

ANKARA ÜNİVERSİTESİ  
SAĞLIK BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**DENTAL ELASTOMERLERDE YÜZEY  
MODİFİKASYON YÖNTEMLERİNİN ETKİSİ**

Dt. Selim ERKUT

PROTETİK DİŞ TEDAVİSİ ANABİLİM DALI  
DOKTORA TEZİ

79585

DANIŞMAN

Prof. Dr. Gülşen CAN

79585

T.C. KÜLTÜR VE TURİZM BAKANLIĞI  
DOKÜMANTASYON MERKEZİ

1999 - ANKARA

ANKARA ÜNİVERSİTESİ  
SAĞLIK BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**DENTAL ELASTOMERLERDE YÜZEY  
MODİFİKASYON YÖNTEMLERİNİN ETKİSİ**

Dt. Selim ERKUT

PROTETİK DİŞ TEDAVİSİ ANABİLİM DALI  
DOKTORA TEZİ

79585

DANIŞMAN

Prof. Dr. Gülşen CAN

Bu tez, Ankara Üniversitesi Araştırma Fonu tarafından  
96-30-000-08 proje numarası ile desteklenmiştir

1999 - ANKARA

Ankara Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü Diş Hekimliği Fakültesi Protetik Diş

Tedavisi Anabilim Dalı Doktora Programı çerçevesinde yürütülmüş bu çalışma

aşağıdaki jüri tarafından Doktora Tezi olarak kabul edilmiştir.

Tez Savunma Tarihi : 11 / 6 / 1999

Jüri Başkanı

prof. Dr. Ali Zaimoğlu  
Ağarçaylı

Jüri

Jüri

Raportör

Prof. Dr. Hale Kavayıcıoğlu  
Kavayıcıoğlu

Kavayıcıoğlu

Prof. Dr. Ufuk Hemençisöğüt  
Hemençisöğüt

Jüri

Prof. Dr. Mehmet Dincel  
Dincel

Jüri

Hemençisöğüt

Dincel

## ÖNSÖZ

Doktora eğitimim ve tezimdeki emeklerinden dolayı sayın hocam Prof. Dr. Gülşen Can'a, çalışmamın şekillenmesindeki yardımları için Sn. Doç. Dr. Nehir Özden'e, sağladığı teknik yardımdan ötürü Kettenbach Firması ve Sn. Metin Yasin'e teşekkür ederim.

Aileme ve tüm tez çalışmam boyunca desteğini esirgemeyen eşim Gülçin'e teşekkür ederim.



## İÇİNDEKİLER

Kabul ve Onay	ii
Önsöz	iii
İçindekiler	iv
Simgeler ve Kısaltmalar	vi
Şekiller	vii
Tablolar	viii
<b>1.GİRİŞ</b>	<b>1</b>
1.1. Polimer Yapılar	1
1.2. Kondanzasyon Reaksiyonu	2
1.3. Katılma Reaksiyonu	2
1.4. Elastomerik Ölçü Maddeleri	4
1.4.1. Polisülfidler	4
1.4.2. Polieterler	5
1.4.3. Silikonlar	5
1.5. Elastomerik Ölçü Maddelerinde Özellikler	6
1.5.1. Karıştırma Özellikleri	6
1.5.2. Kıvam Özellikleri	7
1.5.3. Sertleşme Süreleri	8
1.5.4. Elastik Özellikler	9
1.5.5. Boyutsal Sabitlik	10
1.5.6. Detay Kopyalayabilme	11
1.5.7. Model Elde Etme	12
1.6. Yüzey Enerjisi	14
1.6.1. Temas Açısı	16
1.6.2. Islanabilirlik	18
1.6.3. Yüzey Enerjisinin Ölçülmesi	19
1.6.3.1. Sıvılarda Yüzey Enerjisinin Ölçülmesi	20
1.6.3.2. Katılarda Yüzey Enerjisinin Ölçülmesi	20
1.7. Yüzey Enerjisini Değiştirme İşlemleri	22
1.7.1. Plazma ile Modifikasyon	23
1.7.1.1. Plazma Ortamına Yerleştirilen Maddelerin Yüzeylerinin Etkileşimleri	26
1.7.1.2. Plazma Ortamının Polimer Yüzeylerde Etkisi	27
1.7.2. Sürfaktanlar	29
1.7.2.1. Sürfaktanların Sıvılarda Etkisi	31
1.7.2.2. Sürfaktanların Katı Yüzeylerde Etkisi	32
1.8. Amaç	33
<b>2.GEREÇ VE YÖNTEM</b>	<b>34</b>
2.1. Islanabilirlik	34
2.1.1. Örnek Hazırlama	34
2.2. Yüzey Modifikasyonu	35
2.2.1. Yüzeyel Sürfaktan Uygulaması	35
2.2.2. Plazma Yönteminin Uygulanması	36

2.3.	Islanabilirlik Ölçümleri	37
2.4.	Model Materyali Üzerine Etkiler	39
2.4.1.	Kabarcık Oluşturma	39
2.4.1.1.	Örnek Hazırlama	39
2.4.1.2.	Ölçüm	41
2.4.2.	Çizgisel Boyutsal Sabitlik	41
2.4.2.1.	Örnek Hazırlama	41
2.4.2.2.	Ölçüm	43
2.4.3.	Yüzey Sertliği	44
2.4.3.1.	Örnek Hazırlama	44
2.4.3.2.	Ölçüm	45
<b>3.</b>	<b>BULGULAR</b>	<b>47</b>
3.1.	Islanabilirlik	47
3.1.1.	Islanabilirlik Bakımından Zamanlara ve Modifikasyon Yöntemlerine Göre Ölçü Maddelerinin İncelenmesi	47
3.1.2.	Islanabilirlik Bakımından Modifikasyon Yöntemi ve Ölçü Maddesine Göre Zamanların Karşılaştırılması	52
3.1.3.	Islanabilirlik Bakımından Ölçü Maddesi ve Zamanlara Göre Modifikasyon Yöntemlerinin İncelenmesi.	55
3.2.	Kabarcık Oluşturma	56
3.2.1.	Kabarcık Oluşturmada Modifikasyon Yöntemlerinin Ölçü Maddelerine Göre Karşılaştırılması	56
3.2.2.	Kabarcık Oluşturmada Ölçü Maddelerinin Modifikasyon Yöntemlerine Göre Karşılaştırılması	57
3.3.	Çizgisel Boyutsal Sabitlik	60
3.4.	Yüzey Sertliği	61
3.4.1.	Yüzey Sertliğinin Ölçü Maddeleri İçin Modifikasyon Yöntemlerine Göre Karşılaştırılması	61
3.4.2.	Yüzey Sertliğinin Modifikasyon Yöntemleri İçin Ölçü Maddelerine Göre Karşılaştırılması	62
<b>4.</b>	<b>TARTIŞMA</b>	<b>65</b>
<b>5.</b>	<b>SONUÇ</b>	<b>89</b>
<b>ÖZET</b>		<b>90</b>
<b>SUMMARY</b>		<b>91</b>
<b>KAYNAKLAR</b>		<b>92</b>

**Simgeler ve Kısaltmalar**

mm	Milimetre (uzunluk birimi)
( )°	Derece
kg	Kilogram (ağırlık birimi)
gr	Gram (ağırlık birimi)
MHz	Mega Hertz (frekans birimi)
Watt	Elektrik güç birimi
ml	Mililitre (hacim birimi)



## Şekiller

- Şekil 1.1.** Katı yüzeyde enerji etkileşimi
- Şekil 1.2.** Temas açısı
- Şekil 1.3** Sürfaktan molekülünün genel yapısı
- Şekil 1.4.** Sürfaktan moleküllerinin suyun yüzey enerjisi üzerine etkisi
- Şekil 2.1.** Plazma modifikasyon düzeneğinin şematik gösterimi
- Resim 2.1.** Temas açısı ölçüm cihazı
- Resim 2.2.** Temas açısı ölçüm aşamaları
- Şekil 2.2.** Kabarcık oluşturma testi için hazırlanmış metal model
- Resim 2.3** Kabarcık oluşturma testinde kullanılan metal,-alçı model ve ölçü örnekleri
- Resim 2.4.** Çizgisel boyutsal sabitlik testleri için hazırlanmış metal model, ölçü malzemesi ve alçı model
- Şekil 2.3.** Çizgisel boyutsal sabitlik ve yüzey sertliği testinde kullanılan test kalıbının şematik görünümü
- Resim 2.5.** Yüzey sertliği testi için hazırlanmış metal model, ölçü malzemesi ve alçı model
- Resim 2.6.** Yüzey sertliği ölçüm cihazı
- Şekil 3.1.a,b,c,d.** Modifikasyon yöntemlerinin ölçü maddelerinin ıslanabilirliği üzerine etkisinin zaman bağılı olarak gösterimi
- Şekil 3.2.a,b,c.** Ölçü maddelerinde ıslanabilirliğin modifikasyon yöntemlerine göre zaman bağılı değişimi
- Şekil 3.3.** Kabarcık oluşturma etkisi için yöntem-ölçü maddesi interaksyonu
- Şekil 3.4.** Kabarcık oluşturma etkisi ölçü maddesi-yöntem interaksyonu.
- Şekil 3.5.** Çizgisel boyutsal sabitlik etkisi için ölçü maddesi -yöntem interaksyonu
- Şekil 3.6.** Yüzey sertliği için ölçü maddesi-yöntem interaksyonu
- Şekil 3.7.** Yüzey sertliği için yöntem-ölçü maddesi interaksyonu

## Tablolar

- Tablo 2.1.** Örneklerin hazırlanmasında kullanılan ölçü maddeleri.
- Tablo 3.1.** Islanabilirlik bakımından zaman ve modifikasyon yöntemine göre ölçü maddelerinin karşılaştırılması
- Tablo 3.2.** Modifikasyon yöntemi ve ölçü maddesine göre zamanların karşılaştırılması
- Tablo 3.3.** Ölçü maddesi ve zamana göre ıslanabilirlik üzerinde modifikasyon yöntemlerinin etkisinin karşılaştırılması
- Tablo 3.4.** Modifikasyon yöntemlerin birbirleriyle karşılaştırılması
- Tablo 3.5.** Ölçü maddelerinin birbirleriyle karşılaştırılması
- Tablo 3.6.** Çizgisel boyutsal sabitlik etkisinde aritmetik ortalama ve standart hatalar
- Tablo 3.7.** Yüzey sertliği üzerinde modifikasyon yöntemlerinin etkisinin karşılaştırılması
- Tablo 3.8.** Yüzey sertliği üzerinde ölçü maddesinin etkisinin karşılaştırılması

# 1. GİRİŞ

## 1.1. Polimer Yapılar

Polimerler, metalik yapıda olmayan, genelde organik maddelerden sentetik olarak oluşturulan ve istenilen kalıp formunda sertleştirilip ticari kullanıma sunulabilen maddelerdir.

Polimerler birçok farklı şekilde üretilebilirler. Bu farklı görünüşlü materyallerin ortak yanları, kimyasal benzerlikleri ve yüksek moleküler ağırlıklı dev moleküllerden (makromoleküller) oluşmalarıdır. Polimeri oluşturan molekülün kendine has şekil ve yapısı polimerin fibröz, sert veya lastiğimsi yapıda olmasını belirler (Philips, 1992, Chapter 10).

Polimerik madde yapısal ünitelerinden yola çıkılarak tanımlanırsa, polimer "çok parçalı" (Poli-çok, mer-parça) anlamına gelir.

Temel olarak polimer, kendini tekrarlayan basit bir yapısal üniteden oluşur. Diğer bir deyişle polimer, çok sayıdaki düşük moleküler ağırlıktaki moleküllerin (merler) yüksek moleküler ağırlıktaki büyük bir molekülü oluşturmak için birleşmesidir. Her biri monomer (monomer, bir molekül veya bir mer anlamına gelir) olarak adlandırılan çok sayıda molekülün, bir seri kimyasal reaksiyon sonucu kovalant bağlar ile bağlanarak bir makromolekül veya polimer oluşturmaları, polimerizasyon olarak tanımlanır.

Belirtildiği gibi polimerizasyon, sürekli olarak kendini tekrarlayarak oluşan bir intermoleküler reaksiyondur (Zaimoğlu, 1993; Bölüm 11).

Polimerizasyon kondanzasyon veya basit bir katılma reaksiyonu ile oluşabilir. Polimerizasyon, kondanzasyon reaksiyonu ile oluşursa, olay "kondanzasyon polimerizasyonu"; katılma reaksiyonu ile oluşursa "katılma polimerizasyonu" olarak adlandırılır. Hem katılma, hem de kondanzasyonla polimerize olanlar basit olarak lineer polimerlerdir. Bunlar monomerlerin çizgisel bir yapı oluşacak şekilde polimerize

olması ile meydana gelir. Lineer polimerizasyon sıklıkla rastlanan bir olay değildir (Roydhouse, O'Brien, 1989).

### **1.2. Kondanzasyon Polimerizasyonu**

Bu polimerizasyonda, iki veya daha fazla sayıdaki basit molekül arasında meydana gelen kimyasal reaksiyon, aynı mekanizma ile tekrarlanır. Ana moleküllerin reaksiyonu sonucunda amonyak, halojen asitleri, su ve alkol gibi yan ürünler ortaya çıkar. Monomerlerin yapısı kendini tekrarlayabilecek ve sonuçta makromolekülleri oluşturabilecek şekildedir.

Polimerlerin kondanzasyon metodu ile oluşması, birçok monomer molekülü içeren büyük bir polimer molekülüne ulaşılabilmesi için gerekli işlemin sıralı işleyen yapısından dolayı oldukça yavaştır. Bu polimerizasyon işlemi, moleküllerin dev bir boyuta ulaştıktan sonra; zincirlerin büyümesi ve hareketliliğinin azalmasından dolayı durma eğilimindedir.

### **1.3. Katılma Polimerizasyonu**

Bu tip polimerizasyon son derece yaygındır ve tek başına polimerizasyon terimi kullanıldığında genel anlamda katılma polimerizasyonu ifade edilmektedir. Katılma reaksiyonu genellikle zincirleme reaksiyon sonucu oluşur. Katılma reaksiyonunda, monomer veya daha önceden oluşmuş bir polimerle olan bir zincir transferi sonunda dallanmalar oluşur. Bu tip yapısal birimler, birbirleri ile birleşerek "lineer olmayan dallanma" veya "çapraz bağlı" polimerler oluştururlar. Reaksiyon sonucu oluşan çapraz bağlar, viskozitede artışa ve materyalin elastik özellik kazanmasına neden olur (Roydhouse, O'Brien, 1989; Philips, 1994; Chapter 4). Bu tip polimerizasyonu başlatabilmek için, reaktif merkezli bir başlatıcı (initiator) oluşturan bir aktivatöre ihtiyaç vardır. Bu reaktif başlatıcı, monomer molekülüne katılarak aktivasyon sağlar. Polimerizasyon işlemi reaktif merkezin büyümesi ile devam eder. Bu zincirleme reaksiyon saniyeler içinde büyük polimer moleküllerinin oluşmasına neden olur.

Katılma polimerizasyonu ile oluşan reaksiyon, bir patlama boyunca oluşan zincirleme reaksiyonlara benzetilebilir. Bu işlem son derece hızlı olup, neredeyse bir anda meydana gelir. Reaksiyonlar aynı zamanda ekzotermik olup, önemli miktarda ısının açığa çıkmasına neden olurlar.

Kondanzasyon polimerizasyonundan farklı olarak katılma reaksiyonunda yapıda herhangi bir değişiklik oluşmaz. Makromoleküller, teorik olarak aynı formüle sahip daha ufak ünite veya monomerlerden oluşurlar. Diğer bir deyişle monomerin yapısı polimer içinde birçok kez tekrar eder. Bu oluşum yan ürünler oluşmadan devam eder.

Kondanzasyon reaksiyonunun aksine, katılma reaksiyonu sonucu sınırsız büyüklükte dev bir molekül oluşabilir. Aktif bir merkezden başlayarak monomerler, baş başa eklenerek yeterli monomer sağlandığı sürece, teorik olarak sonsuza kadar büyüyebilirler. Bu işlem kolay olmasına rağmen, kontrol edilmesi son derece güçtür. Katılma reaksiyonu ile polimerize olan bir maddede aranan en önemli şartlardan birisi de, doymamış bir grup içermesidir. Günümüz diş hekimliğinde kullanılan rezinlerin çoğu katılma reaksiyonu ile üretilmektedir.

büyük moleküllerden oluşur. Gerilim durumunda bu zincirler çözülür, gerilim kaldırılınca tekrar eski hallerine dönerek elastik özelliklerini ortaya koyarlar.

#### **1.4. Elastomerik Ölçü Maddeleri**

Elastomerler diş hekimliğinde pahalı olma, bazı tipleri için ağızda kötü tat bırakma, düşük ıslanabilirliğe sahip olma, model materyalinden zor ayrılabilme gibi dezavantajlara sahip olsalar da, iyi detay kopyalayabilme, üstün boyutsal sabitlik, önemli bir deformasyona uğramadan aynı ölçüden birden fazla model elde edebilme, işlem kolaylığı gibi üstün özellikleri nedeni ile geniş kullanım alanına sahiptirler (Peutzfeldt ve Asmussen, 1989; Nemetz ve Tjan, 1988). Kimyasal yapı bakımından elastomerik ölçü maddesi olarak üç tip elastomer bulunur:

-Polisüfitler

-Silikonlar (Kondanzasyon ve katılma tipleri)

-Polieterler

Bu gruplara ek olarak, görünür ışınla sertleşen polieter üretilen dimetakrilat esaslı bir polimer bu maddelere ilave edilebilir. 1990'larda piyasaya sürülen bu malzemenin üretimi, materyal ile yapılan çalışmalarda üstün özellikler sergilemesine rağmen, daha sonraki yıllarda üretici firma tarafından durdurulmuştur (Craig ve Hare, 1990).

Elastomerik ölçü maddeleri ortak özellik olarak iki ayrı pat halinde sunulurlar. Patlardan birisi baz özelliği taşıırken, diğeri katalizör özelliği taşıyan maddeyi içerir. Patların kıvamı maddelerin yapılarına katılan inert doldurucular ile belirlenir. Patlar koyu kıvam, orta kıvam veya akıcı kıvam olarak değişik kıvamlarda üretilirler.

##### **1.4.1. Polisüfitler**

Baz olarak adlandırılan pat, polisüfit polimeri, doldurucu ve plastikleştirici içerir. Doldurucu çinko oksit, titanyum oksit ve silika yapıdadır. Plastikleştiriciler patın akışkanlığını ayarlarlar.

Katalizör olarak adlandırılan kısım, katalizör etki gösteren kurşun oksit ve doldurucu olarak reaksiyona girmeyen yağlar içerir.

Kurşun oksit katalizör, polisülfid polimerinin uç kısımlarında var olan -SH grupları ile reaksiyona girerek polimerlerin birbiri ile bağlanmasını sağlar ve reaksiyonu başlatır. Polimerizasyon, çapraz bağlı bir kondanzasyon reaksiyonu şeklindedir ve artık ürün olarak su oluşur.

#### **1.4.2. Polieterler**

Baz özelliğindeki kısım etilen-imin sonlanmalı polieter polimeri, doldurucu ve plastikleştirici içerir.

Katalizör ise etken madde olan aromatik bir sülfonik asit esteri ve çeşitli inert doldurucular içerir.

Aromatik sülfonik ester, polieter molekülünün sonlanma bölgesinde çapraz bağlanmayı sağlayarak reaksiyonu başlatır. Bu katılma tipi bir reaksiyondur ve hiçbir yan ürün oluşmaz.

#### **1.4.3. Silikonlar**

##### **a. Kondanzasyon Silikonlar**

Baz özelliği taşıyan kısım hidroksil sonlanmalı polidimetil siloksan polimeri, doldurucu ve plastikleştirici içerir.

Katalizörde etken madde, çapraz bağlayıcı ajan olarak alkil silikat ve katalizör olarak kalay oktaattır.

Baz ve katalizör özellik içeren patlar karıştırıldıktan sonra polimer zincirinin hidroksil sonlanmalı grupları ve çapraz bağlayıcı ajan arasındaki reaksiyon, katalizörün etkisi ile başlatılır. Reaksiyon sonucu yan ürün olarak etil alkol oluşur.

## **b. Katılma Silikonlar**

Bu materyaller de iki ayrı pat halindedir. Baz özelliği taşıyan pat, vinil polidimetil siloksan polimeri, katalizör ihtiva eden diğer pat ise yapısında hidrojen yan grupları taşıyan siloksan polimeri ve katalizör olarak da kloroplatinik asit gibi platin içeren bir madde bulunur (O'Brien, 1989, Chapter 9).

İki patın karıştırılması sonucu platin katalizörün etkisi ile siloksan prepolimerleri arasında çapraz bağlanma ile bir katılma reaksiyonu oluşur.

Teorik olarak bu reaksiyon sonucu hiçbir yan ürün oluşmamalıdır, fakat burada hidrojen çıkışı bildirilmiştir. Bazı üreticiler, model yüzeyinde boşlukların oluşmaması için, bu boşluklara neden olan hidrojenin çıkışının sağlanabilmesi için, model elde edilmeden önce ölçünün bekletilmesini önermektedirler (Morford ve ark., 1986).

Hidrojen gazı çıkış mekanizması tam olarak belirlenebilmiş değildir. Birinci neden vinil ve hidrid silikon oranının doğru şekilde ayarlanamaması nedeni ile hidrojen gazı çıkışıdır. Bu nedenle bazı üreticiler ortaya çıkan gazın yapıda tutulması için materyal içine platin veya paladyum gibi bir soy metaller katmaktadırlar. Diğer bir sebep olarak ta; nem veya açık kalmış silanol gruplarının bazdaki hidridler ile reaksiyonu gösterilmektedir (Philips, 1991, Chapter 9).

## **1.5. Elastomerik Ölçü Maddelerinde Özellikler**

### **1.5.1. Karıştırma Özellikleri**

Elastomerik ölçü maddeleri psödoplastik özellik gösterirler. Psödoplastik özellik, bazı polimerik akışkanların artan makaslama yükü altında vizkozitelerinin azalmasıdır. Bu özellik maddelerin karıştırılması ve ağza uygulanması sırasında önem kazanır (Chai ve ark., 1994; Kim ve ark., 1992).

Baz ve katalizörün birbirine karıştırılması ile oluşan reaksiyon sonucu lastikleşen bu ölçü maddelerinde ana amaç, bu iki farklı yapının homojen olarak karıştırılmasıdır.

Karışımın homojenizasyonu kontrast renklerdeki baz ve katalizörün karıştırılması sırasında kontrol edilir.

Karışımın homojen olmaması durumunda, polimerizasyon reaksiyonu da uniform olmayacağından, distorsiyona uğramış bir ölçü elde edilecektir. Homojen bir karışım elde edilmesinde otomatik karıştırma tabancaları kullanılabilir. Genelde orta ve düşük kıvamlı elastomerlerin karıştırılmasında kullanılan bu sistem, baz-katalizör oranının ideale yakın olarak ayarlanabilmesi, karıştırma zamanının azalması ve karıştırma sırasında materyalin olası kontaminasyonunun engellenmesi avantajlarına sahiptir. Burada dikkat edilmesi gereken bir husus ta, karıştırma tabancalarının markaya göre özel olmaması, yani farklı tabancaların farklı markaların ürünlerin karıştırılmasında kullanılabilmesine rağmen, karıştırıcı uçların ürüne özel yapısal farklılıklarından dolayı sadece belirlenen ürün için kullanılması gerekliliğidir (Philips, 1991, Chapter 9; Winston ve ark., 1992; Chong, 1991).

Otomatik karıştırma tabancaları genelde katılma tip silikonların uygulamasında kullanılmaktadır. Kondanzasyon tip silikonlarda katalizörün hava ile temasında kolayca kristalize olması ve karıştırma tekniği ile ilgili iki ayrı tüp şeklinde üretimde, katalizörün nem kontaminasyonundan korunmasının çok güç olması otomatik karıştırma sisteminde bu tip silikonların kullanımını zorlaştırmaktadır.

Otomatik karıştırma sistemi, baz ve katalizör arasındaki akışkanlık farkının bu tip bir sisteme izin vermeyecek derecede yüksek olmasından dolayı polisülfidlerde kullanılmamaktadır (Frederick ve ark., 1994).

### **1.5.2. Kıvam Özellikleri**

Akışkanlık özellikleri elastomerik ölçü maddelerinde ağızdan ölçü alımı sırasında da önem kazanır. Bu materyaller akışkanlık özellikleri özenle ayarlanmış visköz sıvılardır. Sertleşme reaksiyonu, materyali viskoelastik katı bir yapı haline dönüştürür. Bu materyalin ufak detayları kopyalayabilmesi için önemli bir özelliktir. Bu özellik aynı zamanda sertleşmemiş materyal için de önemlidir. Zira uygun bir akışkanlık, karıştırma

kolaylığı, karıştırma sırasında hava miktarı ve ölçü alınırken havanın uzaklaştırılması gibi faktörleri kontrol eder (Peutzfeldt ve Asmussen., 1998; Chong ve ark., 1991; Chai ve ark., 1994).

### 1.5.3. Sertleşme Süreleri

Sertleşme süresi, ölçü maddesinin karıştırılmasından, polimerizasyonun ölçünün ağızdan minimum deformasyona uğrayarak çıkarılabilecek seviyeye ulaştığı ana kadar geçen zamandır. Bu tanımda sertleşme ve polimerizasyon zamanlarının aynı olmadığına dikkat edilmelidir. Esasen polimerizasyon sertleşmeden sonra uzunca bir süre devam edebilir. Özellikle kondanzasyon silikonlarında polimerizasyon karıştırmadan sonra iki hafta veya daha uzun süre devam edebilir.

Oysa ki; çalışma zamanı, karıştırmanın başlaması ile başlar ve ölçü malzemesinin elastik özellik kazanması ile ağızda son bulur.

Sıcaklıktaki artış tüm elastomerlerin polimerizasyon hızını arttırırken, çalışma ve sertleşme sürelerini kısaltır. Bunun tersi; yani sıcaklıktaki düşüşün çalışma zamanını uzatacağı da doğrudur. Pratikte çalışma zamanını uzatmak için soğutulmuş bir cam üzerinde karıştırmanın yapılması, özellikle katılma silikonlarında ve azalan bir etki ile polisüfitlerde çok etkili bir yöntemdir. Sonuç olarak ağız dışında çalışma süresi uzarken ağızdaki izafi yüksek sıcaklık materyalin sertleşmesini çabuklaştıracaktır.

Bununla beraber polieterler ve kondanzasyon silikonların polimerizasyon reaksiyonu, sıcaklık değişimlerinden polisüfitler ve katılma silikonlarına göre daha az etkilenir. Çalışma süresinin uzatılmasında çeşitli kimyasalların kullanılması da etkili bir yöntemdir. Bu özellikle polisüfitlerde başarı ile kullanılabilir. Katılma silikonlar için uygulanacak pratik yöntem malzemenin kullanılmadan önce soğutucuda bekletilmesidir (Stannard ve ark., 1986; Chew ve ark., 1993).

Diğer elastomerlerden farklı olarak, katılma silikonlarının polimerizasyon mekanizmaları, eldivenlerde bulunan sülfür ihtiva eden kimyasallardan etkilenir. Buna ek olarak, yine rezin esaslı bazı restoratifler, bazı marka katılma silikonlarının

polimerizasyonunu bozabilir veya geciktirebilirler. Öjenol ihtiva eden geçici yapıştırıcıların polimerizasyonu engelleyebileceği iddia edilse de, bu konu henüz kesinlik kazanmamıştır (Browning ve ark., 1994; Millstein ve ark., 1995; Moon ve ark., 1996; Jones ve ark., 1996).

#### 1.5.4. Elastik Özellikler

Elastiklik, bir malzeme üzerine uygulanan kuvvet uzaklaştığında belli oranlarda eski haline dönebilme yeteneğidir. Bir maddenin elastiklik derecesi, elastiklik modülü veya Young modülü olarak bilinir. Elastiklik modülü gerilimin gerilmeye oranıdır. Bir maddeye uygulanan gerilime karşı oluşan gerilme belli bir sürede sabit bir oranda seyrederse; bu durumda maddenin elastik özelliği çizgisel olarak adlandırılır. Malzemenin orijinal boyutuna dönmesine izin verebilecek en yüksek gerilim ise elastik sınır olarak adlandırılır (Zaimoğlu ve ark., 1993, Bölüm 3).

Elastomerik ölçü maddelerinin elastiklik özellikleri polimerizasyon zamanı ile doğru orantılı olarak artar. Diğer bir deyişle ölçü, ağızda çıkarılmadan ne kadar uzun bırakılırsa o kadar hassas olur (Zaimoğlu ve ark., 1993, Bölüm 9).

Dört tip ölçü maddesi için daimi deformasyon, sıkışma kuvvetleri altında gerilme durumunda, sırasıyla artacak şekilde katılma silikonlar, kondanzasyon silikonlar, polieterler ve polisülfidler olarak sıralanabilir. Bu durumda katılma silikonları elastik geriye dönüş açısından diğer tüm elastomerlerden üstündür (Christensen, 1995). Bu özellik ölçü alımı dışında, bir ölçüden birden fazla modelin distorsiyona uğramadan elde edilmesine olanak sağlar (Morgano ve ark. 1995).

Kopmaya karşı gösterilen direnç, kopma direnci ve uzamadaki kopma olarak belirtilebilir. Polisülfidler kopmadan oldukça uzatılabilmelerine rağmen, yırtılma dirençleri düşüktür. Unutulmamalıdır ki, polisülfidler uzamasının bir kısmı kötü elastik özelliklerinden dolayı geriye dönüşsüzdür. Başka bir deyişle materyal eski halini almadan süner. Pratikte kopmaya direncin belirlenmesinde uygulanması gereken yöntem; kopma dayancı ve uzama değeri kopma enerjisine yakın olan materyalin

seçimidir (Tam ve ark., 1990; Klooster ve ark., 1991; Philips, 1991, Chapter 9; Hondrum ve ark., 1994).

Politerler, silikonlara yakın kopma direnci ve elastik özellik göstermekle beraber, polimerizasyon sonrası oldukça rijittirler ve özellikle ciddi tutucu bölgeler varlığında ağızdan ve modelden çıkarılmaları zordur. Bu özellik implant üstü protez uygulamalarında transfer parçalarının istenilen pozisyonda laboratuvara aktarımına ve geliştirilmiş özel tiplerinin iyi bir kapanış alma materyali olarak kullanılabilmesine olanak sağlar (Inturregui ve ark., 1993; Chai ve ark., 1994).

Elastomerik ölçü maddelerinin elastik özellikleri incelenirken gözönünde bulundurulması gereken diğer bir konu da; bu materyallerin yırtılma ve çekme dayanıklılıklarıdır. Akaltan ve ark., (1996) yırtılma dayanıklılığının materyalin adeziv bağlantı kuvvetleri ile ilişkili olduğunu ve her ne kadar çekme dayanıklılığı ile birlikte anılsa da, uygulanan test yöntemleri ve sonuçlar açısından farklılık gösterdiğini ve yüksek yırtılma dayanıklılığına sahip bir ölçü malzemesinin aynı oranda yüksek kopma dayanıklılığına sahip olmayabileceğini belirtmişlerdir. Bu durumda katılma tipi silikonlar, kondanzasyon silikonlar ile karşılaştırıldığında yüksek kopma dayanıklılığına sahipken, yırtılma dayanıklılığı açısından kondanzasyon tip silikonlar daha üstündürler.

#### **1.5.5. Boyutsal Sabitlik**

Boyutsal sabitlik, ölçü materyalinin bir yüzeyi kopyaladıktan sonraki boyutunun, kopyaladığı yüzeyin orijinal boyutuna göre gösterdiği değişim miktarıdır (Chai, 1994).

Elastomerik ölçü maddelerinin açık ortamda bırakıldıklarındaki boyutsal sabitlikleri aynı şartlarda incelenen hidrokolloidler ile karşılaştırıldığında çok daha iyidir. Diğer tip elastik ölçü maddeleri ile karşılaştırıldığında ise iyi boyutsal sabitlik göstermekle beraber, zamana bağlı olarak boyutsal değişiklik gösterirler. Boyutsal değişim kondanzasyon silikonları ve polisüflitlerde, polieter ve katılım silikonlarından daha fazladır.

Boyutsal sabitliğe etki eden faktörler:

-Tüm lastik maddeler polimerizasyon boyunca, çapraz bağlanma nedeni ile hacimsel olarak küçülürler. Daha önce belirttiğimiz gibi, kondanzasyon silikonlar sertleşme sırasında alkol kaybederler. Bu olayı yapıda büzülme takip eder. Benzer olarak uçucu özelliklerinden dolayı hızlandırıcı etkili kimyasalların yapıdan kaybı polisüfitlerde belirgin bir büzülmeye neden olur.

-Modifiye edilmemiş silikon ve polisüfitler suyu uzaklaştırıcı yapıda olmakla beraber, polieter polimerleri ve bazı yeni tip hidrofilik katılma silikonları su absorbe ederler. Bu durum, maddeler suya veya yüksek neme uzun süreli maruz bırakıldıklarında boyutsal değişim ile kendini gösterir.

-Lastik yapıların viskoelastik özelliklerinden dolayı deformasyon sonucu geriye dönüşümleri tam olmayabilir (Can ve Karağaçoğlu, 1987; Philips, 1991, Chapter 9; Schelb, 1991; Kutay, 1992; Millstein, 1994).

-Pratik uygulamalarda önerilen, maksimum hassasiyetin elde edilebilmesi için polisüfit ve kondanzasyon silikonları için alçının ölçü alımından sonra 30 dakika içinde dökülmesidir. Bunun amacı kondanzasyon reaksiyonu ile polimerize olan bu maddelerin, oluşan artık ürünlerin etkisi ile boyutsal sabitliklerinin bozulmasıdır. Bu zaman aralığı polieter ve katılım silikonları için, polimerizasyon reaksiyonlarında herhangi bir yan ürün oluşmaması nedeni ile kritik değildir (Philips, 1991, Chapter 9).

Kullanım esnasında boyutsal stabilite özelliği göz önüne alındığında, dikkat edilmesi gereken diğer bir önemli özellik te, dezenfeksiyon solüsyonları ile olan uyumdur. Sodyum hipoklorit solüsyonu kullanım kolaylığı ve maddeler ile uyumu düşünüldüğünde optimum sonuç alınabilecek bir seçimdir (Bilgin ve ark., 1992; Tan ve ark., 1995).

#### **1.5.6. Detay Kopyalayabilme**

Dental elastomerler detay kopyalayabilme özellikleri açısından oldukça başarılıdır. Düşük viskoziteli olarak üretilen elastomerlerin hemen hepsi ADA'nın 19 no'lu

spesifikasyonunda belirtilen 20 $\mu$ 'lik çizgiyi kopyalayabilirler. Farklı tip elastomer ve teknikler ile alınan ölçülerden elde edilen kronların marjinal uyum farkları, doğru bir çalışma titizlikle uygulanırsa birbirinden anlamlı derecede farklı olmamaktadır (Gelhard ve ark, 1994; Tan ve ark., 1995).

Bununla beraber polieterlerin inlay, onlay gibi yapısında çok fazla iç açığı ve köşe içeren restorasyonların kopyalanmasında diğer elastomerlerden daha başarılı olduğu belirtilmiştir (Soh ve Chong, 1990).

### 1.5.7. Model Elde Etme

Model elde etme amacıyla günümüzde en büyük sıklıkla kullanılan materyaller sert alçı, epoksi ve poliüretan rezinlerdir.

Epoksi rezin model materyali, üç kısımdan oluşur. Birinci kısımda dayancı arttırmak için silika esaslı toz bulunur. Diğer iki kısımdan birinde sıvı haldeki epoksi rezin, diğerinde ise katalizör vardır .

Poliüretan rezin model materyalleri, yine poliüretan rezin içeren bir sıvı, ayrı kaplarda katalizör ve silika yapıda toz doldurucu olmak üzere üç kısımdan oluşur. Bu üç kısım belirlenen oranlarda karıştırılarak ölçüye uygulanır.

Epoksi ve poliüretan rezin model materyalleri yüzey detaylarını kopyalayabilme ve aşınma direnci açısından üstün özelliklere sahipken (Campbell ve ark., 1985), poliüretan rezinlerde daha az olmakla beraber (Derrien ve Sturtz, 1995), rezin esaslı yapılarından dolayı polimerizasyon sonucu bir miktar büzülme göstermeleri önemli bir dezavantajlarıdır (Moser ve ark., 1975; Yaman ve Brandau, 1986).

Günümüzde protetik uygulamalarda en sıklıkla kullanılan model materyali malzemesi sert alçıdır.

Sert alçı  $\alpha$  hemihidrat yapısındadır. Kullanım alanına göre Tip III ve Tip IV olarak iki gruba ayrılır. Bu alçıların yapısına % 2 oranında modifiye ediciler ilave edilmiştir. Bunlar sertleşme süresini hızlandıran potasyum sülfat, yavaşlatan sodyum sitrat ve renk

verici maddelerdir. Bu iki tip sert alçının tanecikleri şekil olarak birbirlerine oldukça benzer. Bununla beraber Tip IV alçının yapısındaki partiküller Tip III'e göre daha yoğun düzgün yapıda olup daha düşük yüzey alanına sahiptir. Dolayısıyla Tip IV alçının karıştırılması için daha az su gerekmektedir. Düzgün olan partiküller aynı zamanda ölçü dökülürken titreşim altında ölçünün yüzeylerine kolayca yayılabilirler. Bu özellikler Tip IV alçıya dayanıklılık ve yüksek yüzey sertliği özelliği kazandırır. Tip III sert alçılardan bölümlü protez yapımında faydalanılırken, Tip IV alçılar üstün fiziksel özelliklerinden dolayı sabit protetik uygulamalarda tercih edilirler.

Tip IV alçılarda yüzey sertliğinin artırılması için, bazı ürünlerde su yerine sulu kolloidal silika veya çözünebilir reçine solüsyonları kullanılır (Zaimoğlu 1993, Bölüm 4). Schneider ve Taylor (1984) farklı markalardaki Tip IV alçılarda, alçı-su karışımına yüzey sertliğini arttırmak amacı ile katılan çeşitli solüsyonların etkisini incelemiş ve sonuç modelin yüzey sertliğinde bariz bir artış gözlemlemişlerdir.

Tip IV sert alçının yüzey sertliğinin belirlenmesinde belli başlı iki yöntem kullanılır. Bunlar Rockwell ve Vickers testleridir (Zaimoğlu, 1993, Bölüm 3).

Rockwell yönteminde, ölçüm yapılacak yüzeye sıfır yük altında belirli sertlikteki bir bilya temas ettirilir. Bilyaya kuvvet uygulandıktan sonra, yüzeyde oluşturduğu çökmenin derinliğinden yola çıkarak yüzey sertliği hesaplanır (Panichuttra, 1991).

Alçının yüzey sertliğinin ölçülmesinde diğer bir yöntem Vickers yöntemidir (Fernandes, 1993). Bu yöntemde piramit şeklindeki elmas bir ucun yüzey üzerinde bıraktığı izin alanından faydalanarak yüzey sertliği hesaplanır (Zaimoğlu, 1991, Bölüm 3).

Tip IV sert alçı sertleşirken, ortalama % 0.01 ile % 0.1 arası bir sertleşme genişmesi gösterir. Bu genişleme restorasyonun yapımı sırasında oluşabilecek boyutsal değişimleri kompanse etme açısından faydalıdır (Chafee ve ark., 1997).

Elastomerik ölçü maddeleri alçının yüzey sertliğini önemli oranda etkilemezler. Model alçısı ve ölçü malzemesi arasındaki uyum politerler ve silikonlarda, polisüfitlere oranla daha başarılıdır.

## 1.6. Yüzey Enerjisi

Madde, bulunduğu ortamda diğer bir madde ile olan ilişkisini yüzey bölgesindeki atom veya moleküller vasıtası ile kurar. Bir maddenin yüzeyini oluşturan atom veya moleküller, buraya özgü dizilimlerinden dolayı madde iç yapısından farklılık gösterirler. Dolayısıyla maddeler, yüzey bölgelerinde iç bölgelerine göre daha yüksek enerjiye sahiptirler (Philips, 1991; Chapter 2).

İşte yüzeyin birim alan başına enerjisinin artması "yüzey enerjisi" veya "yüzey gerilimi" olarak adlandırılır. Yüzey gerilimi ile ilgili değerler genelde dyne/cm cinsindedir ve ünite başına direnç gücünü gösterir. Yüzey gerilimi (surface tension) terimi, bir gaz ve likid yüzey arası oluşan gerilimi belirtmek amacı ile kullanılır. Yüzeyler arası gerilim (interfacial tension) ise sıvı\ sıvı sınırı boyunca oluşan güçleri tanımlar (Lee, 1982; Chapter 2).

Sıvı yüzeyindeki moleküller birbirlerinden ayrı ayrı yer alırlar ve buharlaşma yolu ile uzaklaşırlar. Moleküller veya atomlar arası mesafedeki bu artış, atomların veya moleküllerin birbirlerine daha güçlü çekim uygulamalarına ve sonuçta çekim enerjisinde artışa sebep olur. Bu olay yüzeyde bir çekim kuvvetine ve sıvının damlalar oluşturarak yayılmasına neden olur. Bir sabun filminin büzülmesi veya bir sıvı damlasının küresel yapı kazanmasındaki amaç; oluşan yüzey alanını en aza indirerek, mümkün olan en düşük enerjiye sahip olmaktır (O'Brien, 1989, Chapter 4).

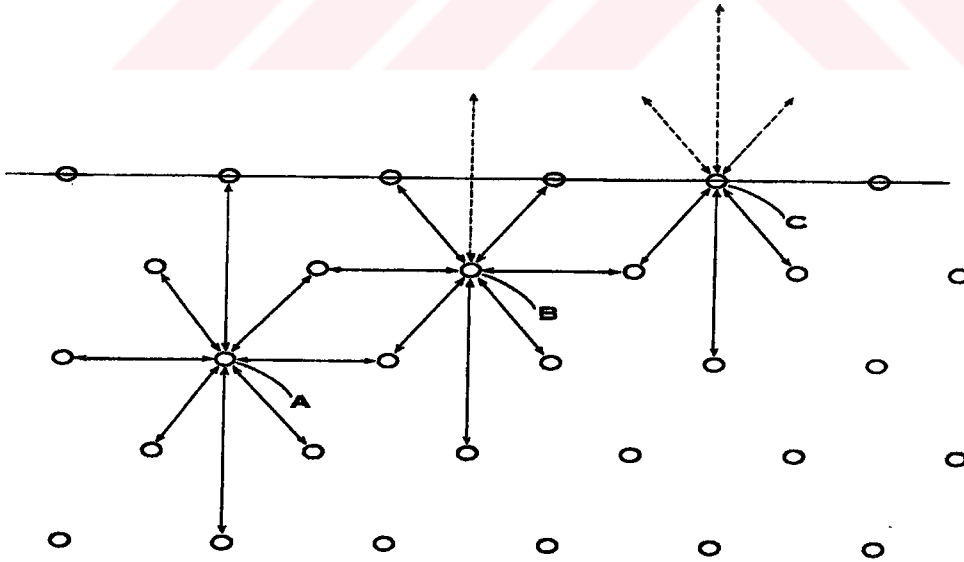
Katı yapılar; iyonik, homopolar, moleküler, metalik olarak belirli başlı dört tipe ayrılırlar:

İyonik tipte yapıyı iyonlar oluşturur ve tüm yapı belirgin olmayan yüklerce oluşturulan elektrostatik çekim kuvveti yardımı ile birarada tutulur. Homopolar yapı, herbiri birbirlerine kimyasal kovalant bağlar ile tutunan nötral atomlardan oluşur. Metalik yapıda, tüm atom çekirdekleri homopolar yapıda olduğu gibi düzensiz bir şekilde bağlanabilir. Bununla beraber, her bir atomun valans elektronları yapı içindeki elektronların bir atomdan diğerine rahatça hareket edebilecekleri şekilde yerleşmiştir. Bu, kristal ve metallerde gözlenen elektriksel iletiminin oluşabilmesini sağlar. Yapısal

enerjileri yüksek olan metalik ve iyonik kristallerin yüzey enerjileri de yüksektir. Moleküler yapılarda ise bunlara etki eden yapısal kuvvetler diğer sistemlere göre çok daha düşüktür ve dolayısı ile bu maddeler çok daha düşük yüzey enerjisine sahiptirler. Moleküler yapıya sahip maddelere örnek olarak polimerleri verebiliriz.

Katı bir yapıda, iyon veya moleküller büyük oranda engellenmiş hareket yeteneğinden dolayı, denge yerleşimleri bölgelerine kolayca ulaşamazlar. Böylece katı yapı genellikle dengesiz, düzensiz ve birçok şekilsel farklılıklara sahip bir yüzeye sahiptir. Bu düzensizlikler yüzey boyunca farklı enerji değişimlerine neden olur. Yüzey enerjisindeki bu değişimler, aynı zamanda diğer fazların bu yüzeyler ile olan ilişkisini etkileyecektir (Myers, 1988, Chapter 8).

Katı bir yapının yüzeyindeki enerji, iç bölgeden daha fazladır (Şekil 1.1.). İç kısımdaki atomlar birbirlerini eşit olarak çekmektedir. Atomlar arası mesafe eşit ve enerji minimaldir, atomların dış yörüngelerinde elektron eksikliği yoktur. Oysa ki; dış kısımda vardır ve elektronlar eşit olarak her yöne çekilemediğinden katının yüzeyinde enerji daha fazladır. Yani A'ya gelen çekim kuvveti dengeli iken, B ve C'deki komşu atom sayısı dengesizdir (Philips, 1989; Chapter 2).



Şekil 1.1. Katı yüzeyde enerji etkileşimi (Philips 1989)

Tabiatta tüm maddeler daha düşük enerjiye ulaşma eğilimindedir. Madde uygun şartları bulduğu zaman mutlaka enerjisini azaltır. Yüzey enerjisini azaltmak için hareketli olan moleküller veya atomlar yüksek enerjili yüzeylerde konsantre olurlar. Bir katının yüzey enerjisini azaltmak amacı ile çeşitli sıvılar veya gazlar ile oluşturduğu temas, sıvı veya gazın, katı ile olan temasının şekline göre değişik şekillerde ortaya çıkar. Katı ve sıvı veya gaz etkileşimlerinde de bu olayı gözleyebiliriz.

-Adsorbsiyon; katı, sıvı veya gaz etkileşiminin sadece katının yüzey bölgesinde olduğu durumdur. Bir altın varağın yüzeyinde çeşitli gazların birikmesi adsorbsiyonu açıklar.

-Absorsiyon; adsorbisyondan farklı olarak katının temas ettiği maddenin sadece yüzeyde kalmayıp yapının iç kısımlarına dek nüfus etmesi ile karakterizedir. Hidrokolloidlerin suda şişmesi adsorbsiyonu basit olarak açıklar.

### 1.6.1. Temas Açısı

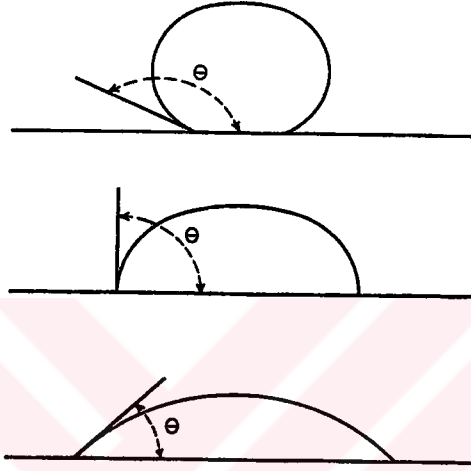
Katı yüzey ile bir sıvı damlacığının ilişkisi temas açısı olarak tanımlanır. Sıvı bir damlacık katı bir yüzey ile ilişkiye girdiğinde; damlacık bir denge formuna ulaşır ve damlacığın katı yüzey ile temas halinde olduğu bölgede bir açı oluşur. Temas açısı veya kontak açısı ( $\theta$ ), katı yüzey üzerinde sıvı, katı ve üçüncü bir ortamı oluşturan gazın (hava) birleşim noktasından sıvının yüzeyde oluşturduğu küresel şekle teğet çizilen çizginin katı yüzeyle oluşturduğu açıdır (Chai, 1991; Pratten, 1989) (Şekil 1.2.).

Temas açısı, sıvının katı yüzey üzerinde ilerlemesi veya daha önce ıslanmış yüzeyden uzaklaşmasına göre ilerleyen (advancing) veya gerileyen (receding) temas açısı olarak ikiye ayrılır:

-İlerleyen temas açısı: Termodinamik olarak stabil bir damlanın merkezinden sıvı çekilmesi veya eklenmesi, damlanın hacmini ve iç basıncını arttıracak ve sıvı- katı temas yüzeyinde (katı, sıvı, hava ara yüzeyi), artan bir stres yaratacaktır. Damlacığın temas açısının değeri damlacık yüzeye tam olarak yayıldığı ana kadar maksimum değere ulaşır. Bu durumda ölçülen temas açısına ilerleyen kontak açısı adı verilir.

Burada önemli olan, damlacığın sadece temas çizgisindeki sürtünme kuvveti kritik bir değeri aşınca yayılacağıdır.

-Gerileyen temas açısı: Damlacığın merkezinden sıvının geri çekilmesi ile temas açısı, kontak çizgisi tekrar oluşuncaya kadar minimum değere iner ve bu durumda ölçülen temas açısına gerileyen temas açısı adı verilir (Chai, 1991).



Şekil 1.2. Temas açısı (Craig ve Peyton; 1975)

Katı bir yüzey üzerine yüzey enerjisi bilinen bir sıvı yerleştiğinde oluşan açının bilinmesi, aynı zamanda bize o katı yüzeyin enerjisinin hesaplanabilmesi olanağını tanır. Bu hesaplama Young denklemi ile yapılır.

Young denklemi:

$$\gamma_S \cdot \cos \theta = \gamma_K - \gamma_{KS}$$

$\gamma_S$  = Sıvının yüzey enerjisi

$\gamma_K$  = Katının yüzey enerjisi

$\gamma_{KS}$  = Katı-sıvı yüzeyler arası gerilim

Temas açısı azaldıkça, sıvının yayılabilirliği arttığı için; temas açısı, yayılabilirlik ve ıslanabilirliğin ölçülmesi için iyi bir yöntemdir.

### 1.6.2. Islanabilirlik

Islanma kelime olarak iki farklı şekilde kullanılabilirdiği gibi, iki farklı şekilde de tanımlanabilir. Islanma makroskobik olarak; katı bir yüzeyin sıvı ile tam olarak kaplanmasıdır. Termodinamik tanımlaya göre ise; sıvı, katı bir yüzey ile temas ettiğinde temas açısının ( $\theta$ )  $90^{\circ}$ 'den düşük olması ile sonuçlanan yüzeyler arası serbest enerjideki düşüştür. Yayılma, temas açısı  $0^{\circ}$  olduğu zaman ideal olarak gerçekleşir (Lee,1982, Chapter 2).

İki katı yüzey arasında çekimin sağlanabilmesi için sıvı tüm yüzey üzerinde kolayca yayılabilmelidir. Bir sıvının diğer bir yüzeyi ıslatması üç şekilde ortaya çıkabilir:

-Adezyonel ıslanma

-Yayılma ıslanması

-Daldırma ıslanması

Adezyonel ıslanma, hava ile temas halinde olan bir katının, sıvı ile teması sonucu oluşur. Katı-hava ara yüzeyi, aynı miktardaki bir katı-sıvı ara yüzeyine dönüşür.

Yayılma ıslanmasında, katı-sıvı teması, sıvının ikinci bir ortamı (genelde bu havadır) uzaklaştırarak ilerlemesi ile oluşmaktadır.

Daldırma ıslanması, daha önce sıvı ile temas halinde olmayan bir katının tamamıyla bir sıvı içine daldırılması ile oluşur.

Belirtildiği gibi katı-sıvı, sıvı-hava ve hava-katı arasındaki etkileşimler ıslanabilirlik üzerinde etkilidir. Bu yüzeylerin herhangi biri üzerinde yapılacak etkileşim, ıslanabilirlikte çeşitli değişikliklere imkan verecektir (Myers, 1998). Bu yüzden ıslanabilirlik ölçümlerinde temas açısı kullanılırken aşağıdaki konulara dikkat edilmesi gerekir:

-Yüzeyin şekli: Pürüzlü bir yüzey, sıvının yüzeydeki hareketini engelleyip doğru ölçüm yapılmasını engelleyebileceği için standardizasyon çok önemlidir.

-Ortam sıcaklığı: Islanabilirlik sıcaklık ile doğru orantılıdır. Ortam sıcaklığı arttıkça ıslanabilirlik artar.

-Yüzeyin kontaminasyonu: Sabun, surfaktan gibi yüzey aktif ajanların varlığı suyun yüzey enerjisini azaltıp ıslanabilirliği arttırırken; nem, yüksek enerjili bir katının yüzey enerjisinin azalmasına neden olur.

-Yüzeyin fiziksel ve kimyasal özellikleri: Bazı materyallerin yüzey enerjisi çok düşüktür ve bu nedenle yüzeylerinin ıslatılabilmesi oldukça zordur. Örneğin bazı organik maddeler bu tiptedir. Yapısal organik grupların yakın dizilimi ve halojen grupların varlığı ıslanabilirliği engelleyebilir. Ticari ismi Teflon™(polytetrafloroetilen) olarak bilinen sentetik rezin genellikle yüzeyde adezyon filminin oluşması istenmediği durumlarda kullanılır. Teflon basitçe; kolay kimyasal reaksiyona giren ve girdiği kimyasal reaksiyonlarda, dış yörüngesinde eksik dört adet elektronu tamamlamaya ihtiyaç duyan Karbon atomunun, dış seviyesindeki bir elektron eksikliğini vermek ihtiyacındaki Flor atomları ile bağ kurarak tamamlaması ile oluşan bir moleküldür. İki atomun enerji ihtiyaçları karşılıklı olarak karşılandığından teflon gibi maddeler yüzey enerjisini düşürme ihtiyacı duymaz ve dolayısı ile yüzeyine temas eden sıvılar bu maddeyi kolayca ıslatamazlar. Genel olarak, düşük yüzey enerjili organik ve inorganik sıvılar yüksek yüzey enerjili katı yüzeylerde kolayca yayılırlar (Lee, 1982, Chapter 2).

-Sıvının viskozitesi: Islatan maddenin viskozitesi arttıkça ıslatacağı yüzey üzerindeki ıslatıcı etkisi artar.

-Kimyasal uygunluk: İki maddenin molekül veya atomlarının biraraya gelebilmesi için kimyasal uygunluk gereklidir.

### 1.6.3. Yüzey Enerjisinin Ölçülmesi

Yüzey gerilimi veya enerjisinin sayısal olarak belirlenebilmesi bir yüzeyin tanımlanabilmesinde önemlidir. Bu gerilimin belirlenebilmesi, sıvı ve katılarda yöntem açısından farklıdır. Bu nedenle yüzey geriliminin ölçümü katı ve sıvılarda ayrı ayrı yapılmaktadır. Esasen katılardaki yüzey enerjisinin anlaşılabilmesi için önce sıvılarda

yüzey enerjisinin incelenmesi gerekmektedir. Sıvılarda yüzey geriliminin ölçülmesinin anlaşılması, katı yüzeylerin enerjilerinin ölçülmesinin anlaşılmasında bize yardımcı olmaktadır.

### **1.6.3.1. Sıvılarda Yüzey Enerjisinin Ölçülmesi**

Sıvılarda yüzey gerilimi sıvıların statik ve dinamik durumlarına göre iki farklı şekilde ortaya çıkar ve ölçülür. Bir sıvının yüzey enerjisi, sıvı-hava ara yüzeyindeki moleküllerin enerjileri ile belirlenir. Sıvılarda statik veya dinamik olarak yüzey gerilimi ya tek başına duran bir sıvı yüzeyde ya da temas halinde olan iki sıvı yüzeyinde bir gerilim yaratma metodu ile ölçülür. Gerilim yaratmak için uygulanan maksimum basınç direk olarak yüzey gerilimi ile orantılıdır. Maksimum basınç değerinin bulunması ile sıvının yüzey gerilimi çeşitli hesaplamalar ile ortaya konulur. Statik durumdaki sıvılarda yüzeyler veya ara yüzeyler denge halindedir. Bu durum sıvının yapısına bağlıdır. Genelde saf likitler çok çabuk dengeye ulaşırken, solüsyonlar için bu zaman bazen dakikaları bulacak kadar uzundur. Statik ölçümler dengede olan yüzey veya ara yüzeyler için kullanılır (Gilman, 1993).

### **1.6.3.2. Katılarda Yüzey Enerjisinin Ölçülmesi**

Katıların yüzey enerjisini belirlemek biraz daha karmaşıktır. Katı yüzeyin enerjisini belirlemek için kullanabileceğimiz pratik direk bir metot yoktur. Bu dolaylı olarak bulunabilmektedir. Bu dolaylı yöntem, sıvının katı yüzeyindeki yayılmasını incelemektir.

Bu amaçla belli başlı iki yöntem kullanılmaktadır:

#### **1. Sessile Damlacık Yöntemi:**

Katılarda yüzey gerilimi ölçümlerinde sıklıkla kullanılan bir yöntemidir. Kullanımı genelde basit bir yöntem olmakla beraber, ölçüm işleminin çevre koşullarından kolayca etkilenebildiği göz önünde bulundurulmalıdır. Dental elastomerlerin ıslanabilirlik

özelliklerinin belirlenmesinde en sık kullanılan yöntemdir (Norling ve Reisbick., 1979; Pratten ve Craig., 1989; Pratten ve ark.,1990; Vassilakos ve ark., 1993).

Bu yöntemde belirli hacimdeki su damlası katı yüzey üzerine yerleştirilerek, yüzey ile damlacık arasındaki temas açısı ölçülür. Temas açısı ( $\theta$ ), katı yüzey üzerinde sıvı, katı ve üçüncü bir ortamı oluşturan gazın (hava) birleşim noktasından sıvının yüzeyde oluşturduğu küresel şekle çizilen teğetin katı yüzeyle oluşturduğu açıdır. Temas açısının azalması ıslanabilirlikteki artışı gösterirken, artması ıslanabilirlikteki azalmayı ifade eder.

Bu yöntemde temas açısının değeri direk olarak oluşan kabarcık ve katı-hava ara yüzeyinden ölçülebileceği gibi, hacmi  $1\mu\text{l}$ 'den küçük olan sıvılar için damlacığın yükseklik ve çapı kullanılarak aşağıdaki denklem ile de hesaplanabilir.

-Temas açısının  $90^\circ$ 'den küçük olduğu durumlarda:

$$\theta = 2 \arctan ( 2H_1 / D_1 )$$

-Temas açısının  $90^\circ$ 'den büyük olduğu durumlarda:

$$\theta = 2 \arctan [ ( 2H_2 / D_2 ) - 1 ]$$

$H_{1,2}$ =Damlacığın yüksekliği

$D_{1,2}$ =Damlacığın çapı

## 2. Yakalanmış Kabarcık Yöntemi:

Yakalanmış kabarcık yöntemi katıların yüzey enerjisinin ölçülmesinde kullanılan diğer bir yöntemdir. Bu yöntem yüzeyin ölçüm boyunca ıslak kalmasının gerektiği biyomedikal alanda kullanılan bazı materyallerin yüzey enerjisi ölçümlerinde kullanılır (Monsenego ve ark., 1989). Yakalanmış kabarcık yöntemi polimer yüzeylerin ıslanabilirlik değerlerinin ölçülmesinde de başarı ile kullanılabilir. Elastomerik ölçü maddelerinin ıslanabilirlik derecelerinin ölçülmesinde bu yöntem bazı araştırmacılar tarafından kullanılmıştır (Özden ve ark, 1994; Özden ve ark., 1997).

Bu yöntemde, sıvı içine tüm yüzeyi kaplanacak şekilde daldırılan katı yüzeye, bir pipet yardımı ile hava kabarcığı gönderilir. Hava kabarcığının yüzey ile olan temas açısı

ölçülerek yüzeyin ıslanabilirlik derecesi belirlenir. Sessile damlacık yönteminden farklı olarak, burada hava kabarcığının uzaklaşp daha belirgin bir hal alması ve dolayısı ile temas açısının artması ıslanabilirlikteki artışın göstergesidir. Bu deęişim, yüksek ıslanabilirliğe sahip bir yüzey için, basitçe daha hidrofobik yapı gösteren hava fazının su tarafından uzaklaştırılması ile kabarcığın yüzeyden itilip daha küresel bir şekil alması şeklinde özetlenebilir.

Yüzeyde oluşan temas açısı kabarcığın şekline göre, yine  $90^0$ 'den büyük veya küçük olabilir.

$-90^0$ 'den küçük veya eşit temas açıları ( $\theta$ ) için:

$$\theta = \cos^{-1} ( 2H_1 / D_1 - 1 )$$

$-90^0$ 'den büyük temas açıları için:

$$\theta = 180^0 - 2 [ \tan^{-1} ( 2H_2 / D_2 ) ]$$

$H_{1,2}$ = Kabarcığın yüksekliği

$D_{1,2}$ = Kabarcığın çapı

### 1.7. Yüzey Enerjisini Deęiştirme İşlemleri

Yüzey gerilimi ve ıslanabilirlik özellikleri diş hekimliğinde protetik açıdan çok önemli kavramlardır. Polimerik maddelerin yüzey enerji ve ıslanabilirlik özellikleri kullanım alanlarına göre farklılık gösterir. Örneğin estetik dolgu malzemesi olarak kullanılan rezinlerin mümkün olduğunca düşük yüzey enerjisine sahip, dolayısıyla hidrofobik olması gerekirken; elastomerik ölçü malzemelerinin mümkün olduğunca hidrofilik yapıda olmaları istenir.

Elastomerik ölçü maddeleri polimerik yapıdadırlar ve polimer yüzeylerin enerjileri fiziksel ve/veya biyolojik yöntemler ile modifiye edilebilir. Polimer yüzeylerin modifikasyonu fiziksel ve kimyasal olarak dięer maddelerin depozisyonu (sürfaktanlar,

diğer polimerler) veya yüzeyin kimyasal reaksiyonu ile olabilir. Kimyasal modifikasyon için kullanılan en geçerli yöntemler şunlardır:

- Kobalt-60'ın iyonize edici radyasyonu
- Mikrodalga deşarjları
- Plazma ile modifikasyonu
- Süfaktan uygulaması.

Elastomerik ölçü maddelerinin yüzey özelliklerinin deęiştirilmesinde bu yöntemlerden plazma ile modifikasyon ve süfaktan uygulanması yöntemleri kullanılabilir (Biederman, 1992; Chapter 5).

### 1.7.1. Plazma ile Modifikasyon

Plazma oluşumunu özetlemek gerekirse: Sıvı veya katı bir maddenin ısıtılması faz deęişimi olarak bilinen olayın gerçekleşmesine neden olur. Faz deęişimi, maddeyi oluşturan ve bağlanma potansiyeli olarak adlandırılan gücü meydana getiren molekül veya atom enerjilerinin, yüksek sıcaklıklarda kırılması sonucu bağların kopması ve maddenin gaz halini almasıdır.

Gaz parçacıkları, gelişigüzel ve Newton yasalarına uyacak şekilde hareket ederler. Normal şartlar altında, gaz partikülleri çok yüksek hıza sahiptir. Hızlı hareket eden bu parçacıkların kapladığı hacim tüm gazın kapladığı alanın sadece ufak bir kısmıdır. Parçacıklar sürekli hareket halinde olduklarından gaz, hareketsiz olduklarını kabul ettiğimiz duruma göre çok daha geniş bir yer kaplar. Parçacıkların birbirleri ile olan sayısız çarpışmaları sonucu enerji kaybolmaz; parçacıklar arasında transfer edilir. Böylece, gazın enerji dağılımı deęişebilir, fakat toplam enerji miktarı sabit kalır.

Gaz hali, sıcaklık ya da elektrik akımı etkisi ile maddenin dördüncü hali olarak adlandırılacak plazmaya dönüştürülmektedir.

Gazı, yapısındaki bazı elektronları atomik bağlanma enerjisinden koparacak kadar yüksek bir dereceye kadar ısıtırsak, atom veya molekül etrafında dönen elektronları

yörüngede tutan elektrik bağları kopar. Elektronlar yörüngesinden ayrılır ve geriye kalan merkez çekirdek, iyon halini alır. Sıcaklık arttırılmaya devam edilirse, daha çok elektron atomlarından ayrılır, gaz iyonize olur ve serbestçe dolaşan elektron ve çekirdeklerden oluşan bir karışım halini alır. Oluşan yeni madde plazma olarak adlandırılır. İyonize olmamış gazdan plazmaya geçiş, sıcaklık artışı ile birlikte yavaş yavaş olur. İlk başta çok az miktarda iyonize olmuş ortam, artarak tam iyonize olmuş ve elektrik yüklü iyon ve elektronlardan oluşan bir yapıya dönüşür. Bu termodinamik açıdan bakıldığında kesin bir faz değişimi değil (örneğin, suyun bir anda buhara dönüşmesi), daha çok maddenin dördüncü hali olarak adlandırılabilen bir değişimdir. Plazma katı, sıvı veya gaz yapı gibi davranmaz. Elektrik iletmeyen gazlardan farklı olarak, plazma elektriği iletir ve parçacıkları diğer herhangi bir parçacık ile çarpışabilir veya etkileşebilir (Fleischer, 1997).

Gazların plazma halini alması, yüksek sıcaklıklardan başka elektrik akımı etkisi ile de olabilir. Sir William Crookes, 1879 yılında elektriğin gazlar üzerine etkisini incelemiştir. Araştırmacı cam bir tüp içine organik bir gaz yerleştirip, tüp içindeki gazı, vakum ile çok düşük basınç oluşuncaya kadar boşaltmıştır. Tüp içindeki iki elektrot arasında meydana getirilen elektrik akımı ile gaz, yoğunluğu azaltılmış bir hale dönüştürülmüştür. Basıncı azaltılmış cam tüp içindeki gaza elektrik boşalımı uygulanmış ve gazda oluşan renkli parlak görünümünden dolayı bu olay "glow-dicharge" (glow=parlaklık, discharge=boşalım) olarak adlandırılmıştır. Glow-discharge düşük basınçlı organik buhar ortamında, gazdaki elektrik etkisinin gözlenmesidir (Biederman, 1992, Chapter 4).

Plazma ortamı şekillenirken, atomlar ile etkileşen yüksek kinetik enerjiye sahip bir elektron, o atomun elektronlarını da uyarır veya iyonize eder. Bunu takiben, bu iyonlar birbiri ile etkileşerek, nötral yapılar, molekül parçacıkları gibi birçok değişik yapının ve geniş spektrumlu bir radyasyonun oluşumuna neden olur. Ortamda gözlenen parlak rengin nedeni de bu radyasyondur. Tüm bu reaksiyonlar sırasında plazmanın iç yapısındaki enerji organik moleküllerin kimyasal bağlarını kırabilecek kadar kuvvetlidir (Yasuda, 1990; Schram, 1990; Biederman, 1992, Chapter 3).

Bu tip plazmalarda ortamın sıcaklığında önemli bir artış olmaz ve kimyasal reaksiyon oda sıcaklığında oluşabilir (Hollander, 1998).

Bu boşalım gaz elektronığında yeni bir çığır açmıştır. Glow-discharge işlemi plazma deneylerinde ve atom yapısı arařtırmalarında kullanılan esas düzenek olmuřtur (Biederman, 1992, Chapter 1; Fleischer, 1997).

Plazma polimerizasyonu, glow-discharge işlemi ile doğrudan ilişkilidir ve glow-discharge ile meydana gelen plazma ortamında oluşur (Schram, 1990).

Plazma ortamına yerleřtirilen maddeler, ortamın etkisi ile polimerize olabilirler. Bu olay "plazma polimerizasyonu" olarak adlandırılır. Plazma polimerizasyonu alıřılmıř polimer yapılarından farklı olarak çok ince ve farklı özelliklere sahip filmler elde edebilmek amacı ile kullanılan bir teknolojidir. Bu amaçla kullanılacak birçok kimyasal ve fiziksel yol olmakla beraber, glow-discharge bunların arasında en kolay yöntemlerden biridir. Plazma ortamında oluşan polimerizasyon, kendi içinde "plazma hali polimerizasyonu" ve "plazma ile bařlatılan polimerizasyon" olarak iki grup altında incelenebilir.

Plazma hali polimerizasyonu; plazma ortamında monomer yapıdaki organik gazın, ortamın etkisi ile polimerize olması ile meydana gelir. Bu durumda oluşan polimerizasyon, alıřılagelmiř polimerizasyondan daha farklıdır. Polimerizasyon çok çabuk oluşur ve bu hızlı oluşum sırasında düzensiz ađ yapıları ve geliřigüzel sonlanmalar gözlenir, bazı serbest radikaller polimer yapısı içinde hapis kalır ve ilerde polimer yapısında deđiřikliklere neden olabilir.

Plazma ile bařlatılan polimerizasyon; plazma yapısında var olan serbest radikaller, iyonlar ve diđer parçacıkların sıvı haldeki monomerin polimerizasyon zincirini tetiklemesi ve alıřılagelmiř polimerizasyon zincirinin plazma ortamının etkisi ile bařlatılmasıdır.

Plazma polimerizasyonu iki grup halinde incelenmekle beraber, bazen ortamda oluşan polimerizasyon bu iki halin karıřımı řeklinde de olabilir.

Plazma ortamının etkisi ile oluşan polimerler "plazma polimeri" olarak adlandırılırlar. Plazma polimerleri ince bir film halinde oluşur. Bu özelliklerinden dolayı, bu polimerler

plazma ortamına yerleştirilen çeşitli yüzeyler üzerine kaplanabilirler. Bunlar metallere, yarı iletkenlere, cam ve silikaya kadar birçok maddeyi kapsar. Kaplanacak yüzey polimer yapıda bir madde ise, plazma polimerizasyonu yüzeye yapılmış bir çeşit ek polimerizasyon olarak kabul edilebilir (Biederman, 1992, Chapter 2).

Plazma polimerizasyonu ile bir çok malzemenin yüzeyi modifiye edilebilmektedir. Plazma polimerizasyon yöntemi diş hekimliğinde çeşitli polimerik veya metal esaslı maddelerin modifikasyonu için kullanılabilir. Titanyum implantların yüzey özelliklerinin glow-discharge yöntemi ile işlenmesinin, yüzey oksit tabakası üzerinde olumlu bir etkisi olduğu belirtilmiştir (Huré ve ark., 1996). Ayrıca glow-discharge yöntemi ile işlenen titanyum implantların yüzey enerjilerinde önemli bir artış gözlemlendiği bildirilmiştir (Linkow ve ark.,1993; Kipaldi ve ark., 1994). Plazma ile modifiye edilmiş güçlendirici liflerin, PMMA (Poli Metil Metakrilat) esaslı geçici restorasyonların yapısına katıldığında önemli bir direnç artışına neden olduğu gösterilmiştir (Shamadzadeh, 1997). Glow-discharge işleminin etkisi PMMA esaslı protez kaide materyalleri için de incelenmiştir (Bellesort, 1997). Bu yöntemin silikon esaslı ölçü malzemelerinin yüzey enerjileri üzerindeki etkisi de araştırmacılar tarafından halen incelenmektedir (Bochiechio, 1991; Fernandes, 1992; Vassilakos, 1993; Özden, 1997).

#### **1.7.1.1. Plazma Ortamına Yerleştirilen Maddelerin Yüzeylerinin Etkileşimleri**

Glow-discharge ile oluşan plazma ortamına dışarıdan herhangi bir madde yerleştirilirse, bu maddenin yüzeyi ortamdaki elektronlar, iyonlar ve yüksüz parçacıklar ile etkileşir. Bu parçacıklar ortama yerleştirilen maddenin yüzeyini plazmanın elektrik potansiyeli etkisi ile bir nevi bombardımana tabi tutarlar.

Ortamdaki maddenin iyonlar ile bombardımanı, yüzeyde başlıca şu etkilere neden olur:

- Yüzeyde serbest radikallerin oluşması
- Yüzeye ortamdaki moleküllerin adsorbsiyonu
- Önceden varolan artıkların yüzeyden temizlenmesi

-Adsorbe olan moleküllere ek yapılar bağlanması, uyarılması veya iyonizasyonu

Ortamdaki maddenin yüzeyinin elektronlar ile bombardımanı ise yine benzer olarak yüzeyde şu etkileri gösterir:

-Yüzeye ek yapılar bağlanması

-Yüzeyde adsorbsiyon ve desorbsiyon (adsorbsiyonun tersi) oluşması

Plazma ortamı yüksüz bir gaz tarafından oluşturulmuş ise; (örneğin, monomer yapıda bir gaz) bu gaz plazma ortamında parçalanarak yüksüz parçacıklar oluşturur. Bu yüksüz parçacıkların, ortama yerleştirilen yüzeyi bombardımanı aşağıdaki etkileri meydana getirir:

-Yüksüz moleküllerin yüzey tarafından adsorbsiyonu

Bu adsorbsiyon iki şekilde oluşur:

a. Moleküllerin yüzey tarafından fiziksel olarak Van der Waals kuvvetlerinin etkisi ile adsorbe edilmesi

b. Moleküllerin yüzey ile kimyasal bağ kurarak adsorbe edilmesi

Plazma ortamına yerleştirilen maddenin yüzeyinin ortam ile olan etkileşimleri yukarıdaki gibi basitçe özetlenmeye çalışılsa da; pratikte, bahsedilen etkilerin bir çoğu aynı anda oluşur ve çoğu durumda yüzeyde oluşan reaksiyonu tüm detayları ile açıklamak mümkün olmayabilir (Yasuda, 1990; Schram, 1990; Biederman, 1992; Chapter 3).

### 1.7.1.2. Plazma Ortamının Polimer Yüzeylerde Etkisi

Polimer yüzeylerin modifikasyonu ve temizliği için plazma kullanımı büyük önem taşımaktadır.

farklıdır (metaller, camlar vb.). Polimer yapı, içinde veya yüzeyinde çok daha kolay olarak tekrardan sıralanabilir.

Polimer yapıdaki hidrofilik uçların dönmesi ve yapının hidrofobik yapı kazanmasının engellenebilmesi için etkili yollardan biri, plazma polimerlerinin kaplanmasıdır. Burada hidrofilik gruplar oksijen plazması ile yaratılırlar. Yüksek oranda çapraz bağlı yapı, hidrofilik yapının tekrar içe dönmesine izin vermeyecektir.

Gaz plazma ve polimer yüzeyi arasında iki tip reaksiyon gözlenebilir. Plazma, direk olarak polimer ile yüzeyi dağlayabilir (etch) ve/veya hava, kullanılan ortamlarda yüzeyi kimyasal olarak okside edebilir. Diğer bir etki de; plazmanın, genel plazma yapısında ve polimer yüzeyinde serbest radikaller yaratmasıdır. Bu radikaller yüzeye yeni polimer depozisyonuna olanak sağlarlar. Öncelikli olarak etkin olan reaksiyon; gazın yapısı, polimer yapı, reaktör dizaynı ve deşarj şartlarına bağlı olarak değişir.

Plazma polimer depozisyonu için kullanılan gazlar; etilen, perflorlanmış hidrokarbonlar, tetrafloretillen veya farklı organik maddelerin buharları olabilir. Kaplamalar genellikle çok ince, belki birkaç tek molekül kalınlığındadır. Çoğu kaplamalar düzgün bir şekilde çapraz bağlanmış süreklilik göstermektedirler. Bu kaplamalar yüzey ile aralarında çok önemli fiziksel farklılıklar (elastik modül vb.) olmadığı veya solüsyon polimer ile olan özel etkileşimden dolayı kaplamayı kolayca geçmediği sürece yüzeyde kalırlar.

Plazma ile kaplanmış polimerin bileşimi birincil olarak yapıdaki gazın ve buharın bileşimi, daha sonra sırasıyla güç seviyesi, akış miktarı ve reaktör basıncından etkilenir. Kaplanmış polimer bileşimi ve molekül yapısı oldukça komplekstir ve tam olarak analizi oldukça zor olan birçok farklı kimyasal grup ihtiva eder (Biederman, 1992. Chapter 5).

Plazma polimerizasyonu, çok ince filmler ile kaplanmış malzemelerin üretilmesini mümkün kılar. Buna bağlı diğer avantajlar ise; (1) kaplamanın tüm yapının topografisini etkilemeyecek kadar ince olarak uygulanabilmesi, (2) yüzey modifikasyonunun materyalin ana yapısı bozulmadan gerçekleştirilebilmesi, (3) kaplamanın düşük moleküler ağırlıktaki yapıların polimerden uzaklaşmasını, dış ortamdaki yapıların ise

polimer yapıya sızmasını engellemesi, (4) kaplamanın güvenli bir akış ortamı sağlaması şeklinde özetlenebilir (Hoffman, 1988; Pişkin, 1992).

### 1.7.2. Sürfaktanlar

Polimerik yapıda olan elastomerik ölçü maddelerinin yüzey özelliklerinin iyileştirilmesinde sürfaktan olarak isimlendirilen kimyasallar kullanılabilir.

Sürfaktanlar yüzeyler arasındaki teması arttırmak amacıyla kullanılan kimyasal maddelerdir. Sürfaktan, yüzey aktif ajanın kısaltılmış halidir (Surface: yüzey. Active: aktif) ve yüzeyde aktif anlamına gelmektedir. Sözü geçen yüzey, katı-sıvı, hava-sıvı veya sıvı-sıvı arasında olabilir. Bu kimyasallar çok az miktarlarda bile, katıldıkları çözeltilerin serbest yüzey enerjilerini düşürürler. Bu maddeler, örneğin su gibi serbest yüzey enerjisi yüksek olan sıvıların, yüzey enerjilerini düşürerek temasta oldukları yüzeylere kolayca nüfuz ederler (Myers, 1988, Chapter; Maurice, 1998).

Hidrofil grup moleküle suda çözünebilirlik ve ıslatabilirlik özelliği kazandırır (Şekil 1.3.). Sürfaktanlar kimyasal yapılarında hidrofob bir grup ile hidrofil bir kısım içerirler.



Şekil 1.3. Sürfaktan molekülünün genel yapısı (Myers, 1988)

Hidrofobik grubun iki önemli görevi vardır: Bunlardan birincisi; moleküllerin su-gaz ara yüzeyinde adsorbe olmalarını sağlayacak uygun çözünürlük özellikleri sağlamak; ikincisi ise sıvı ara yüzeyi ve temas eden gaz molekülleri arasındaki enerji etkileşimlerini uyarmaktır.

Sürfaktanın solüsyon içinde çözülmüş haldeyken birincil özelliği, tüm sıvı yapıya oranlandığında yüzeydeki konsantrasyonunun daha yüksek olmasıdır (Schram, 1998).

Sümfaktanlar iyon yüklerine göre;

-Anyonik

-Katyonik

-Non-iyonik

-Amfoterik olarak dört grup altında incelenir.

Anyonlar negatif yük taşıyan iyonlardır. Anyonik sümfaktanlar suda çözüldüklerinde anyon oluştururlar. Temizleyicilik yeteneđi fazla ve fiyatının ucuz olması nedeniyle deterjan yapımında kullanılırlar.

Kasyonlar pozitif yüklü iyonlardır. Katyonik sümfaktanlar suda çözüldüklerinde katyon oluştururlar. Bakteriyostatik özelliklerinden dolayı kozmetik alanında ve ilaçlarda antiseptik ve ayrıca antistatik ajan olarak kullanılırlar. Korozyon inhibitörü, köpük önleyici, kumaş yumuşatıcı gibi çeşitli kullanım alanları da mevcuttur.

Kasyonik sümfaktanlar yüksek pH'a karşı hassastırlar. Çođu katı yüzey, negatif yüklü olduğundan kasyonlar katı yüzeylerce adsorbe edilir. Deterjan özellikleri yetersizdir. Anyonik sümfaktanlar ile kompleks yapı oluştururlar. Şu ana kadar bahsedilen anyonik ve katyonik sümfaktanlar moleküler yapılarında var olan ve çözülebilirliklerinde etken olan elektrik yükler ile tanımlanmalarına rağmen, bu durum suda yüzey aktivitesi oluşturabilme yeteneđi için vazgeçilmez bir gereklilik değildir.

Non-iyonik sümfaktanlar, suda yapıları bozulmadan geniş bir pH aralığında tesir eden yüzey aktif maddelerdir. Bunlar elektrik yükü olarak nötral yapıdadırlar. Nötral yapıdaki bu sümfaktanların yapıda elektrolit varlığından daha az etkilenme, solüsyon pH'ını daha az etkileme ve hidrofilik grupların boyutlarının dikkatli kontrol edilebilmesi gibi önemli avantajları vardır. Yüksüz olmalarından dolayı, nötral yapıdaki maddelerin için yapısında kolayca yayılabilirler. Genelde deterjan üretiminde; ayrıca gıda teknolojisinde, farmasötik ve kozmetik alanlarda kullanılırlar.

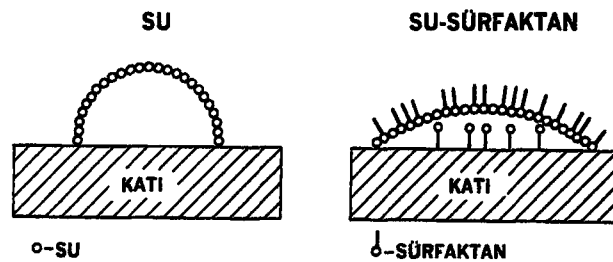
Amfoterik sümfaktanlarda, sümfaktan özelliklerinin yanında, belirgin olarak hem anyonik hem de katyonik özellikleri bulunmaktadır. Bunlar pH 8'de anyonik, pH 4'de katyonik

süpfaktan gibi davranırlar. Diđer bir deyişle bazik ortamda negatif, asit ortamda ise pozitif yüklü iyonlar verirler.

Geçirimli olma özellikleri kozmetikte yaygın olarak kullanılabilmelerini sağlar. Toplam süpfaktan üretiminin ufak bir bölümünü oluşturmalarına rağmen eşsiz kimyasal özellikleri, bu kimyasallara giderek artan bir talep oluşmasına neden olmaktadır (Myers, 1988, Chapter 2).

### 1.7.2.1. Süpfaktanların Sıvılarda Etkisi

Daha önce belirtildiđi gibi, bir sıvının yüzey gerilimi, sıvı-hava ara yüzeyindeki moleküllerin enerjileri ile belirlenir. Suya süpfaktan katılması ile, süpfaktan yüzeyde adsorbe olur, yüzey gerilimini azaltır ve ıslatabilirlik özelliđi artmış bir solüsyon elde edilmesini sağlar. Su ve hava arasındaki ara yüzey, sık olarak yerleşmiş, yüksek polariteye sahip su ve oldukça dađınık, polar olmayan hava moleküllerinden oluşur. Sonuç olarak yüzey moleküllerine etki eden dengesiz bir yük ve yüksek yüzey gerilimi olur. Suyun yüzeyi polar gruplara sahip bir kimyasal ile kaplanırsa, hava ve su arasındaki moleküler etkileşim artarken, yüzeyler arası gerilim azalır (Şekil 1.4.). Sonuç olarak sıvı yüzeyine ait moleköl yapısındaki her türlü deđişiklik, temas halindeki yüzey ile olan yüzeyler arası enerjide düşüşe neden olacaktır. Su esaslı sistemlerde süpfaktanların yüzey ve yüzeyler arası enerjiyi düşürücü etkisi her sıvıda aynı olmaz. Bunun nedeni, organik sıvılar ve süpfaktan molekülleri arasındaki enerji farkının, sıvının yüzey enerjisinde kayda deđer bir fark yaratacak kadar önemli olmamasıdır (Myers, 1988, Chapter 2).



Şekil 1.4. Süpfaktan moleküllerinin suyun yüzey enerjisi üzerine etkisi (Craig ve Peyton, 1975).

### 1.7.2.2. Sürfaktanların Katı Yüzeylerde Etkisi

Sıvıların ara yüzey özellikleri, sahip oldukları moleküler düzgünlük ve homojeniteden dolayı sürfaktanlarca kolayca etkilenebilir. Fakat katı yüzeyler, karşıt yüzey ve adsorbe edilebilir maddeler (sürfaktanlar) ile olan etkileşim ve enerji ilişkileri göze alındığında çok daha karmaşık etkiler altındadırlar. Sürfaktanların katı yüzeyindeki adsorbsiyonları, sürfaktanın kimyasal yapısı, katının yapısı ve sürfaktanın içinde bulunduğu sıvı ortamın yapısı (pH, elektrolit miktarı, sıcaklık) tarafından etkilenir.

Katı bir yüzeye sürfaktanların adsorbe olması üç şekilde olabilir:

-Hidrofobik ve katı bir yüzeyde sürfaktan molekülleri sudan kaçmak için dönerler. Sürfaktan molekülünün sudan kaçan hidrofobik uçları katının yüzeyinde toplanır ve hidrofilik uçlar suya doğru döner; böylece yüzey hidrofilik bir yapı kazanır.

-Katı yüzey ve sürfaktan arasında bağ kurulmasıdır. Adsorbe edilecek sürfaktan molekülü katı yüzeydeki benzer yapıdaki molekül ile bağ kurar.

-Sürfaktan molekülleri ve katı yüzeylerdeki elektrik yükleri de adsorbsiyonda etkili olur. Bu etkileşimler, iyon çiftlenmesi veya iyon değişimi ile meydana gelir. Bu iki mekanizma arasındaki fark şöyledir: İyon değişiminde adsorbe edilen sürfaktan molekülü yüzeyden aynı şekilde yüklenmiş olan parçacığı hareket ettirirken; iyon çiftlenmesinde, sürfaktan daha önce zıt yüke sahip bir madde ile kaplanmış bir yüzey tarafından adsorbe edilir (Myers, 1988, Chapter 8).

Polimer yüzeyler ve sürfaktan molekülleri arasındaki etkileşim kuralları, katı yüzeyler ile olandan farklı değildir. Sürfaktanın tipi (anyonik, katyonik...) ve karşıt polimerin yüzey özellikleri (non-iyonik, iyonik..) bu etkileşimde etkilidir. Özellikle biyolojik ve medikal alanda sürfaktanlardan polimerik maddelerin yüzey özelliklerinin düzenlenmesi amacıyla sıklıkla faydalanılmaktadır (Myers, 1988, Chapter 3).

### 1.8. Amaç

Dışhekimliğinde, protetik uygulamalarda başarılı bir restorasyon için net bir ölçünün alınması ve elde edilen detayların restorasyonun yapımının sürdürüleceği ana modele sağlıklı bir şekilde aktarılabilmesi önemli bir gerekliliktir. Günümüzde ölçü aşamasında birçok üstün özelliklerinden dolayı polimerik yapıda elastomerler kullanılmaktadır.

Bu ölçü maddelerinin detay kopyalayabilme yetenekleri, kopyaladıkları detayı alçı modele iletme yeteneklerinden daha iyidir. Yani başarılı şekilde kopyalanan bir yüzey aynı oranda alçı modele taşınmaz. Bu sorun ölçü malzemesi yüzeylerinin model materyali ile tam olarak ıslatılamaması nedeni ile ortaya çıkar. Günümüzde polimer yapıdaki malzemelerin ıslanabilirlik özelliklerinin iyileştirilmesi için yüzey enerjilerini arttırmaya yönelik fiziksel ve kimyasal çeşitli yöntemler geliştirilmektedir. Bu yöntemlerden bazıları, yüzeyel sürfaktan uygulanması ve ölçü materyalinin yüzey yapısında mikro değişiklikler meydana getiren plazma modifikasyon işlemidir.

Literatürde bu yöntemlerin etkilerini karşılaştırılmalı olarak inceleyen çalışmalara rastlanmamıştır. Biz çalışmamızda, bu düşünceler doğrultusunda yüzeyel sürfaktan uygulaması ve plazma yöntemi ile değiştirilen yüzey özelliklerinin model materyalinin kabarcık oluşturma, çizgisel boyutsal sabitlik ve yüzey sertliği üzerindeki etkilerinin karşılaştırmalı olarak incelenmesini amaçladık. Elde edeceğimiz sonuçlar doğrultusundaki önerilerimizin daha iyi bir model ve dolayısıyla daha başarılı bir restorasyon elde edilmesine yardımcı olabilecektir.

## 2. GEREÇ VE YÖNTEM

Çalışmalarımız, A.Ü. Dişhekimliği Fakültesi Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalı, H.Ü. Kimya Mühendisliği Biyoteknoloji Bölümü, ODTÜ Mühendislik Fakültesi Metalürji Bölümü, DDY Behiç Bey İmal ve İkmal Fabrikaları Laboratuvarları ve Kettenbach Firması Araştırma Geliştirme Departmanında yürütülmüştür.

Çalışmamızda, silikon esaslı katılma tip elastomerik ölçü maddelerinin, ıslanabilirlik yeteneklerinin artırılması hedeflenmiş ve bu amaçla ölçü maddelerine uygulanan iki farklı yüzey modifikasyon işleminin model materyalinin sertlik, çizgisel boyutsal sabitlik ve kabarcık oluşturma özellikleri üzerindeki etkileri incelenmiştir.

Çalışmamızda yüzey iyileştirme işlemleri için kullanılan ölçü maddeleri Tablo 2.1'de gösterilmiştir.

**Tablo 2.1.** Örneklerin hazırlanmasında kullanılan ölçü maddeleri

<u>ÖLÇÜ MATERYALLERİ</u>	<u>POLİMERİZASYON TİPİ</u>	<u>ÜRETİCİ FIRMA</u>
Accuflex (GC)	Katılma	GC. Chicago, A,B.D.
Aquasil (AQ)	Katılma	Dentsply. Milford, A.B.D
Panasil Contact, Plus (PC)	Katılma	Kettenbach. Eschenburg, Almanya

### 2.1. Islanabilirlik

#### 2.1.1. Örnek Hazırlama

Yüzey modifikasyon işlemleri için ölçü maddeleri üretici firma tarafından belirtilen oran ve zamanlara sadık kalınarak karıştırılan ölçü maddesi 10x8 cm. boyutlarında bir cam levha üzerine yerleştirilmiştir. Cam yüzeyler her örnek hazırlama işleminden önce likit deterjan, daha sonra etil alkol emdirilmiş bir kağıt peçete temizlenmiş ve yine ayrı bir kağıt peçete ile kurutulmuştur. Ölçü maddesi üzerine aynı boyutta ikinci bir cam levha yerleştirildikten sonra polimerizasyon boyunca iki camın üzerine 1 kg.'lık sabit bir yük

uygulanmıştır. Uygulanan sabit yük, örneklerin standart kalınlıkta hazırlanmasına olanak sağlamıştır. Ölçü malzemesi, oda sıcaklığında 10 dakika bekletilmiş ve sertleşmeyi takiben ölçü maddesi, ıslanabilirlik ölçüm cihazının haznesine uygun, 1x5 cm.'lik ve ortalama 1.5mm. kalınlığında dikdörtgenler elde edilecek şekilde bir bisturi ucu yardımı ile kesilmiştir. Hazırlanan örnek yüzeylerine temas önlenerek örnekler yüzey modifikasyon işlemleri uygulanıncaya dek kilitli polietilen torbalarda saklanmıştır.

Islanabilirlik ölçümleri için plazma, yüzeyel sürfaktan uygulaması (ticari ve non-iyonik) ve kontrol grubu olarak 4 grupta, her ölçü malzemesi için 28 adet olmak üzere toplam 84 örnek hazırlanmıştır.

## **2.2. Yüzey Modifikasyonu**

Islanabilirlik özelliğinin incelenebilmesi için hazırlanan ölçü yüzeyi örneklerine iki farklı yüzey modifikasyon yöntemi uygulanmıştır.

- Yüzeyel sürfaktan
- Plazma modifikasyonu

### **2.2.1. Yüzeyel Sürfaktan Uygulaması**

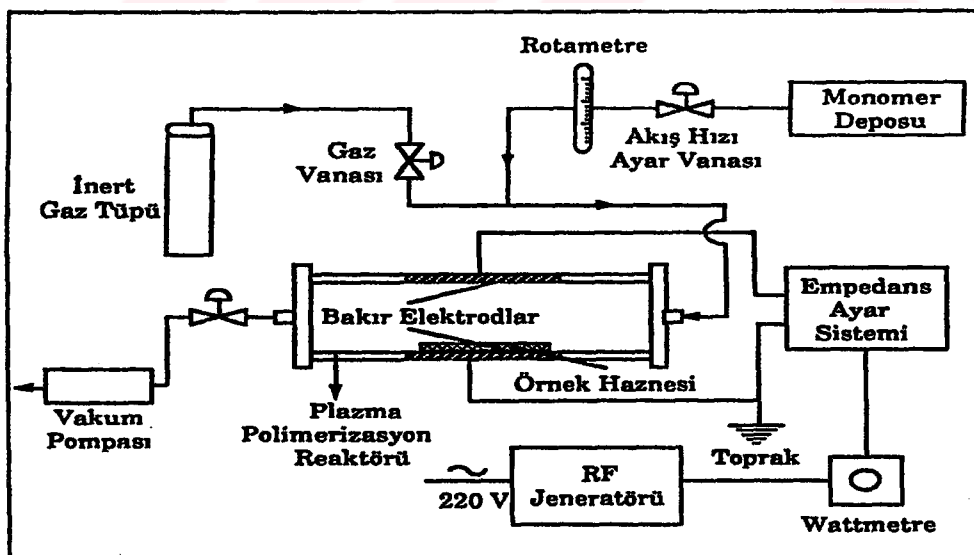
Çalışmamızda iki farklı sürfaktan kullanılmıştır. Bunlardan biri ölçü maddelerinde yüzeyel uygulama için üretilmiştir. Konsantrasyonu önceden belirlenmiş bir üründür (DeLar Surfactant, DeLar Co. Lake Oswego, A.B.D.). Diğeri ise non-iyonik yapıda bir sürfaktandır (Silwet Copolymer, Union Carbide-Witco, İsviçre). Sürfaktanların etkin olduğu optimal konsantrasyonun belirlenmesi önemlidir. Bu amaçla kullanılan saf sürfaktanın konsantrasyonu daha önce gerçekleştirdiğimiz bir ön çalışma ile %10 olarak belirlenmiştir. Kullanılan ticari tip sürfaktan ise önceden üretici firma tarafından belirlenen konsantrasyonda kullanıma hazır olarak sunulmaktadır.

Sürfaktan hazırlanan ölçü örnekleri yüzeylerine bir atomizer yardımı ile standart sayıda (1 kez) püskürtülerek uygulanmıştır. Ölçü materyalinin yüzeyinin kurumaması beklenmiş ve örnekler yüzeylere temas edilmeyecek şekilde kapalı plastik bir kaptaki saklanmıştır.

### 2.2.2. Plazma Yönteminin Uygulanması

Çalışmamızda kullanılan düzenek Şekil 2.1.'de şematik olarak gösterilmektedir. Reaktör olarak adlandırılan ve içinde plazma ortamının olduğu bölüm, 45 cm. uzunluğunda ve 6.5 cm. iç çapında pyrex camdan imal edilmiştir. Reaktör dışında, dar kenarları yay oluşturacak şekilde bükülen, 8.5 cm. genişliğinde, 18 cm. uzunluğunda iki adet bakır elektrot yüzleri birbirini görecek şekilde yerleştirilmiştir. Teflon tıkaçlar elektrotların her iki tarafında yerleştirilmiştir ve düzenli gaz akışının oluşmasını sağlamaktadırlar. Üst elektrot jeneratöre bağlanmışken, alt elektrot topraklanmıştır (Şekil 2.1).

Plazma modifikasyon yöntemi için örnekler her seferinde 15'er tane olmak üzere reaktörün içine yerleştirilerek reaktör girişi teflon tıkaçlar ile kapanmıştır. Plazma ortamının oluşabilmesi için reaktör iç basıncı 0.5 Torr'a düşürüldükten sonra, akrilik asit (AA) buharının (Merck, Darmstadt, Almanya) reaktör içine 30 ml/dk'lık hacimsel akış hızı sağlanmıştır. Basınç 2.6 Torr'a ulaşıncaya, reaktöre 13.56 MHz frekansında boşalım uygulanmıştır. Boşalım gücü 5 Watt, ekspoz zamanı ise 20 dakika olarak belirlenmiştir. Böylece belli bir süre ve güçte gerçekleştirilen kaplamadan sonra plazma reaktöründen çıkarılan örnekler, yüzeyel aktif grupların kontaminasyonunun engellenmesi için geçirimsiz bir cam muhafazada, argon atmosferinde saklanmıştır.

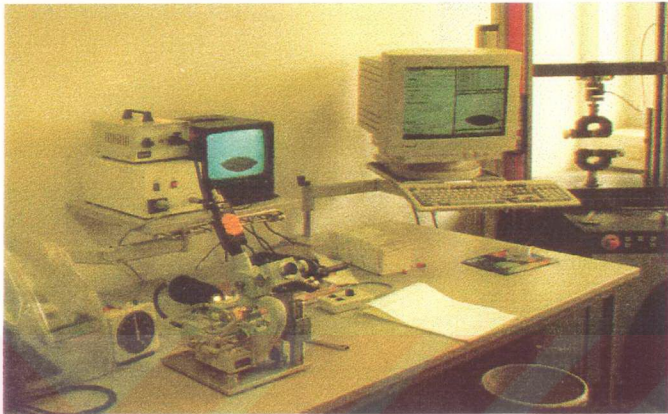


Şekil 2.1. Plazma modifikasyon düzenekinin şematik gösterimi

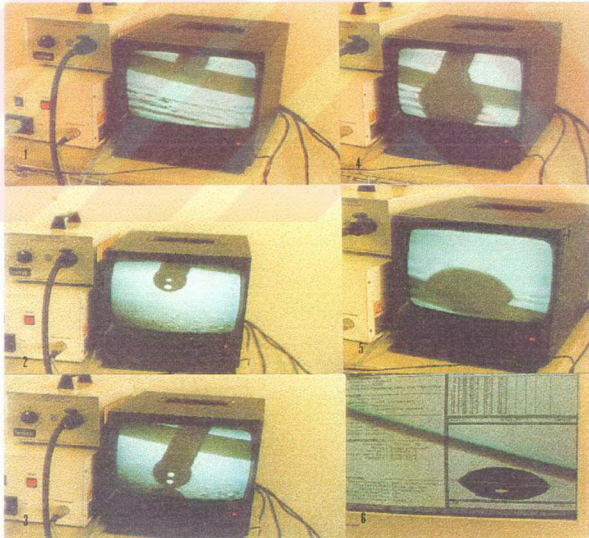
### 2.3. Islanabilirlik Ölçümleri

Yüzey modifikasyonu uygulanan toplam 63 adet ölçü yüzeylerinin ıslanabilirlik ölçümlerinin yapılabilmesi için, G1 (Krüss, Hamburg, Almanya) temas açısı ölçüm cihazı kullanılmıştır (Resim 2.1). Cihaz dijital teknoloji kullanarak, sessile drop tekniği ile temas açısı ölçümü yapmaktadır.

Örnekler, örnek haznesine yerleştirildikten sonra sıcaklık ve nem değişkenlerinin yaratacağı etkileri minimuma indirmek amacı ile, haznedeki ortam termostat ve nem ayarlama aleti yardımı ile ortalama oda sıcaklığı olarak kabul edilen 20<sup>0</sup> C'de sabitlenmiştir. Dijital bir video kamera (82C XC 77CE Sony, Japonya) yardımı ile televizyon ekranına aktarılan örnek yüzeyinin görüntüsü netleştirilmiştir. Test sıvısı olarak seçilen distile su ihtiva eden bir şırınga örnek yüzeyine dişli bir sistem yardımı ile yaklaştırılmış ve standart miktarda (0.05 ml.) sıvı motorlu bir dozlama sistemi kullanılarak yüzeye yerleştirilmiştir. Bu durumda, damlacık ve yüzey temas halinde iken şırınga ucu yavaşça yüzeyden uzaklaştırılmış ve böylece damlacığın teması ile oluşan yüzeydeki dinamik değişikliklerin daha sağlıklı incelenmesi amaçlanmıştır. Damlacığın yüzeye temasından sonra oluşan görüntü dijital kamera tarafından dijitize edilmiş ve bilgiler bir görüntü analizi yazılımı tarafından bilgisayar ortamında değerlendirilmiştir. Şekillenen damlacık yardımı ile sıvı, katı ve gaz temas yüzeyinde oluşan açı ölçülmüştür. Yazılım farklı zaman ve aralıklarda temas açısının ölçülmesini sağlamaktadır. Çalışmamız için 0.6 saniyeden 208.7 saniyeye dek logaritmik bir aralık artışı gösteren 30 adet zaman aralığı seçilmiştir. Böyle bir artış seçilmesindeki amaç, akıcı halde hazırlanan sert alçının, ölçü yüzeyine uygulanmasından itibaren akışkanlığında azalma göstererek sertleşmesi ve maddenin ölçü üzerine yayılımını ilk birkaç saniyede gerçekleştirmesidir. Başlangıç olarak seçilen 0.6 saniye damlacığın, metal damlatma ucundan tam olarak kopmasının sağlanabilmesi için yeterli ilk zaman aralığıdır. İlk başta seçilen daha sıkışık zaman aralıkları bu kritik zamanın incelenmesinde daha detaylı veri sağlamıştır. Yüzeye temastan itibaren ölçüm değerleri, damlacığın sağ ve sol temas açılarının dijital görüntü üzerinden ayrı ayrı hesaplanıp aritmetik ortalamalarının alınması ile belirlenmiştir (Resim 2.2).



Resim 2.1. Temas açısı ölçüm cihazı



Resim 2.2. Temas açısı ölçüm aşamaları: (1) Uygulayıcı uç ve yüzey. (2, 3) Su damlası. (4) Su damlasının yüzeyle temas anı. (5) Su damlası yüzeyde. (6) Temas açısının dijital olarak ölçülmesi

## 2.4. Model Materyali Üzerine Etkiler

Yüzeý modifikasyon işlemlerinin model materyali üzerinde, kabarcık oluřturma, çizgisel boyutsal sabitlik ve yüzeý sertlięi açısından etkilerinin incelenebilmesi amacıyla her ölçü malzemesi için yeniden örnek hazırlanmıştır. Hazırlanan bu örnek yüzeýlerine daha önce belirtilen şartlarda modifikasyon işlemleri yeniden uygulanmıştır. Daha sonra elde edilen sert alçı modeller üzerinde farklı metotlar ile bu etkiler araştırılmıştır.

### 2.4.1. Kabarcık Oluřturma

#### 2.4.1.1. Örnek Hazırlama

Kabarcık oluřturma testi için, Vassilakos ve ark.'nın (1993) çalışmalarından esinlenerek hazırlanan bölümlendirilmiş metal kalıp, Şekil 2.2'de görölmektedir.

Kullanılan metal kalıp 18,8 mm. çaplı silindirik pirinç bir bloktur. Kabarcık oluřturma testi için metal bloęun dairesel yüzeýlerinden birinin işlenmesi ile oluřturulan 18,8 mm. çapında ve 6 mm. yüksekliğinde bir bölüm kullanılmıştır. Hazırlanan bu bölümün boynundaki omuz şeklindeki 1,5 mm.'lik çevresel çıkıntı ölçü taşıma halkası için durdurucu görevi yapmaktadır. 15,2 mm. çapındaki bölüm 1 mm.'lik kenar uzunluęunda kareler oluřturacak şekilde bölümlendirilmiş ve kareler arası uzaklık 0,8 mm., derinlik ise 0,5 mm. olacak şekilde hazırlanmıştır (Şekil 2.2).

Hazırlanan silindirik day üzerine çevresel omuz çıkıntısına oturacak şekilde üst bölümü kapalı silindirik bir pirinç ölçü taşıma kařığı hazırlanmıştır. Ölçü malzemesine yer saęlamak amacı ile taşıma kařığı ve bölümlendirilmiş kısım arası 2 mm'lik bir boşluk bırakılmıştır.

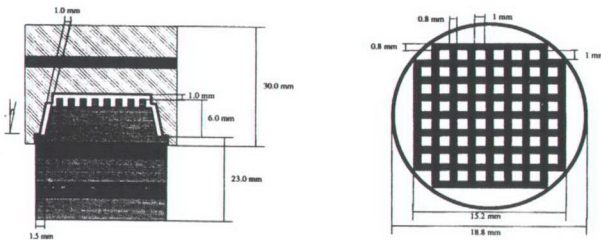
Karıştırılan ölçü malzemeleri, metal bir ölçü şırıngası ile bölümlendirilmiş bölgenin üzerine yerleştirilmiştir. Standardizasyonun saęlanabilmesi için ölçü şırıngasının ucu yardımı ile ölçü malzemesi, bölümlendirilmiş bölgenin merkezinden başlayıp çevresel olarak tüm alanı kaplayacak şekilde uygulanmıştır. Daha sonra bu bölgenin üzerine pirinç taşıma kařığı yerleştirilmiş, metal day ve kařık, 500 gr'lık sabit yük altında 10

dakika boyunca polimerize oluncaya kadar beklenmiştir. Polimerize olmuş kontrol grubu dışındaki örnekler, yüzey modifikasyon işlemlerine tabii tutulmuş ve daha sonra tekrar metal kalıp içine yerleştirilerek, sert alçı modellerin hazırlanmasına geçilmiştir.

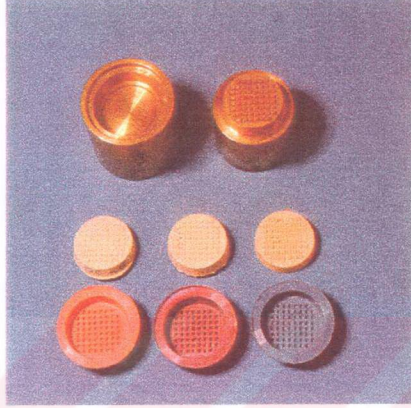
Çalışmamızda model materyali olarak Tip IV sert alçı kullanılmıştır (Duralit S, Degussa, Frankfurt, Almanya). Alçı üretici firma önerileri doğrultusunda 100gr/22ml toz su oranı gözönüne alınarak hazırlanmıştır. Oran hatalarının minimuma indirilebilmesi için, alçı dijital ekranlı elektronik bir terazi kullanılarak tartılmıştır (Sartorius, Fransa) ve distile su hacminin belirlenmesi için cam pipet kullanılmıştır. Su toz karışımı elastik bir bolde 10 saniye boyunca elle, daha sonra otomatik bir alçı karıştırma makinasında (Motova, Bego, Almanya) 30 saniye boyunca sabit basınç altında karıştırılmıştır.

Ölçüdeki negatif boşluklara adaptasyonunun iyileştirilmesi için alçı su karışımı, vibratör üzerine yerleştirilmiş olan metal test bloğu içindeki ölçü malzemesi üzerine orta boy bir suluboya fırçası yardımı ile uygulanmıştır. Standardizasyonun korunabilmesi için uygulama hafifçe nemlendirilmiş fırça ucunun ölçünün merkez bölgesinde 5 kez ileri geri hareket ettirilmesi şeklinde gerçekleştirilmiştir. Daha sonra alçı önce yüksek sonra düşük vibrasyon frekansında dökülmüş ve alçının oda sıcaklığında sertleşmesi için 20 dakika beklenmiştir. Ölçü malzemesinden ayrılan alçı örnekler kapalı polietilen torbalar içinde saklanmıştır.

Kabarcık oluşturma testi için, kontrol dahil her bir modifikasyon yöntemi ile 40 örnek olmak üzere, üç farklı marka ölçü malzemesi için toplam 120 örnek hazırlanmıştır.



Şekil 2.2. Kabarcık oluşturma testi için hazırlanmış metal model, (Vassilakos ve ark., 1993).



**Resim 2.3.** Kabarcık oluşturma testinde kullanılan metal, alçı model ve ölçü örnekleri

#### 2.4.1.2. Ölçüm

Kabarcık sayımı X25 büyütme altında portatif bir mikroskop (Specwell, Cole Parmer Instruments, A.B.D.) ile sabit uzaklık ve aydınlatma kullanılarak yapılmıştır.

Büyütme altında, alçı modeller üzerinde ortada kalan 36 adet karenin kopyalanamamış eksik köşeleri sayılarak skorlama sağlanmıştır.

#### 2.4.2. Çizgisel Boyutsal Sabitlik

##### 2.4.2.1. Örnek Hazırlama

Örneklerin hazırlanması için Amerikan Dişhekimliği Birliği'nin (ADA) 19 no'lu spesikasyonunda boyutsal sabitlik için önerilen ölçülere uygun şekilde hazırlanan, bir test bloğundan faydalanılmıştır (Şekil 2.3.)

Kullanılan metal kalıp 38 mm çapında silindirik bir bloktur. Çizgisel boyutsal sabitlik ölçümü için metal bloğun dairesel yüzeylerinden birinin işlenmesi ile oluşturulan 29.97

mm çapında ve 3mm yüksekliğinde bir bölüm kullanılmıştır. Bu bölümde birbirine paralel uzanan belirli genişlik ve derinlikteki 3 adet çizgi yine birbirine paralel iki ayrı çizgi tarafından dik olarak kesilmiştir (Şekil 2.3. A)

Karıştırılan ölçü maddeleri önce bir miktarı özel bir metal ölçü şırıngası (Espe. Almanya) ile test bloğunun kopyalanacak yüzeyine enjekte edilmiş, kritik çizgilerin ölçü maddesi ile kaplanmasından sonra geri kalan kısmı bir spatül yardımı ile yüzeye yerleştirilmiştir. Ölçü malzemesinin kalıplanabilmesi için, kopyalanacak yüzeyi çevreleyecek şekilde hazırlanmış metal bir halka (Şekil 2.3. B) ve halkanın dışa bakan yüzeyinin iç çapına uygun genişlikteki silindirik bir metal kapak (Şekil 2.3. C) ölçü malzemesi polimerize olmadan, dışa bakan yüzeyine yerleştirilmiş ve 500 gr.'lık sabit bir ağırlık altında ölçü malzemesi ve metal test bloğu 10 dakika boyunca bekletilmiştir. Kontrol grubu dışındaki ölçü materyali örneklerine yüzey modifikasyon işlemleri uygulanmış ve daha sonra model materyalinin şekillendirilmesine geçilmiştir. Model materyalinin şekillenebilmesi için ana test bloğunun kopyalanma yüzeyinin dış çapına uygun ek bir metal halka hazırlanmıştır (Şekil 2.3 D). Ek parçanın bloğa yerleştirilmesi ile oluşan bölgeye, kalıplanmış ölçü malzemesi kopyalanan yüzey dışa bakacak şekilde tam adaptasyonu kontrol edilerek yerleştirilmiştir. Karıştırılan sert alçı daha önce belirtildiği şekilde dökülerek alçı modeller elde edilmiştir.

Çizgisel boyutsal sabitlik testi için, kontrol dahil her bir modifikasyon yöntemi ile 40 örnek olmak üzere, üç farklı marka ölçü malzemesi için toplam 120 örnek hazırlanmıştır.



**Resim 2.4.** Çizgisel boyutsal sabitlik testleri için hazırlanmış metal model, ölçü malzemesi ve alçı model

#### 2.4.2.2. Ölçüm

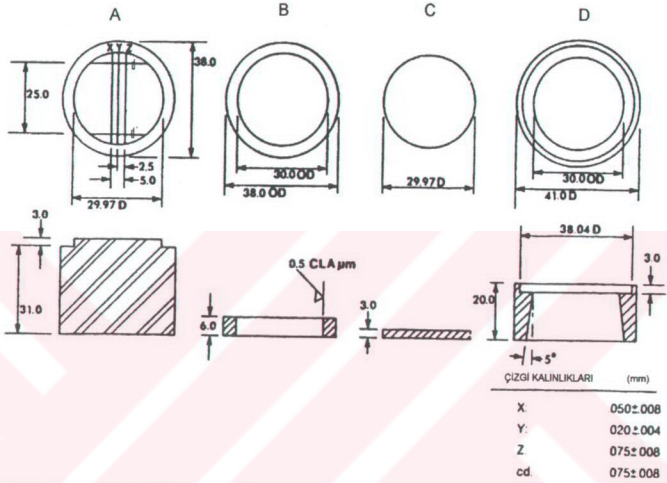
Boyutsal sabitlik ölçümleri iki boyutlu olarak, çizgisel boyutsal sabitlik yöntemi ile yapılmıştır. Tüm alçı modeller ölçü mikroskopunda incelenmiştir (The Precision Tools and Instruments Co. Ltd., Surrey, İngiltere) ölçüm sonuçları ADA'nın 19 no'lu spesifikasyonu tanımlamalarına göre değerlendirilmiştir.

Hesaplamalar pirinç indeks'e göre yapılmıştır. Şekil 2.3. A'da gösterilen d ve d' arasındaki mesafe 30 büyütme altında ölçüm mikroskopunun izin verdiği maksimum değer olan 0.005 mm'lik netlik ile kaydedilmiştir. Boyutsal netlik sonuçları değişiklik ( $\Delta L$ ) olarak belirtilip, aşağıda verilen ifade ile değerlendirilmiştir:

$$\Delta L = 100(L_2 - L_1 / L_1)$$

$L_1$  pirinç indeksteki kesişim noktaları arasındaki d ve d' arasındaki mesafedir.

$L_2$  aynı noktaların alçı modeller arasındaki uzaklığıdır



Şekil 2.3. Çizgisel boyutsal sabitlik ve yüzey sertliği testinde kullanılan test kalıbının şematik görünümü

### 2.4.3. Yüzey Sertliği

#### 2.4.3.1. Örnek Hazırlama

Yüzey sertliği ölçümlerini için, çizgisel boyutsal sabitlik testinde kullanılan test bloğuna ek bir ara parça hazırlanmıştır (Şekil 2.3. D). Bu ara parça ile, aynı çapta dairesel olarak hazırlanan ölçü yüzeyi üzerine model materyalinin yerleştirilmesi sağlanmıştır. Ölçü maddesi bu halka içine yerleştirildikten sonra, düz bir yüzey elde edilebilmesi için halka iki cam levha arasında 500 gr.'lık yük altında sıkıştırılmış ve oda sıcaklığında 10 dakika boyunca polimerize olmaya bırakılmıştır. Kontrol grubu dışındaki ölçü materyallerine yüzey modifikasyonu uygulanmıştır.

Daha sonra ara parça içine yerleştirilen ölçü malzemesinin üzerine model materyali dökülmüş ve 20 dakika boyunca oda sıcaklığında alçı sertleşinceye dek beklenmiştir. Ölçüm yapılınca kadar alçı örnekler laboratuvar şartlarının taklit edilmesi amacıyla açık hava ortamında 2 gün süre ile bekletilmiştir.

Yüzey sertliği testleri için kontrol dahil her bir modifikasyon yöntemi ile 40 örnek olmak üzere, üç farklı marka ölçü malzemesi için toplam 120 örnek hazırlanmıştır.



**Resim 2.5.** Yüzey sertliği testi için hazırlanmış metal model, ölçü malzemesi ve alçı model

### 2.4.3.2. Ölçüm

Yüzey sertliği ölçümleri Rockwell yöntemi ile ölçüm yapabilen bir yüzey sertliği test cihazında (160 RODI Gnehm, Horgen, İsviçre) yürütülmüştür (Resim 2.6.).

Test edilecek yüzeyde ölçüm yapabileceği uygun yük ve süre kombinasyonu seçilmediği takdirde, yüzeye yükleme yapmasına rağmen oluşan izin değerini hesaplamamaktadır. Bu yüzden yüzey sertliği ölçümü için, test edilen materyalin fiziksel özelliklerine uygun olarak 10 saniye süre ve 15 kg.'lık bir kuvvet uygulanması seçilmiştir. Seçilen yük ve uygulama süresi için cihazın kullanım bilgileri rehber olmuştur. Cihazın iz bırakıcı tungsten ucu 1/16 inch çapındadır. Ölçüm yapılacak alçı modeller cihaz tablasına yerleştirilmiş ve belirlenen kuvvet yüzeye uygulanmıştır. Ölçümlerin birbirini etkilememesi için, ölçüm ucunun bir önceki izden en az 3 mm. uzakta yerleştirilmesine

dikkat edilmiştir. Yükleme sonucu oluşan izin değeri cihaz tarafından otomatik olarak hesaplanmakta ve dijital bir ekran üzerinde gösterilmektedir.



Resim 2.6. Yüzey sertliği ölçüm cihazı

### 3. BULGULAR

Çalışmamızda üç farklı, silikon esaslı katılma tipi elastomerik ölçü maddesinin yüzeylerine ıslanabilirlik özelliklerinin artırılması amacıyla uygulanan üç farklı yüzey modifikasyon işleminin etkisi incelenmiştir. Modifiye edilmiş ölçü yüzeylerinden elde edilen modellerin üzerindeki işlemlerin, çizgisel boyutsal sabitlik, yüzey sertliği ve kabarcık oluşturma özelliklerine etkisini araştırılmış ve bulgular istatistiksel olarak değerlendirilmiştir.

#### 3.1. Islanabilirlik

Islanabilirlik incelemelerinde, ölçü maddelerine uygulanan yüzey modifikasyon yöntemlerinin (plazma işlemi, non-iyonik sürfaktan (silwet), ticari sürfaktan (DeLar) etkisi seçilen üç farklı zamanda (0.6., 30.7., 210.8. s), zamanların tek tek etkileri ile materyal (ölçü maddesi), metot (modifikasyon yöntemi) ve zamanının birlikte etkileri varyans analizi ile incelenmiştir. Kullanılan ölçü maddesi, modifikasyon yöntemi ve zamanın ıslanabilirlik üzerine etkisi önemli bulunmuştur ( $p<0.001$ ). Bir başka deyişle ölçü maddesi, modifikasyon yöntemi, zaman interaksiyonu istatistiksel olarak önemlidir ( $p<0.001$ ). Bu yüzden değerlendirmesi ayrı ayrı yapılmıştır.

#### 3.1.1. Islanabilirlik Bakımından Zaman ve Modifikasyon Yöntemlerine Göre Ölçü Maddelerinin İncelenmesi

##### (Tablo 3.1. Şekil 3.1.a,b,c,d)

Ölçü malzemeleri arasındaki farklılıklar tüm zamanlarda ve modifikasyon yöntemlerinde aynı kalmamakta; kullanılan modifikasyon yöntemine ve zamana göre değişmektedir. Bu durumda, ölçü maddesi ortalamaları arası farklılıklar modifikasyon yöntemi ve her zamanda ayrı ayrı Duncan testi ile değerlendirilmiştir. Tablolardaki farklı harfler (A,B,C) hangi metotlar arasında fark olduğunu göstermektedir.

**Tablo 3.1.** İslanabilirlik bakımından zaman ve modifikasyon yöntemine göre ölçü maddesinin karşılaştırılması

YÖNTEM		ZAMAN (s)								
		0.6		30.7		210.8				
		ORTALAMA	STAN DART HATA	ORTALAMA	STAN DART HATA	ORTALAMA	STAN DART HATA			
KONTROL	GC	50.33	B	2.80	38.18	C	2.25	50.48	B	2.42
	AQ	84.13	A	2.48	62.68	B	1.16	46.83	B	1.84
	PC	80.78	A	2.61	73.43	A	.84	71.05	A	1.85
SILWET	GC	48.48	A	.73	42.35	A	1.05	28.93	A	1.82
	AQ	58.08	C	2.25	41.45	A	2.60	23.13	B	2.77
	PC	43.58	B	2.77	35.93	B	1.92	25.70	A	1.77
PLAZMA	GC	43.53	C	1.28	24.47	B	.67	11.32	B	1.90
	AQ	51.25	B	3.63	17.72	C	1.38	5.95	C	.52
	PC	69.98	A	1.67	48.35	A	1.01	28.02	A	1.07
DELAR	GC	84.07	A	2.67	52.92	B	1.24	44.37	B	1.51
	AQ	58.97	B	3.00	46.96	C	3.17	35.23	C	4.95
	PC	83.83	A	.99	77.45	A	1.36	66.15	A	1.21

Not. Karşılaştırmada düşük değer daha iyi ıslanabilirliği göstermektedir. Tablo yukarıdan aşağıya doğru değerlendirilecektir..

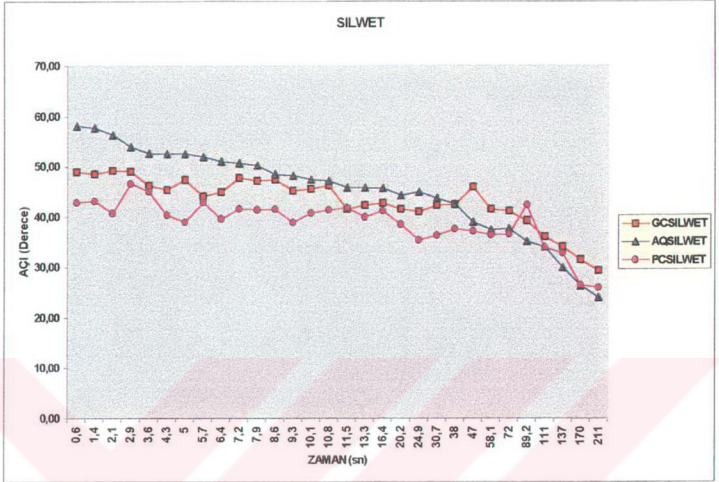
Kontrol gruplarının, başlangıç ölçüm zamanı olan 0.6. saniyedeki ıslanabilirlik değerlerinin zaman göre değişimi gözönüne alındığında, en iyi değeri GC gösterirken; AQ ve PC arasında fark bulunmamıştır. İlerleyen zamanla birlikte AQ'nun ıslanabilirliğinde bariz bir artış gözlenmektedir. Son ölçüm zamanı olan 210.8. saniyeye kadar AQ'de gözlenen değişim devam etmekte ve sonuçta GC ile aynı derecede iyi ıslanabilirlik değerine sahip olmaktadır. Bu ölçüm boyunca PC'de başlangıç değerinden itibaren ıslanabilirlikte bariz bir değişim gözlenmemektedir.

Non-iyonik yapıdaki sürfaktanın (silwet) etkinliği zamana karşı incelendiğinde; ilk ölçüm değerleri, diğer modifikasyon yöntemlerinden farklı olarak birbirine yaklaştırmıştır. Tüm ölçü maddeleri için ıslanabilirlik benzer şekilde azalmış ve son ölçüm zamanında en düşük seviyeye inmiştir.

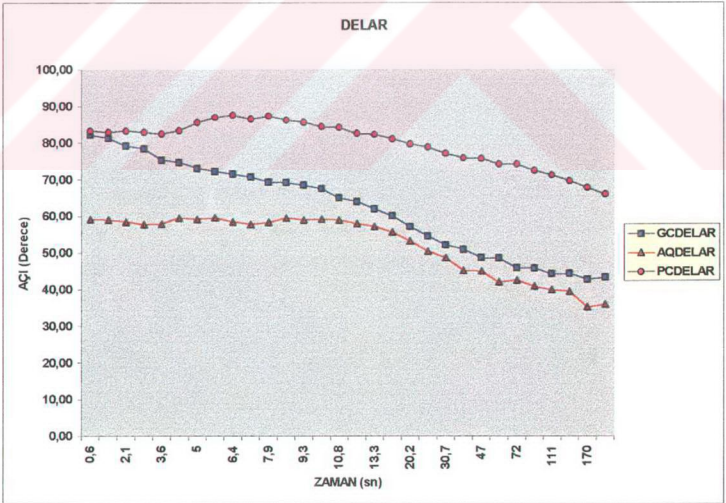
Plazma modifikasyonunun etkinliđinin zamana karřı etkisi incelendiđinde 0.6. saniyede en iyi ıslanabilirlik deđerini GC gsterirken; bunu sırasıyla AQ ve PC takip etmektedir. Islanabilirlik özelliđi, tüm ölçü maddelerinde zamanla birlikte hızlı bir şekilde artmaktadır. Bu artış AQ için diđer ölçü malzemelerine göre daha hızlı olmakta ve son ölçüm zamanında GC ile çok yakın ıslanabilirlik deđerine ulaşmaktadır. PC, bu modifikasyon yönteminden diđer ölçü malzemeleri gibi olumlu yönde etkilense de, ıslanabilirlik deđerindeki azalma diđerlerinden daha düşük olarak kalmaktadır.

Ticari tip sürfaktan (DeLar) incelendiđinde; başlangıç zamanı için en iyi deđere sahip ölçü malzemesi AQ'dir. PC ve GC bu zaman için aynı oranda ıslanabilirlik deđerine sahiptir. Tüm ölçü malzemelerinde ilerleyen zamanla birlikte daha iyi ıslanabilirlik deđerleri gözlenmektedir. Islanabilirlikteki artış, PC ile karşılaştırıldığında GC'de daha hızlı oluşmakta ve son ölçüm zamanında GC ve AQ yakın ıslanabilirlik deđerlerine sahip olmaktadır.





Şekil 3.1.c.



Şekil 3.1.d

Şekil 3.1.a,b,c,d. Modifikasyon yöntemlerinin, ölçü maddelerinin ıslanabilirliği üzerine etkisinin zaman bağılı olarak değişimi.

### 3.1.2. İslanabilirlik Bakımından Modifikasyon yöntemi ve Ölçü Maddesine Göre Zamanların İncelenmesi

(Tablo 3.2., Şekil 3.2.a,b,c)

Modifikasyon yöntemi ortalamaları arası farklılıklar da kullanılan ölçü maddesi ve zamana göre değişmekte; aynı kalmamaktadır. Bu durumda modifikasyon yöntemleri arası farklılıklar her ölçü maddesi ve her zamanda ayrı ayrı Duncan testi ile değerlendirilmiştir. Sonuçlar Tablo 3.2.'de verilmiş ve Şekil 3.2.a,b,c'de grafiksel olarak belirtilmiştir.

**Tablo 3.2.** Modifikasyon yöntemi ve ölçü maddesine göre zamanların karşılaştırılması.

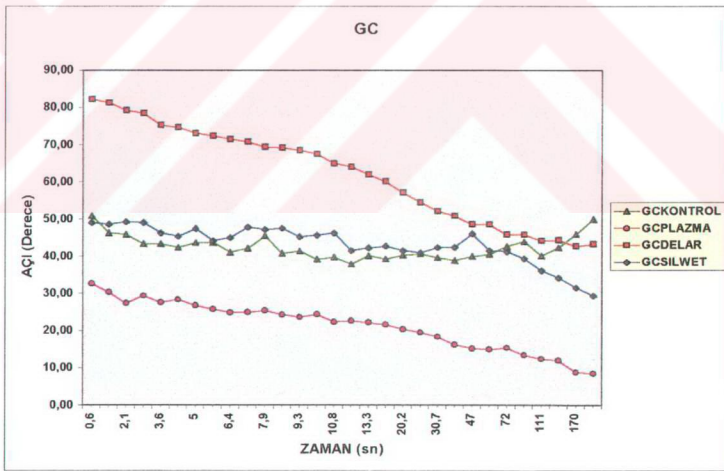
YÖNTEM	ZAMAN (s)	ÖLÇÜ MADDESİ								
		GC			AQ			PC		
		ORTALAMA	STAN DART HATA		ORTALAMA	STAN DART HATA		ORTALAMA	STAN DART HATA	
KONTROL	0.6	50.33	A	2.80	84.13	A	2.48	80.78	A	2.61
	30.7	38.18	B	2.25	62.68	B	1.16	73.43	B	0.84
	210.8	50.48	A	2.42	46.83	C	1.84	71.05	B	1.85
SILWET	0.6	48.48	A	0.73	58.08	A	2.25	43.58	A	2.77
	30.7	42.35	B	1.05	41.45	B	2.60	35.93	B	1.92
	210.8	28.93	C	1.82	23.13	C	2.77	25.7	C	1.77
PLAZMA	0.6	43.53	A	1.28	51.25	A	3.63	69.98	A	1.67
	30.7	24.47	B	0.67	17.72	B	1.38	48.35	B	1.01
	210.8	11.32	C	1.90	5.95	C	0.52	28.02	C	1.07
DELAR	0.6	84.07	A	2.67	58.97	A	3.00	83.83	A	0.99
	30.7	52.92	B	1.24	46.97	B	3.17	77.45	B	1.36
	210.8	44.37	C	1.51	35.23	C	4.95	66.15	C	1.21

GC'nin en iyi ıslanabilirlik değerlerine ulaştığı grup, plazma modifikasyonu yöntemidir. DeLar uygulamasının başlangıç değerleri yüksek olmakla beraber; ölçüm sonuna doğru değerlerde bariz düşme ve ıslanabilirlikte artış gözlenmektedir. Silwet ve DeLar uygulamasında gözlenen başlangıç değerleri en iyi değerler olan plazmadan sonra gelmektedir. İlerleyen zamanla beraber iki grubun da değerleri

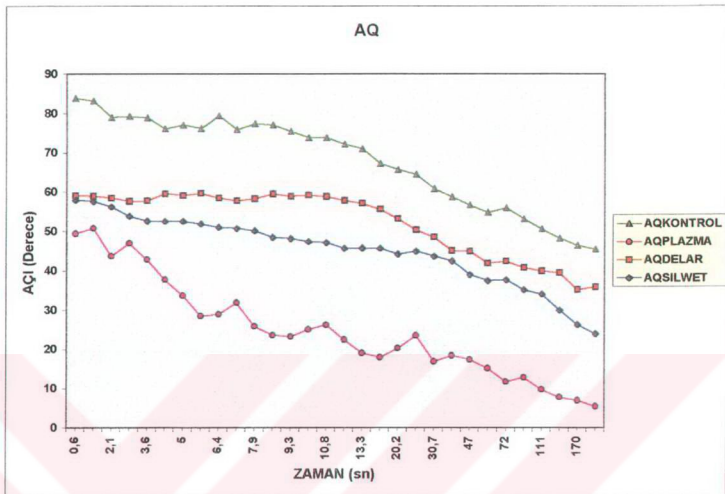
paralel seyretmiş, fakat ölçüm sonuna doğru kontrol grubunda ufak bir düşme gözlenirken, DeLar grubu değerleri artmıştır.

AQ için en iyi yüzey ıslanabilirlik değerleri yine plazma modifikasyonunda gözlenmektedir. Bu değerleri non-iyonik sürfaktan ve DeLar birbirine yakın değerler ile takip etmektedir. Kontrol grubu, başlangıçta AQ için en düşük ıslanabilirlik değerlerine sahipken, bu değerler ölçüm süresi sonuna doğru DeLar ve non-iyonik gruplarına yaklaşmaktadır.

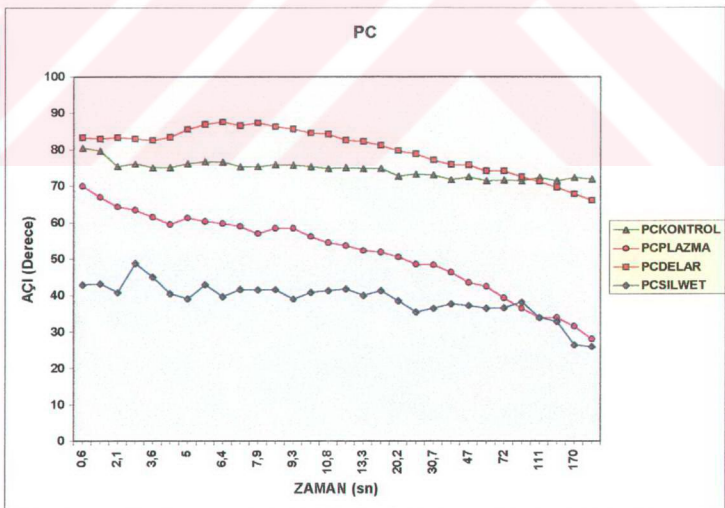
PC grubunda diğer ölçü maddelerinden farklı olarak en iyi ıslanabilirlik başlangıçta silwet modifikasyonu ile sağlanmakta; bunu plazma takip etmektedir. Fakat, ilerleyen zamanla plazma yöntemi daha hızlı bir düşüşle, sonuç değerleri olarak silwet uygulaması ile yakın sonuçlar vermektedir. Bu ölçü maddesi için DeLar ve kontrol birbirine hemen hemen paralel değerler göstermektedirler. Ölçüm sonuna doğru DeLar uygulamasında biraz daha hızlı bir düşüş gözlenmektedir.



Şekil 3.2.a



Şekil 3.2.b



Şekil 3.2.c.

Şekil 3.2.a,b,c. Ölçü maddelerinde ıslanabilirliğin, modifikasyon yöntemlerine göre zamana bağlı değişimi.

### 3.1.3. İslanabilirlik Bakımından Ölçü Maddesi ve Zamanlara Göre Modifikasyon Yöntemlerinin Karşılaştırılması (Tablo 3.3.)

Zaman ortalamaları arası farklılıklar da kullanılan ölçü maddesi ve modifikasyon yöntemine göre değişmekte ve aynı kalmamaktadır. Bu durumda zaman ortalamaları arasındaki farklılıklar her ölçü maddesi ve her modifikasyon yönteminde ayrı ayrı Duncan testi ile değerlendirilmiştir.

**Tablo 3.3.** Ölçü maddesi ve zamana göre ıslanabilirlik üzerinde modifikasyon yöntemlerinin etkisinin karşılaştırılması.

ZAMAN (s)	YÖNTEM	ÖLÇÜ MADDESİ								
		GC		AQ		PC				
		ORTALAMA	STAN DART HATA	ORTALAMA	STAN DART HATA	ORTALAMA	STAN DART HATA			
0.6	KONTROL	50.33	B	2.80	84.13	A	2.48	80.78	A	2.61
	SILWET	48.48	B	.73	58.08	B	2.25	43.58	B	2.77
	PLAZMA	43.53	C	1.28	51.25	C	3.63	69.98	A B	1.67
	DELAR	84.06	A	2.67	58.97	B	3.00	83.83	A	.99
30.7	KONTROL	38.18	B	2.25	62.68	A	1.16	73.43	A	.84
	SILWET	42.35	B	1.05	41.45	B	2.60	35.93	C	1.92
	PLAZMA	24.47	C	.67	17.72	D	1.38	48.35	B	1.01
	DELAR	52.92	A	1.24	46.97	C	3.17	77.45	A	1.36
210.8	KONTROL	50.48	A	2.42	46.83	A	1.84	71.05	A	1.85
	SILWET	28.93	B	1.82	23.13	C	2.77	25.7	C	1.77
	PLAZMA	11.32	C	1.90	5.95	D	.52	28.02	C	1.07
	DELAR	44.37	A	1.51	35.23	B	4.95	66.15	B	1.21

İlk karşılaştırma zamanı olan 0.6. saniyede, GC'de en iyi ıslanabilirlik değerine plazma modifikasyonu yöntemi ile ulaşılmıştır. İkinci en iyi ıslanabilirlik etkisi kontrol ve silwet modifikasyonunda gözlenmektedir. DeLar bu zaman için en etkisiz modifikasyon yöntemidir. Aynı zamanda AQ için en iyi ıslanabilirlik sırasıyla plazma, silwet-DeLar ve kontrol grubu şeklinde sıralanmaktadır. PC için en iyi ıslanabilirlik sırasıyla non-iyonik, plazma ve aynı değere sahip olarak kontrol ve DeLar olarak sıralanmaktadır.

İkinci istatistiksel karşılaştırma zamanı olan 30.7. saniyede GC en iyi ıslanabilirlik değerine yine plazma modifikasyon yönteminde ulaşılmaktadır. Bunu kontrol-silwet ve DeLar takip etmektedir. Bu zaman diliminde, AQ en iyi ıslanabilirliğe diğerlerine göre bariz bir üstünlükle plazma yöntemiyle ulaşmakta; bunu yine sırasıyla, silwet, DeLar ve kontrol takip etmektedir. Aynı zaman için PC'de en iyi ıslanabilirlik değeri silwet sürfaktan modifikasyonunda gözlenirken; plazma bu zaman diliminde az bir farkla daha kötü bir değer ortaya koymuştur. Kontrol ve plazma birbirine yakın ve DeLar grubuna göre daha iyi değerlere sahiptir .

Son ölçüm dilimi olan 210.8. saniyede GC için en iyi ıslanabilirlik plazma modifikasyon yöntemi ile sağlanmaktadır. Bu değere yaklaşırken yakın ıslanabilirlik değerleri veren silwet ve kontrol gruplarında farklılık oluşmakta ve kontrol grubunun etkisi gerileyerek, ölçüm sonunda DeLar ile en etkisiz grup halini almaktadır. AQ aynı zaman için en iyi ıslanabilirliği plazma grubunda göstermekte; bunu sırasıyla silwet, DeLar ve kontrol grupları takip etmektedir. PC 'de bu zaman için en iyi ıslanabilirlik değerine, silwet ve plazma modifikasyon yöntemleri ile ulaşılmaktadır. Bunları sırasıyla DeLar ve kontrol grupları takip etmektedir.

### **3.2. Kabarcık Oluşturma**

Kabarcık oluşturma testine ait verilerden yararlanılarak, öncelikle kabarcık oluşturma bakımından kullanılan ölçü maddesi ve modifikasyon yöntemi arasında bir interaksiyon olup olmadığı varyans analizi tekniğiyle incelenmiştir. Sonuçta materyal metot interaksiyonu istatistik olarak önemli bulunmuştur ( $p<0.01$ ).

#### **3.2.1. Kabarcık Oluşturmada Modifikasyon Yöntemlerinin Ölçü Maddelerine Göre Karşılaştırılması (Tablo 3.4., Şekil 3.3.)**

Kabarcık oluşturma bakımından hangi modifikasyon yönteminin tercih edileceği kullanılacak ölçü maddesine göre değişebilir. Modifikasyon yöntemleri ortalamaları arasındaki farklılıklar her ölçü maddesinde ayrı ayrı Duncan testi ile değerlendirilmiştir.

**Tablo 3.4.** Modifikasyon yöntemlerin birbirleriyle karşılaştırılması.

YÖNTEM	ÖLÇÜ MADDESİ					
	GC		AQ		PC	
	ORTALAMA	STANDART HATA	ORTALAMA	STANDART HATA	ORTALAMA	STANDART HATA
KONTROL	13.90 A	.96	19.40 A	.96	23.20 A	1.52
SILWET	7.90 B	.46	8.30 C	.45	10.30 D	.50
PLAZMA	3.00 C	.49	4.50 D	.65	13.10 C	.71
DELAR	14.60 A	.87	15.40 B	.99	19.90 B	.85

Not. Tablo yukardan aşağıya doğru değerlendirilecektir.

GC için en düşük değer, yani en az kabarcık oluşturma değeri plazma grubunda elde edilmiştir. Bunu silwet takip etmiştir. Kontrol ve DeLar grubu için elde edilen değerler arasındaki farklılık istatistik olarak önemsizdir.

AQ için en iyi değerler yine plazma uygulamasında elde edilmiştir. Bunu sırasıyla silwet, DeLar ve kontrol grupları izlemiştir.

PC için en düşük kabarcık sayısı, diğer iki gruptan farklı olarak silwet uygulamasında elde edilmiş; bunu sırasıyla plazma, DeLar ve kontrol takip etmiştir.

### 3.2.2. Kabarcık Oluşturmada Ölçü Maddelerinin Modifikasyon Yöntemlerine Göre Karşılaştırılması (Tablo 3.5., Şekil 3.4.).

Kabarcık oluşturma bakımından hangi ölçü maddesinin tercih edileceği de kullanılacak modifikasyon yöntemine göre değişmektedir. Materyal ortalamaları her metotta ayrı ayrı Duncan testi ile incelenmiştir.

**Tablo 3.5.** Ölçü maddelerinin birbirleriyle karşılaştırılması.

YÖNTEM	ÖLÇÜ MADDESİ					
	GC		AQ		PC	
	ORTALAMA	STANDART HATA	ORTALAMA	STANDART HATA	ORTALAMA	STANDART HATA
KONTROL	13.90 C	.96	19.40 B	.96	23.20 A	1.52
SILWET	7.90 A	.46	8.30 A	.45	10.30 A	.50
PLAZMA	3.00 B	.49	4.50 B	.65	13.10 A	.71
DELAR	14.60 B	.87	15.40 B	.99	19.90 A	.85

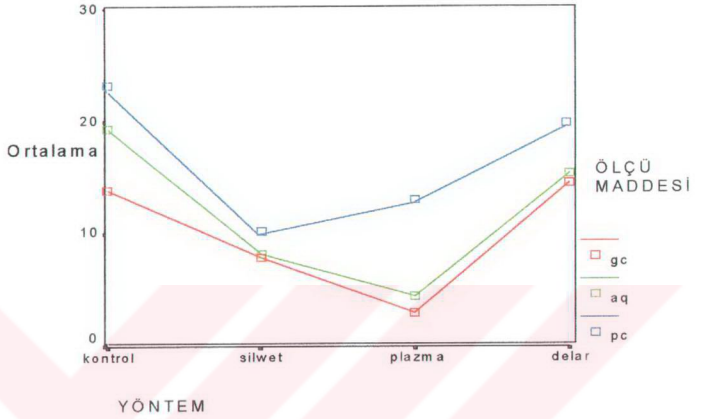
Not. Tablo soldan sağa doğru değerlendirilecektir.

Kontrol grubu için, en düşük kabarcık oluşturma değerine sahip ölçü maddesi GC'dir. Bunu sırasıyla AQ ve PC takip etmektedir.

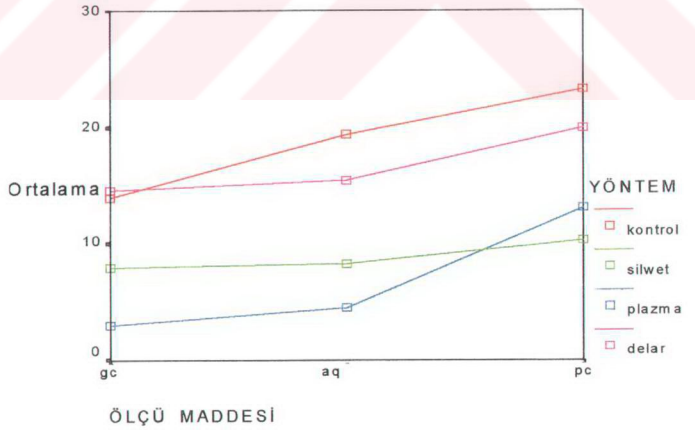
Silwet grubu için, tüm ölçü malzemelerinde birbirleriyle istatistik olarak fark yaratmayacak kadar yakın değerler elde edilmiştir.

Plazma uygulamasında en iyi sonuç GC için elde edilmiştir. Bunu AQ ve PC takip etmiştir.

DeLar uygulamasında en iyi sonuç PC için elde edilmiştir. Bunu AQ ve GC fark yaratmayacak ölçüde yakın değerlerle takip etmişlerdir.



Şekil 3.3. Kabarcık oluşturma etkisi için yöntem-ölçü maddesi interaksyonu



Şekil 3.4. Kabarcık oluşturma etkisi için ölçü maddesi-yöntem interaksyonu.

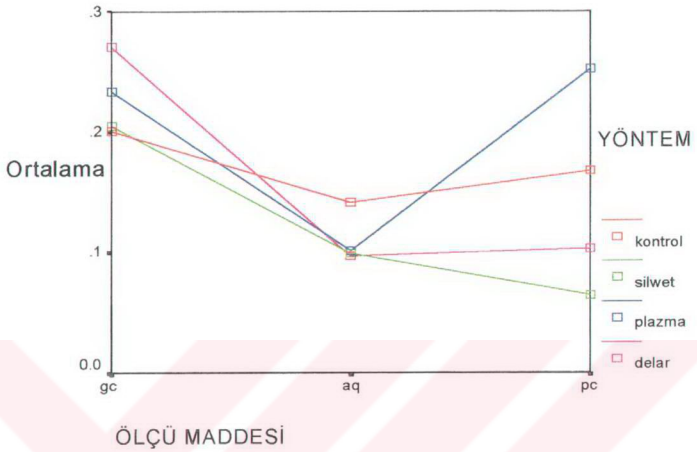
### 3.3. Çizgisel Boyutsal Sabitlik (Tablo 3.6., Şekil 3.5.)

Farklı yüzey modifikasyon işlemlerinin, farklı marka katılma tipi silikonlardan elde edilen modellerdeki boyutsal sabitlik değişimleri sonuçlarına göre, tüm örnekler ADA'nın 19 no'lu spesifikasyonunda belirtilen maksimum % 0.5'lik boyutsal sabitlik değişim kriterini karşılamışlardır. Test edilen materyal (ölçü maddesi) ve metotların (modifikasyon yöntemi) tek tek etkileri ile materyal ve metodun birlikte etkisi incelenmiştir.

Elde edilen verilere, tesadüf parsellerinde iki faktörlü deneme deseni için varyans analizi tekniği uygulanmıştır. Bu istatistik metotlar yardımıyla gruplar arasındaki farklılıkların belirlenmesinde 1. tip hata olasılığı en çok % 5 olarak alınmıştır. Yapılan varyans analizi hesaplamalarına göre, kullanılan ölçü maddesi ve yüzey modifikasyon metotlarının çizgisel boyutsal sabitlik üzerine birlikte etkisi istatistik olarak önemli bulunmamıştır. Bir başka deyişle materyal-metot interaksyonu istatistik olarak önemli değildir. Yine başka bir anlatımla "Eğer var ise; ölçü maddeleri arasındaki farklılıklar tüm modifikasyon yöntemlerine göre değişmemekte, aynı kalmaktadır" veya aynı şekilde "Eğer var ise; modifikasyon yöntemleri arasındaki farklılıklar ölçü materyallerine göre değişmemekte, aynı kalmaktadır".

**Tablo 3.6.** Çizgisel boyutsal sabitlik etkisinde aritmetik ortalama ve standart hatalar

YÖNTEM	ÖLÇÜ MADDESİ					
	GC		AQ		PC	
	ORTALAMA	STANDART HATA	ORTALAMA	STANDART HATA	ORTALAMA	STANDART HATA
KONTROL	.201	.100	.142	.094	.168	.151
SILWET	.201	.096	.099	.112	.064	.107
PLAZMA	.205	.178	.101	.077	.253	.139
DELAR	.233	.140	.097	.108	.103	.140



Şekil 3.5. Çizgisel boyutsal sabitlik etkisi için ölçü maddesi-yöntem interaksyonu

### 3.4. Yüzey Sertliği

Kullanılan ölçü maddelerinin ve modifikasyon yöntemlerinin yüzey sertliği üzerine tek tek etkisi ile ölçü maddesi ve modifikasyonun birlikte etkileri varyans analizi ile incelenmiştir. Varyans analizi sonuçlarına göre; kullanılan ölçü maddesi ve modifikasyon yönteminin yüzey sertliği üzerine etkisi  $p < 0.001$  düzeyinde önemli bulunmuştur. Bir başka deyişle materyal-metot interaksyonu istatistiksel olarak önemlidir ( $p < 0.001$ ).

#### 3.4.1. Yüzey Sertliğinin Ölçü Maddeleri İçin Modifikasyon Yöntemlerine Göre Karşılaştırılması (Tablo 3.7., Şekil 3.6.)

Görüldüğü gibi ölçü maddeleri arasındaki farklılıklar, tüm yüzey modifikasyon işlemlerinde aynı kalmamakta, kullanılan modifikasyon yöntemine göre değişmektedir. Bu durumda; ölçü maddeleri ortalamaları arası farklılıklar her modifikasyon yönteminde ayrı ayrı Duncan testi ile değerlendirilmiştir.

**Tablo 3.7.** Yüzey sertliği üzerinde modifikasyon yöntemlerinin etkisinin karşılaştırılması

YÖNTEM	ÖLÇÜ MADDESİ								
	GC			AQ			PC		
	ORTALAMA		STAN DART HATA	ORTALAMA		STAN DART HATA	ORTALAMA	STAN DART HATA	
KONTROL	59.15	A	.37	56.00	B	.68	58.45	A	.75
SILWET	53.55	B	1.02	54.16	B	.62	55.70	B	.98
PLAZMA	57.98	A	.68	59.61	A	.44	58.05	A	.66
DELAR	55.17	B	.37	55.13	B	.36	53.10	C	.31

GC için kontrol ve plazma grubu en yüksek yüzey sertliği değerine sahiptir. Silwet ve DeLar grubu için değerler daha düşük olup, birbirinden istatistiksel olarak farklı bulunmamıştır.

AQ için yüzey sertliğinin en yüksek olduğu grup plazma modifikasyonudur. Kontrol, DeLar ve silwet uygulamaları arasında anlamlı bir fark yoktur.

PC için en yüksek ıslanabilirlik değerine kontrol ve plazma gruplarında ulaşılmıştır. Bu grupları silwet, daha sonra DeLar grubu izlemektedir.

### 3.4.2. Yüzey Sertliğinin Modifikasyon Yöntemleri İçin Ölçü Maddelerine Göre Karşılaştırılması (Tablo 3.8., Şekil 3.7.)

Modifikasyon yöntemleri arası farklılıklar da kullanılan her ölçü maddesine göre değişmekte, aynı kalmamaktadır. Bu durumda metotlar arası farklılıklar her materyalde ayrı ayrı Duncan testi ile değerlendirilmiştir.

**Tablo 3.8.** Yüzey sertliği üzerinde ölçü maddelerinin etkisinin karşılaştırılması.

YÖNTEM	ÖLÇÜ MADDESİ								
	GC			AQ			PC		
	ORTALAMA		STAN DART HATA	ORTALAMA		STAN DART HATA	ORTALAMA	STAN DART HATA	
KONTROL	59.15	A	.37	56.00	B	.68	58.45	A	.75
SILWET	53.55	B	1.02	54.16	AB	.62	55.70	A	.98
PLAZMA	57.98	A	.68	59.61	A	.44	58.05	A	.66
DELAR	55.17	A	.37	55.13	A	.36	53.10	B	.31

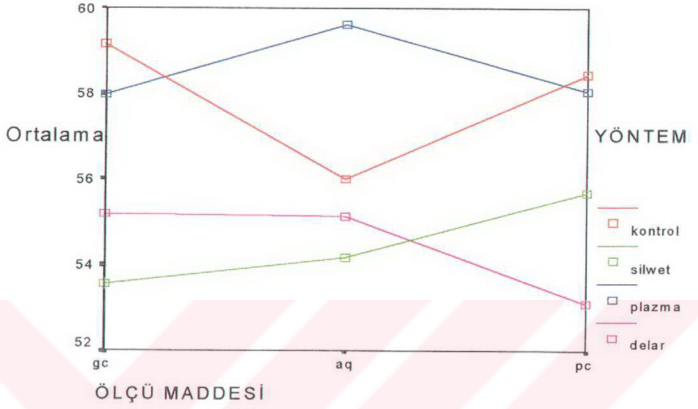
Not. Tabloya soldan sağa değerlendirilecektir.

Tablo 3.8. incelendiğinde, kontrol grubunda GC ve PC'den elde edilen modeller en yüksek yüzey sertliğine sahipken, AQ en düşük değere sahiptir.

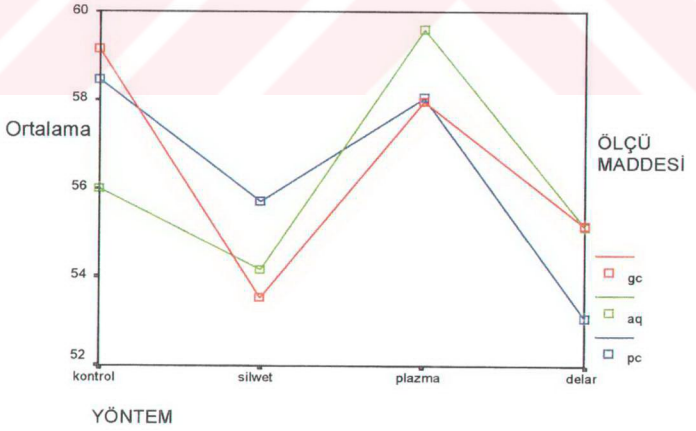
Silwet grupta en iyi ıslanabilirlik değeri PC için elde edilmekte, bunu AQ ve PC takip etmektedir.

Plazma yönteminde tüm ölçü malzemeleri için istatistik olarak önemsiz fark yaratacak kadar yakın yüzey sertliği değerleri elde edilmiştir.

DeLar uygulamasında GC ve AQ birbirlerine yakın yüzey sertliği değerlerine sahipken, PC için ölçülen değerler daha düşük bulunmuştur.



Şekil 3.6. Yüzey sertliği için ölçü maddesi-yöntem etkileşimi



Şekil 3.7. Yüzey sertliği için yöntem-ölçü maddesi etkileşimi

#### 4. TARTIŞMA

Protetik bir restorasyonun hazırlanmasında sıklıkla kullanılan yöntem, önce restore edilecek bölgenin ölçü materyali ile negatif kopyasının elde edilmesi, sonra bu kopyadan, bir model materyali ile üzerinde restorasyonun hazırlanacağı pozitif modelin hazırlanmasıdır. Bu işlemler sırasında ağız içi dokuların ve ölçü materyalinin, daha sonra da ölçü materyali ve model materyalinin uyumu, önem kazanmaktadır. Bu uyumda oluşabilecek sorunlar sonuç restorasyonunun başarısı üzerinde, diğer aşamalara göre birinci derecede etkilidir. Bu nedenle başarılı bir restorasyonun elde edilmesinde uygun ölçü ve model materyalinin seçimi kritik bir aşamadır.

Gelişen teknoloji ve değişen estetik taleplere bağlı olarak, diş hekimliğinde daha konservatif tedavi yaklaşımları ve buna bağlı daha karmaşık preparasyon tekniklerine ihtiyaç duyulmaktadır (Roulet, 1991, Chapter 1). Konvansiyonel preparasyonlardan farklı olarak, çok fazla iç açığı ve köşe oluşturan bu preparasyonların sağlıklı bir şekilde kopyalanabilmesi ve detayların modele aktarılması için daha titiz bir çalışmaya ihtiyaç duyulmaktadır (Soh ve Chong, 1990; Roulet, 1991, Chapter 2). Günümüzde sabit protetik restorasyonlarda ölçü malzemesi olarak elastomerler genel kabul görmektedir (Christensen, 1997). Bu tip ölçü maddelerinden katılma silikonlar önemli üstünlüklere sahiptir. Bunlar üstün boyutsal sabitlik, kullanım kolaylıkları, çok iyi elastik geriye dönüş özellikleridir (Philips, 1991, Chapter 9; Chee ve ark., 1992; Winston ve ark., 1992). Katılma silikonlarına alternatif olabilecek diğer bir ölçü malzemesi ise polieterlerdir. Bu materyaller ıslanabilirlik özelliği açısından oldukça başarılıyken, kullanımları katılma silikonlarına göre daha zordur ve ağızda bıraktıkları tat çoğu hasta için rahatsız edicidir. Ayrıca boyutsal sabitlikleri ve elastik geriye dönüş özellikleri katılma silikonlarına göre zayıftır (Christensen, 1997). Bütün bu üstün özelliklerinin yanı sıra silikon elastomerler polimer özelliklerinden dolayı izafi olarak düşük yüzey gerilimine, dolayısıyla kötü ıslanabilirlik özelliklerine sahiptir. Silikon elastomerler, daha kolay ıslanabilen materyaller ile karşılaştırıldığında, sahip oldukları düşük ıslanabilirlikleri, bu materyaller

kullanılarak elde edilen modellerde sonuç restorasyon kalitesini etkileyebilecek oranda boşluklar oluşmasına neden olabilmektedir (Philips, 1991; Chapter 9).

Islanabilirliğin sonuç restorasyon üzerine etkisi incelendiğine, göz önünde bulundurulması gereken diğer önemli bir konu da; silikon elastomerlerin bu özelliğinin önem kazandığı kullanım aşamalarıdır. Esasen ölçü alımında silikon elastomerler iki aşamada aynı derecede iyi ıslanabilirlik özelliğine ihtiyaç duyarlar:

Bunlardan birincisi ağız dokularının negatif kopyasının alınması olan ölçü aşamasıdır. Ağızdaki tükürük ve nem ne kadar uzaklaştırılmaya çalışılsa da, özellikle dentin yüzeyinin tam olarak kurutulması günümüzde sahip olduğumuz ekipmanlar ile mümkün değildir (Iwami ve ark., 1998). Diğer açıdan aşırı kurutmanın dentin üzerindeki olumsuz etkileri de göz önünde bulundurulmalıdır. Diş ve dişeti birleşim bölgesindeki kenar uyumu protezin başarısı ve protez altında kalan dişlerin sağlığı için mümkün olan en az aralık ve mükemmel uyum ile bitirilmelidir. Var olan dişeti cebi sıvısı, kontrol edilemeyen minör kanamalar ve ağız içi nem nedeniyle bu bölgenin çok iyi ıslanabilirlik özelliklerine sahip olmayan silikon elastomer ölçü malzemeleri ile kopyalanabilmesinin güçlüğü, sabit protetik işlemlerin ölçü aşamasını zorlaştıran etkenler olarak karşımıza çıkmaktadır (Robinson ve ark., 1994; Chavaux ve ark., 1995; Brian ve ark., 1997).

Islanabilirlik özelliği, ikinci olarak ölçüden model elde edilmesi esnasında önemlidir. Ölçü alımı aşamasında oluşan durum, katı bir yapı olan diş yüzeyi ve çevre dokularının, yerleştirildiğinde sıvı halde olan bir malzeme ile kopyalanması şeklindedir. Model elde etme aşamasında ise, önceden sıvı halde olan ölçü malzemesi polimerize olmuş ve artık katı kabul edebileceğimiz bir yapı kazanmıştır ve oluşan bu yeni yüzey model elde etme aşamasında sıvı haldeki model materyali ile ıslatılacaktır. Kopyalanabilirlik derecesini etkileyen en önemli parametreler, diş yüzeyi, ölçü maddesi ve model materyalinin sahip olduğu yüzey enerjileridir. İki madde (katı-sıvı) arasındaki yüzey enerjisi farkı arttıkça, sıvının katıyı ıslatma yeteneği artar (Chai ve Yeung, 1991). Önce ağız içi dokularının, sonra ölçü yüzeyinin ıslatılan, ölçü ve model materyalinin ise ıslatan olarak adlandırılması halinde, ıslatılan ve ıslatan yüzeylerin enerjilerinin değiştirilmesi iki yüzey

arasındaki ıslanma, dolayısı ile başarılı bir model elde etme özelliklerini etkileyecektir.

Bu durumda silikon elastomerlerin kötü ıslanabilirlik özellikleri, model malzemesi olarak genelde kullanılan ve yapısı basitçe  $Ca SO_4$ 'ın sudaki çözeltisi olan alçı ile uyumunda sorunlar oluşmasına neden olabilmektedir (Pratten ve Craig., 1989; Chavaux ve ark., 1995; Özden ve ark., 1995).

Ölçü maddesi model materyali uyumu incelendiğinde dikkat çekici bir konu da, günümüzde kullanılan ölçü maddelerinin kopyalayabilme yeteneklerinin, kopyaladıkları yüzeyleri modele aktarma yeteneklerinden daha iyi olmasıdır (Garrow ve ark., 1987; Philips, 1991, Chapter 9). Başka bir anlatımla, bölgenin ihtiyaç duyulan tüm detaylarını kopyalayabilmiş bir ölçü, bu detayları modele aynı oranda başarıyla aktaramayabilmektedir.

Çalışmamızda bu sorunun aşılabilmesi için, bazı üstün özelliklerinden dolayı günümüzde çok kullanılan katılma tipi silikon elastomerlerin ıslanabilirlik özelliğini arttırmaya yönelik çeşitli modifikasyon yöntemlerinin etkinliğini incelemeyi amaçladık. Bu yöntemlerin etkinliği, etkiledikleri yüzeylerde oluşturdukları yüzey enerjisi değişimlerinin ortaya koyulması ile kanıtlanabilmektedir. Yüzey enerjisi değişimlerinin boyutsal sabitlik, kabarcık oluşturma ve yüzey sertliği üzerinde ne gibi etkiler meydana getireceği de araştırılmıştır.

Katı özellikteki elastomerik ölçü maddelerinin ıslanabilirlik özelliklerinin belirlenmesi için çeşitli yöntemlerden faydalanılmaktadır.

Bu yöntemlerden "yakalanmış hava kabarcık" metodu Özden ve ark. (1995, 1997) tarafından gerçekleştirilen bir dizi çalışmada, çeşitli ölçü maddelerinin ıslanabilirlik özelliklerinin incelenmesi amacıyla kullanılmıştır. Aynı yöntemden Monsenego ve ark. (1989) ısı ile polimerize olan değişik marka polimetil metakrilatların ıslanabilirliklerinin ölçülmesinde faydalanmışlardır. Yöntem, yer çekiminin ölçüm üzerindeki etkisini azaltması açısından yararlıdır. Bu tekniğin özellikle yüzeylerin ölçüm boyunca ıslak kalması gereken durumlarda yararlı olduğu belirtilmektedir. Aynı zamanda bu teknik, hava veya su ile temas durumunda, temas edilen ortama göre yüzeylerindeki moleküler yapıların yüzey enerjisinde farklılık yaratacak oranda oryantasyon gösteren maddelerin incelenmesinde yararlıdır (Monsenego ve ark.,

1989). Ancak silikon esaslı elastomerlerin yüzeyel moleküllerinin su ve hava karşısında gösterdikleri oryantasyon hakkında herhangi bir bilgiye rastlanmamıştır. Diğer yünden, bu yöntemde ölçüm ortamını oluşturan sıvının kontaminasyonu, elde edilen verilerde önemli farklılıklara neden olabilmektedir. Aşırı hidrofilik yüzeylerde, yüzeye yollanan hava kabarcığı ölçüm yapılamadan yüzeyden kaçma eğilimi gösterebilmektedir. Ayrıca ölçüm yapılabilmesi için kullanılan sıvının mutlaka şeffaf yapıda olması gerekmektedir.

Diş hekimliğinde elastomerik ölçü maddelerinin ıslanabilirlik özelliklerinin incelenmesinde kullanılan diğer bir teknik, bizim de çalışmamızda seçtiğimiz "sessile-drop" yöntemidir. Bu yöntem diş hekimliğinde ıslanabilirlik ölçümlerinde sıklıkla kullanılmaktadır (Pratten ve ark. 1989; Craig ve Hare, 1990; Cullen ve ark., 1991; Chai ve ark., 1991; Vassilakos ve Fernandes, 1993; Chavaux ve ark., 1995; Akaltan ve ark., 1996; Hesby ve ark., 1997).

Bu tekniğin yüzeyden yapılan ölçümün kolay ve hızlı olması, pahalı donanım gerektirmemesi ve aynı yüzey üzerinde birden fazla sıvının temas açısının aynı anda izlenebilmesi gibi avantajlarının yanı sıra, bazı olumsuzlukları da mevcuttur. Temas açısının değerinin hesaplanması için klasik olarak, sıvı ve katı yüzey arasındaki temas, sabit bir düzencek ile fotoğraflanır ve ölçümler elde edilen görüntüler üzerinde yapılır. Bu yöntem kullanıldığında fotoğraf filmi üzerinde oluşabilecek boyutsal değişiklikler sonuç değerini etkileyebilecek düzeydedir. Cam fotoğraf filmlerinin kullanılması olası değişiklikleri en aza indirebilir. Bu tip filmler üzerinden yapılan ölçümler ile temas açısındaki hızlı değişikliklerin ölçülebilmesi mümkün olmakla beraber, yöntem bu durumda çok zahmetli ve masraflı bir hal alır. Diğer bir yöntem de, temas yüzeyinin görüntüsünün optik bir düzencek yardımı ile perdeye aktarılması ve ölçümün bu görüntü üzerinde yapılmasıdır. Bu yöntemde hata payı yüksektir, zamana bağlı hızlı temas açısı değişimlerinin belirlenmesi çok zordur ve damlacık yükseklik ve çapından yola çıkılarak yapılan ölçümler için pratikte uygun değildir (Kensington, 1968).

Son yıllarda, çalışmamızda seçtiğimiz sessile drop tekniği kullanılarak yapılan yüzey enerjisi ölçümlerinde dijital teknolojiye faydalanan ekipmanlar kullanılmaktadır. Çalışmamızda kullandığımız bu özelliklere sahip cihaz katı ve sıvı yüzey arasındaki

temasın görüntüsünü dijital veriye dönüştürerek ölçüm yapmaktadır. Cihaz ayrıca temas açısının istenilen aralıktaki zaman dilimlerinde ölçümüne olanak sağlamaktadır. Böylece sessile drop tekniğinin klasik uygulamalarında karşılaşılan zamana bağlı sorunlar aşılmış ve ölçüm sırasında oluşabilecek teknik hatalar azaltılmıştır. Öte yandan bu düzeneğin ihtiyaç duyduğu optik ve dijital ekipman, tekniğin ekonomik olma avantajını ortadan kaldırmaktadır.

Elastomerik ölçü maddelerinin ıslanabilirlik ölçümlerinde sessile drop tekniğinin kullanımı incelendiğinde, farklı durumlara göre değişiklikler göze çarpmaktadır. Ölçüm zamanları açısından bakıldığında, Cullen ve ark. (1991), çalışmalarında ölçüm zamanı olarak 3. dakika, Pratten ve Craig (1989) 1. dakika, Vassilkos ve Fernandes. (1993) 30. saniye, Hesby ve ark. (1997) ise 10. saniyeyi kabul etmişlerdir. Bu yaklaşımlardan farklı olarak Chai ve Cheung (1991) ölçümlerini üç farklı aşamada gerçekleştirmişlerdir. Araştırmacılar karıştırma anından itibaren 20., 50., ve 80. dakikalarda ölçü malzemesi yüzeylerine kalsiyum sülfat hemihidrat solüsyonunu yerleştirmiş ve ıslanabilirlik ölçümlerini, damlacığın yüzeye yerleşmesinin 30. saniyesinde yapmışlardır. Ölçüm zamanı olarak seçilen 30. saniye için yapılan açıklama ise, bir pilot çalışmada 30 saniyenin sert alçının termodinamik olarak hala akışkanlığını devam ettirebildiği zaman olduğudur. Philips (1991, Chapter 2) ise Vicat iğnesi yöntemi kullanılarak yapılan sertleşme zamanı kontrolüne göre Tip IV sert alçının ilk sertleşmesinin 5 dakika civarında olduğunu belirtmiştir. Chai ve Cheung'un (1991) çalışmalarında kullandıkları farklı ölçüm zamanları bizim çalışmamızdan farklılık göstermektedir. Araştırmacılar kanımızca ölçü alımı sonrası polimerize olmuş ölçü maddesinin alçı dökülünceye kadar geçen sürede ıslanabilirlik özelliğinde zamanla beraber herhangi bir değişime uğrayıp uğramadığını incelemeyi amaçlamıştır. Bu yaklaşımın olası nedeni, ölçü maddelerindeki tam polimerizasyonun uzun zaman devam etmesi ve bu etki ile artan çapraz bağlanma reaksiyonlarının yüzey enerjisinde zamana bağlı bir değişiklik yaratabileceğidir. Diğer yönden araştırmacılar bu zaman aralıklarında yapılan ölçümler arasında anlamlı bir fark bulmamışlardır. Bu sonucun teorik açıklaması, bahsedilen devam eden polimerizasyonun maddenin yüzey enerjisine olan etkisinin ihmal edilebilir düzeyde olduğu şeklinde olabilir. Bahsedilen temas açısı ölçümlerinden belli oranda farklılık gösteren diğer bir metot ise Chong ve arkadaşları (1990) tarafından kullanılmıştır.

Araştırmacılar üretici firma oranlarında karıştırılan Tip IV alçı-su karışımını ölçü malzemesi üzerine yerleştirilmiş ve 5 saniye boyunca alçı ve ölçü maddesine vibrasyon uygulamışlardır. Alçı sertleştikten sonra ortadan kırılmış ve dış sınır çizgisinin şeklinden faydalanılarak materyaller arası ıslanabilirlik özellikleri karşılaştırılmıştır. Islanabilirliğin zamana bağlı ölçümünde kullandığımız metoda benzer bir yaklaşım, Chavaux ve arkadaşları (1995) tarafından gerçekleştirilmiştir. Araştırmacılar ölçümleri 10., 40. saniyeler ve 2. ve 4. dakikalarda yapmışlardır. Elde ettikleri sonuçlara göre hidrofobik özellikli silikonlarda ıslanabilirlik özelliğinde zamana bağlı bir iyileşme olmazken, üretici firmalarca hidrofilik özellik taşıdıkları belirtilen ölçü maddelerinin ıslanabilirlikleri zamana bağlı olarak artmıştır. Ancak bu çalışmada ıslanabilirlikteki artışın zamana bağlı değişim hızı hakkında materyaller arasında açık bir karşılaştırma yapılmamıştır. Diğer benzer çalışma ise Craig ve Hare (1990) tarafından polieter üretan dimetakrilat yapıda, görünür ışık ile polimerize olan bir ölçü malzemesinin çeşitli fiziksel özelliklerinin incelenmesi amacıyla gerçekleştirilmiştir. Araştırmacılar ölçü malzemesinin ıslanabilirlik özelliğini Tip IV sert alçı-su karışımı ile 10. saniyede, buna ilave olarak da kalsiyum sülfat hemihidrat solüsyonu ile 0., 1., 2., 3., 4., 5., 10. ve 20. dakikalarda ölçmüşlerdir. Benzerlerinden farklı olarak, ıslanabilirlik ölçümlerinde hem kalsiyum sülfat hemihidrat-su, hem de Tip IV sert alçı-su karışımının kullanıldığı bu çalışma, incelenen materyaldeki ıslanabilirliğin zamana bağlı değişimini göstermesi açısından önemlidir. Biz çalışmamızda ölçüm aralığı olarak 0,6. saniyeden başlayarak 210,8. saniyeye kadar logaritmik olarak artan 30 adet ölçüm aralığı seçtik. Seçilen bu logaritmik artış diğer çalışmalardan farklılık göstermektedir. Bu zaman değişimlerinde başlangıç ölçüm zamanları çok daha yakın aralıklarla yer almakta, ilerleyen zaman ile birlikte zaman aralıkları açılmaktadır. Böyle bir artışın seçilmesindeki amaç, pratikte alçının ölçü yüzeyindeki yayılımının ilk bir kaç saniyede hızlı bir şekilde gerçekleşmesidir. Ayrıca diğer benzer bazı çalışmalara göre uzun tutulan toplam ölçüm zamanı, ölçü malzemelerinin zamana bağlı değişen ıslanabilirlik özelliklerinin incelenmesine olanak sağlamaktadır.

Ölçü yüzeylerinin ıslanabilirlik özelliklerinin incelenmesinde dikkate alınabilecek diğer bir konu da ölçü alımı sırasında ağız sıvılarının ölçünün yüzey özelliklerine olan etkisidir. Vassilakos ve Fernandes (1993), Vassilakos ve ark.(1992) yaptıkları

çalışmalarına dayanarak, ölçü materyallerinin ağız sıvıları ile teması sonucu yüzeylerinde protein açısından zengin bir film tabası oluştuğunu belirtmişlerdir. Ayrıca yüzeye adsorbe olan bu tabakanın, ölçü yüzeyinin su altında durulanması ve hatta sürfaktanlar ile muamelesine dahi dirençli olduğunu belirtmişlerdir. Araştırmacılar bu açıklamalardan yola çıkarak yüzey enerjisi ölçümlerinde ağız sıvılarının etkisinin incelenmesinin gerekliliğini belirtmişlerdir. Vassilakos ve ark. (1993) tükürük ile temas etmiş ve etmemiş ölçü yüzeylerinin ıslanabilirliklerini karşılaştırdıklarında, tükürüğün incelenen kondanzasyon tip silikonda daha bariz olmakla beraber, tüm ölçü malzemelerinin ıslanabilirliğinde artışa neden olduğunu belirtmişlerdir. Bu çalışmalarda tükürük kaynağı olarak insan kullanılmıştır. Glantz ve ark.(1996) aynı diyetle sahip iki kişiden aynı şartlarda elde edilen tükürüğün farklı kompozisyonlar gösterebileceğini belirtmişlerdir. Bu nedenle ağız sıvılarının kompozisyonundaki kişisel farklılıkların ölçü maddelerinin yüzey özelliklerine etkisinin açık olmayacağı düşünülmektedir. Araştırmacılar ayrıca insan tükürüğün, düşük stabilitesi ve büyük hacimde ihtiyaç duyulan çalışmalar için pratik olmadığını belirtmişlerdir. Zira Vassilakos ve ark.(1993) tükürüğün ıslanabilirlik üzerine etkisini incelerken, temas açısı ölçümlerinin yapılacağı örnek yüzeylerinin tükürük ile temasını, kaynak olarak belirlenen insan ağız boşluğunda gerçekleştirirken, kabarcık oluşturma testi için aynı işlemi örneklerin boyutları nedeni ile gerçekleştirememiş ve yapısal protein konsantrasyonunu dikkate alarak aynı amaçla süt kullanmışlardır.

Diğer yönden Pratten ve ark. (1990) klinik uygulamalarda standart bir prosedür olan ölçü yüzeylerinin dezenfeksiyonunun, hidrofilik katılma silikonlarının ıslanabilirlik özellikleri üzerine etkisini incelemişlerdir. Araştırmacılar, hidrofilik katılma tipi silikonların asit ve alkalın glutaraldehit, klorin dioksit, iyodoform ve hipoklorit yapıdaki dezenfektan solüsyonları ile 10, 30 ve 60 dakika boyunca muamelesinin ıslanabilirlikle azalmaya neden olduğunu belirtmişlerdir. Lepe ve ark. (1995) yine asit glutaraldehit tip bir dezenfektanın katılma tip silikonların ıslanabilirlik özelliklerine etkisini incelemiş ve 1 saat sonunda kullandığı iki farklı marka silikonun ıslanabilirliğinde azalma izlerken; 18. saat sonunda katılma silikonunun birinde ıslanabilirlikte artma gözlemlemişlerdir. Bununla birlikte, üretici firma tarafından oda sıcaklığında (21<sup>0</sup>C) önerilen dezenfeksiyon zamanının 30 dakika, sterilizasyon zamanının ise 10 saat olduğu düşünülürse 18 saatlik uygulamanın

anlamalı bir seçim olmadığı düşünülebilir. Bu araştırmalardan yola çıkılarak, aynı marka dezenfektanın farklı uygulama sürelerinde aynı ölçü maddesinin ıslanabilirliğinde azalmaya veya artışa neden olabileceği görülmektedir. Hesby ve ark. (1997) elastomerik ölçü maddelerine uygulanan yüzey modifikasyon işlemlerinin etkisini incelerken örnekleri önce tükürük, daha sonra dezenfektan solüsyonu ile muamele etmişlerdir.

Dezenfeksiyon ve tükürüğün temas açısı ölçümlerinden önce, klinik yaklaşımın taklit edilmesi amacıyla örneklere uygulanması ilk olarak doğru bir yaklaşım olarak düşünülebilir. Bununla beraber, daha önce özetlenen farklı dezenfektanların ve uygulama zamanlarının ıslanabilirlik üzerine kesin etkisinin bilinmemesi nedeniyle, uzun zamana yayılan ve çok örneğin kullanıldığı çalışmalarda aynı kaynaktan toplansa dahi tükürüğün standardizasyonun ve biriktirilmesinin zorluğu göz önünde bulundurulmalıdır. Ağız sıvıları ve dezenfeksiyon solüsyonlarının konu ile ilgili etkilerinin belirsizliği göz önüne alınarak, çalışmamızda ölçü yüzeyleri modifikasyon öncesi herhangi bir işleme tabi tutulmamıştır.

Islanabilirlik ile ilgili çalışmalar ıslanabilirliğin, dolayısıyla yüzey enerjisinin ölçümünde kullanılan test sıvısının seçimi ile ilgili farklılıklar göstermektedir. Genelde kullanılan sıvı kalsiyum sülfat hemihidratın sudaki satüre olmuş çözeltisidir (Norling ve Reisbick, 1979; Pratten ve Craig, 1989; Craig ve Hare, 1990; Pratten ve ark., 1990; Chai ve Yeung 1991, Vassilakos ve Fernandes, 1993). Sıklıkla kullanılan diğer bir sıvı ise distile sudur (Cullen ve Mikesell, 1991; Chavaux ve ark., 1995; Hesby ve ark., 1997). Bazı araştırmacılar ise yüzey gerilimi bilinen farklı sıvıların incelenen yüzeyler üzerinde oluşturdukları temas açılarından yola çıkarak, bu yüzeylerin enerjilerini hesaplamışlardır (Fernandes ve ark., 1992; Attal ve ark., 1994). Çalışmamızda ıslanabilirlik ölçümleri için distile su kullanılmıştır. Diğer sıklıkla kullanılan test sıvısı kalsiyum sülfat hemihidrat çözeltisinin seçilmesinin nedeni model materyali olan sert alçıya olan yapısal benzerliği düşüncesidir. Bu solüsyonun olası bir yararı sudan farklı olarak şeffaf yapıda olmamasından dolayı gözle yapılan ölçüm işlemi kolaylaştırmasıdır. Diğer yönden çalışmamızda kullanılan cihaz için bu bir avantaj sağlamamaktadır. Islanabilirlik ölçümü farklı parametreden etkilenir (Chai ve Cheung, 1991). Bu parametrelerin en önemlilerinden biri kullanılan test sıvısıdır. Bu nedenle, uzun zamana yayılan ve

birkaç kez hazırlanması gereken solüsyon tarzındaki test sıvılarında, konsantrasyon farklılıklarının oluşabileceğini ve bunun test sonuçlarını etkileyebileceğini düşünerek, çalışmamızda test sıvısı olarak distile su kullandık.

Katılma tipi silikonların ıslanabilirlik özellikleri çeşitli yöntemler kullanılarak artırılabilir. Bu yöntemlerden birisi ölçü materyali olarak kullandığımız silikonların yüzeyine, maddenin yüzey geriliminin artırılmasını sağlayan çeşitli kimyasalların uygulanmasıdır. Bu amaçla yararlanılabilecek maddeler, sürfaktanlar olarak adlandırılan geniş bir kimyasal maddeler topluluğunu kapsamaktadır. Sürfaktan, model elde etme aşamasında silikon elastomerin yüzeyine genelde atomizer yardımı ile uygulanmakta ve model materyalinin (alçının) yüzey gerilimini düşürmeyi amaçlamaktadır. Bu yaklaşımdan yola çıkarak, birçok araştırmacı ölçü yüzeyine uygulanan sürfaktanların etkisini incelemiş ve yöntemi oldukça etkili olarak değerlendirmişlerdir (Pannichuttra ve ark., 1991; Millar ve ark.,1995).

Aynı düşünceden yola çıkan diğer bir yaklaşım ise, sürfaktanın maddenin yapısının içine, üretim safhasında katılmasıdır Bunun avantajı, artan ıslanabilirlikten, hem hastadan ölçü alımı sırasındaki nemli ortam, hem de bunu takiben model malzemesi ile olan uyum aşamalarında yararlanılabilmektedir.

Her iki uygulama birbiri ile yakınlık gösterse ve temel olarak aynı mantığa dayansa da, esas uygulamada her biri diğerine oranla çeşitli avantajlar sağlar. Yapıya sürfaktan katılmasında karşılaşılan kısıtlama, belirli bir oranın üstünde katılan sürfaktanın malzemenin kimyasını kötü yönde etkileyebilmesidir. Konu ile ilgili olarak Panichuttra ve ark. (1991) iç yapısına sürfaktan ilave edilmiş katılma silikonların boyutsal sabitliklerinin, sürfaktan ihtiva etmeyenlere göre daha kötü olduğunu belirtmişlerdir Sürfaktan konsantrasyonundaki kısıtlayıcı etkilerden dolayı, yapı içinde sürfaktan konsantrasyonu belirli oranda kalmakta (%1 civarı ) (Lepe ve ark., 1995) ve buna bağlı olarak yüzeyde ideal yüzey enerjisini artırma konsantrasyonuna ulaşamayabilmektedir. Bu yüzden bazı araştırmacılar bu tip katılma silikonlarına üreticiler tarafından verilen "hidrofilik silikon" tanımlamasının tam olarak gerçeği yansıtmadığını belirtmektedirler (Chee ve ark., 1992). Bununla beraber yapıya sürfaktan katılması ölçü maddesinin kullanımı açısından kolaylık sağlar ve ıslanabilirliğin artırılmasını hedefleyen ilave bir aşamayı ortadan kaldırır. Bu konu

ile ilgili olarak Norling ve Reisbick 1979 yılında yaptıkları çalışmada, polisüfit ve silikon esaslı dental ölçü maddelerinin iç yapılarına non-iyonik yapıda sürfaktanlar katmış ve işlem görmemiş maddeler ile karşılaştırıldığında belirgin temas açısı düşüşü gözlemişlerdir. Bütün bunlara ek olarak, ağız içi dokularını kopyalama ve diş yüzeyinden suyu uzaklaştırma yetenekleri işlem görmemiş katılma silikonlara göre daha başarılıdır (Peutzfeldt ve Asmussen, 1989; Takhashi ve Finger, 1991; Pratten ve Novetsky, 1991). Cullen ve ark.(1991) yaptıkları bir çalışmada yapısına sürfaktan katılmış bir katılma silikon için (Express, 3M, St. Paul, Minnesota. A.B.D) 3 dakika sonunda temas açısı olarak  $19,7^{\circ}$ lik bir değer elde etmişken, aynı şartlar ve süre sonunda aynı ürünün modifiye edilmemiş tipi için  $104,9^{\circ}$ lik bir değer bulunmuştur. Katılma tipi silikon elastomerin yapısına sürfaktanın katılması günümüzde standart bir üretim aşaması haline almıştır (Philips,1992, Chapter 9).

Diğer yönden katılma tipi silikonların yapılarına sürfaktan katılması, ağız içi dokuların daha iyi kopyalanabilmesinin yanısıra, ölçü malzemesinin alçı ile uyumunu da arttırmaktadır. Bununla beraber sürfaktanın ölçü yüzeylerine uygulanması ile bu materyallerin ıslanabilirlik özelliklerindeki artış daha belirgindir. Cullen ve ark. (1991) yaptıkları çalışmada hidrofilik silikonların yüzeylerine uyguladıkları iki farklı marka ticari sürfaktanın ölçü maddesi ve alçı arasındaki uyumu arttırdığını belirtmişlerdir Benzer bir çalışmada Millar ve ark. (1995) elastomerik ölçü malzemelerinin yüzeylerine üç farklı marka ticari sürfaktanın etkisini incelemiş ve farklı ölçü malzemelerinin farklı sürfaktanlardan değişik oranda etkilendiğini belirtmişlerdir. Fakat varılan genel sonuç, kullanılan ölçü malzemesi hidrofilik yapıda olsa dahi model elde etme aşamasında ilaveten sürfaktan kullanılmasının daha kaliteli bir model elde edilmesinde etkili olduğudur. Sürfaktanlar aynı zamanda ölçü aşamasında diş yüzeyine de uygulanabilirler. Bu konu ile ilgili yapılan in vitro (Millar ve ark., 1995) ve in vivo (Millar ve ark., 1996) çalışmalarda diş yüzeyine püskürtme yolu ile sürfaktan uygulanmasının model elde edilmesinde başarılı olduğu bulunmuştur.

Silikon elastomerlerin yüzey enerjilerinin modifikasyonunda etkili olan sürfaktan tipi non-iyonik sürfaktanlardır. Diğer iyonik yapıdaki sürfaktanların aksine, non-iyonik sürfaktanların elektriksel yükleri yoktur ve nötral moleküllerdir. Elastomerler de genelde nötral yapıdadır. Bir mlekülün diğerinin içinde yayılabilmesi veya

çözünebilmesi için en iyi yol ikisinin de benzer yapıda olmasıdır. Bu durum, non-iyonik sürfaktanların silikon elastomerlerin iç yapılarına katıldıklarında etkili olabilmelerini mümkün kılar (Al Waning, 1999). Norling ve Reisbick'in (1979) non-iyonik-yapıda değişik zincir uzunluklarına sahip nonilfenoksipoli(etilenoksi)etanol türevleri kullandıkları araştırmalarında vardıkları dikkat çekici bir sonuç, ölçü maddelerinin ıslanabilirliklerinin artırılmasında etkili olan, oldukça benzer yapıdaki bu bir seri kimyasalın etkinlikleri arasında önemli farklar gözlenmesidir. Araştırmacılar ayrıca yapıya sürfaktan katılmasının silikon yapıdaki elastomerin çalışma süresini etkilediğini belirtmişlerdir. Göz önünde bulundurulması gereken konu, bu çalışmanın yapıldığı dönemden bu yana katılma silikonların yapılarına sürfaktan katılmasının artık standart bir yöntem haline aldığı ve günümüzde kullanılan katılma silikonlarında çalışma süresi ile ilgili rapor edilen olumsuzluklara rastlanmadığıdır (Tan ve ark., 1995). Araştırmacılar elastomerlerin ıslanabilirlik özelliklerinin artırılmasında kullanılabilecek etkili potansiyel non-iyonik yapıdaki sürfaktan sayısının oldukça fazla olduğunu ve en etkili sürfaktanın seçiminin elastomer tiplerinden öte aynı tipteki markalar arasında da farklılıklar olduğunu belirtmişlerdir.

Çalışmamızda bu amaçla iki farklı sürfaktan kullanılmıştır. Bu sürfaktanlardan birisi,

bunlar arasında etkili olanlardan bazılarında katılma tip silikonların modifikasyonunda faydalanmaktadır.

Ölçü maddelerinin yapısına katılan sürfaktanların etki mekanizmasının teorik açıklaması; sürfaktan moleküllerinin model materyalinin yapısındaki suyun yüzey enerjisini düşürmesi veya elastomerin yüzey enerjisini artırması şeklindedir (Pratten ve Craig, 1989). Norling ve Reisbick (1979) çalışmalarında elastomerlerin iç yapısına kattıkları sürfaktanların, örneklerin 30 saniye boyunca akan su altında yıkanmasına rağmen etkili kalabilmesi ve kullandıkları bazı sürfaktanların suda çözünür olmamasından yola çıkarak, olası etkinin polimer yapının yüzey enerjisinin artırılması olduğunu belirtmişlerdir.

Ölçü maddelerinin ıslanabilirliklerinin artırılmasında kullanılabileceği belirtilen diğer bir yöntem ise literatürde plazma modifikasyonu veya diğer bir deyişle glow-discharge yöntemi olarak belirtilen yöntemdir. Bu yöntem halihazırda birçok polimerin yüzey enerjisinin değiştirilmesinde başarı ile kullanılmaktadır. Plazma modifikasyon yönteminin silikon elastomerlerin yüzey enerjisini arttırmadaki etkinliği çeşitli araştırmacılar tarafından incelenmiştir (Fernandes ve ark., 1992; Vassilakos ve ark., 1993; Hesby ve ark., 1997; Özden ve ark., 1997).

Plazma modifikasyon yönteminin etkinliği, kısa bir sürede materyalin genel fiziksel özelliklerini önemli oranda etkilemeden yüzey enerjisinin değiştirilmesine imkan vermesidir. Ancak glow-discharge yöntemi elastomerik ölçü malzemelerinin tümü için geçerli bir yöntem değildir. Polieter esaslı ölçü malzemelerinin glow-discharge yöntemi ile modifiye edilmesi yüzey enerjisinin artırılmasında etkisiz, hatta yüzey enerjisini düşürücü yöndedir. Bu durumun teorik açıklaması, yine Hesby ve ark. (1997) tarafından diğer elastomerik ölçü malzemeleri ile karşılaştırıldığında oldukça hidrofilik olan polieterin yüzey yapısındaki polimer matriksin glow-discharge işlemi sonucu su kaybederek kapanması ve geriye kalan hidrokarbon yapılar nedeni ile düşük enerjili bir yüzey elde edilmesi şeklinde yapılmıştır. Konu ile ilgili gerçekleştirdiğimiz ön çalışmada, polieter örneklerin yerleştirildiği deşarjlarda plazma ortamına örneklerden gaz çıkışı ve yüzeylerde belirgin gözle görülür bozulmalar gözlenmiştir. Diğer araştırmalarda rapor edilmeyen gaz çıkışının nedeninin belirlenmesi için daha detaylı bir çalışmaya ihtiyaç duyulmaktadır. Bu

yöntemin genel olarak en etkili olduğu elastomer tipi katılma tipi silikonlardır. Kondanzasyon silikonlar da bu yöntemle modifiye edilebilmekle beraber etkinlik daha azdır. Bu sonucun teorik açıklaması Hesby'nin 1997 yılında yaptığı bir çalışmada, katılma ve kondanzasyon tipi silikonların sahip olduğu farklı yüzey kompozisyonlarına bağlanmıştır. Bu açıklamaya göre kapalı ve stabil bir yüzey yapısına sahip katılma silikonlarından farklı olarak, kondanzasyon silikonların yüzeylerinde, polimerizasyon sonucu oluşan alkol yan ürünleri kalabilmekte ve bu plazma işleme karşı düşük bir cevaba neden olabilmektedir. Fernandes ve ark. (1992) plazma modifikasyon yönteminin elastomerlerin ıslanabilirlik özelliklerinde artış sağlamasının, hekimlerin, yeni geliştirilen materyallerin sadece iyileştirilen ıslanabilirlik özellikleri üzerine yoğunlaşmasını engelleyeceğini belirtmişlerdir. Bu açıklama kanımızca plazma modifikasyon yönteminin kullanım aşaması göz önüne alındığında bazı eksiklikler içermektedir. Zira plazma modifikasyonu ölçü alımı sonrası uygulanmakta ve ölçü yüzeyinin ıslanabilirliğini arttırarak model-ölçü materyali arasındaki uyumun arttırılmasını sağlamakta; ıslanabilirliğin önemli olduğu ilk aşama olan ağız dokularının kopyalanmasında kullanılmamaktadır. Bu aşamada, kullanılan ölçü malzemesinin ölçü alımı esnasındaki ıslanabilirlik özelliği önem kazanmaktadır. Bu bilgilerden yola çıkarak çalışmamızda üretici firmalar tarafından hidrofilik özellik taşıdığı belirtilen katılma silikonlar kullanılmıştır.

Literatürde, elastomerik ölçü maddelerinin plazma modifikasyonu için kullanılan cihazlar farklılık göstermektedir. Bunların bir kısmı seri olarak üretilen fabrikasyon cihazlardır. Günümüzde seri olarak üretilen cihazların genel kullanımı çok hassas yüzeylerin, adezyonun arttırılabilmesi amacıyla temizlenmesi amaçlıdır (Biederman, 1992). Konu ile ilgili çalışmalar incelendiğinde genelde seri üretim cihazların kullanıldığı görülmektedir (Bochiechio ve ark., 1991; Fernandes ve ark., 1992; Fernandes ve ark., 1992, Hesby ve ark., 1997). Plazma polimerizasyon cihazları konu ile ilgili bazı deneysel çalışmaların yürütülebilmesi amacıyla bazı araştırma laboratuvarları tarafından da üretilenmektedirler. Bazı araştırmacılar, diş hekimliğinde kullanılan materyallerin plazma ile modifikasyonu için bu tip cihazlardan yararlanmışlardır (Akaltan ve ark., 1996, Özden ve ark., 1997). Laboratuvarlarca dizayn edilen bu cihazlar, seri olarak üretilen cihazlar ile karşılaştırıldıklarında bazı avantajlar içermektedirler. Bunlar; araştırma metoduna



aynı cihazda yapılan benzer çalışmalara dayanarak optimizasyon olarak 5 dakika uygulama zamanı ve 20 Watt'lık boşalım gücü seçilmiştir.

Çalışmamızda yaratılan plazma ortamında yüzey modifikasyonu için akrilik asit buharı kullanılmıştır. Benzer çalışmalarda ise inert gaz (Argon) (Bochiechio, 1991; Hesby ve ark, 1997) veya hava (Fernandes ve ark., 1992, Vassilakos ve ark., 1993) kullanılmıştır. Hava ortamının kullanıldığı çalışmalarda ölçü yüzeylerinde oluşan etki Fernandes ve ark. (1992) tarafından havada bulunan oksijen gruplarının yüzeyde aktif gruplar oluşturması şeklinde açıklanmıştır. Aynı araştırmacılar olası diğer bir etken olan etching işleminin model materyalinde pürüzlülük gözlenmemesi nedeni ile pek olası olmadığını belirtmişlerdir. İntert gaz atmosferinin kullanıldığı bir başka çalışmada Hesby ve ark. (1997) plazmanın etkisini, yüzeydeki hidrokarbon kontaminasyonun temizlenmesi ve etching olarak açıklamışlardır. Diğer yönden plazma atmosferi olarak çeşitli buharlar kullanıldığında, substrat yüzeylerinde çok ince bir film tabakası oluşabilmektedir (Schram ve ark. 1990; Biederman, 1992, Chapter 5; Pişkin, 1992). Akrilik asitin plazma ortamında parçalanması ile ortamda aktif oksijen grupları oluşmakta ve bunlar, yüzeyde hidrofilik karboksil ve karbonil gruplar şeklinde gözlenmektedir. Bu sonuç Özden ve ark. (1997) tarafından örneklerin ATR-FTIR spektrometresi ile incelenmesi ile ortaya konulmuştur. Hollander (1998) polietilen yüzeylerin akrilik asit plazması ile modifikasyonu sonucunda yüzeyde bir depozisyon tabakası gözlemiştir. Araştırmacı ayrıca kaplama yüzeyinde yaptığı incelemede, karboksil gruplarında ve yüzey enerjisinde artış bulmuştur. Bu bilgilerden yola çıkılarak plazma atmosferi olarak akrilik asit buharı kullanılmış ve yüzeyde oluşan etki akrilik asit depozisyonu olarak kabul edilmiştir. Plazma ortamında organik buhar oluşturabilen kimyasalların sayısı oldukça fazladır. Çalışmamızda bu amaçla kullanılabilir bir seri kimyasalın etkinliği yapılan bir pilot çalışma ile incelenmiştir. Bunlar; HEMA (hidroksi etil metakrilat), MA (metil akrilat), EMA (etil metakrilat) ve AA (akrilik asit)tir. Elde edilen veriler doğrultusunda Akrilik asit en etkili kimyasal olarak belirlenmiştir. Bununla beraber, bu amaçla kullanılabilir ideal kimyasal maddenin belirlenmesi ayrı bir potansiyel araştırma konusudur. Akrilik asit, plazma ortamında kullanılmak için etkin bir madde olmakla birlikte; bu madde ile uzun süre temas edilmesinin toksik etkiler yaratabileceği unutulmamalıdır. Bununla beraber çalışmamızda akrilik asitin akış





(1991) ölçüm zamanı olarak 3. dakikayı kabul etmişlerdir. Çalışmamızda bu zamana yakın bir ölçüm zamanı olan 169,9. saniyede bu değer  $46.5^0$  olup, oldukça tatminkar bir temas açısıdır. Araştırmacılar ne amaçla bu değerlerin seçildiği konusuna herhangi bir açıklama getirmemişlerdir. Vassilakos ve Fernandes (1993) ise ölçüm zamanı olarak 3. dakikayı seçmiş ve bu zamanın damlacığın yüzeyde dengeye ulaştığı zaman olduğunu belirtmişlerdir. Diğer yönden AQ örneğine dönüldüğünde, bu zaman (3.dakika) malzemenin ıslanabilirlik özelliğini etkili bir şekilde gösterdiği bir zaman olarak kabul edilse dahi, böyle bir ölçüm ıslanabilirlikte oluşan artışın zamana bağlı değişimi hakkında fikir vermemektedir. Bununla beraber bazı araştırmacılar çalışmamıza benzer olarak temas açısı ölçümlerini farklı zamanlarda yapmışlar ve bazı ölçü malzemeleri için temas açısında gözlenen hızlı düşüşü belirtmişlerdir (Craig ve Hare, 1990; Chavaux ve ark., 1991). Araştırmamızda ölçümlerin logaritmik artış gösteren 30 ayrı zaman diliminde yapıldığı düşünülürse, elde ettiğimiz verilerin daha detaylı bir sonuca ulaşmada etkili olduğu açıktır.

Çalışmamızda ıslanabilirliğin ölçümü incelenirken, diğer benzer çalışmalar ile karşılaştırıldığında, elde edilen temas açılarının sayısal değeri değil, zamanın temas açısındaki değişime etkisi incelenmiştir. Zira temas açısı ölçümlerinde aynı malzemeler üzerine farklı araştırmacıların elde ettikleri farklı sonuçlara rastlanabilmektedir. Bu farklılığın oluşmasında birçok farklı etkiler söz konusudur. Temas açısı, ölçüm yapılacak maddenin yüzey pürüzlülüğü, homojenitesi, kullanılan sıvının hacim ve saflığı gibi parametrelerden etkilenir. Örneğin kullanılan sıvı göz önüne alınırsa, bir yüzeyi  $35^0$  ile ıslatan bir sıvının aynı yüzeyi  $70^0$  ile ıslatandan iki kat daha iyi ıslatabilirliğe sahip olduğu söylenemez (Chai ve Cheung, 1991). Bu etkiler göze alındığında temas açısı değerlerinin araştırmalar arası kantitatif karşılaştırma yapmaktan çok, aynı araştırma içinde aynı şartlarda incelenen materyallerin ıslanabilirliklerinin belirlenmesinde yararlı olabileceği düşünülebilir.

Islanabilirliğin artırılmasında amaç daha kaliteli bir çalışma modeli elde etmektir. Dolayısıyla uygulanan modifikasyon işlemleri ıslanabilirliği artırırken materyalin fiziksel özelliklerine zarar vermemelidir. Bu nedenle modifikasyon işlemlerinin model üzerindeki etkisi bazı özellikler bakımından incelenmiştir.



kullandığımız kritik dayı direk olarak ıslanabilirliğin ölçülmesinde kullanmışlardır (Panichuttra ve ark., 1991).

Kabarcık oluşturma testi ile ilgili bulgularda; diğer çalışmalar ile benzer şekilde, ıslanabilirlik ve kabarcık oluşturma arasında doğru bir orantı gözlenmektedir. Bununla beraber DeLar'ın GC üzerindeki negatif etkisi incelendiğinde; beklenen, yüzeyde kabarcık oluşumunda artma gözlenmesidir. Diğer yönden elde edilen sonuca göre kontrol ve DeLar grubu arasında anlamlı bir fark gözlenmemiştir. DeLar'ın PC üzerine etkisi de benzer özellikler taşımaktadır. PC için temas açısı ölçümlerinde belirgin bir fark yaratmayan DeLar, aynı ölçü malzemesi için kabarcık oluşturma testinde daha kaliteli model elde edilmesinde yararlı olmuştur. Literatürde adı geçen sürfaktanın ıslanabilirlik üzerindeki etkisinin, temas açısının ölçülmesi ile ortaya konulduğu bir çalışmaya rastlanmamıştır. Sürfaktanların etkisinin incelenmesinde kullanılan genel yöntem model üzerinde kabarcık oluşumunun incelenmesidir (Cullen ve Reisbick, 1991; Robinson ve ark., 1994). Sürfaktan ölçü maddesi yüzeyine uygulandıktan sonra kurumaya bırakılmış ve ölçümler yüzey tamamıyla kuruduktan sonra gerçekleştirilmiştir. Yüzeyin su damlasının temasından önce kuru olması sağlıklı bir ölçüm yapılabilmesi için zorunludur. Diğer yönden firma tarafından önerilen uygulama metodu, sürfaktanın yüzey üzerine ince bir tabaka uygulanmasından sonra, ölçü yüzeyi hala nemli iken alçının dökülmesidir. Çalışmamızda temas açısı ölçümlerinde uygulayamadığımız bu yöntem model elde etme aşamalarında sadık kalınmıştır. Sürfaktanın kabarcık oluşturma testindeki beklenmeyen etkinliğinin açıklaması, alçı dökümü sırasında önerilen şekilde sürfaktan ile nemlendirilmiş olan yüzeyin model materyalinin akışkanlığında artışa, dolayısıyla daha iyi bir model elde edilmesine neden olması şeklinde olabileceği düşünülmüştür. Sonuçlar arasındaki bu farklılık sürfaktanın etkinliğini ancak nemli olduğu durumlarda göstermesi nedeniyle olabilir. Pannichuttra ve ark. (1991), bu sürfaktanın etkinliğini elastomerik ölçü maddeleri üzerinde kritik day kullanarak incelemişlerdir. Araştırmacılar üretici firma direktiflerine açıklamadıkları bir neden ile sadık kalmayarak, alçıyı sürfaktanın kurummasından sonra ölçü üzerine uygulamalarına rağmen daha başarılı bir model elde ettiklerini belirtmişlerdir. Bu sonuçlardan yola çıkarak DeLar'ın kullandığımız ölçü maddeleri ile uyumlu bir sürfaktan olmadığı sonucuna varılabilir. Diğer modifikasyon yöntemleri







Plazma yöntemi, sürfaktan modifikasyonu ile karşılaştırıldığında oldukça komplike ve pahalı ekipmanlara ihtiyaç duymaktadır. Bununla beraber, sistemin sağladığı yararlar göz önüne alındığında, maliyetin yüksekliği oldukça tartışmalıdır.



















