

Metal-Seramik Çalışmalarda Kullanılan Seramik Materyallerinin Lösit İçeriklerinin ve Tekrarlanan Fırınlamaların Lösit İçeriğine Etkisinin Araştırılması

THE LEUCITE CONTENT OF CERAMIC MATERIALS AND THE EFFECT OF REPEATED FIRINGS ON THE LEUCITE CONTENT OF CERAMICS FOR METAL-CERAMIC STUDIES

Sabirc DEĞER*, M.Babür CANIKLIOĞLU**, Erdem DEMİRKESEN***, Begüm AKKAYAN****

* Dr.İÜ Dişhek. Fak. Kuron-Köprü Protezi BD,

** Prof.Dr.İÜ Dişhek Fak Kuron-Köprü Protezi BD,

*** Doç.Ür.İTÜ Kimya Metalürji Fak. Malzeme AD,

**** Arş.Gör.İÜ Dişhek Fak Kuron-Köprü Protezi BD, İSTANBUL

Özet

Amaç: Metal-seramik restorasyonların yapımında kullanılan seramik materyallerin ısı genleşme katsayıları, içe/elikleri lösit kristallerine ve miktarlarına bağlıdır. Seramik materyalin ısı genleşme katsayısının, birlikte kullanılacağı metal alaşımından çok az düşük olmalıdır. Metal alaşımı ile seramik materyal arasındaki uyumun bozulmaması için lösit içeriğinin değişikliğe uğramaması gerekmektedir. Çalışmada, metal seramik restorasyonların yapımında kullanılan seramik materyalleri arasından rasgele seçilmiş olan dört ayrı materyalin lösit içeriklerinin ve tekrarlanan fırlamalar ile lösit oranının değişik değişmediğini belirlemek amaçlanmıştır.

Materyal ve Metod: VMK 68, Cerainco, Duceram ve Finesse seramik materyallerinden dörder ayrı örnek hazırlanmıştır. Her seramik materyaline ait deney örnekleri, üretici firmanın önerilerine uygun olarak bir, iki, üç ve dört kez pişirilmiştir. Pişimleri yapılan örnekler agat havanda öğütüldükten sonra 250mesh'lik elekten elenmişlerdir. Elenen örnekler ve seramik materyallerin pişim uygulamış tozları x-ray difraktometre 'de x ışınları difraksiyon tekniği ile incelenmişlerdir. Örneklerin CuK α radyasyonu 20(=5-70°C)'lik aralıkta x ışınları çekilerek, XRD diyagramları çıkarılmıştır.

Bulgular: Pişini yapıldıktan sonra VMK 68, Duceram ve Cerainco 'ya ait örneklerde XRD diyagramlarında lösit difraksiyon çizgilerine rastlandı. Finesse seramik materyalinde ise lösit oluşumunu rastlanmadı. Tekrarlanan pişimlerde örneklere ait en kuvvetli difraksiyon çizgilerine dört kez pişim uygulanan örneklerde rastlandı. Ayrıca dört kez pişim yapılan örneklerin renginde, gözle farkedilebilir opaklık belirlendi.

Geliş Tarihi: 12.05.1997

Yazışma Adresi: Dr Sabire DEĞER

İstanbul Üniversitesi Dişhekimliği Fakültesi
Kurun-Köprü Protezi BD.
Çapa-İSTANBUL

Summary

Purpose: Leucite crystals and their quantity determine the thermal expansion coefficient of the ceramic materials. The thermal expansion coefficient of the ceramic material must be slightly lower than the thermal expansion coefficient of the metal alloy. No differentiation must be formed in the leucite crystal content in order to provide the accordance between the metal alloy and the ceramic material. The purpose of this study was to determine the leucite content of four different ceramic materials which were chosen at random. The effects of repeated firings on the leucite content were also investigated.

Material and Method: Four samples were prepared from VMK68, Cerameo, Duceram and Finesse ceramic materials. Each ceramic sample was fired once, twice and for three and four times according to the manufacturer's instructions. The fired samples were grinded in an agate mortar and then they were sifted with a 250 mesh sieve. The sieved samples and the unfired powders of the ceramic materials were evaluated with x-ray diffractometer using x-rays diffraction technique. CuK α radiation of the samples were determined at 20(=5-70°C) interval using x-rays and then the XRD diagrams were obtained.

Results: Leucite diffraction lines were present in the XRD diagrams of the unfired samples of VMK 68, Duceram and Cerameo. On the other hand no leucite formation was present in the unfired Finesse ceramic material. The most obvious diffraction lines were determined in the four times fired groups among the samples that were fired for repeated times.

Conclusion: Leucite crystals were present in the original VMK68, Duceram and Cerameo materials and the leucite content was significantly increased with the repeated firings, especially in the fourth firing. Although no leucite content could be determined in the original Finesse ceramic material, obvious leucite crystal formation was present after the fourth firing.

Sonuç: Orijinal VMK 6.S, Dııceram ve Ceraneo seramik materyali lösit içermektedir ve tekrarlanan fırınlamalarla, özellikle, dördüncü pişimlerde lösit içeriđi belirgin artmaktadır. Orijinal Fincssc seramik materyalinde lösit belirlenememekle birlikte dördüncü pişimde bariz bir lösit oluşumu gözlenmiştir. Arılan lösit miktarı seramik materyalin ısı genleşme katsayısını artılabacak ve metal alaşımı ile seramik malervalin uyumu bozulacaktır. Ayrıca lösit artışıyla birlikte reikde gözle görölür bir opaklaşma oluşacaktır. Bu nedenlerden dolayı tekrarlanan pişimlerden mümkün olduđu kadar kaçınılmalıdır.

Anahtar Kelimeler: Lösit, ısı genleşme katsayısı, Tekrarlanan fırınlamalar

T Klin DişilekBil 1997,3:173-178

Lösit ($KA1Si_2O_6$), metal seramik çalışmaları için düzenlenen seramik materyalinin en büyük kristal bileşenidir (1-3). Beyazca veya grice bir mineraldir. Doğada alkali volkanik kayalarda bulunur (4,5). Dişhekimliđi seramiđinde ise camın üretiminden sonra fritin belirli süre belirli ısı aralıklarında ısıtılarak özel ısı muamelesine tutulmasıyla oluşturulur (1,2). Özellikle metal alaşımlarıyla birlikte kullanılmak üzere formüle edilen seramik materyalde lösitin varlığı ve miktarı büyük önem taşımaktadır. Çünkü metal alaşımları ısı genleşme katsayısı (α)'na sahiptirler. Feldspatik camların α 'ları ise hemen hemen sifira yakındır (1,2,6). Cam yapının α 'nı arttırmak için yapıda lösit kristalinin oluşumu sağlanır. Bu amaçla üretim esnasında daha çok potasyum içeren feldspat ile daha fazla alkali, özellikle potasyum ilave edilir. Sodyum da yapıda kristal oluşumunu sağlamaktadır ancak, yüksek sodyum içeriđi materyalde dayanıklılık problemlerine yol açmaktadır (1). Bu nedenle daha çok potasyum tercih edilmektedir. Fritin elde edilmesinden sonra biraz önce belirtildiđi gibi lösit kristallerinin oluşumu ve gelişimi sağlanarak cam matrisi içerisine çökeltmeleri temin edilir.

Lösit kristali küp ve tetragonal sistemde bulunmaktadır. Yüksek ısıda kübik formda bulunan kristal oda sıcaklığına dönerken tetragonal forma geçerek agregat oluşturur (1,5). Tetragonal lösitin α oldukça yüksektir ($20-25 \times 10^{-6}/^{\circ}C$). Bu nedenle içeriđinde yer aldığı seramik materyalin α 'nı da artırır (1-3). Ancak seramik materyalin α 'nın, birlikte kullanıldığı metal alaşımlarından çok az düşük olması gerekmektedir. Seramik yapıda lösit

All increase in the leucite content will cause an increase in the thermal expansion coefficient of the ceramic material and this will lead to the inaccordance of the ceramic material with the metal alloy. The increased leucite content also results with an opacity in colour that can noticed visually As a result care must be given to avoid repealed firings.

Key Words: Leucite, Thermal expansion coefficient, Repeated firing

T Klin J Dental Sci 1997, 3:173-178

içeriđine göre α da deđişecektir (1,2). Metal alaşımları ile kullanılabilmesi için belirtilen lösit oranı % 30-40 olarak verilmektedir (2).

Birlikte kullanılacak olan seramik materyali ile metal alaşımlarının α 'larının uyumu çok önemlidir. Eđer seramik materyalin α 'sı metalinkinden yüksek olursa; materyaller oda ısısına dönerken seramik materyal, metal alaşımlarından daha fazla büzölmek istiyecektir. Bu durumda seramik materyal, metal-seramik arayüzünc dik olan radyal baskı gerilimleri ile arayüzünc paralel olan tangenital germe gerilimlerinin etkisi altında kalacaktır. Bu gerilimler neticesinde seramik materyalde arayüzünc dik olan radyal kırıklar/çatlaklar meydana gelecektir. Seramik materyalin ısı genleşme katsayısı metal alaşımlarının α 'ndan düşük olursa: eđer metal alaşımı ile seramik arasında bağlantı oluşmuşsa, materyaller oda ısısına dönerken metal alaşımı seramik materyali de büzölmeye zorlayacaktır. Bu durumda seramik materyalde tangenital baskı gerilimi ile radyal germe gerilimi oluşacaktır. Bunlar, aradaki fark çok büyük olmamak kaydıyla istenen gerilimlerdir. Çünkü tangenital baskı gerilimleri çatlađı, seramik yüzeyinden metal alaşımına doğru ilerletme eğilimindedir. Ancak aradaki fark çok fazla olursa radyal germe gerilimleri hemen hemen metal-seramik arayüzünc paralel olan çatlak oluşumuna sebep olacaktır (1,2,6-9).

Metal alaşımlarında olduđu gibi seramik materyallerde de içerik veya bileşim oranları her üründe aynı deđildir ve α üründen ürüne deđişebilecektir. Isı uygulamalarında materyallerin

yapılarında oluşabilecek değişiklikler ıgk'nı da etkileyebilecektir. Bu nedenle bir arada kullanılması düşünülen materyallerin ıgk'larının birbirleriyle uyumlu olması çok önemlidir.

Çalışmanın amacı, dişhekimliği pazarında yer alan ve metal-seramik çalışmalarında kullanılan seramik materyaller arasından rastgele seçilmiş olan dört değişik marka ürünün lösit içeriklerini ve tekrarlanan fırınlamalar ile lösit içeriğinin değişip değişmediğini araştırmak olmuştur.

Materyal ve Metod

Çalışmada metal alaşımları ile birlikte kullanılmak üzere üretilmiş olan VMK 68 (VITA, Germany), Duceram (Ducera, Germany), Ceramco (Ceramco, UK) ve Finesse (Ceramco, UK) seramik materyalleri kullanılmıştır.

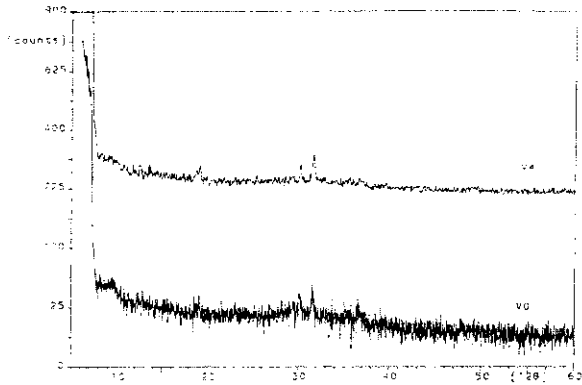
Her materyalde seramik hamur bir kerede hazırlandı. Hazırlanan seramik hamur lastik godye, gerekli kondansasyon ve kurutma işlemleri uygulanarak dolduruldu. Gode içerisinde hazırlanan seramik hamurlar platin foli üzerine ters çevrilerek fırına yerleştirildiler. Pişimler her materyal için üretici firmanın önerilerine uygun olarak yapıldı. Dört ayrı örnek bir kere fırınlandıktan sonra bir tanesi alınarak üç örneğin ikinci pişimleri yapıldı. Üçüncü pişim için bir örnek kenara ayrılarak, iki örneğin; dördüncü pişim için de tek örneğin pişimi yapıldı. VMK 68 (Dentin, C2) seramik materyalinde fırın ısısı birinci pişimde

935°C, ikinci pişimde 930°C, üçüncü pişimde 925°C ve dördüncü pişimde ise 925°C'ye ayarlandı. Duceram (Dentin C2) için pişimler 940°, 935°, 930° ve 925°C; Ceramco (dentin C2) için 940°, 935°, 930° ve 925°C; Finesse (dentin C2) için ise her pişim 750°C'de yapıldı.

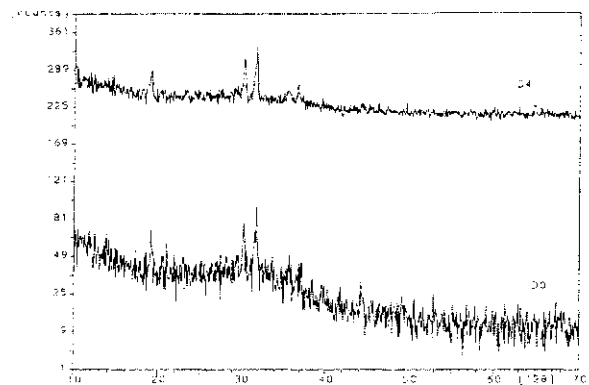
Deney örneklerinde, oluşan lösit kristallerinin oluşumlarının x-ray difraktometre'de (Philips PW 1820, Holland) belirlenebilmesi için örnekler teker teker agat havanda öğütüldükten sonra toz örnekler, delik çapı 325 mesh olan elekte elendiler. İnceleme için her seramik materyalin pişim uygulanmamış örnekleri de kullanıldı. Toz örnekler kasetlere doldurularak x ışınları difraksiyon ve difraktometre tekniği ile incelendiler. Deney örneklerinde lösit kristallerinin oluşumu ile orijinal toz örneklerindeki lösit kristallerinin varlığı CoK α radyasyonunun 2 θ (=5-70°C) aralığında yapılan analizlerle belirlenerek, x ışınları difraksiyonu (XRD) diyagramları çıkarıldı.

Sonuçlar

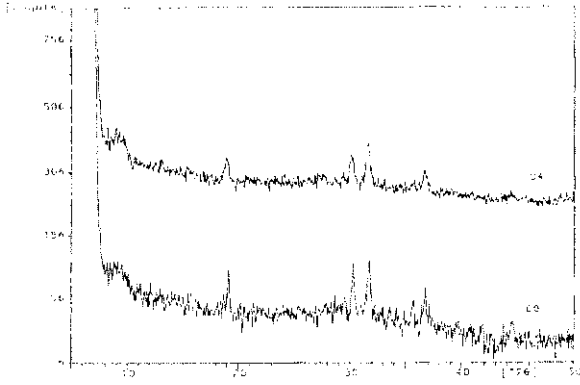
Alman VMK 68, Duceram, Ceramco seramik materyalinin pişim uygulanmayan örneklerin x-ışınları analizlerinde lösit kristallerinin varlığı belirlendi ve dördüncü pişimlerde bu fazın difraksiyon çizgi şiddetlerinin arttığı gözlemlendi (Şekil 1,2,3). Çizgi şiddetlerindeki bu artış, lösit kristallerinin miktarlardaki artışı göstermektedir. Finesse seramik materyalinde pişim yapılmayan örnekte lösit oluşumunun kristalizasyonuna karşı yüksek direnç gözlemlendi. Dört pişim yapılan örnekte ise lösit



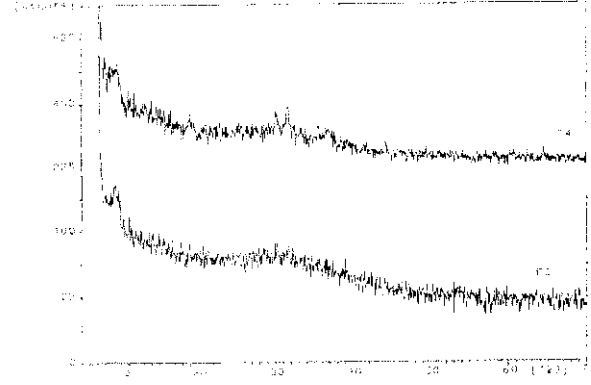
Şekil 1. VMK 68 seramik materyalinin pişim uygulanmamış(VO) ve dört kez fırınlanmış(V4) örneklerine ait XRD diyagramları.



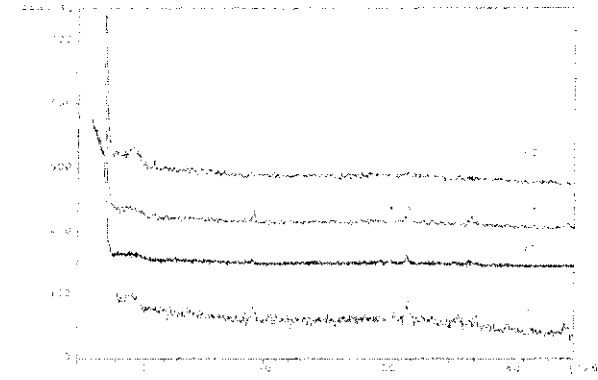
Şekil 2. Duceram seramik materyalinin pişim uygulanmamışken ve dört kez fırınlanmış(D4) örneklerine ait XRD diyagramları.



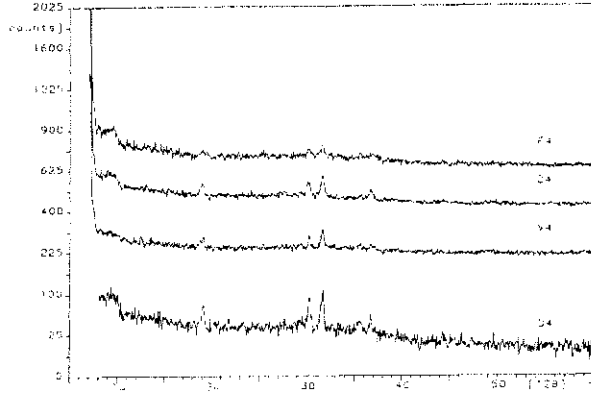
Şekil 3. Ceramco seramik materyalinin pişim uygulanmamış (C0) ve dört kez fırınlanmış (C4) örneklerine ait XRD diyagramları.



Şekil 4. Finesse seramik materyalinin pişim uygulanmamış (F0) ve dört kez fırınlanmış (F4) örneklerine ait XRD diyagramları.



Şekil 5. Pişim uygulanmayan Finesse (F), VMK 68 (V), Ceramco C ve Dueeram (D) seramik materyallerine ait örneklerin karşılaştırmalı XRD diyagramları.



Şekil 6. Dört kez fırınlanan Finesse (F), VMK 68 (V), Ceramco C ve Dueeram (D) seramik materyallerine ait örneklerin karşılaştırmalı XRD diyagramları.

oluşumunun kristalizasyonu belirgin olarak görüldü (Şekil 4).

Deney örnekleri arasında orijinal örneklerde en kuvvetli difraksiyon çizgileri Dueeram seramik materyalinde daha sonra ise sırasıyla; Ceramco ve VMK 68 seramik materyalinde belirlendi. Finesse seramik materyalinde ise lösit kristalizasyonu oluşumuna rastlanmadı (Şekil 5).

Dört kez fırınlanan örneklerin x ışınları analizlerinde difraksiyon çizgi şiddetleri ile yapılan karşılaştırmalarda lösit oluşumunun yine en yüksek Dueeram seramik materyaline ait örnekte mevcut olduğu ve bunun sırasıyla Ceramco, VMK 68 ve Finesse seramik materyalinin izlediği belirlendi (Şekil 6). Ancak, pişim uygulanmayan ve dört kez

fırınlanan örnekler arasında difraksiyon çizgilerinde en kuvvetli artış Finesse seramik materyalinde belirlendi.

Ayrıca, dört kez fırına giren örneklerde bir kez fırına giren örneklere oranla renkte gözle farkedilebilir bir opaklık gözlemlendi.

Tartışma

Bir arada kullanılması düşünülen metal alaşımı ile seramik materyalinin birbirleriyle uyumu çok önemlidir. İki materyal arasında uygun bağlantı oluşumunun yanında en önemli konulardan biri de her iki materyalin ıgk'lanmın uyumu gelmektedir. Seramik materyalin ıgk ise içeriğindeki lösit kristallerinin varlığına bağlıdır (1,2,7). Seramik

materyalin ısıl genleşme katsayısı esas olarak lösit kristallerinin kontrolünde olduğundan bbü kristallerin miktarındaki artış materyalin ısıl genleşme katsayısını arttıracak, azalması ise düşürecektir. Literatürde yer alan araştırma sonuçları da bu doğrultudadır (3,10,11).

Araştırmada yer alan Finesse seramik materyali hariç diğerlerinde pişim yapılmıyan örneklerde lösit kristalinin varlığı belirlenmiş ancak, XRD diyagramlarında farklı difraksiyon çizgileri görülmüştür. Her dört üru de metal alaşımları ile birlikte kullanılmak üzere üretilmiş olmalarına rağmen farklı lösit içeriğine sahip olmaları dikkat çekicidir. Bu durumun, seramik materyallerin içerikleri esas olarak aynı olmakla birlikte formülasyonlarındaki ufak miktar farklılıklarından ve frite uygulanan farklı ısıl işlemlerinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Literatürde, metal-seramik çalışmalarında birbirleriyle uyumlu ıgk'na sahip materyallerin kullanılması gerektiği bildirilmektedir (2,6,9,12,13,14). Araştırmada elde edilen bulgular yani, materyallerin lösit kristal içeriklerinin farklı olması bu önerileri desteklemektedir. Literatürde yine, üretici firmaların bildirdiği materyal çiftlerinin kullanılması önerilmektedir. Ancak ürünlere ait prospektüslere bakıldığı zaman, her türlü metal alaşımı ile kullanılabilir şekilde genel bir ifade yer almaktadır. Bu durumda, birbirleriyle uyumlu materyallerin belirlenmesinde araştırmaya sonuçlarının veya literatürde bildirilen her iki materyalin ıgk'ları arasında tolere edilebildiği bildirilen $1 \times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$ veya daha az miktardaki farkın esas alınması doğru olacaktır.

Tekrarlanan fırınlamalar ile lösit içeriğinin artması, literatürdeki diğer araştırma sonuçları ile uyumludur (2,12,15,16). Araştırmada pişim uygulanmıyan ve dört kez fırınlanan örnekler arasında en fazla lösit içeriği Duceram seramik materyalde belirlenmiştir (Resim 5,6). Buradan, araştırmada kullanılan seramik materyalleri arasında Duceram'm en yüksek ıgk'na sahip olan materyal olduğu düşünülebilir. Finesse seramik materyalinde ise pişim uygulanmıyan örneklerde lösit kristallenmesinc ait difraksiyon çizgilenmelerine rastlanmakla birlikte, dördüncü pişimlerde belirginleşen difraksiyon çizgilenmeleri yapıda, lösit oluşumunu teşvik edici çok az element bulunduğunu düşündünmektedir.

Her dört seramik materyalinde dc tekrarlanan fırınlamalar ile lösit içeriğinin artması, metal seramik restorasyonların yapımında tekrarlanan fırınlamalardan, özellikle dördüncü pişimlerden kaçınılması gerektiğini göstermektedir. Aksı takdirde artan lösit içeriğine bağlı olarak seramik materyalin ıgk'sı artacak ve metal alaşımı ile olan uyumu bozulacaktır. Lösit içeriğinin artmış olması ayrıca, materyalde devitrifikasyonun arttığını göstermektedir. Çünkü cam yapıda kristalizasyon Sİ04 tetrahedralindeki ayrılmalar neticesinde meydana gelir (2,6,8). Dört kez pişim uygulanan örneklerde renkte opaklaşmanın gözlenmiş olması devitrifikasyon konusundaki düşüncemizi desteklemektedir.

Araştırmada lösit kristallerinin belirlenmesi ve tekrarlanan fırınlamalar ile artış tek basma materyallerin cilalanabilirliği, aşınma/aşındırma özellikleri, yüzey sertlikleri, optik özellikleri ve metal alaşımları ile olan uyumlarını tartışabilmek için yeterli değildir. Bunun yamsıra yapıda kristal oluşumu arttıkça glazürlü yüzeyin düzgünlüğünü sağlamak zorlaşacaktır (2,6). Çalışmadan elde edilen bulgulara göre, en az lösit difraksiyon çizgilenmesi gösteren Finesse seramik materyalinde daha düzgün glazürlü yüzeyler elde edilebileceği, Duceram'da ise bu düzgünlüğü sağlamanın daha zor olabileceği söylenebilir.

Sonuç

Metal-seramik restorasyonlarda kullanılan seramik materyallerin lösit içeriklerini ve tekrarlanan fırınlamalar ile lösit oranında ortaya çıkan değişiklikleri belirlemek amacıyla yapılan çalışmada elde edilen bulgulara göre:

1. Pişim uygulanmıyan V M K 68, Duceram ve Ceramco seramik materyalde lösit varlığı belirlenmiştir. En fazla lösit Duceram seramik materyalinde daha sonra sırasıyla Ceramco ve V M K 68 seramik materyalinde belirlenmiştir.
2. Pişim uygulanmıyan Finesse seramik materyalinde lösit varlığına rastlanamamıştır.
3. Tekrarlanan pişimlerde özellikle dördüncü pişimde dört seramik materyalinin dc XRD diyagramlarında lösitte belirgin artış görülmüştür.
4. Tekrarlanan pişimler sonucu renkte gözle farkedilebilir opaklık belirlenmiştir.

KAYNAKLAR

1. Mackert JR: Effects of thermally induced changes on porcelain-metal compatibility. In: Perspectives in dental ceramics. Proceedings of the Fourth International Symposium on Ceramics. Ed. Preston JD. London, Quintessence Publ Co, 53, 1988
2. Yamamoto M: Metal-Ceramics. Principles and methods of Makoto Yamamoto. Chicago, Quintessence Publ Co 157, 1985
3. Piche **PW**, O'Brien W.I, Groh C.L., **Boenke** K M : Leucite content of selected dental porcelains. J8 Biomed Mater Res 28:603, 1994
4. Jablonsky S: Illustrated dictionary of dentistry. Philadelphia. WB Saunders Co. 450, 1982
5. Okay A C: Mineralbilim. Istanbul, Acar Matbaası, 311, 1967
6. McLean JW: The science and art of dental ceramics. Volume 1: The nature of dental ceramics and their clinical use. Chicago, Quintessence Publ Co 39, 1979
7. Mackert JR, Rueggeberg FA, Lockwood PE, Evans A L. Thompson WO: Isothermal anneal effect on micro-crack density around leucite particles in dental porcelain. J Dent Res 73:1221, 1994
8. Phillips RW: Science of dental materials. Ninth Edition. Philadelphia, WB Saunders Co 505, 1991
9. Craig R G: Restorative dental materials. St Louis, CV Mosby Co 481, 1989
10. Stannard JG, Marks L, Kanchanatavvewat K: Effect of multiple firing on the bond strength of selected matched porcelain fused to metal combinations. J Prosthet Dent 63:627, 1990
11. Mackert JR, Williams A L: Thermal expansion of isothermally annealed dental porcelain. J Dent Res, 76:Abst No:67, 1997
12. Fairhurst CW, Anusavice KJ, Hashinger DJ, Ringle RD, Twigg SW: Thermal expansion of dental alloys and porcelains. J Biomed Mater Res, 14:435, 1980
13. Lubovich PP, Goodkind RJ: Bond strength studies of precious, semiprecious and nonprecious ceramic-metal alloy with two porcelains. J Prosthet Dent 37:288, 1977
14. Quinones EE, Vermilyea SG, Griswold WEI: Apparent bond strength of nonnoble alloy-porcelain combinations. J Prosthet Dent 54:359, 1985
15. Prasad A, Day GP, Tobey RG: A new dimension for evaluation of porcelain-alloy compatibility. In: Perspectives in dental ceramics. Proceedings of the Fourth International Symposium on Ceramics. Ed. Preston JD. London, Quintessence Publ Co, 65, 1988
16. Mackert JR, Williams A L, Russell C M: Temperature effect on crystallization of leucite in dental porcelain. J Dent Res, 76:Abst No:65, 1997