

T.C.
ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ
SAĞLIK BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
PROTETİK DİŞ TEDAVİSİ ANA BİLİM DALI

LAZER SİNER İLE ÜRETİMDE KULLANILAN Co-
Cr ALAŞIM TOZLARININ YENİLEME YÖNTEMİ İLE
YENİDEN KULLANIMININ ALAŞIM TOZUNUN
KİMYASAL, FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNE VE METAL-
SERAMİK BAĞLANTISI ÜZERİNE ETKİSİNİN
İNCELENMESİ

Burçe AKTAN

UZMANLIK TEZİ

TEZ DANIŞMANI
Prof. Dr. Orhun EKREN

ADANA-2024

T.C.
ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ
SAĞLIK BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
PROTETİK DİŞ TEDAVİSİ ANA BİLİM DALI

**LAZER SİNER İLE ÜRETİMDE KULLANILAN Co-
Cr ALAŞIM TOZLARININ YENİLEME YÖNTEMİ İLE
YENİDEN KULLANIMININ ALAŞIM TOZUNUN
KİMYASAL, FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNE VE METAL-
SERAMİK BAĞLANTISI ÜZERİNE ETKİSİNİN
İNCELENMESİ**

Burçe AKTAN

UZMANLIK TEZİ

**TEZ DANIŞMANI
Prof. Dr. Orhun EKREN**

**Bu çalışma, Çukurova Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri tarafından
.....proje numarası ile desteklenmiştir.**

ADANA-2024

KABUL ve ONAY



TEŐEKKÜR



İÇİNDEKİLER

KABUL ve ONAY	i
TEŞEKKÜR	ii
İÇİNDEKİLER	iii
ÇİZELGELER DİZİNİ	v
ŞEKİLLER DİZİNİ	vi
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	vii
ÖZET	viii
ABSTRACT	ix
1.GİRİŞ	1
2.GENEL BİLGİLER	4
2.1. Diş Hekimliğinde CAD-CAM Metal Üretim Teknolojileri.....	4
2.1.1. Kazıma ile üretim.....	4
2.1.2. Eklemeli Üretim.....	5
2.1.2.1. Toz Bazlı Füzyon (powder based fusion-PBF).....	5
2.1.2.1.1. Direkt Metal Lazer Sinterleme (direct metal laser sintering-DMLS).....	6
2.1.2.1.2. Direkt Metal Lazer Eritme (direct metal laser melting-DMLM).....	6
2.1.2.1.3. Elektron Işınli Eritme (electron beam melting- EBM)	7
2.2. Eklemeli Üretimde Metal Tozunun Yeniden Kullanılması	7
2.2.1. Tek parti ve Toplu Yaşlandırma Yöntemi.....	8
2.2.2. Tamamlama (top up) YÖNTEMİ.....	9
2.2.3. Yenileme yöntemi	9
2.3. Metal-Seramik Bağlantısı	10
2.3.1. Mekanik Bağlantı.....	10
2.3.2. Kimyasal Bağlantı.....	10
2.3.3. Van Der Waals Kuvvetleri.....	11
2.3.4. Sıkıştırma Kuvvetleri	11
2.4. Metal-Seramik Bağlantı Başarısızlığı.....	12
2.4.1. Metal-Seramik Bağlantısını İncelemek İçin Kullanılan Testler.....	12

2.4.2. Metal-Seramik Bağlantı Dayanımının Hesaplanması.....	13
2.5. Metal Alaşım Tozlarının Fiziksel ve Kimyasal Özelliklerinin İncelenmesinde Kullanılan Yöntemler.....	13
2.5.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)	13
2.5.2. X Işını Difraksiyon Analizi (XRD).....	14
2.5.3. Endüktif Eşleşmeli Kütle Plazma Spektrometresi (ICP-MS)	14
2.5.4. Lazer Tanecik Boyutu	14
3. GEREÇ VE YÖNTEM	16
3.1. Örneklerin Hazırlanması.....	16
3.2. Kullanılan Testler ve Ölçümler	20
3.2.1. Üç Nokta Bükme Testi	20
3.2.2. Metal Alaşım Tozunun Fiziksel ve Kimyasal Yapısının Değerlendirilmesi	21
3.2.2.1. Toz Taneciklerinin Karakterizasyonu	21
3.2.2.2. İyon Derişim Analizi	22
3.3. İstatistiksel Analiz.....	23
4.BULGULAR.....	24
4.1. Metal-Seramik Bağlantı Dayanımı Analizleri	24
4.2. Metal Alaşım Tozlarının Taramalı Elektron Mikroskobu ve Lazer Tanecik Boyutu Analizleri.....	26
4.3. Metal alaşım tozlarının Xrd analizleri	30
4.4. Metal Alaşım Tozlarının İyon Derişim Analizleri	33
5.TARTIŞMA	34
6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	38
KAYNAKLAR	39

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 3.1. Metal alaşım tozu içeriği (%wt).	16
Çizelge 3.2. Porselen uygulamasında kullanılan materyallerin marka ve fırınlama değerleri* Soğutma işlemi sırasında sıcaklık önce 500°C'ye düşerek 1 dakika boyunca bu sıcaklıkta kalmaktadır.....	17
Çizelge 4.1. Üç nokta bükme testi verilerinin tanımlayıcı istatistikleri. (<input type="checkbox"/> Farklı üst simge harfler istatistiksel olarak anlamlı farkı belirtmektedir.).....	24
Çizelge 4.2. Tukey test sonuçları. (Ortalama fark 0.05 düzeyinde anlamlıdır.).....	25
Çizelge 4.3. Lazer tanecik boyutu analizi sonuçları.....	30
Çizelge 4.4. Yapay tükürük solüsyonunun ICP-MS analiz sonuçları milyonda birim düzeyinde (ppm) verilmiştir. (T.E. ibaresi ilgili elementin tespit edilemediğini belirtmektedir.).....	33

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Kazıma cihazı ve metal blok ²³	5
Şekil 2.2. DMLS çalışma prensibi ²⁸	6
Şekil 2.3. DMLM çalışma prensibi ³¹	7
Şekil 2.4. EBM çalışma prensibi ³²	7
Şekil 2.5. Tamamlama yönteminin grafiksel gösterimi. Her renk, belirli sayıda üretim aşamasından geçmiş ve katmanlı bir yapı oluşturan bir tozu temsil eder ¹⁴	9
Şekil 2.6. Üç nokta bükme testinde görülen kuvvetler ⁴⁸	13
Şekil 3.1. Örnek tasarımı.	16
Şekil 3.2. Porselen uygulaması için kullanılan kalıp.....	18
Şekil 3.3. A. Kullanılan opak, B. Kullanılan dentin, C. Kullanılan bond.	19
Şekil 3.4. Porselen uygulaması tamamlanmış örnekler.	19
Şekil 3.5. Testometric test cihazı.	20
Şekil 3.6. Örneklerin kuvvet/defleksiyon eğrisi.	21
Şekil 3.7. Çukurova Üniversitesi Merkez Araştırma Laboratuvarında bulunan SEM cihazı ⁵⁵	21
Şekil 3.8. XRD cihazı ⁵⁶	22
Şekil 3.9. ICP-MS cihazı ⁵⁷	23

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

μ	Mikron
3D	Üç boyutlu
Ark.	Arkadaşları
CAD/CAM	Bilgisayar destekli dizayn/bilgisayar destekli üretim
GPa	Gigapaskal
m/sn	Metre/ saniye
ml	Mililitre
mm	Milimetre
MPa	Megapaskal
N	Newton
ppm	Milyonda bir birim
W	Watt

ÖZET

Lazer Sinter ile Üretimde Kullanılan Co-Cr Alaşım Tozlarının Yenileme Yöntemi ile Yeniden Kullanımının Alaşım Tozunun Kimyasal, Fiziksel Özelliklerine ve Metal-Seramik Bağlantısı Üzerine Etkisinin İncelenmesi

Amaç: Bu in vitro çalışmanın amacı, lazer sinter ile üretimde kullanılan Co-Cr alaşım tozlarının yeniden kullanımının alaşım tozunun kimyasal, fiziksel özelliklerine ve metal-seramik bağlantısı üzerine etkisini değerlendirmektir.

Gereç ve Yöntem: Kullanılmamış metal alaşım tozu ile 1. Grup örneklerinin üretimi gerçekleştirildi, üretimden arta kalan toz elenip %70'i kullanılmamış toz, %30'i kullanılmış toz olacak şekilde homojen bir karışım oluşturularak 2. Grup örnekleri, %50'si kullanılmamış, %50'si kullanılmış toz olacak şekilde hazırlanarak 3. Grup örnekleri, %30'i kullanılmamış, %70'i kullanılmış toz olacak şekilde hazırlanarak 4. Grup örnekleri ve tamamen kullanılmış toz alaşımı ile 5. Grup örnekleri üretildi (N=15). Örneklerin üretiminden önce, toz haznesinden toz alaşım örnekleri analiz edilmek üzere alındı. Toplamda 75 metal bar şeklinde örnek, EOSINT M 270 (EOS GmbH, Krailling, Almanya) DMLS cihazı ile üretilmiştir. Metal alaşım tozu olarak, EOS CobaltChrome SP2 (EOS GmbH) kullanılmıştır. Seramik uygulamasından sonra, metal-seramik bağlantı dayanımını değerlendirmek üzere örnekler üç nokta bükme testine tabi tutuldu. Verilerin istatistiksel analizi, tek yönlü varyans analizi (ANOVA), Tukey testleri ile yapıldı. Alaşım tozu örneklerinin fiziksel ve kimyasal analizi için taramalı elektron mikroskobu (SEM-EDS), Xrd mikroanaliz, ICP-MS eser element analizi ve lazer tanecik boyutu ölçümü gerçekleştirildi.

Bulgular: Bağlantı dayanımı açısından gruplar arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunamadı ($P>0.05$). En yüksek bağlantı dayanımı değeri, %70 kullanılmamış toz içeren 2. Grup'ta (70.69 ± 36.5 MPa), en düşük bağlantı dayanımı değeri %50 kullanılmamış toz içeren 3. Grup'ta (53.26 ± 14.8 MPa) gözlenmiştir. Lazer tanecik boyutu analizleri ile taramalı elektron mikroskop görüntülerinin bulguları, birbirini destekleyecek şekilde gruplar arasında belirgin farklar olmadığını göstermektedir. Xrd analiz sonuçlarına bakıldığında, gruplar arasında faz sapması olmadığı, bütün toz alaşım örneklerinin kübik fazda olduğu gözlemlendi. ICP-MS analiz sonuçlarına bakıldığında; Mo, W ve Co iyonları için en yüksek değerler 2. Grupta görülmektedir. Si iyonu için en yüksek değer 3. Grupta ve Nb iyonu için de 5. Grupta görülmektedir. Krom iyonu ise grupların hiçbirinde tespit edilememiştir.

Sonuç: Çalışmanın sınırları dahilinde alaşım tozunun tekrar kullanılmasının metal-seramik bağlantısına etkisi yoktur. Metal alaşım tozunun fiziksel ve kimyasal özelliklerinde, yeniden kullanım sonucunda bir değişiklik bulunmamıştır.

Anahtar kelimeler: lazer sinter, tekrar kullanılmış metal tozu, metal-seramik bağlantısı

ABSTRACT

Evaluation of The Effect Of Reuse of Co-Cr Alloy Powders Used in Laser Sinter Production on The Chemical and Physical Properties of The Alloy Powder and The Metal-Ceramic Bond Strength

Purpose: The aim of this in vitro study is to evaluate the effect of reuse of Co-Cr alloy powders used in laser sinter production on the chemical and physical properties of the alloy powder and the metal-ceramic bond strength.

Material and methods: The production of the 1st Group samples was carried out with virgin metal alloy powder, the remaining powder from the production was sifted and mixed to make 70% virgin powder and 30% reused powder, and the 2nd Group samples were obtained as 50% virgin and 50% reused powder. Group 3 samples were produced by mixing so that 30% were virgin and 70% were reused powder, and Group 5 samples were produced with completely reused powder (N=15). Prior to fabricating the specimens, powder alloy samples were collected from the powder bed for analysis. A total of 75 metal bar-shaped samples were produced with the EOSINT M 270 (EOS GmbH, Krailling, Germany) DMLS device. EOS CobaltChrome SP2 (EOS GmbH) was used as metal alloy powder. After ceramic application, the metal-ceramic joint strength was evaluated by three-point bending test. Statistical analysis of the data was performed using one-way ANOVA and Tukey tests. Scanning electron microscopy (SEM-EDS), Xrd microanalysis, ICP-MS trace element analysis and grain size measurement were performed for alloy powder samples.

Results: There was no statistically significant difference was found between the groups in terms of bond strength ($P > 0.05$). The highest bond strength value was observed in Group 2 containing 70% virgin powder (70.69 ± 36.5 MPa), and the lowest bond strength value was observed in Group 3 containing 50% virgin powder (53.26 ± 14.8 MPa). The results of laser grain size analysis and scanning electron microscope images support each other and show that there are no significant differences between the groups. In the Xrd analysis results, it was observed that there was no phase deviation between the groups and all powder alloy samples were in the cubic phase. According to ICP-MS analysis results; the highest values for Mo, W and Co ions are seen in Group 2. The highest value for Si ion is seen in Group 3 and for Nb ion in Group 5. Chromium ion was not detected in any of the groups.

Conclusion: Within the limitations of the study, it was concluded that reusing alloy powder have no effect on metal-ceramic bond strength. No change was found in the physical and chemical properties of the metal alloy powder as a result of reuse.

Key words: laser sinter, reused metal powder, metal-ceramic bonding

1.GİRİŞ

Metal destekli porselen restorasyonlar 1950'lerin sonlarından beri standart protetik tedavi seçeneği olmuşlardır^{1,2}. Sağladığı dayanıklılık ve kabul edilebilir estetik özelliklerinden dolayı uzun yıllar başarı sağlamıştır. Özellikle yüksek çiğneme kuvvetine maruz kalan posterior bölgelerde ve yüksek dayanıklılık gerektiren uzun dişsiz alanların restorasyonunda günümüzde hala tercih edilmektedir³.

Metal-seramik restorasyonların dayanıklılığı seramik ile metal altyapı arasındaki bağlanmaya, metal altyapı tasarımı ve sertliğinin yanı sıra metal ile porselenin uyumuna bağlıdır. Metal ile porselen bağlantısını sağlayan dört temel mekanizma bulunmaktadır^{4,5}

Diş hekimliğinde kullanılan dental alaşımlar American Dental Association (ADA) tarafından; yüksek soy alaşımlar, soy alaşımlar ve baz metal alaşımlar olmak üzere üçe ayrılmıştır. Diş hekimliğinde kullanılan soy ve yüksek soy metal alaşımları çok fazla çeşitlilik göstermekle birlikte, ADA sınıflamasını, kullanılan metallerin içeriğine göre alt gruplara ayırmak mümkündür⁶. Maliyetlerinin daha az olması sebebiyle baz metal alaşımlar dental uygulamalarda tercih edilmektedirler. Ni-Cr ve Co-Cr metal destekli protezlerde kullanılan baz metal alaşımlardır. Yapılan çalışmada yetişkin kadınların %10-15'inde, yetişkin erkeklerin %1-2'sinde nikel alerjisi gözlemlendiği belirtilmiştir⁷. Nikel elementinden kaynaklanan alerjenik etkilerden dolayı günümüzde Co-Cr alaşımları metal-seramiklerde altyapı materyali olarak tercih edilmektedir.

Metal altyapılar döküm ve CAD-CAM sistemleri ile üretilebilmektedir⁸. Döküm kayıp mum tekniğine dayanan metal üretiminde kullanılan geleneksel yöntemlerden biridir⁸. Düşük maliyetli oldukları için uzun yıllar yaygın olarak kullanılmışlardır. Döküm işlemi yüksek hassasiyet gerektiren bir yöntemdir. Hata gözlenme olasılığını arttıran bu üretim aşamalarından dolayı günümüzde CAD-CAM sistemlerinin kullanımı yaygınlık kazanmıştır. CAD-CAM sistemleri, kazıma ile üretim ve eklemeli üretim olarak iki şekilde gerçekleştirilmektedir⁹. Kazıma yöntemi ile üretim, bilgisayar yazılımının kontrolü altında katı metal blokları frezeleme teknolojisine dayanmaktadır. Kazıma ile üretimin hala çözüm üretilememiş iki büyük dezavantajı bulunmaktadır. Bunlardan en önemlisi çıkarılan malzeme miktarının üretimde kullanılanı çok daha fazla olmasıdır. Diğeri ise karmaşık iç geometrilerin üretilmesinde etkili olmamasıdır¹⁰. Eklemeli imalat, genellikle katman katman olmak üzere 3 boyutlu model verilerinden parçalar oluşturmak

için malzemeleri birleştirme süreci olarak tanımlamaktadır. Dental uygulamalarda çeşitli katmanlı üretim sistemleri kullanılmaktadır. Bunlardan metal üretiminde lazer sinterleme teknolojileri öne çıkmaktadır¹⁰.

Literatürde lazer sinter ile üretilen metal altyapıların, yaygın olarak kullanılan diğer teknolojilerle karşılaştırıldığı çalışmalar bulunmaktadır.

James ve arkadaşları¹¹, yaptıkları çalışmada lazer sinterleme, bilgisayar destekli frezeleme ve geleneksel döküm teknikleri kullanılarak üretilen metal altyapıların marjinal doğruluğunun karşılaştırmalı olarak değerlendirmişlerdir. Marjinal boşluk miktarının üretim yöntemine göre değiştiği bulunsa da tüm grupların marjinal boşluk ölçümlerinin 120 µ'luk standart klinik kabul dahilinde olduğunu belirtmişlerdir.

Kaleli ve arkadaşları¹², yaptıkları çalışmada, geleneksel yöntem ve güncel tekniklerle üretilen metal altyapıların metal-porselen bağlantı dayanımını değerlendirmişlerdir. Bu çalışmada lazer sinterleme yöntemlerinin metal-seramik bağlanma mukavemeti açısından, ISO standartlarına göre klinik olarak kabul edilebilir minimum değer olan 25 MPa'ın üzerinde olduğu bulunmuştur.

Eklemeli üretimde, kazıma ile üretime göre atık malzeme miktarı çok daha azdır ve bu yöntemle üretilen metal altyapılar, klinik kullanım açısından sağlanması gereken koşulları yerine getirebilmektedir. Bu nedenlerle günümüzde, metal altyapı üretiminde en yaygın kullanılan yöntemdir.

Teorik olarak, materyalin üretiminden arta kalan metal tozları yeniden kullanılabilirse atık malzeme miktarı sıfıra düşürülebilir. Maliyeti düşürmek amacıyla tozun yeniden kullanılmasına ilgi artışı vardır¹³. Bu nedenle eklemeli imalat materyalinin nihai maliyeti büyük ölçüde tozun yeniden kullanılma olasılığına bağlıdır. Tutarlı toz özellikleri, metal örneklerin tekrarlanabilir üretimini sağlamak için önemlidir. Lazer sinterde kullanılan metal alaşımlarının, üretilen parçanın iyi mekanik özelliklere sahip olacağı şekilde küresel ve homojen dağılıma sahip olması gerekmektedir¹⁴. Ekonomik nedenlerle, metal tozu elendikten ve işlenmemiş tozla birleştikten sonra rutin olarak yeniden kullanılır. Bu nedenle, yeniden kullanılan alaşım tozlarının işlenmemiş tozlarla karıştırılmasının, metal seramik alt yapıların mekanik özelliklerini nasıl etkilediğini anlamak için çalışmalar yapmak gerekir. Çünkü klinik uygulamada kullanılacak olan bir metal-seramik restorasyon, ISO standartlarına göre (ISO 22674) belirli mekanik özelliklere sahip olmalıdır.

Literatürde, metal alaşım tozunun yeniden kullanılmasının tozun kimyasal, fiziksel yapısı üzerine etkileri hakkında çalışmalar bulunmaktadır. Ancak bu araştırmalarda yer alan metal toz alaşımları dental alanda kullanılmayan alaşımlardır^{15,16}. Co-Cr alaşım tozlarının yeniden kullanımıyla ilgili kısıtlı sayıda çalışma bulunmaktadır.

Albayrak ve arkadaşları¹⁷, yaptıkları çalışmada, benzer şekilde metal alaşım tozunu tek parti yöntemi ile yeniden kullanarak, elde edilen örneklerde metal-seramik bağlantısını incelemişlerdir. Tozun yeniden kullanılmasının metal-seramik bağlantısını etkilemediğini ortaya koymuşlardır.

Ekren ve arkadaşları¹⁸, yaptıkları çalışmada, tek parti yöntemi ile metal tozlarını lazer sinterde yeniden kullanmışlardır. Bu çalışmada kullanılmamış toz alaşımı ve çeşitli döngülerde alınan toz alaşımı ile üretilen örneklerde çekme mukavemeti açısından fark gözlenmediği, ancak bazı gruplar arasında elastik modül açısından farklılık gözlemlendiği bildirilmiştir.

Leban ve arkadaşları¹⁹, yaptıkları çalışmada Co-Cr alaşım tozuyla, kullanılmamış ve yeniden kullanılmış tozlardan üretilen metal yapılar arasında herhangi bir fark olup olmadığını incelemişlerdir. Parçacık boyut dağılımı ve korozyon direnci açısından bir fark bulunmadığını ancak yeniden kullanılan Co-Cr tozlarının gözenekliliğinin ve sertliğinin daha yüksek olmasının sebebinin, üretilen metaldeki artan interstisyel oksijen konsantrasyonu olduğunu belirtmişlerdir.

Literatürde, alaşım tozunun yenileme tekniği ile farklı oranlarda tekrar kullanılmasının alaşımın kimyasal yapısı ve metal- seramik bağlantısı üzerine etkisi hakkında yeterli bilgi bulunmamaktadır.

Bu tez çalışmasının amacı, lazer sinterde Co-Cr alaşım tozu ile üretilen metal altyapılarda, metal tozunun yenileme tekniği ile yeniden kullanılmasının metalin fiziksel, kimyasal yapısı ve metal-seramik bağlantısı üzerine etkisinin değerlendirilmesidir. Çalışmanın Ho hipotezi; 'lazer sinterde yenileme yöntemi ile metal tozlarının yeniden kullanılması metal-porselen bağlantısını, metal alaşım tozunun fiziksel ve kimyasal özelliklerini etkilemez' şeklinde kurulmuştur.

2.GENEL BİLGİLER

2.1. Diş Hekimliğinde CAD-CAM Metal Üretim Teknolojileri

İlerleyen teknolojiyle birlikte diş hekimliği alanında da yüksek performanslı üretim teknolojilerinin kullanımı yaygınlık kazanmaktadır. Bilgisayar destekli tasarım ve bilgisayar destekli üretim tekniklerinin kullanılmaya başlanması metal altyapı üretiminde yeni bir dönem başlamasına neden olmuştur. Dijital iş akışı, geleneksel yöntemlerden kaynaklanan sorunların aşılmasını, daha hızlı ve öngörülebilir sonuçlar elde edilmesini sağlamaktadır⁹. CAD-CAM sistemleri ile altyapı üretim aşamaları bilgisayar destekli ölçülerin alınması, ardından tasarımın yapılması ve CAM ünitesi tarafından fiziksel bir parçaya dönüştürülmesi şeklindedir²⁰.

Diş hekimliğinde CAD-CAM üretim teknolojileri kazıma ile üretim ve eklemeli üretim olarak iki şekilde gerçekleştirilebilmektedir²¹. Bu iki sistemin birbirine göre avantaj ve dezavantajları bulunmaktadır.

2.1.1. Kazıma ile üretim

Kazıma yöntemi ile üretim, bilgisayar kontrolü altında kesici frezler ile metal blokların frezelenme teknolojisine dayanmaktadır. Homojen olarak üretilen metal bloklardan kazıma yapıldığı için döküm yönteminden kaynaklanan yabancı cisim kontaminasyonu elimine edilmiş olur. Bu teknikle üretimde üretilen altyapının doğruluğu frez çapı ile sınırlıdır²². En küçük frezden daha küçük aşındırma yapılamayacağı için geometrik detaylar gözden kaçabilmektedir. Ayrıca sert bloklardan kazıma yapılması frezlerin aşınmasına neden olmaktadır. Bu durumlar kazıma tekniği için bir dezavantaj oluşturmaktadır. Bu dezavantajların önüne geçebilmek için bazı stratejiler geliştirilmiştir. Günümüzde frez aşınmasını minimuma indirmek için önceden sinterlenmiş yumuşak metal bloklar bulunmaktadır. Böylece hem frez aşınması azaltılır hem de üretim süresi kısaltılır.



Şekil 2.1. Kazıma cihazı ve metal blok²³.

Kazıma ile üretimin hala çözüm geliştirilememiş en büyük iki dezavantajı ise üretimde kullanılan madde miktarından çok daha fazla atık oluşturması ve karmaşık iç geometrilerin üretiminde kullanılamamasıdır^{10,24}. Bu nedenlerle metal altyapı üretiminde eklemeli imalat yöntemleri günümüzde en yaygın kullanılan yöntemlerdir.

2.1.2. Eklemeli Üretim

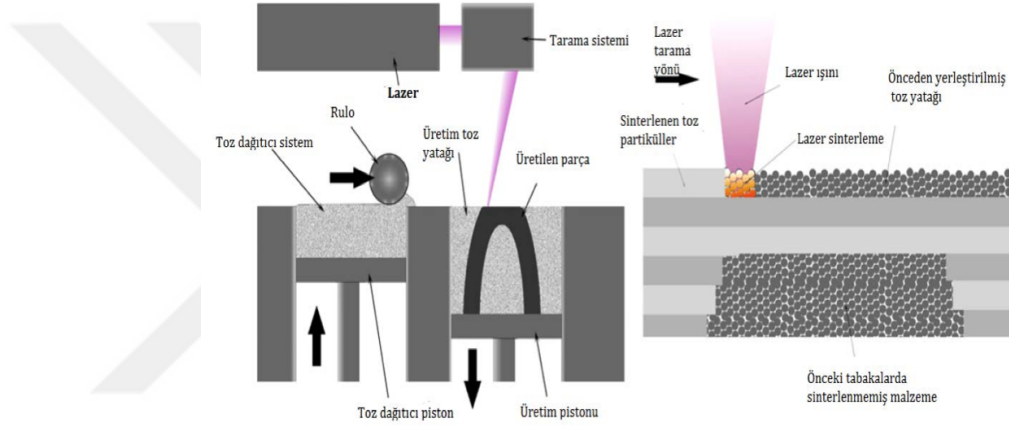
Eklemeli üretim, nihai ürün oluşuncaya kadar malzemenin katman katman eklenmesini temel alan bir üretim yöntemidir. Dış hekimliğinde temelde yedi eklemeli üretim tekniği kullanılmaktadır²⁴; steriolitografi (SLA), material jetting (MJ), material extrusion (ME), binder jetting (BJ), toz bazlı füzyon (powder based fusion-PBF), sheet lamination (SE), direct energy deposition (DEP). Bunlardan metal altyapı üretiminde

2.1.2.1. Toz Bazlı Füzyon (powder based fusion-PBF)

Diş hekimliğinde metal altyapı üretimi için kullanılan yöntem toz bazlı füzyondur. Bu teknolojinin üç tipi günümüzde kullanılmaktadır. Bunlar direkt metal lazer sinterleme (direct metal laser sintering- DMLS), direkt metal lazer eritme (direct metal laser melting-SLM) ve elektron ışınli eritme (electron beam melting- EBM) teknikleridir²⁵.

2.1.2.1.1. Direkt Metal Lazer Sinterleme (direct metal laser sintering-DMLS)

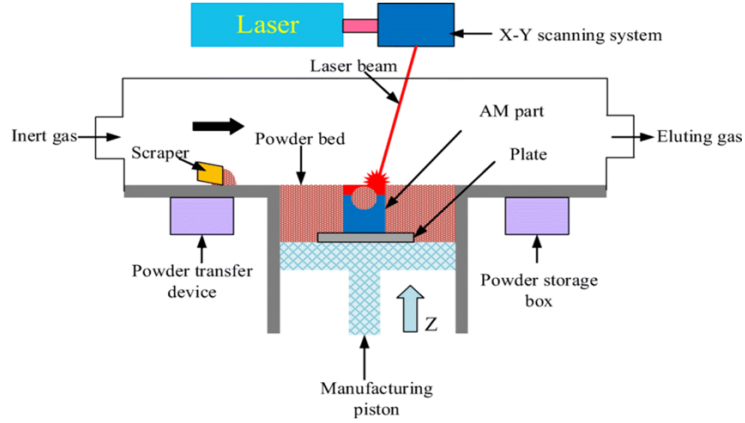
Üç boyutlu nesnelerin üretiminde, yüksek güçlü lazer ışınının toz halindeki metal alaşıma uygulanmasıyla metal parçacıklarının birleşmesini sağlama esasına dayanan bir yöntemdir²⁶. Bu işlem nesnenin üretimi tamamlanıncaya kadar katman katman devam eder. Bu yöntemde metal toz tanecikleri, bölgesel eritilerek kaynaştırılmaktadır. Bu da gözenekli bir yapı oluşmasına neden olur. Üretilen yapının, bu işlemden sonra erime noktasının hemen altındaki bir sıcaklıkta sinterlenmesiyle bu gözenekli yapının düzenlenmesi sağlanır. Bu sinterleme işlemi üretim prosesinin devamıdır²⁷.



Şekil 2.2. DMLS çalışma prensibi²⁸.

2.1.2.1.2. Direkt Metal Lazer Eritme (direct metal laser melting- DMLM)

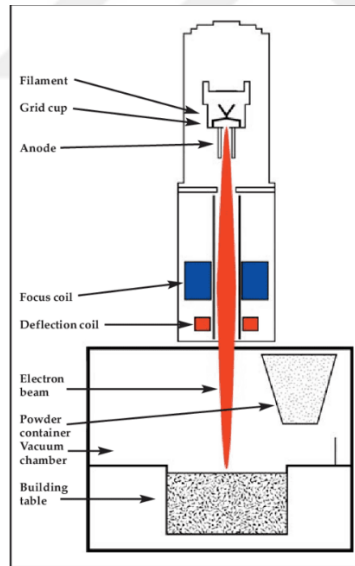
Çalışma prensibi DMLS ile çok benzer olan bu yöntemin DMLS'den farkı toz taneciklerinin tamamının eritilmesiyle üretimin gerçekleştirilmesidir. Bu yöntemde de üretimden sonra ısıl işlem uygulanır^{29,30}. Ancak bu ısıl işlem üretim prosesinin devamı değildir. Yüksek sıcaklık farklarından kaynaklanan iç gerilimi azaltmak için uygulanmaktadır.



Şekil 2.3. DMLM çalışma prensibi³¹.

2.1.2.1.3. Elektron Işınli Eritme (electron beam melting- EBM)

EBM tekniğinde metal alaşım tozlarının eritilmesi için kullanılan kaynak DMLS ve DMLM yöntemlerinden farklıdır. Bu teknikte lazer ışını yerine, argon gibi inert bir ortamda odaklanmış elektron ışını kaynağı kullanılmaktadır.



Şekil 2.4. EBM çalışma prensibi³².

2.2. Eklemeli Üretimde Metal Tozunun Yeniden Kullanılması

Eklemeli imalatta üretimden arta kalan toz tekrar kullanılabilirse atık malzeme miktarı sıfıra düşürülebilir. İstenen materyalin üretimi tamamlandıktan sonra üretim

haznesinde kalan toz toplanır ve elekten geçirilir. Bu toz daha sonra yeniden kullanılır. Bu aşamada elek açıklıklarının boyutu üretilcek yapının kalitesini belirlemede rol oynar^{33,34}. Tutarlı toz özellikleri, metal örneklerin tekrarlanabilir üretimini sağlamak için önemlidir. Laser sinterde kullanılan metal alaşımlarının, üretilen parçanın iyi mekanik özelliklere sahip olacağı şekilde küresel ve homojen dağılıma sahip olması gerekmektedir. Tekrarlayan kullanımlarda toz tanecikleri üzerinde istenmeyen etkiler oluşabileceği için bazı yeniden kullanım stratejileri geliştirilmiştir. Toz taneciklerinin, tozun yeniden kullanılmasıyla nasıl değiştiğini anlayabilmek için tozun yeniden kullanım stratejilerini incelemek gerekir¹⁴. Günümüzde en yaygın kullanılan yeniden kullanım stratejileri:

1. Tek parti ve toplu yaşlandırma yöntemi
2. Tamamlama (top up) yöntemi
3. Yenileme yöntemi

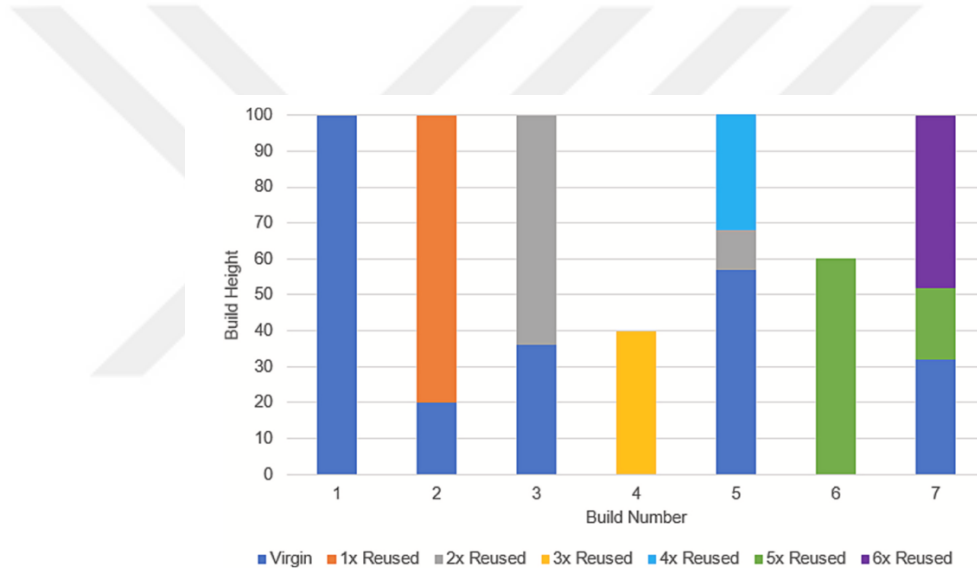
olmak üzere üç yöntemdir.

2.2.1. Tek parti ve Toplu Yaşlandırma Yöntemi

Tek parti yöntemi, ilk parti tozun alınmasını ve üretimi tamamlamak için yeterli toz kalmayınca kadar art arda çalışmalarda yeniden kullanılmasını içerir. İşlemler arasında toz, önceki işlemlerde üretilen toprakları veya sinterlenmiş parçacıkları çıkarmak için elenir, ancak toz partisine ilave toz eklenmez^{35,36}. Toplu yaşlandırma yöntemi, tek partili yöntemle benzer ancak daha büyük ölçekte gerçekleşir. Burada, üretim için birden fazla toz partisi kullanılır ve aynı yaştaki tozlar sonraki yapılarda kullanılmak üzere karıştırılır. Tek parti yöntemi toz bozunmasındaki beklenen hızlanma nedeniyle akademide yaygın kullanılan bir yöntemdir³⁷. Toplu yaşlandırma yöntemi ise benzer seviyelerde toz bozunmasının oluşması daha uzun sürdüğünden ve çalışma sürelerini arttırdığından daha az kullanılır.

2.2.2. Tamamlama (top up) YÖNTEMİ

Kullanılan diğer bir toz yeniden kullanım yöntemi ise tamamlama yöntemidir. Bu yöntem, yeni bir yapı için gereken seviyeyi korumak amacıyla elenmiş veya işlenmemiş tozun, toz tankında üretimden arta kalan tozun üzerine yerleştirilmesini içerir. Bu toz, makinede halihazırda mevcut olan tozla karıştırılmaz ve farklı bölümlere sahip katmanlı bir toz yatağı elde edilir. Bu yöntemin izlenebilirliği zayıftır. Toz yatağının homojen bir yapıda toz içermeyip katmanlanması, toz yatağının işlem geçmişinin belirlenmesini ve bu toz kullanılarak üretilen parçaların özellik tahminini zorlaştırır. Bu zayıf toz izlenebilirliği, bu yeniden kullanım tekniğinin literatürde yalnızca sınırlı düzeyde kullanıldığı anlamına gelmektedir¹⁴.



Şekil 2.5. Tamamlama yönteminin grafiksel gösterimi. Her renk, belirli sayıda üretim aşamasından geçmiş ve katmanlı bir yapı oluşturan bir tozu temsil eder¹⁴.

2.2.3. Yenileme yöntemi

Literatürde en yaygın kullanılan toz yeniden kullanım tekniklerinden biridir. Bir üretim aşamasının tamamlanmasını, ardından üretim sürecinde ve eleme işleminde kaybedilen tozun yerine 'yenileme' aşaması olarak bilinen, kullanılmamış toz ilave edilmesini içerir. Bu kullanılmamış toz, homojen bir karışım oluşturmak için toz haznesindeki, üretimden arta kalan tozla karıştırılır. Yenileme, her yapıdan sonra veya önceden belirlenmiş sayıda yapıdan sonra yapılabilir, böylece yeni yapılar için toz haznesinde her zaman yeterli toz bulunur¹⁴.

2.3. Metal-Seramik Bağlantısı

Metal-seramik restorasyonlar metalin sağlamlığı ve porselenin estetik özelliklerini bir araya getirmektedir. Metal-seramik restorasyonların dayanıklılığı seramik ile metal arasındaki bağlanmaya, metal altyapı tasarımı ve sertliğinin yanı sıra metal ile porselenin uyumuna bağlıdır³⁸. Bu tip restorasyonlarda porselende gerçekleşen kırılmalar hem klinikte hem de laboratuvarda maliyetli ve zaman alıcı bir problemdir ve klinikte gözlenme oranı %2,3 ila %8,5-7 arasında değişir³⁹. Metal ile porselenin bağlanmasında mekanik bağlantı, kimyasal bağlantı, sıkıştırma kuvvetleri ve Van Der Waals kuvvetleri olmak üzere dört temel mekanizma bulunmaktadır.

2.3.1. Mekanik Bağlantı

Mekanik bağlantı, metal altyapıdaki pürüzlü alanlara seramiğin tutunması ile sağlanır³⁸. Metalin yüzeyindeki pürüzlü alanlara seramik tutunur ve bu durum metalin reaksiyona girme özelliğini artırırken aynı zamanda metalin ıslanabilirliğini artırır⁴⁰. Mekanik bağlantıyı sağlamak üzere metal yüzey alüminyum partikülleri ya da frezlerle aşındırılır. Alüminyum partikülleri ile aşındırma en sık kullanılan yöntemdir. Yapılan aşındırma ile metaldeki oksit tabakasının kalınlığı değişir ve bu değişim metal-seramik bağlantısını doğrudan etkiler. Oluşturulan pürüzlü alanlara opak porseleni mekanik olarak tutunur⁴¹. Dental seramik, metale bağlanmak için pürüzlü yüzeylere ihtiyaç duymaz, parlak yüzeylere de tutunabilir. Ancak yüzeyin pürüzlü olması tutunma kuvvetini artırır⁴².

2.3.2. Kimyasal Bağlantı

Metal-seramik restorasyonlarda güçlü bir bağ oluşumundaki temel faktör kimyasal bağlantınınınır⁴³. Kimyasal bağlantı, seramiği oluşturan maddeler ile metal oksitler arasında gerçekleşen kimyasal reaksiyon sonucu oluşan kimyasal adezyon olarak tanımlanabilir. Bu bağ, metalin yüzeyinde oluşan oksit tabakası aracılığı ile gerçekleşir. Ni-Cr ve Co-Cr gibi değersiz metal alaşımlarda oksit tabakası kendiliğinden oluşmaktadır. Soy metal alaşımlarda ise oksit tabakası kendiliğinden oluşmadığı için alaşımlara kalay, indiyum ve demir gibi metaller katılarak oksit tabakasının oluşması

sağlanır. Bu metaller, fırınlanma sırasında alaşımın yüzeyine yayılarak, porselen ile kimyasal bağlantıyı sağlayan kalay-indiyum-demir oksitleri oluştururlar. Metal yüzeyinde bulunan oksit tabakasındaki oksitler ile porselenin içerisindeki oksitler kimyasal olarak bağlanır. Metal alaşımın yüzeyinde oluşan oksit tabakasının opak seramik ile oluşturduğu metalik, kovalent ve iyonik bağlar, kimyasal bağlantıyı oluşturur.

2.3.3. Van Der Waals Kuvvetleri

Yüklenmiş moleküllerin karşılıklı olarak elektrostatik çekiminin neden olduğu bağlantı şeklidir. Metal yüzeyi ile seramik arasında, birbirine yaklaşan iki atom arasındaki elektrostatik çekim ile oluşur. İki yüzey arasındaki temas açısının küçülmesine neden olur. Temas açısı küçüldükçe erimiş seramik metal yüzeydeki tüm ayrıntılara daha iyi nüfuz eder⁴². Kimyasal bağlantı olmayan bu bağlantının toplam bağlantı kuvvetine etkisi çok düşüktür. Ancak en önemli bağlantı mekanizması olan kimyasal bağlantının başlamasında önemli bir etkidir.

2.3.4. Sıkıştırma Kuvvetleri

Seramiğin likit fazının fırınlanması sırasında oluşan termal bileşenlerin etkisi ve altyapı materyali ile seramik arasındaki termal genleşme farkı sayesinde oluşur. Genel olarak seramiğin termal genleşme katsayısı $13.0-14 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ iken kullanılan metalin $13.5-14.9 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 'dir. Altyapı materyalinin, seramikten daha yüksek termal genleşme katsayısına sahip olması pozitif bir termal uyumsuzluk sağlar. Bu durumda oluşan sıkıştırıcı kuvvetler sayesinde çatlak oluşumu azaltılır ve yayılımı da engellenir⁴⁴. Metalin ısısal genleşme katsayısı porselenden büyük olduğunda soğuma sırasında metal hızla büzülerek porselene baskı kuvveti uygulamaktadır. Sonuçta metal çekme, porselen ise baskı kuvveti altında kalır ve sıkışma bağlantısı oluşur. Kırılgan materyallerin tamamında olduğu gibi dental seramikler de baskı kuvvetleri karşısında çekme kuvvetlerine oranla daha dayanıklıdır⁴⁵.

2.4. Metal-Seramik Bağlantı Başarısızlığı

Metal-seramik restorasyonlarda oluşan kırık, restorasyonun değişimine sebep olabilir. Ağız içi tamirin mümkün olmadığı kırıklarda, restorasyonun değişimi hekim ile teknisyen açısından zaman alıcı, hasta açısından ise ekonomik olmayan bir yoldur. Metal-seramik restorasyonlarda, seramikte gerçekleşen çatlak oluşumu ve kırıkların 5 yıllık sağ kalımda gözlenme oranının %4 olduğu belirtilmiştir⁴⁴. Bu başarısızlıklar; seramik veya metal altyapıya bağlı faktörler olabilir.

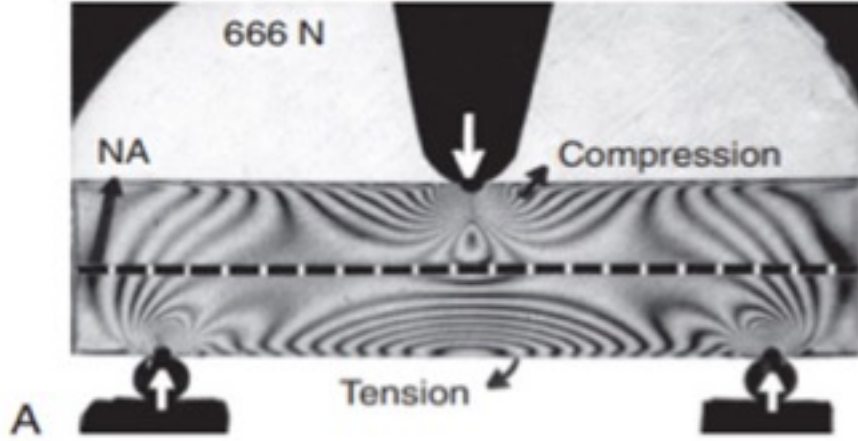
2.4.1. Metal-Seramik Bağlantısını İncelemek İçin Kullanılan Testler

İn vivo testler diş hekimliğinde önemli bir yere sahiptir; fakat bu testler, ağız içerisinde birçok farklı stres faktörünün bulunması sebebiyle doğru sonuca ulaşamayabilir. Teknolojinin ilerlemesi, güncel bağlayıcı ajanların gelişimi ve ideal ürün arayışının hala sürmesi nedeniyle in vitro bağlanma dayanımı testlerine ihtiyaç duyulmaktadır.

Metal-seramik bağlanma dayanımı kuvvetini ölçmede birçok test kullanılabilir. Yapıştırılan alanın boyutlarına göre, bağlanma dayanımı testleri makro (4-28 mm²) veya mikro (yaklaşık 1 mm²) olarak yapılabilir. Metal-seramik ara yüzüne çekme ya da makaslama kuvvetleri uygulanır⁴⁶.

Bu testler; makro makaslama (shear), makro çekme (tensile), mikro makaslama (micro shear), mikro çekme (micro tensile), üç-dört nokta bükme testleri olarak sınıflandırılır. Bu testler evrensel test cihazları (Universal Test Machine- Instron, Norwood, Massachusetts, ABD) kullanılarak yapılır.

Bu tanımlanan test yöntemleri arasında sıklıkla kullanılan ISO 9693:1999'da önerilen 3 nokta bükme testidir. Bu testin tercih edilme nedeni, numune hazırlanışının kolay olması, bağlantı direncinin kolay ölçülebilmesi ve basit bir test cihazının kullanılmasıdır. Bu test yönteminde, metalin bükülme hareketiyle seramik ile metal arasındaki bağ kuvveti değerlendirilmektedir. ISO 9693 kriterlerine göre minimum kabul edilebilir metal-seramik bağlantı değeri 25 MPa'dır⁴⁷.



Şekil 2.6. Üç nokta bükme testinde görülen kuvvetler⁴⁸.

2.4.2. Metal-Seramik Bağlantı Dayanımının Hesaplanması

Bağlantı dayanımı, metalin kalınlığı ve elastik modülünün bir fonksiyonu olan k sabiti ve bağlantının kopması için gereken kuvvet ile hesaplanmaktadır. Elastik modülün hesaplanabilmesi için üç nokta bükme testi kullanılmaktadır. Bu testte numuneler saf bükülmeye benzeyen koşullara tabi tutulur ve verileri analiz edilir. Kuvvet arttıkça ve numune büküldükçe, bükülme açısı ve bükülme momenti (kuvvet \times mesafe) için karşılık gelen değerler kaydedilir. Gerilim/gerinim grafiğine benzer bir grafik oluşur. Üç nokta eğilme testinde maksimum gerilimin olduğu yere bükülme dayanımı denir. Bu test sadece malzemenin dayanımını değil aynı zamanda beklenen defleksiyon miktarını da belirler⁴⁸. Üç nokta bükülme testinin temel avantajı, numune hazırlama ve test kolaylığıdır.

2.5. Metal Alaşım Tozlarının Fiziksel ve Kimyasal Özelliklerinin İncelenmesinde Kullanılan Yöntemler

2.5.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizinin prensibi, örnek yüzeyine elektron gönderilerek bir görüntünün elde edilmesidir. Bu görüntünün sahip olduğu alan derinliği sayesinde morfoloji tanımlanabilir. SEM, odaklanmış elektron demeti ile örnek yüzeyini tarayarak görüntü elde eden bir elektron mikroskobu tipidir. Mikroskobun elektron

lenslerinden çıkan elektron ışını örnek yüzeyini taradıktan sonra geri dönen sinyaller görüntü olarak algılanır. Böylece örnek morfolojisi incelenebilmektedir⁴⁹.

2.5.2. X Işını Difraksiyon Analizi (XRD)

X-Işını difraksiyon analizi (XRD), her bir kristalin fazın kendine özgü atomik dizilimlerine bağlı olarak, X-ışınlarını karakteristik bir düzen içerisinde kırması temeline dayanmaktadır. Her bir kristalin faz için bu kırınım profilleri bir nevi parmak izi gibi o kristali tanımlar. X-Işını Kırınım cihazıyla kristalin malzemelerin ve polimerlerin nitel ve nicel incelemeleri yapılabilir. Bu yöntem numunede tahribata neden olmaz ve çok az miktardaki numunelerin dahi, analizlerinin yapılmasına olanak tanır. XRD yöntemi ile fazların miktarı, kristal boyutu, kristal yönlenmesi, atomun pozisyonları, kafes parametreleri, yapıdaki değişimler, toz ve katı örneklerde faz analizleri yapılabilmektedir. Hızlı bir yöntem olması, kullanımının kolay olması, otomatikleştirilebilir olması, numunelerin boyut, ağırlık, şekil çeşitliliğine izin vermesi, periyodik cetvelde bor elementinden uranyuma kadar elementlerin analizlerinin yapılabilir olması bu analizin tercih edilme sebeplerindedir⁵⁰.

2.5.3. Endüktif Eşleşmeli Kütle Plazma Spektrometresi (ICP-MS)

Endüktif Eşleşmeli Plazma Kütle Spektrometresi (ICP-MS), maddelerin kimyasal bileşimlerini ve elementel analizlerini yapmak için kullanılan bir tekniktir. Bu teknik, özellikle eser elementlerin ve izotopların tespitinde ve nicel analizinde yaygın olarak kullanılmaktadır⁵¹.

2.5.4. Lazer Tanecik Boyutu

Tanecik boyutu analizi; örneği oluşturulan partiküllerin cihazdaki lazer sistemiyle tanecik boyutlarının belirlenmesinde kullanılmaktadır. Bu analizde, eşdeğer kütle ile ölçüm sağlanmaktadır. Örnek içeriğindeki taneciklerin istenilen aralıkta olup olmaması ve fiziksel özellik olarak boyutlarının belirlenmesi amacıyla kullanılmaktadır⁵².

Kaleli ve arkadaşları¹², yaptıkları çalışmada döküm, kazıma, lazer ergitme ve lazer sinter yöntemleri ile üretilen metal altyapıların porselen ile bağlantı kuvvetini

incelemişlerdir. Dökümde bağlantı kuvvetinin ortalama 38.08 MPa, kazıma yönteminde ortalama 39.29 MPa, lazer sinterde ortalama 40.73 MPa, lazer ergitmede ise ortalama 41.24 MPa olduğunu belirtmişlerdir.

Dimitriadis ve arkadaşları⁵³, yaptıkları çalışmada döküm tekniği ve lazer sinterde üretilen metal altyapı ve porselen arasındaki bağ kuvvetini karşılaştırmışlardır. Bağlanma kuvveti değerlerini lazer sinter için ortalama 51.87 MPa, döküm için ise 54.60 Mpa belirtmişlerdir.

Bu bilgilerden yola çıkarak yaptığımız çalışmada metal alaşım tozlarının yeniden kullanılmasının metalin kimyasal özelliklerine ve metal-seramik bağlantısına etkisini değerlendirmeyi hedefledik.

Çalışmamızın amaçları;

1. Lazer sinterde yenileme yöntemi uygulanarak üretilen metal altyapılar için metal tozunun tekrar kullanılmasının metal-seramik bağlantısına olan etkisini değerlendirmek,
2. Metal alaşım tozunun yenileme yöntemi ile yeniden kullanılmasının, tozun fiziksel ve kimyasal özellikleri üzerine etkisini değerlendirmektir.

Çalışmamızın Ho hipotezi aşağıdaki şekilde kurulmuştur;

1. Lazer sinterde yenileme yöntemi ile metal tozlarının yeniden kullanılması metal-porselen bağlantısını etkilemez.
2. Lazer sinterde metal alaşım tozlarının yenileme yöntemi ile yeniden kullanılması metalin fiziksel ve kimyasal özelliklerini etkilemez.

3. GEREÇ VE YÖNTEM

Bu çalışmada lazer sinterde metal tozunun yenileme yöntemi ile tekrar kullanılmasının metalin fiziksel, kimyasal özelliklerine ve metal-porselen bağlantısına etkisi değerlendirildi. Çalışmamız Çukurova Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Kurulu'nca TDH-2024-16287 proje kodu ile desteklendi.

3.1. Örneklerin Hazırlanması

Metal örneklerin tamamı büyük ölçekli bir diş laboratuvarında üretildi. Örneklerin hazırlanmasında EOSINT M 270 (EOS GmbH, Krailling, Almanya) DMLS cihazı ve metal alaşım tozu olarak EOS CobaltChrome SP2 (EOS GmbH) kullanıldı. Alaşım tozunun içeriği Çizelge 3.1'de detaylı olarak verilmiştir. Örnek sayısı yapılan güç analizi sonucu (G*Power v3.1) 5 grup, her grupta 15 örnek olacak şekilde (n:15) belirlendi (F test, fixed effects, omnibus, one-way, effect size .5, =.05, power =0.9, number of groups =5, minimum total sample size =75). Örnekler ISO standartları baz alınarak (ISO 9693-1:2012) bar şeklinde 0,5×3×25 mm boyutlarında üretildi.



Şekil 3.1. Örnek tasarımı.

Çizelge 3.1. Metal alaşım tozu içeriği (%wt).

	Co	Cr	Mo	W	Si	Fe	Mn
EOS Co-Cr SP-2	62-66	24-26	5-7	4-6	Max 0,8-1,5	Max 0,7	Max 1,5

Üretime başlamadan önce DMLS cihazının alaşım tozu yatağı elektrikli süpürge ile tamamen temizlendi. Ardından toz haznesi tamamı kullanılmamış toz içeren toz alaşımı

ile dolduruldu ve ilk grup örneklerinin üretimine başlandı. İlk grup örneklerinin üretimi tamamlandıktan sonra üretimden arta kalan toz toplanıp, por genişliği 80 μ olan elekten geçirildi. Bu şekilde toz haznesindeki bütün toz tükenene kadar üretim yapıp, bir defa kullanılmış tozlar biriktirildi. Ardından 2. Grup örnekleri için %70'i kullanılmamış, %30'i kullanılmış toz olacak şekilde homojen bir karışım oluşturularak tank yeniden doldurularak üretim gerçekleştirildi. %50'si kullanılmamış, %50'si kullanılmış toz olacak şekilde hazırlanarak 3. Grup örnekleri, %30'i kullanılmamış, %70'i kullanılmış toz olacak şekilde hazırlanarak 4. Grup örnekleri ve tamamen kullanılmış toz alaşımı ile 5. Grup örnekleri üretildi. Her grup üretiminden önce analiz yapılmak üzere toz yatağından toz alaşım örnekleri toplandı.

Çalışmada kullanılan DMLS cihazının işlem parametreleri şu şekildedir. Tarama hızı 7m/sn, üretim hızı 20 m³/sn, spot lazer çapı 100-500 μ , lazer ışın gücü 120-220 W, tarama mesafesi (hatch distance) 0.08-01 mm'dir.

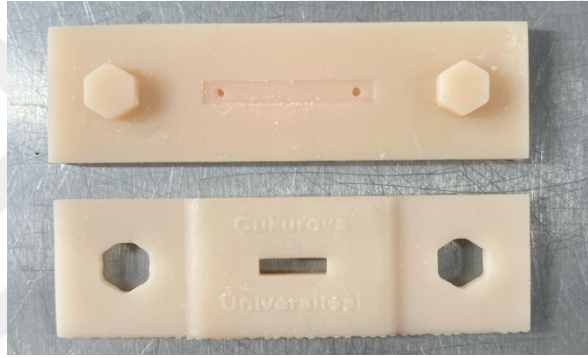
Örneklerin üretimi tamamlandıktan sonra sinterizasyon işlemi uygulandı. Sinterizasyon fırını tam güçte 650°C'ye ulaştıktan sonra örnekler 5 dakika süreyle bu sıcaklıkta bekletildi ve sıcaklık 850°C'ye çıkarılıp 15 dakika da bu sıcaklıkta bekletildi. Daha sonra sıcaklık kademeli olarak 550°C'ye düşürüldü ve bu sıcaklıkta sinterizasyon prosesine devam edildi. Toplamda 3 saatte sinterleme işlemi tamamlandı. Tüm örneklerin destek yapıları uzaklaştırıldı ve tesviye yapılarak olması gereken boyutlara getirildi.

Tesviye işlemi tamamlanan örneklere eşit kalınlık ve yükseklikte porselen uygulaması firma önerileri doğrultusunda yapıldı. Firmanın önerdiği sıcaklık ve süre değerleri çizelge 3.2'de detaylı olarak verilmiştir.

Çizelge 3.2. Porselen uygulamasında kullanılan materyallerin marka ve fırınlama değerleri* Soğutma işlemi sırasında sıcaklık önce 500°C'ye düşürülüp 1dakika boyunca bu sıcaklıkta kalmaktadır.

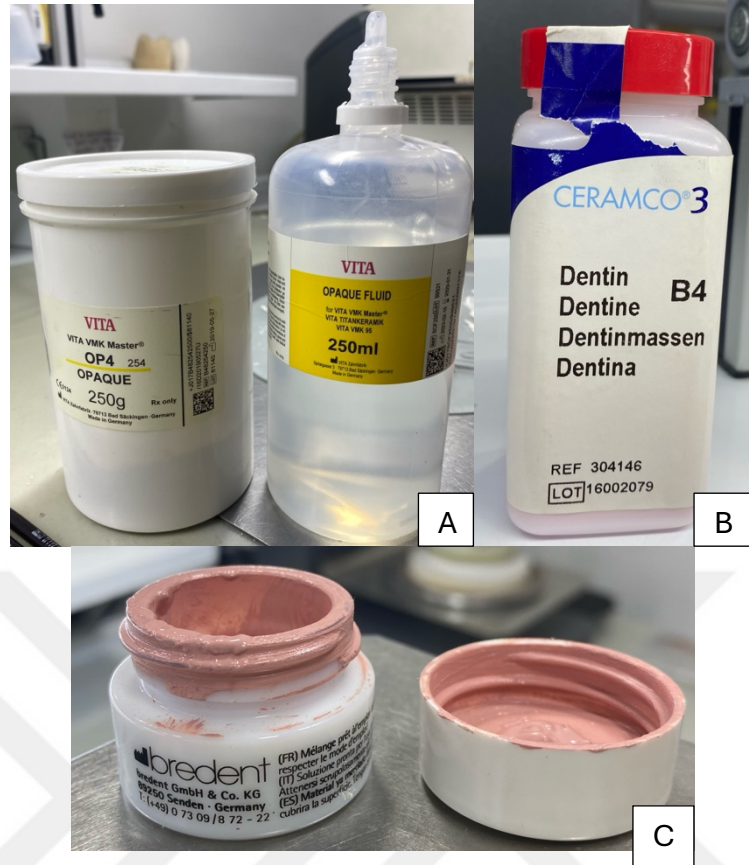
	Marka	Fırın başlangıç sıcaklığı/ süresi	Dakikadaki sıcaklık artış değeri	Final sıcaklığı/ süresi
Oksit		500°C	100°C	975°C/5dk
Bond	Bredent	600°C/6dk	60°C	955°C/1dk
Opak	Vita VMK OP4	500°C/2dk	80°C	950°C/1dk
Dentin	Ceramco 3	650°C/10dk	49°C	920°C/30sn*

Tüm örneklere kumlama, buharlama, oksitleme, bondlama, opak ve dentin porseleni uygulaması sırasıyla yapıldı. Kumlama işlemi 250 mikronluk alüminyum oksit tozu (Korox, BEGO, Almanya) ile 10 saniye boyunca 4-5 bar basınç aralığında yaklaşık 10 mm uzaklıktan 45 derece açıyla yapıldı. Tüm kumlama işlemleri bir kişi tarafından aynı kumlama cihazında (MKK-975 Mikrotek, Türkiye) yapıldı. Ardından tüm örnekler basınçlı buhar makinesi ile yıkandı ve oksitleme işlemi gerçekleştirildi. Örneklere eşit kalınlık ve boyutlarda porselen uygulaması yapılabilmesi için 3 boyutlu yazıcıda kalıp üretildi. Bu kalıbın üretiminde Formlabs SLA 3D yazıcı (Formlabs, Somerville, MA, ABD) kullanıldı.



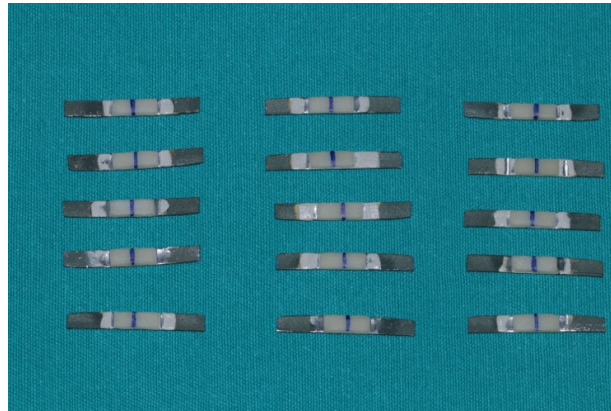
Şekil 3.2. Porselen uygulaması için kullanılan kalıp.

Örnekler kalıba yerleştirilerek ilk olarak bond materyali (Bredent, Almanya) metal altyapıların 8 mm'lik orta kısmına uygulandı ve fırımlandı. Bond tabakasının üzerine opak tabakası (Vita VMK OP4, Almanya) aynı kalıp kullanılarak uygulandı ve fırımlandı. Son olarak opak işlenmiş örneklerin üzerine dentin porseleni uygulanıp fırımlandı. Porselen uygulamasında Ceramco3 (Dentsply Sirona, Charlotte, ABD) marka porselen tozu kullanıldı. Tüm fırınlama işlemleri aynı pişirme fırını (Vita Vacumat 6000M, Almanya) ile gerçekleştirildi.



Şekil 3.3. A. Kullanılan opak, B. Kullanılan dentin, C. Kullanılan bond.

Dentin tabakası uygulandıktan sonra toplam porselen kalınlığının 1mm, uzunluğunun 8mm olması sağlandı. Bu ölçüler dijital kumpas yardımı ile doğrulandı.



Şekil 3.4. Porselen uygulaması tamamlanmış örnekler.

3.2. Kullanılan Testler ve Ölçümler

3.2.1. Üç Nokta Bükme Testi

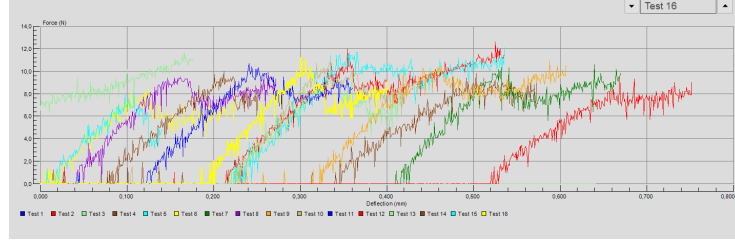
Metal-porselen bağlantı kuvvetini değerlendirmek için ISO standartlarına uygun olarak (ISO 9693-1:2012) üç nokta bükme testi uygulandı. Test numuneleri Çukurova Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Araştırma Laboratuvarında bulunan universal test cihazı (Testometric M270, Lancashire, İngiltere) kullanılarak 3 nokta bükme testine tabi tutuldu.



Şekil 3.5. Testometric test cihazı.

Test sırasını belirlemek için Microsoft Excel yazılımı kullanılarak bir randomizasyon şeması hazırlandı. Örnekler ISO standartlarına (ISO 9693-1:2012) göre destekler arası 20mm mesafe olacak şekilde yerleştirildi. Test örneklerinin tam orta noktasından metal-porselen arasında ayrılma gözlenene kadar 1mm/dk hızla kuvvet uygulandı. Bağlanma dayanımı, $\tau_b = k \times F_{(kırılma)}$ denklemi kullanılarak hesaplandı⁵⁴. Bu denklemde τ_b , MPa cinsinden bağlanma dayanımıdır. Denklemdaki k ise, metal numune kalınlığı d_m (mm) ve elastik modülün (GPa) bir fonksiyonu olan bir sabittir. ISO standartlarında verilen grafik üzerinden elastik modül değerine karşılık gelen değerler alınmıştır. $F_{(kırılma)}$ (N), bilgisayar tarafından bağ kopmadan hemen önce kaydedilen kırılma yüküdür. Elastik modül, her test numunesi için aşağıdaki formül kullanılarak hesaplanmıştır:

Formüldeki E, elastik modüldür, L destekler arasındaki mesafedir (20 mm), b numune genişliğidir (3 mm), h metal için numune kalınlığıdır (0,5 mm) ve ΔP ve $\Delta d'$, eğrilerin elastik kısmındaki belirli iki nokta arasındaki yük ve defleksiyon artışlarıdır.



Şekil 3.6. Örneklerin kuvvet/defleksiyon eğrisi.

3.2.2. Metal Alaşım Tozunun Fiziksel ve Kimyasal Yapısının Değerlendirilmesi

3.2.2.1. Toz Taneciklerinin Karakterizasyonu

Hazırlanan toz alaşımlardan, metal bar üretimi yapılmadan önce örnekler alındı. Bu örneklerle tozun fiziksel ve kimyasal yapısını incelemek amacıyla testler yapıldı. Toz parçacıklarının morfolojisi, boyutları ve dağılımı Çukurova Üniversitesi Merkez Araştırma Laboratuvarında bulunan Taramalı Elektron Mikroskobu (Quanta 650 Field Emission SEM, FEI) ve lazer tanecik boyut cihazı (Mastersizer 3000, Malvern, Panalytical) ile değerlendirildi.



Şekil 3.7. Çukurova Üniversitesi Merkez Araştırma Laboratuvarında bulunan SEM cihazı⁵⁵.

Her grup için toz alaşım örneğinden 5 defa örnek alınıp SEM incelemesi ve lazer tanecik boyutu analizi yapıldı. Her örnekten önce toz içeren tüp, tozun homojen dağılması için karıştırıldı. Farklı büyütme oranlarında (x200, x500, x1000) görüntüler alındı.

Metal toz alaşım örneklerinin, tozun yeniden kullanılması sonucu kristal yapısında değişiklik olup olmadığı, Çukurova Üniversitesi Merkez Araştırma Laboratuvarında bulunan X- Işını Kırınım (EMPYREAN XRD, PANalytical) ölçümü cihazı ile değerlendirildi.



Şekil 3.8. XRD cihazı⁵⁶.

3.2.2.2. İyon Değişim Analizi

Metal tozunun yeniden kullanılmasıyla, korozyon direncinde farklılık oluşup oluşmadığını değerlendirmek için test uygulandı. Bunun için her gruptan 5 metal bar örnek, 5 farklı tüpte olacak şekilde toplamda 25 tüp hazırlandı. Bütün tüplere 25ml yapay tükürük konuldu. Yapay tükürük solüsyonu olarak AFNOR/NF 591-141 standartlarına uygun olarak üretilmiş solüsyon tercih edildi. Örnekler yapay tükürükte 14 gün boyunca bekletildi. Yapay tükürük solüsyonuna geçen iyon salınım yüzde değerleri ile toplam iyon miktarı ICP-MS (NEXION 2000 P, PERKIN ELMER) yardımı ile milyonda birim değeri (ppm) düzeyinde belirlendi.



Şekil 3.9. ICP-MS cihazı⁵⁷.

3.3. İstatistiksel Analiz

Örneklerin bağlantı dayanımları için karşılaştırmalar bir SPSS programında (IBM SPSS Statistics v21.0; IBM Corp), tek yönlü ANOVA varyans analizi akabinde Tukey's testi kullanılarak yapılmıştır ($\alpha=.05$). Ek olarak Weibull analizi uygulanmış ve SPSS 21.0 programı kullanılarak Weibull modülleri hesaplanmıştır.

4.BULGULAR

4.1. Metal-Seramik Bağlantı Dayanımı Analizleri

Verilerin değerlendirilmesinde tek yönlü varyans analizi kullanıldı. İstatistiksel değerler çizelgede verilmektedir.

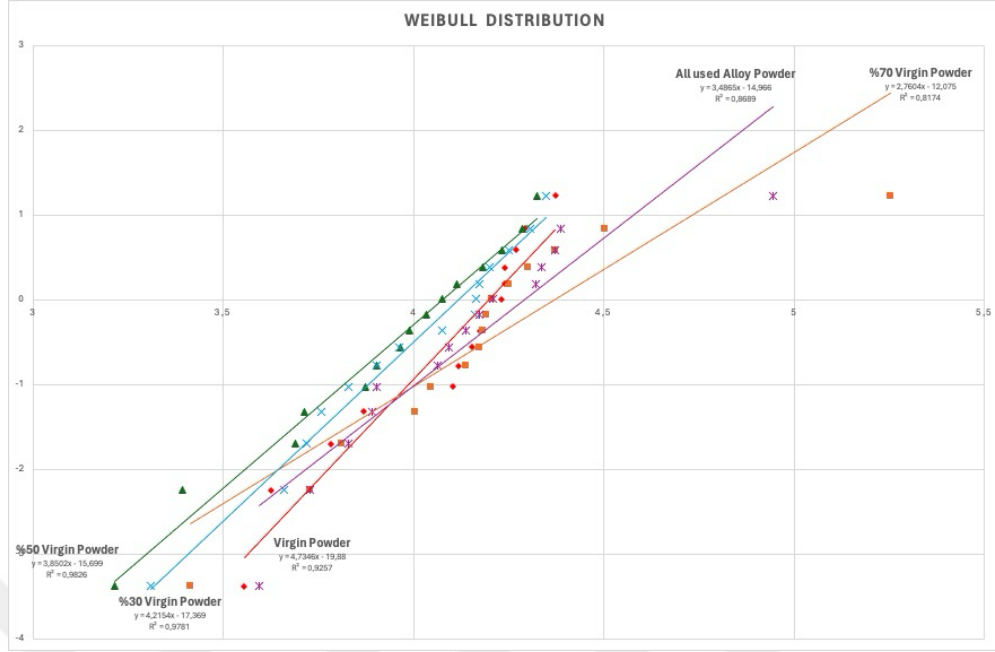
Çizelge 4.1. Üç nokta bükme testi verilerinin tanımlayıcı istatistikleri. (□ Farklı üst simge harfler istatistiksel olarak anlamlı farkı belirtmektedir.)

GRUP	N	Ortalama (MPa)	S. Hata	Minimum	Maksimum
%100 kullanılmamış	15	60.82±13.4* ^A	3.467	35	79
%70 kullanılmamış %30 kullanılmış	15	70.69±36.5 ^A	9.449	30	191
%50 kullanılmamış %50 Kullanılmış	15	53.26±14.8 ^A	3.838	25	76
%30 kullanılmamış %70 kullanılmış	15	55.94±14.6 ^A	3.771	27	77
%100 Kullanılmış	15	65.82±24.8 ^A	6.413	36	140

Çizelge 4.2. Tukey test sonuçları. (Ortalama fark 0.05 düzeyinde anlamlıdır.)

		Sig.
Grup1	2	.755
	3	.891
	4	.976
	5	.974
Grup 2	1	.755
	3	.229
	4	.392
	5	.976
Grup 3	1	.891
	2	.229
	4	.998
	5	.556
Grup 4	1	.976
	2	.392
	3	.998
	5	.755
Grup 5	1	.974
	2	.976
	3	.556
	4	.755

Tek yönlü varyans analizi sonucunda (Çizelge 4.1) gruplar arasında istatistiksel olarak anlamlı fark gözlenmemiştir ($p>0,05$). En yüksek bağlantı dayanımı değeri, %70 kullanılmamış toz içeren 2. Grup'ta (70.69 ± 36.5 MPa), en düşük bağlantı dayanımı değeri %50 kullanılmamış toz içeren 3. Grup'ta (53.26 ± 14.8 MPa) gözlenmiştir. Bağlantı dayanımı değerlerine bakıldığında, tüm gruplar için elde edilen sonuçlar, ISO 9693 kriterlerine göre minimum kabul edilebilir metal-seramik bağlantı değeri olan 25 MPa'nın üzerinde bulunmuştur.

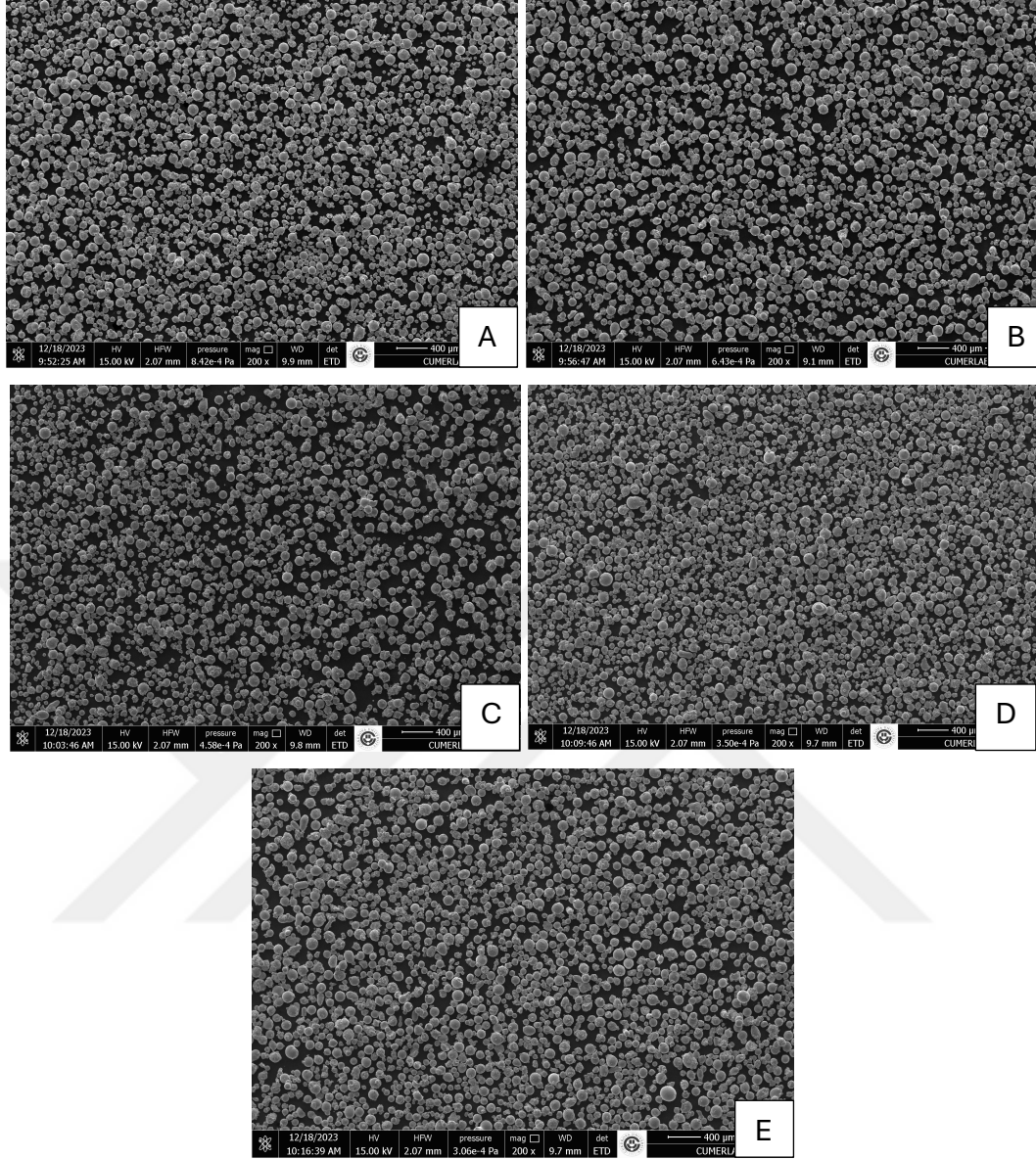


Şekil 4.1. Weibull analizi.

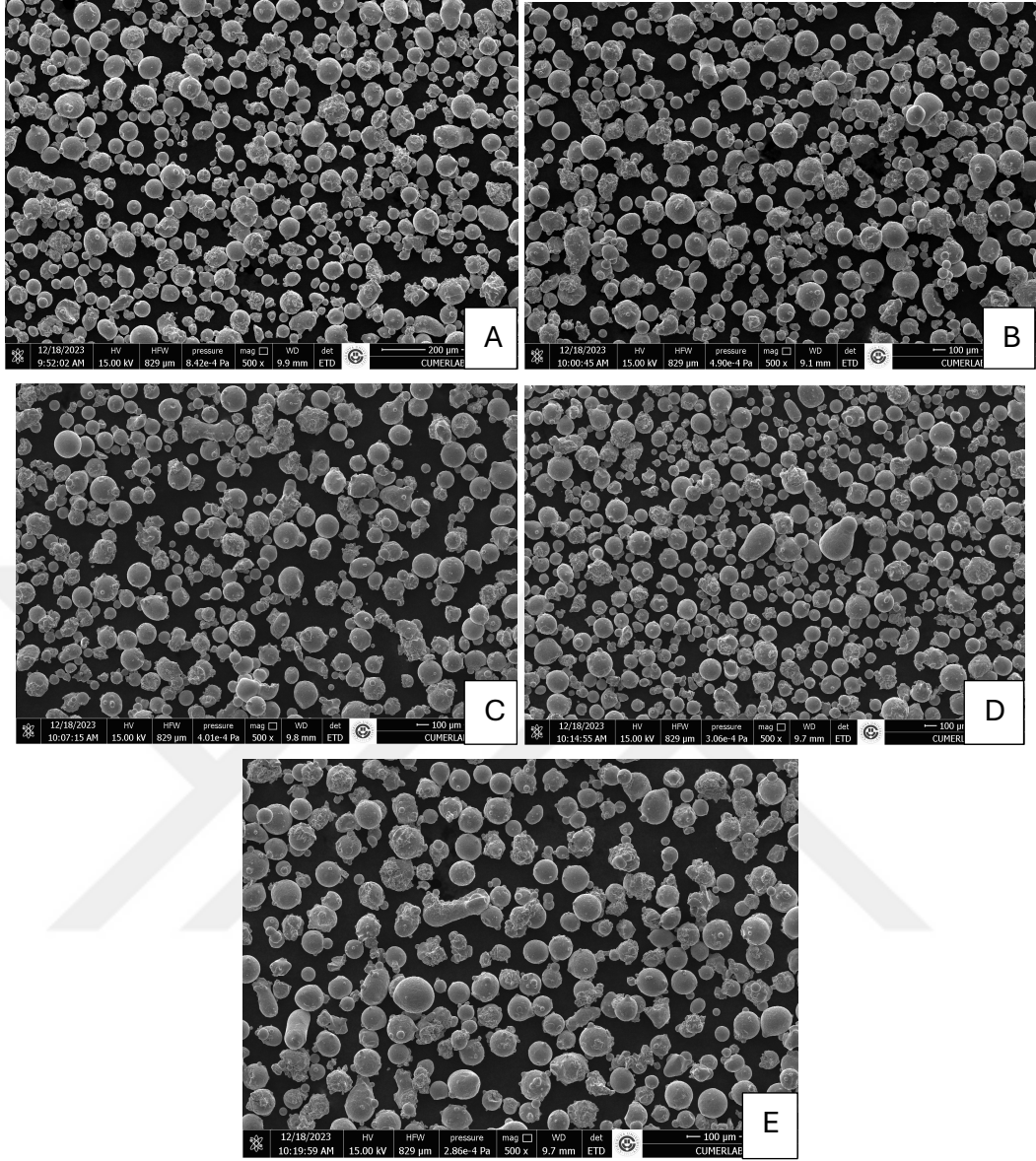
Weibull analizi sonuçlarına göre dağılım şekil 4.1. deki gibidir. Kontrol grubu en yüksek Weibull modülüne sahiptir (4,7346). Kullanılmamış toz içeriği %70 olan 2. Grup en düşük Weibull modülüne sahiptir (2,7604). R değerine bakıldığında ise 1'e en yakın değer, %50 kullanılmamış toz içeren 3. Grup'a, en uzak değer ise %70 kullanılmamış toz içeren 2. Grup'a aittir.

4.2. Metal Alaşım Tozlarının Taramalı Elektron Mikroskobu ve Lazer Tanecik Boyutu Analizleri

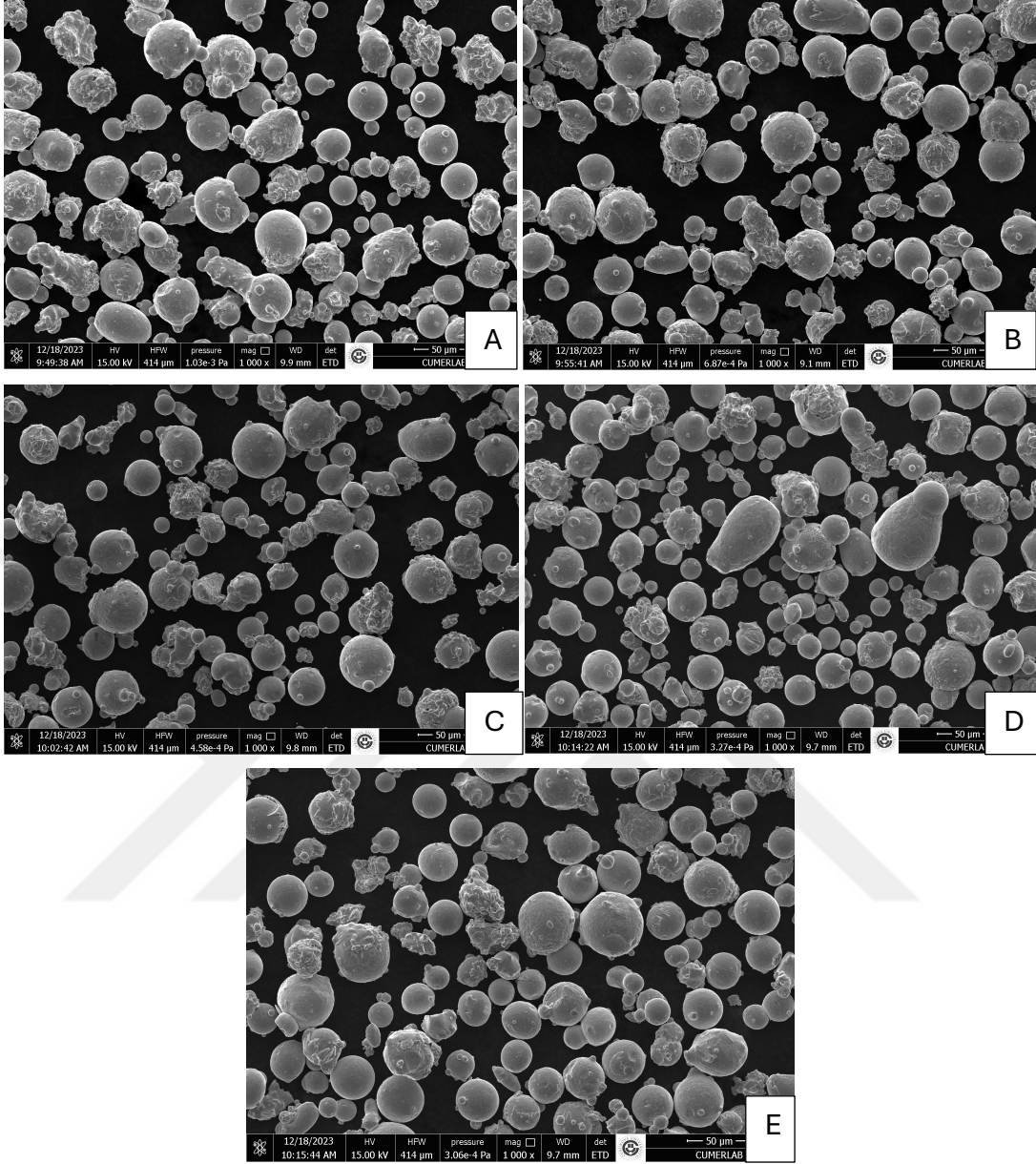
Elektron mikroskobu görüntüleri incelendiğinde, tamamı kullanılmamış tozdan oluşan 1. Grup örnekleri de dahil olmak üzere tüm görüntülerde uydu partiküllerine rastlanmıştır. Toz taneciklerinin küreselliğine bakıldığında, tamamı kullanılmış tozdan oluşan 5. Grupta en fazla olmak üzere tüm grupların görüntülerinde küreselliği bozulmuş toz tanecikleri gözlenmiştir.



Şekil 4.2. Toz alaşımlarının SEM görüntüleri (x200): A. Grup1, B. Grup 2, C. Grup 3, D. Grup 4, E. Grup 5.



Şekil 4.3. Toz alaşımlarının SEM görüntüleri (x500): A. Grup1, B. Grup 2, C. Grup 3, D. Grup 4, E. Grup 5.



Şekil 4.4. Toz alaşımlarının SEM görüntüleri (x1000): A. Grup1, B. Grup 2, C. Grup 3, D. Grup 4, E. Grup 5.

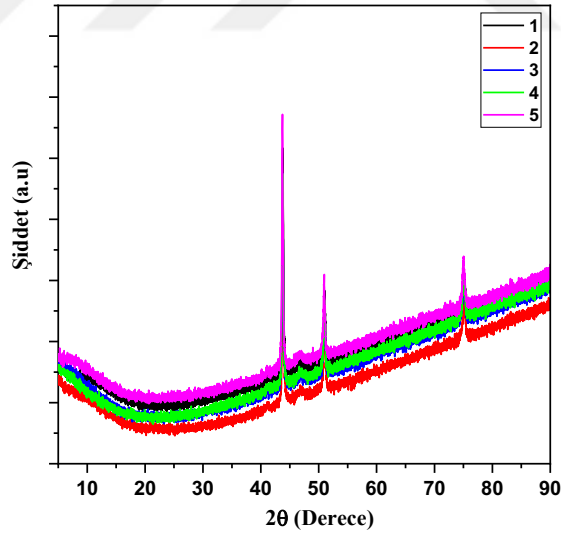
Lazer tanecik boyutu analiz sonuçları Çizelge 4.3'te verilmiştir. Bu analizin sonuçlarına göre gruplar arasında tanecik boyutu açısından belirgin fark gözlenmemiştir.

Çizelge 4.3. Lazer tanecik boyutu analizi sonuçları.

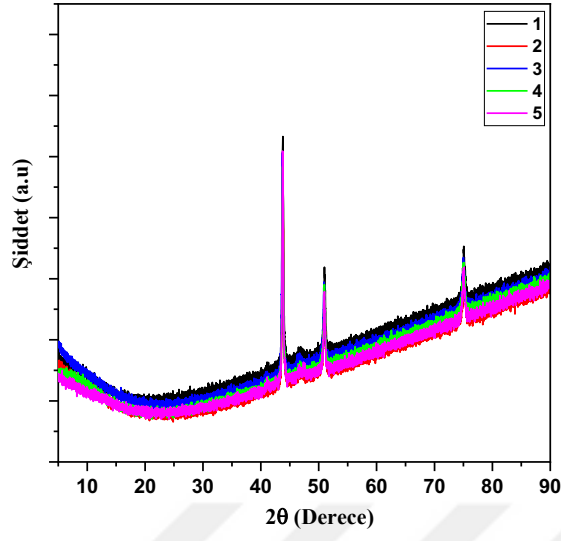
GRUPLAR	d10, μm	d50, μm	d90, μm
%100 kullanılmamış	16,7	28,9	47,8
%70 kullanılmamış, %30 kullanılmış	16,8	28,8	47,5
%50 kullanılmamış, %50 kullanılmış	16,8	28,8	47,3
%30 kullanılmamış, %70 kullanılmış	16,8	28,8	47,8
%100 kullanılmış	17	28,7	46,6

Lazer tanecik boyutu analizleri ile taramalı elektron mikroskop görüntüleri birbirini destekleyecek şekilde gruplar arasında belirgin farklar olmadığını göstermektedir.

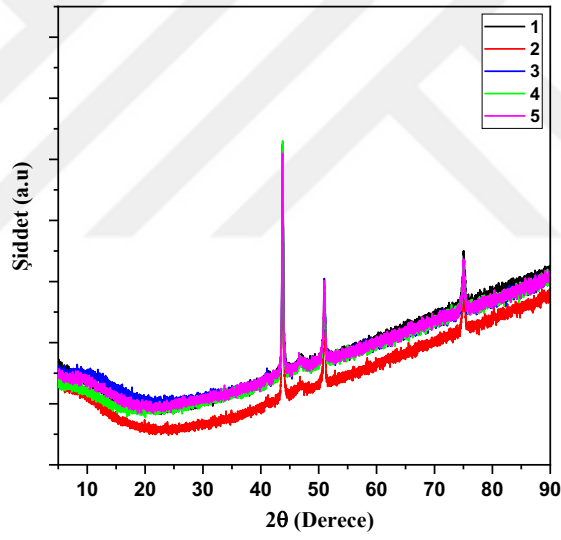
4.3. Metal alaşım tozlarının Xrd analizleri



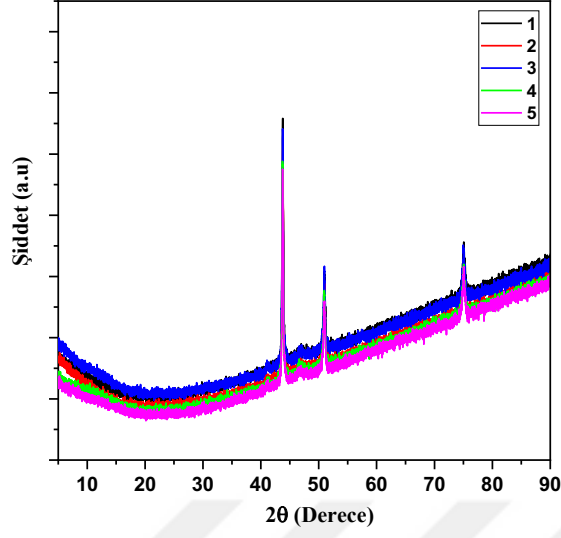
Şekil 4.5. 1. Grup örneklerinin Xrd grafikleri.



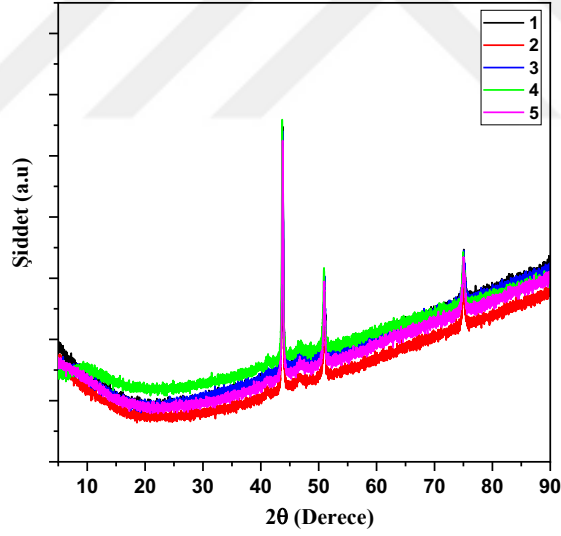
Şekil 4.6. 2. Grup örneklerinin Xrd grafikleri.



Şekil 4.7. 3. Grup örneklerinin Xrd grafikleri.



Şekil 4.8. 4. Grup örneklerinin Xrd grafikleri.



Şekil 4.9. 5. Grup örneklerinin Xrd grafikleri.

Xrd sonuçlarına bakıldığında, kırınım açılarının tüm gruplarda aynı değere sahip olduğu görüldü. Şiddet grafikleri incelendiğinde, bütün grupların bütün ölçümlerinde pik yaptıkları değer ve yoğunluklarının aynı olduğu görüldü. Gruplar arasında faz sapması olmadığı, bütün toz alaşım örneklerinin kübik fazda olduğu gözlemlendi.

4.4. Metal Alařım Tozlarının İyon Deriřim Analizleri

Yapay tükürük solüsyonuna geen iyon salınım yüzde deęerleri ve total iyon miktarı, milyonda birim deęeri (ppm) düzeyinde, izelge 4.4'te belirtilmiřtir.

izelge 4.4. Yapay tükürük solüsyonunun ICP-MS analiz sonuçları milyonda birim düzeyinde (ppm) verilmiřtir. (T.E. ibaresi ilgili elementin tespit edilemedięini belirtmektedir.)

Numune	Mo	W	Si	Nb	Co	Cr
GRUP 1	0,0258	0,0236	0,2988	0,0152	0,0976	T.E.
GRUP 2	0,0364	0,0308	0,2964	0,0178	0,1376	T.E.
GRUP 3	0,0326	0,0276	0,3226	0,0162	0,1188	T.E.
GRUP 4	0,0290	0,0254	0,3048	0,0182	0,1062	T.E.
GRUP 5	0,0222	0,0198	0,2968	0,0218	0,0764	T.E.

ICP-MS analiz sonuçlarına bakıldıęında; Mo, W ve Co iyonları için en yüksek deęerler 2. Grupta görölmektedir. Si iyonu için en yüksek deęer 3. Grupta ve Nb iyonu için de 5. Grupta görölmektedir. Krom iyonu ise grupların hiçbirinde tespit edilememiřtir.

5.TARTIŞMA

Çalışmamızda lazer sinter ile üretimde kullanılan Co-Cr alaşım tozlarının yeniden kullanımının alaşım tozunun kimyasal, fiziksel özelliklerine ve metal-seramik bağlantısına etkisi incelenmiştir. Çalışmamız, lazer sinterde yenileme yöntemi ile metal tozlarının yeniden kullanılması metal-porselen bağlantısını, metalin fiziksel ve kimyasal özelliklerini etkilemez hipotezlerini reddetmede başarısız olmuştur.

Metal-seramik restorasyonların dayanıklılığı seramik ile metal arasındaki bağlanmaya, metal altyapı tasarımı ve sertliğinin yanı sıra metal ile porselenin uyumuna bağlıdır³⁸. Bu nedenle tüm metal örneklere porselen uygulaması yapıldı. Sırasıyla tesviye, kumlama, buharlama, oksitleme, bondlama, opak ve dentin porseleni uygulaması yapıldı. Tozun yeniden kullanımının metal-seramik bağlantısı üzerine etkilerini değerlendirmek için ISO standartlarına (ISO 9693-1:2012) uygun olarak 3 nokta bükme testi kullandık. Testi yaparken metal ve seramik arasındaki ayrılma gözlenene kadar kuvvet uygulandı. Metal ile seramik arasında gerçekleşen ayrılmanın gözle görünür düzeyde olmasını başarısızlık kriteri olarak kabul ettiğimiz için bu yöntemi tercih ettik. Bu aşamada ayrılmayı takip eden gözlemcinin görebileceği ayrılma miktarına göre belirleme yapıldığı için subjektif sonuçlar elde edilmiş olabilir. Bu durum dezavantaj oluşturabilecek bir noktadır. Metal-seramik arasındaki ayrılmanın grafik verilerinden takip edilmesi gözle görünür düzeydeki ayrılmadan daha önce tespit edilebilir ve daha kesin sonuçlar verebilir.

Metal alaşım tozunun yeniden kullanılması, tozun kimyasal yapısı üzerinde değişiklik oluşturabilmektedir. Bu değişiklikler üretilecek olan altyapıların mekanik özellikleri üzerinde etkiler oluşturacaktır. Bu nedenle, çalışmamızda metal tozunun yeniden kullanılmasıyla kimyasal yapısındaki olası değişiklikleri gözlemlemek için testler uygulandı. Alaşım tozunun yaptığı bağlar sonucu oluşan kristal yapısını incelemek için Xrd analizini kullandık. Xrd analizinde, numuneye X ışınları gönderilip, oluşturdukları kırınım desenleri incelenmekte ve bu sayede kristal yapı hakkında bilgi elde edilmektedir. Yapılan analizler sonucunda kristal yapıda değişiklik gözlenmemiştir. Albayrak ve arkadaşlarının 2023'te yaptıkları çalışmada, çalışmamıza benzer şekilde Xrd analizleri yapılmıştır ve kristal yapıda değişiklik olmadığını belirtmişlerdir¹⁷.

Toz taneciklerinin morfolojisini incelemek ve oluşabilecek farklılıkları gözlemlemek için ise SEM ve lazer tanecik boyutu analizleri kullanıldı. Elde ettiğimiz

SEM görüntülerinin yorumları ile lazer tanecik boyutu analiz sonuçlarının sayısal verilerinin tutarlılığını değerlendirdik. Ekren ve arkadaşları, 2024'te yaptıkları çalışmada metal alaşım tozunun yeniden kullanılmasının metalin mekanik özelliklerine ve toz tanecik boyutu üzerine etkilerini incelemişlerdir. Toz tanecik boyutunun metal tozunun kullanılmasıyla arttığını belirtmişlerdir¹⁸. SEM görüntüleriyle de döngü sayısı arttıkça uydu partiküllerinin ve kümelenmelerin arttığını göstermişlerdir. Mekanik özelliklerde ise önemli bir değişiklik olmadığını belirtmişlerdir. Çalışmamızda toz tanecik boyutunun tozun yeniden kullanılmasıyla artmadığı gözlenmiştir. Bu farkın nedeni kullanılan toz alaşımın farklı olması olabilir.

Üretilen restorasyonlar ağız ortamında, tükürüğe maruz kalarak işlev görecekları için korozyon değerlerindeki olası değişikliklere bakmayı amaçladık. Bunun için ICP-MS analizini tercih ettik. Örnekler yapay tükürükte bekletildikten sonra iyon derişim analizleri yapıldı. Elementlerin çözünme miktarları milyonda birim (ppm) değerinde tespit edildi. İdeal olarak iyon salınımının olmaması gerekmektedir. Ancak kontrol grubumuz da dahil olmak üzere bütün gruplarda iyon salınımı gerçekleşmiştir. Bunun nedeni testimizin çıplak metal ile yapılmış olmasıdır. Klinik koşullarda metalin üzeri porselenle kapalı olacağından elde ettiğimiz değerlerden çok daha az iyon salınımı beklenmelidir. Ancak yine de bu iyon salınımının biyolojik dokulara etkisi araştırılmalıdır. Aldhohrah ve arkadaşları, 2021 yılında yaptıkları çalışmada geri dönüştürülmüş ve kullanılmamış Co-Cr tozu ile SLM teknolojisi yardımıyla üretilen altyapıların iyon salınımı ve biyoyumluluklarını incelemişlerdir. Yaptıkları çalışmada geri dönüştürülmüş toz oranı ve geri dönüşüm sayısı arttıkça salınan Co ve Cr iyonlarının miktarının da arttığını bulmuşlardır. Aynı zamanda bu iyon salınımı artışının oksidatif stres ve hücre ölümüne neden olduğunu belirtmişlerdir⁵⁸. Aldhohrah ve arkadaşlarının yaptıkları çalışmadan farklı olarak çalışmamızda kullanılmış toz miktarının artışı ile iyon salınımı artışı paralellik göstermemektedir. Kontrol grubu ile diğer gruplar arasında anlamlı fark bulunmamaktadır. Ayrıca çalışmamızdaki Co iyon derişimi bütün gruplar için Aldhohrah ve arkadaşlarının yaptıkları çalışmada güvenli olduğunu belirttikleri değerlerin altında bulunmuştur. İki çalışma arasındaki bu fark kullanılan alaşım tozunun marka ve içeriğinin farklı olmasından kaynaklanıyor olabilir.

Albayrak ve arkadaşları, 2023'te yaptıkları çalışmada Co-Cr metal alaşım tozunun SLM teknolojisi kullanılarak tekrar kullanılmasıyla üretilen metal altyapı ile seramik

arasındaki bağlantı dayanımını incelemiştir. Bağlantı dayanımı değerini, kullanılmamış toz ile üretilen örneklerde $31,25 \pm 4,65$ MPa, 30 defa yeniden kullanılmış toz ile üretilen örneklerde ise $30,88 \pm 4,78$ MPa olarak bulmuşlardır¹⁷. Yaptığımız çalışmada bütün gruplar için bağlantı dayanımı değerinin belirtilen değerlerden daha yüksek olduğu gözlemlendi. İki çalışma aynı standartları referans almıştır. Aynı çalışmada metal alaşım tozunun tanecik boyutu analizi de yapılmıştır. Tanecik boyutunun tozun yeniden kullanılmasıyla arttığını belirtmişlerdir. Yaptığımız çalışmada tozun yeniden kullanılmasıyla, tanecik boyutunda artış gözlemlenmedi. Bağlanma dayanımındaki farklılıkların olası sebepleri, çalışmalar arasındaki metodolojik ve malzeme bazlı değişkenliklerden kaynaklanmaktadır. Özellikle kullanılan bağlayıcı ajanlar, tozun yeniden kullanım döngüleri, üretim ve ısıl işlem parametreleri, alaşımın kimyasal bileşimi ve test yöntemlerindeki farklılıklar, bağ dayanımı sonuçlarını etkileyebilir. Bu nedenle, farklı çalışmaların sonuçları karşılaştırılırken, bu faktörlerin dikkate alınması önemlidir. Gelecekteki araştırmaların, standartlaştırılmış protokoller kullanarak ve bu değişkenleri kontrol ederek yapılması, sonuçların daha tutarlı olmasını sağlayacaktır.

Leban ve arkadaşları, 2023'te yaptıkları çalışmada, Co-Cr alaşım tozlarının yeniden kullanımının mikro yapı, mekanik ve elektrokimyasal özellikler üzerine etkisini araştırmıştır. Yeniden kullanımın, alaşım tozunun parçacık boyutu dağılımını ve mikro yapısını değiştirdiği, ancak bu değişikliklerin mekanik özellikler ve korozyon direnci üzerinde önemli bir etkisinin olmadığı belirtilmiştir. Ayrıca, yeniden kullanılan tozların üretilen numunelerin sertliğini ve gözenekliliğini artırdığı, ancak bu değişikliklerin malzemenin genel performansını olumsuz etkilemediği sonucuna varılmıştır¹⁹. Bu bulgular, bizim çalışmamızla tutarlıdır ve Co-Cr tozlarının yeniden kullanımının, uygun işlem koşulları ve kalite kontrol önlemleriyle, restorasyonların performansını olumsuz etkilemeyeceğini göstermektedir. Çalışmalar arasında üretim ve ısıl işlem parametrelerindeki farklılıklar sonuçlarda gözlemlenen küçük varyasyonların nedeni olabilir. Lazer sinterleme cihazlarının farklı ayarları, katman kalınlığı, lazer gücü ve tarama hızı gibi faktörler, nihai ürünün mikro yapısını ve mekanik özelliklerini etkileyebilir.

Literatürde tozun yeniden kullanılmasının metal-seramik bağlantısı üzerine etkilerini inceleyen, çalışmamıza benzer yeniden kullanım stratejisi ile yapılan az sayıda çalışma bulunmaktadır. Bu nedenle verilerimizi kısıtlı sayıda çalışma ile karşılaştırma

olanağımız oldu. ISO 9693-1 2012 standartlarına göre metal-seramik bir restorasyonun başarılı kabul edilebilmesi için metal-seramik arasındaki bağlantı dayanımı değerinin minimum 25 MPa olması gerekmektedir⁴⁷. Çalışmamızda elde ettiğimiz tüm değerler ISO standartlarında belirtilen minimum değer üzerindedir.

Çalışmamızdaki grupların sonuçlarına bakıldığında, metal alaşım tozunun yeniden kullanılmasıyla, metal-seramik bağlantı değerinde, tozun fiziksel ve kimyasal özelliklerinde anlamlı fark olmadığı gözlenmiştir. Sonuçlarımıza göre metal alaşım tozunun yenileme yöntemi ile tekrar kullanılmasında bir engel olmadığı ve bu sayede maddi tasarruf da sağlanabileceği düşünülmektedir.

Çalışmamızda, DMLS teknolojisi kullanılarak metal bar örneklerimizin üretimi gerçekleştirildi. Kontrol grubunun üretimi için toz haznesine tamamı kullanılmamış toz içeren metal alaşım tozu konuldu. Üretim yapıldıkça tablada kalan kullanılmış metal alaşım tozu toplanıp por genişliği 80µ olan elekten geçirilerek biriktirildi. Biriktirilen, bir defa kullanılmış metal alaşım tozu, farklı oranlarda kullanılmamış toz ile karıştırılarak diğer grupların örneklerinin üretimi gerçekleştirildi. Bu aşamada kullanılmış toz olarak tercih ettiğimiz, bir defa üretimden geçen toz alaşım, aynı tozun birçok defa üretimden geçtiği rutin laboratuvar işleyişi ile kıyaslandığında yetersiz kalabilecek bir noktadır. Bu durum, gelecekte yapılacak olan çalışmalar için dikkat edilmesi gereken bir noktadır.

Dental uygulamalarda çeşitli eklemeli üretim sistemleri kullanılmaktadır. Çalışmamızda bütün örnekler DMLS teknolojisi kullanılarak üretilmiştir. Farklı teknolojilere yer verilmemiş olması çalışmamızı bu konuda sınırlandırmıştır.

Metal alaşım tozunun yeniden kullanımıyla ilgili çeşitli stratejiler bulunmaktadır. Çalışmamızda sadece yenileme yöntemi kullanılarak inceleme yapılmıştır. Bu durum çalışmamızı bu noktada sınırlandırmıştır.

Ağız içerisinde kullanılacak bir restorasyonun üretiminde rutin aşamalardan biri olan glaze işlemleri çalışmamızda uygulanmadı. Bu durum fırınlama sayısını, dolayısıyla materyalin maruz kaldığı ısıyı değiştirdiği için bağlantı dayanımı üzerinde etkisi olabilir ve çalışmamızın eksik kaldığı bir nokta olarak düşünülebilir.

Çalışmamızda üretilen örnekler ağız ortamını taklit edecek şekilde yaşlandırma prosesinden geçirilmemiştir. Gelecekteki çalışmalar ağız ortamını taklit edecek şekilde sıcaklık ve pH değişiklikleri ve çiğneme kuvvetleri gibi klinik açıdan önemli faktörleri içermelidir.

6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

1. Lazer sinterle üretimde metal tozunun yenileme yöntemi ile tekrar kullanılmasının metal-seramik bağlantısı üzerine etkisi bulunmamıştır.
2. Metal-seramik bağlantı dayanımı değerleri, bütün gruplar için ISO standartlarında belirtilen minimum değer üzerinde bulunmuştur.
3. Metal alaşım tozunun fiziksel ve kimyasal özelliklerinde, yeniden kullanım sonucunda bir değişiklik bulunmamıştır.
4. Tozun çalışmamızdaki yöntemle yeniden kullanılması klinik açıdan uygundur. Ancak tozun birden fazla kullanımının etkilerini inceleyen çalışmalara ihtiyaç vardır.

KAYNAKLAR

1. **Meyenberg, K. H.** Modified porcelain-fused-to-metal restorations and porcelain laminates for anterior aesthetics. *Pract Periodontics Aesthet Dent* 7, 33–44 (1995).
2. **Jendresen, M. D. et al.** Annual review of selected dental literature: Report of the Committee on Scientific Investigation of the American Academy of Restorative Dentistry. *J Prosthet Dent* 80, 81–120 (1998).
3. **Ozkan, Y., Uludamar, A., Evren, B. A. & Gözneli, R.** Metal-seramik sistemlerde estetik başarıyı sağlamak için önerilen teknikler. *Cumhuriyet Dental Journal* 15, 348–356 (2012).
4. **Bagby, M., Marshall, S. J. & Marshall, G. W.** Metal ceramic compatibility: A review of the literature. *J Prosthet Dent* 63, 21–25 (1990).
5. **Venkatachalam, B., Goldstein, G. R., Pines, M. S. & Hittelman, E. L.** Ceramic pressed to metal versus feldspathic porcelain fused to metal: a comparative study of bond strength. *Int J Prosthodont* 22, 94–100 (2009).
6. **Çelik, H., Göncü Başaran, E., Zengingül, A. İ. & Koçoğlu, H.** Sabit Protezlerde Altyapı Materyalleri Ve Sınıflandırmaları. *Selcuk Dental Journal* 8, 868–874 (2021).
7. **Reclaru, L. et al.** Ni–Cr based dental alloys; Ni release, corrosion and biological evaluation. *Materials Science and Engineering: C* 32, 1452–1460 (2012).
8. **Munadhil Azeez, G. et al.** Protetik Diş Hekimliğinde Kullanılan Metal Üretim Tekniklerinde Güncel Gelişmeler *Recent Advances In Metal Manufacturing Techniques Used In Prosthetic Dentistry. EÜ Dişhek Fak Derg* vol. 38 (2017).
9. **Kaleli, N., Ural, Ç. & Uçar, Y.** Computer-aided dental manufacturing technologies used in fabrication of metal frameworks. *J Exp Clin Med* 38, 119–122 (2021).
10. **van Noort, R.** The future of dental devices is digital. *Dental Materials* 28, 3–12 (2012).
11. **James, A., Umamaheswari, B. & Shanthana Lakshmi, C.** Comparative evaluation of marginal accuracy of metal copings fabricated using direct metal laser sintering, computer-aided milling, ringless casting, and traditional casting techniques: An In vitro study. *Contemp Clin Dent* 9, 421 (2018).

12. **Kaleli, N. & Saraç, D.** Comparison of porcelain bond strength of different metal frameworks prepared by using conventional and recently introduced fabrication methods. *J Prosthet Dent* 118, 76–82 (2017).
13. **Revilla-León, M., Meyer, M. J. & Özcan, M.** Metal additive manufacturing technologies: literature review of current status and prosthodontic applications. *Int J Comput Dent* 22, 55–67 (2019).
14. **Warner, J. H., Ringer, S. P. & Proust, G.** Strategies for metallic powder reuse in powder bed fusion: A review. *J Manuf Process* 110, 263–290 (2024).
15. **Harkin, R. et al.** Powder Reuse in Laser-Based Powder Bed Fusion of Ti6Al4V—Changes in Mechanical Properties during a Powder Top-Up Regime. *Materials* 15, 2238 (2022).
16. **Cordova, L., Campos, M. & Tinga, T.** Revealing the Effects of Powder Reuse for Selective Laser Melting by Powder Characterization. *JOM* 71, 1062–1072 (2019).
17. **Albayrak, H., Ayata, M. & Demirel, B.** Recycling selective laser melting alloy powder on cobalt chromium-to-ceramic bond strength. *J Prosthet Dent* 130, 786.e1-786.e7 (2023).
18. **Ekren, O. & Ucar, Y.** The Effects of Reusing Cobalt-Chromium Alloy Powder on Its Mechanical Properties and Grain Size: An In Vitro Study. *International Journal of Prosthodontics* 37, S187–S193 (2024).
19. **Bajt Leban, M., Hren, M. & Kosec, T.** The microstructure, mechanical and electrochemical properties of 3D printed alloys with reusing powders. *Sci Rep* 13, 3245 (2023).
20. **Alhazzawi, T. F.** Advancements in CAD/CAM technology: Options for practical implementation. *J Prosthodont Res* 60, 72–84 (2016).
21. **Santos, E. C., Shiomi, M., Osakada, K. & Laoui, T.** Rapid manufacturing of metal components by laser forming. *Int J Mach Tools Manuf* 46, 1459–1468 (2006).
22. **Örtorp, A., Jönsson, D., Mouhsen, A. & Vult von Steyern, P.** The fit of cobalt–chromium three-unit fixed dental prostheses fabricated with four different techniques: A comparative in vitro study. *Dental Materials* 27, 356–363 (2011).
23. <https://arumdentistry.com/eng/solution/milling1.php>.

24. **Revilla-León, M. & Özcan, M.** Additive Manufacturing Technologies Used for 3D Metal Printing in Dentistry. *Curr Oral Health Rep* 4, 201–208 (2017).
25. **Strub, J. R., Rekow, E. D. & Witkowski, S.** Computer-aided design and fabrication of dental restorations. *The Journal of the American Dental Association* 137, 1289–1296 (2006).
26. **Mazzoli, A.** Selective laser sintering in biomedical engineering. *Med Biol Eng Comput* 51, 245–256 (2013).
27. **Anestiev, L. A. & Froyen, L.** Model of the primary rearrangement processes at liquid phase sintering and selective laser sintering due to biparticle interactions. *J Appl Phys* 86, 4008–4017 (1999).
28. **Yan, M. & Yu, P.** An Overview of Densification, Microstructure and Mechanical Property of Additively Manufactured Ti-6Al-4V — Comparison among Selective Laser Melting, Electron Beam Melting, Laser Metal Deposition and Selective Laser Sintering, and with Conventional Powder. in *Sintering Techniques of Materials* (InTech, 2015). doi:10.5772/59275.
29. **Osakada, K. & Shiomi, M.** Flexible manufacturing of metallic products by selective laser melting of powder. *Int J Mach Tools Manuf* 46, 1188–1193 (2006).
30. **Horn, T. J. & Harrysson, O. L. A.** Overview of Current Additive Manufacturing Technologies and Selected Applications. *Sci Prog* 95, 255–282 (2012).
31. **Wang, Q., Gao, M., Li, L., Ma, Z. & Liu, C.** Energy-based environmental impact evaluation and modeling of selective laser melting. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 115, 1155–1169 (2021).
32. **Tripp, D. W.** Electron Beam Melting. in *Casting* 142–148 (ASM International, 2008). doi:10.31399/asm.hb.v15.a0005204.
33. **Levoguer, C.** Using laser diffraction to measure particle size and distribution. *Metal Powder Report* 68, 15–18 (2013).
34. **Manfredi, D. et al.** From Powders to Dense Metal Parts: Characterization of a Commercial AlSiMg Alloy Processed through Direct Metal Laser Sintering. *Materials* 6, 856–869 (2013).
35. **Sutton, A. T., Kriewall, C. S., Karnati, S., Leu, M. C. & Newkirk, J. W.** Characterization of AISI 304L stainless steel powder recycled in the laser powder-bed fusion process. *Addit Manuf* 32, 100981 (2020).

36. **Ahmed, F. et al.** Study of powder recycling and its effect on printed parts during laser powder-bed fusion of 17-4 PH stainless steel. *J Mater Process Technol* 278, 116522 (2020).
37. **Ghods, S. et al.** Powder reuse and its contribution to porosity in additive manufacturing of Ti6Al4V. *Materialia (Oxf)* 15, 100992 (2021).
38. **Korkmaz, T. & Asar, V.** Comparative evaluation of bond strength of various metal–ceramic restorations. *Mater Des* 30, 445–451 (2009).
39. **Xiang, N., Xin, X.-Z., Chen, J. & Wei, B.** Metal–ceramic bond strength of Co–Cr alloy fabricated by selective laser melting. *J Dent* 40, 453–457 (2012).
40. **Pagnano, V. O. et al.** Effect of oxidation heat treatment with airborne-particle abrasion on the shear bond strength of ceramic to base metal alloys. *J Prosthet Dent* 126, 804.e1-804.e9 (2021).
41. **Rosenstiel SF, F. J.** *Contemporary Fixed Prosthodontics*. (Elsevier, Mosby, St Louis, 2006).
42. **Shillingburg HT, H. S. W. L.** *Fundamentals of Fixed Prosthodontics*. (Quintessence Publishing Co, Chicago, 1997).
43. **Schweitzer, D. M., Goldstein, G. R., Ricci, J. L., Silva, N. R. F. A. & Hittelman, E. L.** Comparison of Bond Strength of a Pressed Ceramic Fused to Metal versus Feldspathic Porcelain Fused to Metal. *Journal of Prosthodontics* 14, 239–247 (2005).
44. **Millen, C. S., Reuben, R. L. & Ibbetson, R. J.** The effect of coping/veneer thickness on the fracture toughness and residual stress of implant supported, cement retained zirconia and metal–ceramic crowns. *Dental Materials* 28, e250–e258 (2012).
45. **Zaimoğlu A, C. G.** *Sabit Protezler*. (Ankara Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Yayınları, Ankara, 2004).
46. **Gönüldaş, F., Atalay, P., Öztaş, D. D. & Öztürk, C.** Evaluation of the Bond Strength of Ceramics to Metal Alloys Obtained by Different Techniques Using by Different Testing Methods. *Türkiye Klinikleri Journal of Dental Sciences* 25, 55–62 (2019).
47. **Shen C et al.** *Phillips' Science of Dental Materials*. (Elsevier, St. Louis, 2021).

48. **Craig R, Powers J & Sakaguchi R.** *Craig's Restorative Dental Materials.* (Elsevier, St. Louis, **2006**).
49. **Della Bona, A., Anusavice, K. J. & Hood, J. A. A.** Effect of ceramic surface treatment on tensile bond strength to a resin cement. *Int J Prosthodont* 15, 248–53 (**2002**).
50. **Hanawalt, J. D. & Rinn, H. W.** Identification of Crystalline Materials. *Industrial & Engineering Chemistry Analytical Edition* 8, 244–247 (**1936**).
51. **Thomas, R.** *Practical Guide to ICP-MS.* (CRC Press, 2013). doi:10.1201/b14923.
52. <https://cumerlab.cu.edu.tr/cu/laboratuvarlar/cihazlar-listesi/lazer-tanecik-boyutu>.
53. **Dimitriadis, K., Spyropoulos, K. & Papadopoulos, T.** Metal-ceramic bond strength between a feldspathic porcelain and a Co-Cr alloy fabricated with Direct Metal Laser Sintering technique. *J Adv Prosthodont* 10, 25 (**2018**).
54. **Ekren, O., Ozkomur, A. & Ucar, Y.** Effect of layered manufacturing techniques, alloy powders, and layer thickness on metal-ceramic bond strength. *Journal of Prosthetic Dentistry* 119, 481–487 (**2018**).
55. <https://cumerlab.cu.edu.tr/cu/laboratuvarlar/cihazlar-listesi/sem>.
56. <https://cumerlab.cu.edu.tr/cu/laboratuvarlar/cihazlar-listesi/xrd>.
57. <https://cumerlab.cu.edu.tr/cu/laboratuvarlar/cihazlar-listesi/la-icp-ms>.
58. **Aldhohrah, T., Yang, J., Guo, J., Zhang, H. & Wang, Y.** Ion release and biocompatibility of Co-Cr alloy fabricated by selective laser melting from recycled Co-Cr powder: An in vitro study. *J Prosthet Dent* 130, 393–401 (**2023**).