dentin. *Acta Odontol Scand* **67**: 57–64.
- YU B, LEE YK (2008). Influence of color parameters of resin composites on their translucency. *Dent Mat*; **24**: 1236-1242.
- ZENG K, ODEN A, ROWCLIFFE D (1996). Flexure tests on dental ceramics. *Int J Prosthodont*, **9**: 434-39.
- ZHANG HB, KIM BN, MORITA K, HIRAGA HYK, SAKKA Y (2011). Effect of sintering temperature on optical properties and microstructure of translucent zirconia prepared by high-pressure spark plasma sintering. *Sci Technol Adv Mat*, 12.
- ZHANG HB, LI ZP, KIM BN, MORITA K, YOSHIDA H, HIRAGA K, SAKKA Y (2012). Effect of alumina dopant on transparency of tetragonal zirconia. *J Nanomater*, Volume 2012, Article ID 269064, 5 pages doi:10.1155/2012/269064.
- ZHANG YU (2014). Making yttria-stabilized tetragonal zirconia translucent. *Dent Mater*, **30**: 1195-1203.

ÖZGEÇMİŞ

I- Bireysel Bilgiler

Adı : Caner
Soyadı : ÖZTÜRK
Doğum yeri ve tarihi : Ankara, 19.08.1986
Uyruğu : TC
İletişim adresi : Naci Çakır Mah. 763. Sok. 12/33 Dikmen/ANKARA.
İletişim telefonu : 0505 758 98 34

II- Eğitimi

2004-2010 Ankara Üniversitesi, Diş Hekimliği Fakültesi
2012 Ankara Üniversitesi, Diş Hekimliği Fakültesi,
Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalı Doktora Programı
Yabancı dili : İngilizce

III- Üye Olduğu Bilimsel Kuruluşlar

Türk Prostodonti ve İmplantoloji Derneği

IV- Bilimsel İlgi Alanları

A. Yayınları

1. Altıncı P, Can G, Günes O, **Öztürk C**, Eren H. Stability and Marginal Bone Level Changes of SLActive Titanium-Zirconium Implants Placed with Flapless Surgery: A Prospective Pilot Study. Clin Implant Dent Relat Res. 2016 Dec;18(6):1193-1199. doi: 10.1111/cid.12392.
2. Polat S, Cebe F, Tunçdemir A, **Öztürk C**, Üşümez A. Evaluation of the bond strength between aged composite cores and luting agent. J Adv Prosthodont. 2015 Apr;7(2):108-14. doi: 10.4047/jap.2015.7.2.108.

3. Yılmaz K, Gönüldaş F, **Öztürk C**. The effect of repeated firings on the color change of dental ceramics using different glazing methods. J Adv Prosthodont. 2014 Dec;6(6):427-33. doi: 10.4047/jap.2014.6.6.427.
4. Gönüldaş F, Yılmaz K, **Öztürk C**. The effect of repeated firings on the color change and surface roughness of dental ceramics. J Adv Prosthodont. 2014 Aug;6(4):309-16. doi: 10.4047/jap.2014.6.4.309.
5. Tunçdemir AR, Polat S, **Öztürk C**, Tunçdemir MT, Güngör AY. Color differences between maxillar and mandibular incisors. Eur J Gen Dent 2012;1:170-3
6. Polat S, Tunçdemir AR, **Öztürk C**, Tunçdemir MT. Renk körü ve renk körü olmayan diş hekimlerinin renk seçimindeki başarı oranlarının değerlendirilmesi. Cumhuriyet Dent J 2012;15(4):320-326
7. Batak B, Tamam E, Gonuldas F, **Öztürk C**. İki Farklı Kıymetsiz Metal Alaşımın Yüzey Pürüzlülüğünün Karşılaştırılması. Ankara Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Dergisi 2015
8. Polat S, Tunçdemir AR, Gönüldaş F, **Öztürk C** (2011). Zirkonyum oksit esaslı tam seramiklerde termal yaşlandırma işleminin farklı adeziv ajanların bağlanma dayanımına etkisi. Ankara Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Dergisi Cilt:38, Sayı:3, s.117-122.

B. Poster Bildirileri

1. Tunçdemir AR, Polat S, **Öztürk C**, Tunçdemir MT, Güngör AY. Hatay Bölgesindeki Bireylerde Keser Dişler Arasındaki Renk Farklılığının Değerlendirilmesi. İnönü Üniversitesi Uluslar Arası Diş Hekimliği Kongresi, 26-28 Nisan 2012, Malatya, Türkiye
2. **Öztürk C**, Gönüldaş F, Öztaş D. Metal Ceramic Implant-Supported Fixed Prosthesis with TitaniumFramework: A Case Report. 18th Congress of the Balkan Stomatological Society, 25-28 April 2012, Skopje, Macedonia.
3. Altıncı P, **Öztürk C**, Can G, Güneş O. Stability and Marginal Bone Level Changes of SLActive Roxolid Implants Placed with Flapless Surgery and Loaded Immediately: A Report of 2 Cases. ITI World Symposium, 24-26 April 2014, Geneva, Switzerland.

4. Oruç AS, **Öztürk C**, Gönüldaş F. Prosthetic Rehabilitation of Hemi-Mandibular Defect: A Case Report. FDI 101st Congress, 28-31 August 2013, İstanbul, Turkey
5. Bayram E, Tüfenkçi P, Bayram HM, **Öztürk C**, Endodontic Treatment Traumatized Teeth: Two Different Case Reports with Long Term Follow Up. FDI 101st Congress, 28-31 August 2013, İstanbul, Turkey
6. Oyar P, **Öztürk C**, Can G, Altıncı P. Diş Kaybı ve Dişsizlik İnsidansı Üzerinde Cinsiyet ve Yaşın Etkisi. 22. Uluslararası Türk Prostodonti ve İmplantoloji Derneği Bilimsel Kongresi. 12-15 Kasım 2015. Antalya, Türkiye
7. **Öztürk C**. Rehabilitation of Malposed Implants with Custom Design Abutments: A Case Report. 8th Annual International Symposium of Advanced Protocols in Oral Implantology. 19-22 May 2016. Antalya, Turkey.
8. Polat Serdar, Tuncdemir Makbule, Gönüldaş Fehmi, **Öztürk C**. Fracture resistance of different post systems on thin walled teeth. 38. Annual Conference of the European Prosthodontic Association (EPA), 25-27 Eylül 2014, İstanbul-Türkiye
9. Öztas DD, Gönüldaş F, **Öztürk C**, Atalay P. Effects of Different Surface Finishing Techniques on the Flexural Strength of Different All-ceramic Systems. 21st Congress of BASS. 12-15 May 2016. Banja Luka, Bosnia Herzegovina.

C. Sözlü Bidiriler

1. **Öztürk C**, Gönüldaş F, Atalay P, Öztas DD. Effect of Different Surface Finishing Techniques on the Surface Roughness of Different All Ceramic Systems. 21st Congress of BASS. 12-15 May 2016. Banja Luka, Bosnia Herzegovina.
2. Atalay P, Gönüldaş F, **Öztürk C**, Öztas DD. Evaluation of Effects of Different Surface finishing Techniques on the Translucency of Different All-ceramic Systems. 21st Congress of BASS. 12-15 May 2016. Banja Luka, Bosnia Herzegovina.
3. Gönüldaş F, **Öztürk C**, Atalay P, Öztas DD. Densitometric Analyses of Different All-ceramic Systems Treated with Different Surface Finishing Techniques. 21st Congress of BASS. 12-15 May 2016. Banja Luka, Bosnia Herzegovina.

D. Verdiđi Seminerler

1. **Öztürk C.** Ağız İçi Tarayıcı Sistemler. Ankara Üniversitesi, Diş Hekimliği Fakültesi, Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalı. 08 Ocak 2013, Ankara, Türkiye
2. **Öztürk C.** Chair-side Cad/Cam Sistemleri. Ankara Üniversitesi, Diş Hekimliği Fakültesi, Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalı. 07 Ocak 2014, Ankara, Türkiye.

E. Katıldığı Konferans Seminerler

1. İmplantüstü Protez Uygulamaları ve Ölçü Seminer. BIOHORIZONS Science and Innovation Service. 1 Kasım 2014. Ankara, Türkiye
2. Tüm Sistemlerde Abutment Seçimi. DENTSPLY İmplants Semineri. 07 Mart 2015, Ankara, Türkiye
3. DENTSPLY İmplants Türkiye Kongresi. 05-07 Kasım 2015, İzmir, Türkiye