

T.C.
GAZİ ÜNİVERSİTESİ
SAĞLIK BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
PROTETİK DİŞ TEDAVİSİ ANABİLİM DALI

**İKİ FARKLI RÖVETMANLA DÖKÜLMÜŞ TİTANYUM ÖRNEKLER
ÜZERİNDE “ALFA CASE” TABAKASININ İNCELENMESİ**

DOKTORA TEZİ

90499

Dt. ÖZLEM MANAV

TEZ YÖNETİCİSİ

Doç. Dr. HÜSEYİN YAZICIOĞLU

ANKARA-2000

**T.C. YÜKSEKÖĞRETİM KURULU
DOKÜMANTASYON MERKEZİ**

GAZİ ÜNİVERSİTESİ SAĞLIK BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ MÜDÜRLÜĞÜ'NE

BAŞKAN

ÜYE

ÜYE

ÜYE

ÜYE

Yukarıdaki imzaların, adı geçen öğretim
üyelerine ait olduğunu onaylarım

ENSTİTÜ MÜDÜRÜ

TEŐEKKÖR

Bu alıőmanın gerekleőtirilmesinde, karőtılaőtıőım sorunları aőtmada bÖyÖk katkılarından dolayı Sayın Prof. Dr. Erol Demirel'e, baőtlangıtan itibaren ilgisini ve yardımlarını esirgemeyip, beni her aőtamada destekleyen danıőtmanım Sayın Do. Dr. HÖseyin Yazıcıoőlu'na, ömeklerin hazırlanması, deneylerin gerekleőtirilmesi ve sonuçların yorumlanmasında bÖyÖk katkıları olan Sayın Do. Dr. Klaus Päßler'e, sonuçların istatistiksel olarak deőerlendirilmesindeki yardımlarından dolayı Sayın Do. Dr. Emin Karip'e ve beni her zaman özveriyle destekleyen aileme sonsuz teőtekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

SAYFA

GİRİŞ	1
GENEL BİLGİLER	2
MATERYAL VE YÖNTEM	41
BULGULAR	54
TARTIŞMA	80
SONUÇ	95
ÖZET	97
YABANCI DİLDE ÖZET	99
KAYNAKLAR	101
ÖZGEÇMİŞ	108

I.GİRİŞ

Dişhekimliğinde kullanılan kıymetli metal alaşımları, daha çok ekonomik nedenlerle giderek yerini kıymetsiz metal alaşımlarına bırakmaya başlamıştır. Ancak, kıymetsiz metal alaşımlarının biyolojik uyumlarının yetersiz olması ve korozyona yatkın olmaları nedeni ile son yıllarda, kıymetsiz metaller arasında bu dezavantajları daha az taşıyan metal arayışları yoğunlaşmış, bu alanda titanyum ve titanyum alaşımları dikkat çekmeye başlamıştır.

Kıymetsiz metaller grubu içinde yer alan titanyum ve titanyum alaşımlarının hafif, korozyona dirençli, biyolojik olarak uyumlu olmaları gibi özellikleri ile kullanımları giderek yaygınlaşmaktadır. Aslında ucuz bir metal olan titanyumu pahalı kılan, özel rövetmanlar ve özel döküm teknikleri için kullanılan ekipmanlardır. Ekonomik boyutunun yanı sıra titanyum dökümlerde yaşanan diğer bir zorluk, erimiş titanyumun döküm sırasında pota materyali, rövetman ve döküm atmosferi ile reaksiyonu sonucu, döküm titanyumun yüzeyinde oluşan reaksiyonel "alfa case" tabakasıdır. Metalin bazı mekanik özelliklerini değiştirmesi ve çalışma zorluğu yaratması nedeniyle titanyum dökümlerde istenmeyen bir tabakadır. Dökülen restorasyonların hacimlerinin büyüklüğü, kullanılan manşetlerin sıcaklığı, kullanılan rövetmanın içeriği ve döküm sistemine bağlı olarak kontaminasyon oluşacağından, alfa case tabakası kalınlığı da değişmektedir. Titanyum dökümlerin kalitesinin yükseltilmesi ve alfa case tabakasının kalınlığının azaltılması için, daha küçük hacimli restorasyonların dökülmesi ve titanyum için özel olarak geliştirilmiş rövetmanların ve döküm sistemlerinin kullanılması gerekmektedir.

Bu araştırmanın amacı; titanyumun dökümünde kullanılan rövetmanların ve dökülecek objenin haciminin "alfa case" tabakası üzerine etkilerinin incelenmesidir.

II. GENEL BİLGİLER

II.1. METALLER :

Metaller doğada ençok bulunan elementlerdir. Periyodik tablodaki elementlerin çoğunluğu metal olarak sınıflandırılmaktadır. Saf metallerin özellikleri metallere doğru bir değişiklik göstermez. Metaller ile ametaller arasında kesin bir sınır yoktur. Bu sınıra yakın olan elementler her iki grubun özelliklerini de taşır¹.

Metaller saf halde tek bir elementten ibarettir. Özelliklerini geliştirmek için metale başka elementler ilave edilir. Bu şekilde iki ya da daha fazla metalin birleşimi ile oluşan metal karışımına "alaşım" denir^{1,2,3}.

Dişhekimliğinde saf metal kullanımı sınırlıdır.¹ İlk kullanılan metal saf altındır. Ancak sonraları fiziksel özellikleri daha iyi olan, korozyona dirençli ve daha ekonomik olan dental alaşımlar tercih edilmeye başlamıştır⁴.

II.1.1. Dental Alaşımlarda Aranacak Özellikler:

Dişhekimliğinde kullanılan ya da kullanılması önerilecek alaşımların bazı özellikler taşıması gereklidir. Bu özellikler şöyle sıralanabilir² :

- a) Kimyasal yapısı, hastada veya hekimde toksik veya allerjik etkilere sebep olmamalıdır.
- b) Kimyasal özellikleri, korozyona ve oral sıvılardaki fiziksel değişikliklere dirençli olmalıdır.
- c) İletkenlik, erime derecesi, termal genişleme katsayısı ve direnç gibi mekanik ve fiziksel özellikler çeşitli restorasyonlar için yeterli olmalıdır.

d)Yapım ve kullanım için gereken teknik incelemeler teknisyen ve hekim tarafından yapılabilmelidir.

e)Ucuz ve kullanıma hazır olmalıdır.

II.1.2. Alaşımların Sınıflandırılması:

II.1.2.1. ADA Sınıflandırması:

Dişhekimliğinde kullanılan altın alaşımları için 1966'da ADA' nın yaptığı sınıflamaya metal-seramik alaşımlarının ilave edilmesiyle aşağıdaki gibi fonksiyonel bir sınıflama ortaya çıkmıştır.¹

Tip I (Yumuşak): Ufak inleyler.

Tip II (Orta) : Orta derecede gerilime maruz kalacak inleyler, kronlar.

Tip III (Sert) : Yüksek gerilimlere maruz kalacak inleyler, ince kronlar, kısa köprüler.

Tip IV (Ekstra Sert) : Çok yüksek gerilimlere maruz kalacak inleyler, bar ve kroşeler, bölümlü protez iskeletleri, uzun köprüler.

Metal-Seramik Alaşımları (Sert ve ekstra sert): Seramik ile veneerlemeye uygun kopingler, ince duvarlı kronlar, kısa gövdeli köprüler (sert tip ile), uzun gövdeli köprüler (ekstra sert tip ile).

II.1.2.2. TSE Sınıflaması:

TSE 10918'de kron ve köprü protezlerinde kullanılan metal alaşımları Vickers sertlik değerlerine göre sınıflandırılmışlardır.⁵

Tip 1 : Yumuşak (Vickers Sertliği 40-75)

Tip 2 : Normal (Vickers Sertliđi 70-100)

Tip 3 : Sert (Vickers Sertliđi 90)

Tip 4 : Çok sert (Vickers sertliđi 130-250)

II.1.2.3. Craig Sınıflaması:

Bu sınıflama döküm ve soğuk işlenmiş alaşımların dental uygulamalarda kullanıldıkları yerlere göre yapılmıştır ²:

A-Döküm kobalt-krom alaşımlar

- a.Parsiyel protez iskeletlerinde,
- b.Porselen-metal restorasyonlarda,

B-Döküm nikel-krom alaşımlar

- a.Parsiyel protez iskeletlerinde,
- b.Kron ve köprülerde,
- c.Porselen metal restorasyonlarda.

C-Soğuk işlenmiş paslanmaz çelik alaşımlar

- a.Endodontik enstrumanlarda,
- b.Ortodontik tel ve braketlerde,
- c.Preforme kronlarda.

D-Soğuk işlenmiş kobalt-krom-nikel alaşımlar

- a.Ortodontik tellerde

E-Soğuk işlenmiş nikel-titanyum alaşımlar

- a.Ortodontik tellerde

F-Soğuk işlenmiş β -titanyum alaşımlar

- a.Ortodontik teller.

II.1.2.4. Mc Lean Sınıflaması:

Metal-seramik sistemlerde kullanılan sınıflamadır⁴.

A-Soy Metal Alaşım Sistemleri:

a-Yüksek Altın İçerenler:

1-Altın-Platin-Palladyum

2-Altın-Platin-Tantalyum

b-Düşük Altın İçerenler: Altın-Palladyum-Gümüş

c-Altın İçermeyenler:Palladyum-Gümüş

B-Temel Metal Alaşımları:

a-Nikel-Krom Alaşımları

b-Kobalt-Krom Alaşımları.

II.1.3. Alaşımların Çeşitleri ve Özellikleri :

Bir alaşımı şekillendirmek için iki yada daha fazla metalin homojen bir sıvı elde edene kadar ısıtılması gerekir. Alaşımlar yapılarındaki elementlerin sayısına göre sınıflandırılabilir. İki elementten oluşan alaşımlara "binari", üç elementten oluşan alaşımlara "ternari" alaşımlar denir^{1,2,3}.

Dental amaçlı alaşımları katı halde birbirleri ile karışabilme oranlarına göre sınıflandırmak mümkündür. En basit alaşım ortak örgü yapısına sahip olacak şekilde iki metalin atomlarının karışmasıdır. Metallerin katı halde birbirlerinin içinde çözündükleri varsayılırsa bu tip alaşımlara "katı çözeltiler" denir. Dişhekimliğinde kullanılan alaşımların çoğu katı çözelti tipindedir. Sıvı çözeltilerdeki gibi katı çözeltiyi oluşturan metallerde birbirinin içinde belli oranlarda çözünürler. Bu durumda katı halde karşılıklı çözünemeyen

ara fazlar meydana gelir. Ötektik alaşım, peritektik alaşım, intermetalik bileşikler ara fazlardan bazılarıdır^{1,2}.

II.1.3.1 Katı Çözeltiler:

İki metalin atomlarının sıvı halde iken atomlarının büyük kısmının, katı halde de kalan kısımlarının birbirine karışması ile katı çözeltiler elde edilir. Katı çözelti tek fazlı bir sistemdir. Tek fazlı katı çözeltiler daima değişik kompozisyonlara sahiptir. Dental amalgam alaşımları bu çeşit alaşımlardır^{1,2}.

Katı çözeltilerin çeşitleri ¹:

a)Yer değiştirmeli katı çözeltiler: Kristal yapıya sahip bir metalin atomları, diğer metalin atomlarını yerini alıyorsa bunlara "yer değiştirmeli katı çözeltiler" denir. Bakır ve çinko'nun bir alaşımı olan pirinç bu tip bir çözeltilerdir.

b)Düzenli katı çözeltiler: İki metal yapısının alaşımın yapısında düzenli yerleştiği çözeltilerdir. Bu tip çözeltiler daha çok düşük sıcaklık derecelerinde görülürler.

c)Arayer katı çözeltiler: Küçük atomların büyük atomlar arasındaki boşluklara girdiği çözeltilerdir. Demirdeki karbon atomları bu çeşit çözeltilerdir.

Katı çözelti alaşımları sıklıkla saf metalden daha yüksek direnç ve sertliğe, daha düşük çekilebilirliğe sahiptir. Katı çözeltiler erime noktasından ziyade erime spektrumuna sahiptir. Daima en yüksek erime derecesine sahip metalden daha yüksek erime derecesine ve bazen her iki metalin erime noktasının altında bir erime derecesine sahiptirler. Bu çeşit alaşımlar genellikle multifazlı alaşımlara göre korozyona daha

dirençli olduklarından dişhekimliğinde kullanılırlar. Aynı zamanda çok az vakada katı çözeltiler saf metallerden daha yüksek korozyona sahiptirler^{1,2}.

II.1.3.2. Ötektik Alaşımlar:

Bileşenlerin sıvı halde tamamen çözünmesine rağmen, katı halde sınırlı çözüldüğü sistemlerdir. Ötektik alaşım tamamen katılaştığı zaman, bileşen atomları ayrılarak hemen hemen saf metallerden meydana gelmiş bölgeler oluşur. Gümüş-bakır sistemi bu tip bir sistemdir^{1,2}

Genelde alaşımı oluşturan metallerden daha sert ve güçlüdürler. Sıklıkla kırılgandırılar. Ötektik kompozisyonda bir erime spektrumuna değil bir erime noktasına sahiptirler ve herhangi bir alaşım kombinasyonu sistemi ötektik karışımın erime derecesinden daha yüksek birleşme ısısına sahiptir. Ötektik karışımlar diğer iki fazlı mikro yapılarla beraber sıklıkla zayıf korozyon rezistansına sahiptir^{1,2}.

II.1. 3.3. Peritektik Sistemler:

İki metalin birbiri içinde katı halde sınırlı çözünlülüğü sonucunda peritektik diye bilinen dönüşümler meydana gelir. Peritektik sistemler gümüş-kalay sistemi dışında dişhekimliğinde pek yaygın değildir. Merkezleşmiş bir yapı izlenir. Bu yapı daha kırılgan olup, homojen faza nazaran korozyona daha dirençlidir^{1,2}.

II.1.3.4. İntermetalik Bileşikler:

İntermetalik bileşimlerde soğutulmuş likit metal solüsyonlardır. Sonuç fazı sabit bir kimyasal kompozisyona veya dar bir kompozisyon spektrumuna sahiptir. Dental amalgam alaşımları bu çeşit alaşımlardır. Bazı alaşım sistemlerinde oluşan intermetalik

bileşikler genellikle çok sert ve kırılgandırlar. Bunların özellikleri nadiren alaşımı oluşturan metallere benzer^{1,2}.

II.1.4. Metal ve Alaşımların Mikroyapısı:

Metaller ve alaşımların iç yapılarının incelenmesi "metalografi bilimi" olarak adlandırılır^{2,3}. Tüm metallerde iki iç yapı mevcuttur:

a)Mikro yapı ; mikroskop olmadan görülemeyen, farklı büyüklükteki granüllerden ve fazlardan oluşmuştur. Mikro yapı genellikle ışık veya elektron mikroskobu ile gözlemlenebilir².

b)Kristal yapı ; materyalde atomların dizilimidir. X-ray difraksiyon metodu ile belirlenebilir veya yüksek çözünümlü elektron mikroskobu ve diğer gelişmiş mikroskopik tekniklerle gözlemlenebilir. Farklı geometriye sahip kristal sistemleri vardır. Bunlar aşağıda belirtilmiştir^{1, 2}:

- a-Kübik,
- b-Tetragonal,
- c-Ortorombik,
- d-Monoklinik,
- e-Triklinik,
- f-Hegzagonal,
- g-Rombohedral.

Dişhekimliğinde en çok kullanılan metaller gövde merkezli kübik, yüzey merkezli kübik ve yakın alanlı hekzagonal şekildedir, çok az sayıda metal kompleks, yakın alanlı hekzagonal biçimdedir. Bu kristal sistemine en iyi örnek titanyumdur².

II.2. TİTANYUM :

1795 yılında Klaproth, Macaristan'da bulunan kırmızı bor ve flor içeren kıymetli taşı inceleyerek o zamana kadar bilinmeyen bir metalin mineralini bulmuştur. Bu metale yeryüzünün oğulları anlamına gelen "titan" adını vermiştir⁶.

İlk defa Hunter, laboratuvarında %98-99 oranında titanyum elde etmeyi başarmıştır. 1938'de Kroll, sıvı magnezyumla titantetra kloridin indirgenmesi yoluyla titan elde etmiştir^{6,7,8}.

19. yüzyılda titanyum biyolojik uyumluluğu, kolayca şekillendirilmesi ve lehimlenmesi, korozyona direnci ile dişhekimliğinde geniş kullanım alanı bulmuştur. Ancak yeni döküm sistemlerinin, rövetmanların ve titanyum için spesifik porselen sistemlerinin geliştirilmesi için araştırmalar sürmektedir. Gelecekte de dişhekimliğinde kullanımı açısından umut vaat etmektedir^{6,7,8,9}.

II.2.1. Yeryüzündeki Titan Kaynakları:

Titanyum yerkabuğunda tahminen %0.6'lık oranda bulunmaktadır. Altından birkaç milyon kez daha boldur. Oksijen, alüminyum, kalsiyum, natriyum ve kalyumdan sonra periyodik tabloda 9. sırada yer alır. En önemli titan mineralleri : anatas (TiO_2), ilmenit (FeTiO_3), rutil (TiO_2) ve sphendir (CaTiSO_4). Titanyum oluşumunu sağlayan TiO_2 miktarının en yüksek olduğu mineral rutildir. Amerika'da, Brezilya'da, Norveç'te önemli rutil kaynakları vardır. Kanada, Finlandiya, Amerika ve Norveç'te ilmenit minerali içeren titanhematit ve titanmagnetit bulunmaktadır. Yerkabuğunda rutil ve ilmenit sağlayan kaynaklar TiO_2 içeriği bakımından hesaplandığında 423 milyon ton tutmaktadır.

Güney Afrika, Hindistan ve Avustralya'da da büyük ilmenit kaynakları bulunmaktadır.1949'dan itibaren titanın endüstriyel imali Amerika'dan başlayarak Avrupa ve Japonya'da giderek artmıştır^{6,7,8}.

II.2.2.Titanyumun Elde Edilişi:

Titanyum %98'e varan kütle yüzdesi ile doymulanmış üründen elde edilir. Titanın elde edilışinde ençok kullanılan metod "Kroll metodu"dur. Kroll metodu $TiCl_4$ 'ün magnezyum ile indirgenmesi esasına dayanmaktadır^{6,7,8}.

Titanın imali %98'lik konsantrasyonla başlar. Bundan karbon ilavesi ve klorlama ile ekzotermal reaksiyon sonucu $TiCl_4$ elde edilir. Bunu takip eden damıtma işlemleri ile demir, vanadyum, silisyum gibi yan ürünler elde edilir. Asıl gaz atmosferi altında çelik bir reaktörde $TiCl_4$ magnezyum yada sodyum ile indirgenir. Bu sırada meydana gelen ekzotermal reaksiyon sonucu "Titan Süngeri" denilen metalik titan açığa çıkar. Titan süngeri küçük parçalara ayrılıp, temizlenir, elektrotlara bağlanır. Vakumlu fırında eritilir. Kalitesinin yüksek olması için eritme işlemi en az iki kez tekrarlanır. Elde edilen titan blokları çeşitli sıcak soğuk değişim işlemleri ile levha, çubuk, tel, blok gibi formlara dönüştürülür^{6,7,8,9}.

Titanyumun elde edilmesinde kullanılan diğer metodlar¹⁰:

- a) TiO_2 'nin magnezyum ve kalsiyum ile indirgenmesi,
- b) Titanyumtetrahidridin termal çözünmesi,
- c) Titanyumtetrahidridin hidrojen ile ayrışması,
- d) Eriyik titanyumtetrahidridin elektrolizi.

II.2.3. Titanyumun Fiziksel, Kimyasal ve Mekanik Özellikleri:

Titanyum periyodik tabloda atom numarası 22, atom ağırlığı 47,8 olan saf bir element olarak listelenmiştir.

Titanyumu diğer metallerden ayıran beş önemli özelliği vardır ^{6,8,9}.

- a)Özgül ağırlığının az olması,
- b)Düşük ısı iletme kabiliyeti,
- c)Düşük elastikiyet modülü,
- d)Yüksek yapısal sağlamlık,
- e)Agresiv maddeler karşısında korozyona dayanıklılık ve buna bağlı olarak biyolojik uyumluluk. ^{6,8,9}

II.2.3.1. Fiziksel Özellikleri:

a)Atomik özelliği: Titanyumun atom numarası 22'dir. Atom ağırlığı 47.88, yoğunluğu 4.51 g/cm³'dür ^{6,8,11}.

b)Titanyumun kristal yapısı: Titanyumun kristallografisi 882°C'de değişmektedir. Bu sıcaklığın altında titanyum hegzagonal α fazında, üstünde ise kübik β fazındadır. 882°C'de α fazından β fazına geçen titanyum bu fazda 1668°C'de eriyene kadar kalır.

Titanyum alaşımları üç formda bulunur: α , β , ($\alpha + \beta$). Bu alaşımlar titanyuma fiziksel özelliklerini değiştirmek için farklı elementlerin ilavesi ile meydana gelir. İlave edilen elementler sayesinde titanyumun direnci artırılabilir, yüksek ısı performansı, sürtünme direnci, lehim yapılabilme, kolayca şekillendirebilme özelliği kazandırılabilir. Titanyumun fiziksel özelliklerinin değişimi faz değişimi ile bağlantılıdır. Alüminyum,

zirkonyum, karbon, oksijen, azot gibi elementlerin titanyuma ilavesi ile yüksek sıcaklıkta bir performans oluşturulur. Bunlar "α stabilizan" elementlerdir. α alaşımları oksijen kontaminasyonu ve deformasyona dirençlidirler, lehimlenebilirler. Vanadyum, tantal, molibden, demir, krom, kobalt gibi elementler ise "β stabilizan" elementlerdir. β fazında titanyum kolayca şekillendirilebilir, sıcak ve soğuğa karşı direnç kazanır.

α - β alaşımları bu iki faz arasında özellik gösterirler. Dental implantlar bu alaşımların en popüler olanı Ti6Al4V 'dan yapılmaktadır. Son yıllarda TiAl₅Fe_{2,5} alaşımları da implant materyali olarak kullanılmaktadır. Alaşımlar ısı ile muamele edildikten sonra mükemmel bir implant materyali için gerekli olan fiziksel ve kimyasal özellikler kazanırlar. Elastikiyetleri kemiğe diğer herhangi bir implant materyalinden daha yakındır. Bu sayede daha iyi stres dağılımı sağlarlar. Hafif, korozyona ve yorgunluğa dirençlidirler^{1,6,8,11}.

c)Isı iletkenliği: Isı iletkenliği düşük bir metaldir. Isı iletkenliği alüminyumdan düşüktür, çelikle hemen hemen aynıdır. 20-25°C(w/m.K)21.4 veya birim zamandaki ısı artış derecesi başına 105 Btu'dur^{1,11}.

d)Isısal genleşme katsayısı: Metaller erime noktalarının altında ısıtıldığında boylarında bir artış gözlenir. Metal destekli porselen restorasyonlarda kullanılacak metallerin boyutsal stabilitelerini koruyabilmeleri için düşük genleşme katsayısına sahip olmaları istenir. Titanyumun ısısal genleşme katsayısı oldukça düşüktür (9.1x10⁻⁶/°C'dir)¹¹

e)Elektrik iletkenliği: Kötü bir elektrik iletkenidir. Elektrik iletkenliği %3.1'dir¹¹.

f)Magnetik özellikleri: Magnetik alanlardan çok az etkilenir. Bu bakımda alüminyum ve paslanmaz çeliğe benzerlik gösterir^{11,12}.

g)Erime Noktası: 1668°C'dir^{6,8,9,11,12}.

h)Kaynama noktası: 3260°C'dir¹¹.

II.2.3.2.Kimyasal Özellikleri:

a)Titanyumun kimyasal yapısı:Titanyumun endüstriyel olarak saflaştırılması sırasında oksijen, azot, hidrojen ve karbon gibi elementler tamamen elimine edilmeden az miktarda metal içinde ayrıştırılmadan bırakılmaktadır. İçerdiği bu minör elementlerin miktarlarındaki değişimlere bağlı olarak titanyum 4 saflık derecesine ayrılır: Grade 1,Grade 2, Grade3, Grade 4 ^{13,14}. DIN 18750'ye göre saf titanyumun kimyasal kompozisyonu **tablo II.1.**'de verilmiştir ¹⁵. ASTM'ye göre saf titanyum ve Ti6Al4V 'un kimyasal kompozisyonu **tablo II.2.**'de verilmiştir ¹⁶.

Tablo II.1.: DIN 17 850' ye GÖRE SAF TİTANYUMUN KİMYASAL KOMPOZİSYONU¹⁵

Grade	Madde no	Elementler					
		Fe _{max}	O _{max}	N _{max}	C _{max}	H _{max}	Ti
Grade 1	3.7025	0.15	0.12	0.05	0.06	0.013	Geriye kalanı
Grade 2	3.7035	0.20	0.18	0.05	0.06	0.013	Geriye kalanı
Grade 3	3.7055	0.25	0.25	0.05	0.06	0.013	Geriye Kalanı
Grade 4	3.7065	0.30	0.35	0.05	0.06	0.013	Geriye Kalanı

**Tablo II.2. : ASTM' ye GÖRE SAF TİTANYUMUN ve Ti6Al4V'un KİMYASAL
KOMPOZİSYONU¹⁶**

Alaşıım	Elementler							
	N	C	H	Fe	O	Al	V	Ti
Grade 1	0.03	0.10	0.015	0.02	0.18	-	-	Geriye kalanı
Grade 2	0.03	0.10	0.015	0.03	0.25	-	-	Geriye kalanı
Grade 3	0.05	0.10	0.015	0.03	0.35	-	-	Geriye kalanı
Grade 4	0.05	0.10	0.015	0.05	0.40	-	-	Geriye kalanı
Ti6Al4V	0.05	0.08	0.012	0.25	0.13	5.5-6.5	3.5-4.5	Geriye kalanı

Grade 1 ve 2 titanyum kron , köprü protezlerinin yapımında, grade 4 titanyum metal iskeletlerin yapımında kullanılmaktadır. Grade sayısı arttıkça demir ve oksijenin miktarı artar. Böylece titanyumun sağlamlığı artarken esnekliği azalır. Titanyumdaki oksijen miktarının değişmesi metalin elastikiyet modülünü değiştirmektedir. Oksijen miktarındaki artış akma dayanıklılığı ve sertliği artırırken uzamayı azaltır^{6,7,8,9,15,16}.

b)Gazlarla etkileşimi: Titanyum yüksek sıcaklıklarda ve atmosfer koşullarında gazlarla aşırı derecede reaktivite gösterir. Saf titanyum teorik olarak çeşitli oksitler oluşturabilir. Bunlar arasında TiO, TiO₂, Ti₂O₃ vardır. TiO₂ en stabil olanıdır ve fizyolojik ortamlarda kullanılmaktadır. Titanyum oksitleri titanyumun hava ile teması sonucu kendiliğinden oluşur. Havayla 1milisaniye temas sonucu saf titanyumun yüzeyinde 10 Å°luk bir oksit tabaka oluşacaktır. 1 dakikada bu tabaka 100 Å° kalınlığa ulaşabilir. Metal bu şekilde pasif hale gelir. Bu tabaka titanyumu korozyona dirençli kılar^{6,8,9,16,17,18}.

Amerikan Gıda ve İlaç Birliği'ne göre; titanyum implant üreticilerinin ürünlerini satmadan önce nitridizasyonla pasifize etmeleri gerektiği önerilmiştir. Nitridizasyon genel olarak dental alaşımların korozyona ve aşınmaya direncini artırmak için kullanılan yaygın

bir metoddur. Döküm saf titanyum da 900°C'de 10⁻⁶ bar basınç altında nitrojenle muamele edildiğinde iyi sonuçlar alınmaktadır^{9,19}.

Oksit tabakanın yıkılması fizyolojik koşullar altında mümkün değildir. İçinde %85-95 titanyum bulunan pek çok titanyum alaşımı saf titanyumun pasifizasyonunu sürdürür. Ancak implantın yerleştirilmesi sırasında bir hasar olursa, oksit tabaka kendi kendini yenileyebilir. Zamanla titanyum implantın yüzeyinde küçük değişiklikler oluşabilir. Ancak dokuya bir titanyum akümülasyonu gözlenmemiştir. İnsan dokularındaki normal titanyum düzeyi 50 ppm'dir. Titanyum implant çevresinde sıklıkla 100-300 ppm değerinde titanyum görülür. Bu düzeyde, dokuda titanyum pigmentleri ile renk değişiklikleri oluşabilir, ancak bunlar vücut tarafından tolere edilebilir^{6,9}.

883°C'nin üzerinde titanyumun içine difüze olan oksijen oksit tabakadan daha kalın, sert ve kırılgan bir kontaminasyon tabakası oluşturur. Oksijen difüzyonuyla yüzeyde oluşan bu tabakaya "alfa case" tabakası adı verilmektedir^{6,8,11,16,17}.

Titanyumun, oksijenin yanı sıra, nitrojen ve hidrojenle de reaksiyona girer. Yüksek sıcaklıkta karbondioksit absorbe edebilir. Oda sıcaklığının üzerinde 1gr. titanyum 400 cc. gaz absorbe edebilir¹¹.

c)Asitlerle etkileşimi: Titanyum ve titanyum alaşımlarının kimyasal analizinde metali çözmede, metalurjik çalışmalarda metal yüzeyinde makro ve mikro düzeyde çukurcuk oluşturmada titanyumla en hızlı reaksiyona giren flor kullanılır.

Titanyumun flor içeren ajanlarla uzun süre muamele edilmesinin oksit tabakası açısından sakıncalı olduğunu belirtilmiştir. Hidroklorik asit de, sülfürik asit gibi titanyumla oda sıcaklığında hızla reaksiyona girmektedir¹¹. Titanyumun fosforik ve nitrik asitle

etkileşimi daha azdır. Metalin pürüzlendirilmesinde (elektroetching ile) kısıtlı olarak kullanılabilirler^{11,14}.

d)Korozyon: Bir metalin pasif olması korozyona uğramayacağı anlamına gelmez. Fakat korozyon oranı, koruyucu oksit tabakanın varlığı ile önemli derecede azaltılabilir. Stres, metal üzerinde mekanik ve çevresel etkilerin bir kombinasyonudur ve yüzeydeki oksit tabakasının özelliklerini değiştirebilir. İmplant sisteminde stres, korozyon çatlakları ve korozyon yorgunluğu ile implantın mekanik olarak başarısızlığına sebep olur. Zamanla strese sıcaklık da eklendiğinde koroziv bir ortam oluşur. Fizyolojik koşullarda saf titanyumda stres korozyonu çatlakları olduğu gözlenmemiştir. Ancak laboratuvar koşullarında sulu salin solüsyonunda, elektrik akımı ve tensile stres ile bu fenomen “stres korozyonu çatlakları” oluşturabilir. Titanyum alaşımları fizyolojik koşullarda teorik olarak bu fenomene hassastırlar. Al'un daha yüksek konsantrasyonlarda olması alaşımı $TiAl_3$ bileşiklerinin oluşumuna bağlı olarak ortaya çıkacak bu probleme karşı duyarlı kılar. Vanadyumun varlığı korozyon çatlaklarına karşı hassasiyeti azaltır. Titanyum alaşımları korozyona dirençli olduklarından yüksek korozyona direnç gösterilmesi gereken yerlerde tercih edilen metaldirler⁹.

Lokalize korozyon ; metal yüzeyindeki çeşitli kimyasal değişikliklere bağlıdır. Titanyumun soğuk işlenmesi, mekanik olarak aşındırılması ve freze işlemi sırasında ortaya çıkan kontaminasyon yüzünden veya döküm işlemi esnasında bünyesine aldığı kontaminantlar sonucu lokalize korozyon oluşarak Oksit tabakanın koruyucu etkisi azalır. Ayrıca çizikler, çekme ve dövmele oksit tabakayı etkiler. Bu çeşit bozulmalar pitting korozyon ve çatlak korozyonuna öncülük eder. Ancak bunlar özellikle klinik kullanım için hazırlanmış titanyum alaşımlarında nadiren görülür^{6,7,8,9,16,17}.

II.2.3.3. Mekanik Özellikleri:

a)Gerilim özellikleri (Stress properties) : Bir dış kuvvete karşı direnç gösteren bir kütlenin birim alanına uygulanan kuvvete gerilim direnci denir. Ark yöntemiyle eritilmiş titanyumun gerilim direnci 75000-50000 psi'dir^{1,11}.

b)Çekilebilirlik (Ductility) : Materyalin kırılma veya kopma olmadan daimi deformasyona dayanabilme miktarıdır. Titanyuma alüminyum, vanadyum, demir, kalay, krom, mangan ilavesi ile direnç artırılırken şekil verilebilirliğinin yeterli (%10-20 uzama) olduğu görülür^{1,11}.

c)Elastikiyet modülü (Young's Modulus): Gerilimin gerilmeye oranıdır. Saf titanyumun elastikiyet modülü yaklaşık 15×10^6 psi iken, alaşım halindeki titanyumun elastikiyet modülü 18×10^6 psi 'dir. Bu düşük elastikiyet modülü titanyumdan yapılacak restorasyonların boyutlarını belirlemede dikkate alınmalıdır^{1,11}.

d)Sertlik (Hardness) : Yüzey sertliği çeşitli özellikler arasında meydana gelen etkileşimlerden kaynaklanır. Ancak, materyalin aşınmaya, delinmeye, kesilmeye gösterdiği direnç sertlik olarak tanımlanabilir^{1,3}. Saf titanyumun sertliği 160 VHN (Vickers), alaşım ve ısıtılma tabi tutulmuş titanyumun sertliği ise 250-500 VHN arasındadır¹¹.

e)Çarpma direnci (Impact Resistance) : Materyalin çarpmaya karşı gösterdiği dirençtir. Yüksek dirence sahip fakat kırılgan olan materyallerin çarpma direnci 1-2 foot pounda (libre) yakinken, saf titanyumun çarpma direnci 30 foot pound'dur^{1,11}.

f)Yorulma direnci (Fatigue Strength) : Materyale kopma geriliminin altında bir gerilim defalarca uygulandığında, materyalin bu yüklere dayanma kabiliyetine yorulma direnci denir. Titanyum mükemmel bir yorulma direncine sahiptir. Saf titanyumun yorulma

direnç limiti, gerilim direncinin %60'ı, alaşım titanyum için gerilme direncinin %47'si iken, çelikler için bu değer %50'dir ^{1,11}.

g)Isı altında zamana bağlı deformasyon direnci (Creep Resistance) : Sabit stres altında materyalin gösterdiği zamana bağlı kalıcı yer değiştirmeyi ifade eder. Saf titanyumun ısı altında zamana bağlı deformasyon direnci özelliklerinin iyi olmadığı fakat, soğuk çalışmalarda bu özelliğin daha iyileştiği görülmüştür ^{11,12,20}.

h)Süperplastisite (Superplasticity): Saf titanyumun ısısının artırılması ile çok fazla plastik deformasyon gösterebilir. Bu özelliğe süperplastisite denir. Plaka halindeki saf titanyum 950°C'nin üzerinde ısıtılarak ve 8 kg/cm²'lik basınç uygulanarak özel reçineden yapılmış bir modelin şeklini alabilir. Titanyumun bu özelliği üst total protezlerin yapımında kullanılabilir. Nikel-titanyum (Ni-Ti) alaşımları da saf titanyum gibi süperplastisite özelliği gösterebilmektedir ^{11,21,22}.

Titanyumun mekanik özellikleri geliştirilebilir. Titanyumun havadaki oksijen, nitrojen, ve hidrojen ve özellikle karbon gibi gazların kontaminasyonu ile metalin direnci artarken çekilebilirliği azalır. Direnç artırılırken çekilebilirliğin istenen seviyede olması için titanyuma magnezyum, alüminyum, krom, kalay, demir, vanadyum, molibden katılabilir. Ayrıca ısı uygulanabilir¹¹.

II.2.4.Titanyumun Kullanıldığı Yerler:

a)Endüstride Kullanıldığı Yerler: Titanyum havacılık endüstrisinde 1950'li yılların başlarından itibaren yapılan çalışmalarla mucize bir metal olarak tanıtılmıştır⁸. Bugün titanyum alaşımları geniş biçimde jet motorlarında, uzay endüstrisinde nükleer artıkların temizlenip, kimyasal olarak işlenmesinde, deniz suyunun tuzunun çıkarılmasında ve denizaltı çalışmalarında, kullanılmaktadır^{6,8}.

b)Tıp Alanında Kullanıldığı Yerler: Kardiyovasküler cerrahide, plastik cerrahide, ortopedide, geniş kullanım alanına sahiptir. Kalça eklemlerinin yapımında , fraktürlerin tesbitinde, bazı kafa ve yüz fraktürlerinin tedavisinde, kalp kapakçığı(pace-maker) yapımında kullanılmaktadır ^{6,8,23,24,25}.

c)Dişhekimliğinde Kullanıldığı Yerler:

Tedavi ve endodontide, TiF_4 solüsyonlarının çürük önleyici etkisine dayanarak yapılan 10 saniyelik bir uygulama ile kök bölgesinde yüksek miktarda florür birikimi gözlenmiştir²⁶.

Konservatif dişhekimliğinde son yıllarda titanyumdan yapılmış pinler kullanılmaya başlamıştır²⁷.

Ortodontide, β titanyum ve nitinol(NiTi) alaşımlarının düşük elastisite modülüsleri ortodontik tellerin ve apareylerin yapımında kullanımını sağlamıştır. Nitinolün hafıza özelliği de önemli bir avantaj oluşturmuştur. Nitinol eğer geçiş derecesinin ($882^{\circ}C$) altında plastik deformasyona uğrarsa, ısı arttıkça metal eski şekline döner. Buna "hafıza özelliği" denir²⁸.

Diş ve dişeti hastalıklarında greft materyali ve alloplastik implant materyali olarak kullanılmaktadır. Titanyum yüzeyinde oluşan oksit tabakası sayesinde bakteriyostatik etkiye sahiptir. Oksit tabakası sayesinde dişfırçası, kürdan gibi aletlerle plak ya da kalkuluslar titanyum yüzeyinden kolayca kaldırılabilir²⁴.

Protetik diş tedavisinde, titanyum sabit bölümlü protezlerde kron ve köprü materyali olarak, hareketli bölümlü protezlerde metal iskeletin yapımında, metal kaideli total protezlerin yapımında ve dental implant materyali olarak kullanılmaktadır.

Titanyum hafifliđi, biyolojik uyumunun iyi olması, korozyona direnci, X-ışınlarına geçirgen olması gibi bazı özellikleri ile kron ve köprü materyali olarak kullanımı artmaktadır.

Yapılan çalışmalar dökülebilirliğinin ve marginal uyumunun yeterli olduđu gösterilmiştir. Ancak döküm tekniğinin pahalı ve zor olması, elastikiyet modülünün düşük olması yüzünden uzun köprülerde özellikle çift taraflı kullanımının kontrendike olması sabit bölümlü protezlerde kullanımında engeller oluşturmaktadır^{8,13,29,30,31,32}.

Titanyum kor materyali olarak da kullanılabilir. %80 Kompozit doldurucu titanyumla beraber, radyopak özelliđe sahip titanyum polimetilmetakrilat kompozitler oluşturur³³.

Titanyumla güçlendirilmiş kompozit simanlar da, özellikle postların simante edilmesinde kullanılarak, çinko fosfat simanlarla simante edilen postlarla benzer bir retansiyon sağlamışlardır³⁴.

Titanyumun metal-seramik teknolojisinde kullanımı üzerine araştırmalar devam etmektedir. Porselenin pişirilmesi sırasında ısının düşürülmesinin aşırı TiO₂ oluşumunu azaltacağından dolayı, termal genleşme katsayısı titanyuma uyan düşük ısı porselenlerinin kullanılması gerektiđi belirtilmektedir^{35,36}.

Ancak yüksek ısılarda TiO₂ tabakasının kalınlaşması yüzünden titanyum-porselen bağlantısı zayıflamaktadır. Bu nedenle titanyum-porselen bağlantısı konusunda tartışmalar sürmektedir³⁷.

Hareketli bölümlü protezlerde metal iskeletin yapımında hafifliđi ve biyolojik uyumu önemli bir tercih sebebidir. Düşük elastikiyet modülüsleri sayesinde kroşeler

dişlerin daha derin andırkatlarına yerleşerek, yıkıcı lateral kuvvetlerin oluşmasını engellerler. Ayrıca kobalt-krom kroşe kollarına göre daha tutucudurlar. Fakat elastikiyet modülüslerinin düşük olması yüzünden daha kalın kroşe kollarının yapılması estetik sakıncalar oluşturmaktadır^{8,38}.

Titanyum kaide plakalarının polimetilmetakrilatla bağlantısının, yüzeyin alümina ile kumlanıp çeşitli yüzey bağlantı ajanları (silan, rocatec gibi) uygulandıktan sonra arttığı gözlenmiştir^{39,40}.

Hareketli bölümlü protezlerde, metal kaide plağı olarak titanyum kullanıldığında, döküm sonrası ortaya çıkan boyutsal değişikliğin nikel-krom alaşımları için kabul edilen sınırlar içinde olduğu belirtilmiştir⁴¹.

Metal kaideli total protezlerin yapımında özellikle akriliklere karşı duyarlı olan hastalarda, protez kaide materyali olarak biyolojik yönden uyumlu titanyum kullanılır. Bu amaçla döküm yada basınçla şekillendirilen ince titanyum plakalar kullanılır²¹.

Dental implant materyali olarak titanyum biyokimyasal olarak üstünlükleri olan çok ince ve stabil bir oksit tabakası oluşturabilmektedir. Bir implant materyali olarak : yumuşak dokulardan etkilenmeme, yabancı cisim reaksiyonu oluşturmama, karsinojenik olmama, hipersensitivite reaksiyonu oluşturmama, mekanik gerilimlere rezistans gösterme, kimyasal olarak inert olma, istenildiği gibi şekillendirilebilme, sıkıştırılabilme, lehimlenebilme, delinebilme, eğilebilme, polisajlanabilme ve otoklavda sterilize edilebilme, radyolüsentlik ve ucuz olma gibi avantajlara sahiptir^{6,8,23,42}.

II.2.5. Titanyumun Şekillendirilmesi:

Titanyum barlar, bantlar, plakalar ve çekirdekler halinde üretilmektedir²⁵.

Titanyumun şekillendirilmesinde kullanılan yöntemler şunlardır:

II.2.5.1. Makine İle Aşındırma; Freze yada CAD/CAM (Computer Aided Design / Computer Aided Manufacturing):

Gerekli bilgiyi toplamak için ölçü ile elde edilen alçı daylar bir tarayıcı (scanner) ile taranır. Day üzerinde elde edilen bilgiler sayısal hale getirilir. Alınan bilgiler day üzerinde hareket eden diijte edici pin vasıtasıyla kaydedilir. Bu pin her noktanın üç boyutlu olarak koordinatlarını tespit eder. Metal parçasının şekillendirilmesi için alınan bilgiler matematiksel olarak hesaplanır. Hesaplamalar sonucunda bilgisayar ile dayın üç boyutlu görüntüsü oluşturulmaktadır. Bu üç boyutlu görüntüde marjin aralığı, siman aralığı, uygulanacak restoratif materyale göre kopingin dış yüzey formu ve kalınlığı seçilmektedir. Son aşamada yapılan hesaplamalarla metal freze edilerek koping elde edilir^{21,43}.

II.2.5.2. Soğuk Şekillendirme:

Titanyum ve titanyum alaşımlarının dövme ve presleme ile soğuk olarak şekillendirilmeleri mümkündür. Karşılaşılan en önemli sorunlardan biri, saf metalin ya da alaşımın geriye doğru yaylanmasıdır. Boyutsal doğruluğu geliştirmek için, soğuk şekillendirmeden sonra sıcak boyutlandırma (hot-sizing) ve 650-750 °C' de stres atılımı uygulanır. Bu tür girişimlerin, deforme olmuş alaşımların bozulmuş gerilme özelliklerinin restore edilmesini sağladığı ve mikroyapıların özelliklerinde değişikliğe neden olduğu belirtilmektedir^{10, 25}.

II.2.5.3. Isı İle Şekillendirme:

Çelik ve diğer metallerde olduğu gibi, titanyum ve titanyum alaşımlarının da ısıtılarak şekillendirilmesi mümkündür. 882°C'nin altında ısı ile çalışma yüksek derecede güç gerektiren bir olaydır. Dikkat edilmesi gereken önemli noktalardan biri; ısı ile çalışma işlemlerinin yapıldığı ısı spektrumunun dar olmasıdır. Titanyum alaşımlarının şekillendirilmesi, hazır kalıpların ısı altında dövülmesi ile yapılmaktadır. Çok ince tabakaların şekillendirilmesinde titanyumun düşük ısı iletkenliği sebebi ile yer yer soğumalar olabilir. Bu olay çatlaklar oluşturmaktadır^{10,25}.

II.2.5.4. Kaynak :

Lehimlemenin ekonomik ya da pratik olmadığı durumlarda titanyumda kaynak yapılabilir. Yaklaşık 1000°C civarında, koruyucu bir atmosfer altında, bakır, gümüş, Ti-15Cu-15Ni materyallerinden biri doldurucu olarak kullanılarak kaynak yapılabilir¹⁴.

II.2.5.5. Toz Metalurjisi:

Metalurjinin bir dalıdır. Metal tozlarının elde edilip, daha sonra bir ürünü şekillendirmek üzere biraraya getirilmesidir. Yüksek erime derecesine sahip metallerin şekillendirilmesinde, basit şekillerin yapımında tercih edilen bir metottur.

Titanyumun toz metalurjisi ile şekillendirilmesinde titanyum tozlarının kaynağı, titanyum parçacıkları ve titanyum süngeridir. Titanyum tozları bunların bir karbidle prepare edilmesi ile sağlanır. Elde edilen ürünler daha sonra istenilen şekli vermek üzere kullanılırlar²⁵.

II.2.5.6.Lehim:

Titanyumun oksidasyona olan eğiliminin lehimleri olumsuz etkilemesinden dolayı, lehimlemede yeni bir teknoloji olan lazerle lehimleme tekniği üzerinde çalışılmaya başlanmıştır^{6,44}.

Lazerle yapılan lehimlemede, etkili bir çalışma ile zamandan tasarruf elde edilmesi sağlanır, korozyona dirençli lehimler elde edilir,homojen bir yapı elde edilir, yapılan lehim bağlantıları yüksek bir mekanik dirence sahiptir, ısıdan etkilenen saha küçüktür, bağlantılar kolayca sağlandığı için, tamir işlemleri daha kolaydır.

Lazerle lehimlemede lazer ışınları daha yüksek bir enerji elde edebilmek için küçük bir noktaya odaklanmak zorundadır. Bu yüksek güç yoğunluğu ile ısı elde edilmekte böylece erime ve penetrasyon gerçekleştirilmektedir. Metalin soğumasının ardından lehimleme işlemi tamamlanmaktadır⁴⁵.

Piyasada lazerle çalışan pekçok lehim aleti mevcuttur. Bunların birçoğu lazer kristali olarak NdYAG lazer kullanılmaktadır. Lazerli lehim aygıtlarında bulunan argon gazı koruması sayesinde titanyumun oksidasyonu önlenmekte, böylece daha iyi bağlantılar elde edilmektedir⁶.

Lazerle iyi bir lehim yapabilmek için ;mümkün olduğu kadar yoğun bir ısı kaynağı sağlanmalı, lehimlenecek olan yüzey etrafındaki atmosfer kontrol edilmeli, yüksek titanyum içeren lehim materyali lehimlenecek yüzeyler arasında akmalıdır.

Düşük ısı iletkenliği nedeni ile titanyum ağızda lehimlenebilen tek metaldir. Lehimleme sırasında ısı çok yüksek olmasına rağmen lateral ısı transferi söz konusu değildir. Bu özellik sayesinde, geliştirilen bilgisayar destekli bir lehimleme cihazı ile başka

herhangibir metale gerek kalmadan ve iki lehim yüzeyi arasında hiçbir oksidasyon izine rastlanmadan lehim yapılabilinmektedir ⁴⁶.

II.2.5.7. Kıvılcımla aşındırma (Spark Erozyon):

Titanyum kolay bir döküm tekniğine sahip değildir. Dökümdeki zorluklar nedeniyle makine dublikasyon (machine duplication) ve kıvılcım erozyonu tekniği (spark erozyon) geliştirilmiştir. Bu metod dışın modelini alan bir alet sisteminden, modelin şeklinin hassasiyetle taklit edilebildiği mölleme makinasından, bir karbon elektrot yardımıyla kısa sürede yapılabilen kıvılcım erozyonu işlemlerinden oluşmaktadır. Daha sonra elde edilen koping rezinle kaplanarak veneer kron elde edilmektedir^{47,48,49}.

II.2.5.8. Döküm:

Titanyumdan dökülen ilk dental apereyler , A.B.D. Uluslararası Standart ve Teknoloji Enstitüsünden Waterstratt'ın çalışmaları ile 1970'li yılların başlarında gerçekleştirilmiştir. Uzay endüstrisinde büyük dökümlerin yapımı için kullanılan büyük hacimli, yüksek vakumlu, santrifüjlü, çift eritme arklarının kullanıldığı döküm makinalarının aksine, dişhekimliğinde hassas ve küçük dökümlerin yapılabileceği, tek eritmeli daha ucuz maliyeti olan sistemler oluşturulmuştur.

Dişhekimliği için, özelliklerini koruyarak titanyum dökümler elde edilmesini sağlamak, titanyum için özel rövetmanların bulunması, dental labaratuvarlara uygun büyüklükte cihazlar oluşturmak, enerji sarfiyatını minimum düzeyde tutmak, daha ucuz sistemler oluşturmak amacıyla titanyum döküm sistemleri geliştirilmeye başlanmıştır^{6,8,17,50}.

Bu nedenle Waterstratt'ın çalışmalarını Japonya ve Avrupa'da hassas dental döküm aletleri ve uygun rövetman materyallerinin geliştirilmesiyle yapılan çok sayıda çalışma izlemiştir⁸.

Titanyumun dökümü, diğer dental alaşımlardan büyük farklılıklar gösterir. Saf titanyumun erime noktası 1668°C'dir. Elektrik arkı kullanılarak eritilir. Erimiş titanyum, nitrojen ve oksijen gibi elementlerle ve döküm için kullanılan rövetmanların silisyum ve fosfat gibi komponentleri ile aşırı derecede reaksiyona girer. Erimiş durumda soğutulduğunda, 882 °C'nin altında α -fazında kristalize olduğunda, mekanik özellikleri tip III ve tip IV dental altın alaşımları ile benzer mekanik özellikler gösterir. 882 °C'nin üzerinde parlaklık ve artmış dayanıklılık özellikleri ile karakterize β fazında kristalizasyon görülür. Bu nedenle döküm sırasında ısıнын kontrolü önemlidir^{8,8,41,50,51}.

Titanyumun hafif bir metal olması, döküm sırasında bazı güçlükler yaratabilir. Fakat Ohara sistemi bunu gidermek için başlangıçta yerçekiminden 20 kat daha hızlı hızlandırmanın yapıldığı bir döküm sistemi geliştirmiştir. Böylece daha detaylı dökümler elde edilmiştir^{8,41}.

Bu özelliklerinden ötürü titanyum için sürekli yeni döküm sistemleri geliştirilmektedir. Bugün piyasada kullanılmakta olan titanyum döküm sistemleri:

a)Argon atmosferinde elektrik arkı ve basınç/vakum altında çalışan döküm sistemi:Titanyum dökümlerde yaygın olarak kullanılan sistemlerden biridir. Bu sistem birinde erime, diğerinde döküm yapılan iki odacıktan ibarettir. Her iki odacığın erime başlamadan önce havası boşaltılır ve dökülecek olan metal üstteki odacığa konur. Üstteki odacıkta bakır bir pota vardır. Titan onun içinde eritilir. Üst odacıkta basıncın yükselmesinin ardından içeriye saf argon akını olur. Titanyum saf argon altında erir. Alttaki odacıkta hava emilimi devam eder. Üst odacıkta fazla basınçla pota devrilerek,

erimiş titanyum alt odacıktaki manşete akar. Titanyumun dökülmesi yaklaşık 40 saniye sürer. Rematitan sistemi bu esasa dayalı olarak çalışan bir sistemdir^{7, 8,18,21,38,50}.

b)Argon atmosferinde elektrik arkı ile eritme, santrifüj ile döküm yapanlar: Bu sistem piyasada Ohara sistemi olarak bilinmektedir."Soğuk döküm" olarak da adlandırılmaktadır. Dikey yönde hareketli bir santrifüj vardır. Manşetten mumun elimine edilmesinden sonra 1180°C'ye kadar ısıya tabi tutulur, daha sonra 40°C'ye kadar soğutulur. Bu sırada erimiş metal manşet içine basınçla gönderilerek döküm yapılır²¹.

c)İndüksiyon sistemi ile eritme, santrifüj ile döküm yapanlar:Titadent sistemi, indüksiyonla eritme, santrifüjle döküm yapmaktadır. Bu şekilde döküm yapan cihazların bazılarında vertikal yönde hareketli santrifüj varken, bazıları da horizontal yönde hareketli bir santrifüje sahiptirler. Döküm yine argon koruması altında ve vakumlu ortamda gerçekleştirilmektedir²¹.

II.3. RÖVETMANLAR:

Dışhekimliği dökümlerinde bir rövetmanda bulunması gereken belirli özellikler vardır. Bunlar⁵¹:

- a)Rövetman kolayca manüple edilmelidir. Kolayca karıştırılıp, sertleşmelidir.
- b)Oda ısısında kolayca işlenmesi için yeterli dirence sahip olmalıdır.
- c)Yüksek sıcaklıkta alaşımın yüzeyine zararlı gazlar vererek dekompanze olmamalıdır.
- d)Metal ve mum modeldeki büzülmeyi kompanze etmek için yeterli miktarda genişlemelidir.
- e)Döküm sırasında gazların geçişine izin vermek için yeterince poröz olmalıdır.
- f)Düz yüzeyleri, marginleri ve diğer detayları iyi vermelidir.

- g)Dökümden sonra metalin yüzeyinden kolayca uzaklaştırılmalı ve kimyasal reaksiyona girmemelidir.
- h)Ucuz olmalıdır.

II.3.1.Rövetmanların Kompozisyonu:

Bir rövetman üç farklı materyalden oluşur^{1,51}:

a)Doldurucu Materyal: Bu materyal genellikle silikondioksitin bir formudur; quartz, tridimit veya kristobalit veya bunların bir karışımından ibarettir. Bu materyaller tüm rövetmanlarda mevcuttur.

b)Bağlayıcı Materyal: Doldurucu materyal tek başına katı bir kitle oluşturmadığından, bazı bağlayıcı çeşitleri gereklidir. Dental altın alaşımları için en sık kullanılan bağlayıcılar: α -kalsiyumsülfathemihidrattır. Fosfat, etilsilikat gibi materyaller ise yüksek derecede yapılan dökümler için kullanılırlar.

c)Diğer kimyasal materyaller: Genellikle doldurucu ve bağlayıcı materyallerin karışımının tek başına kullanımı bir rövetmanda bulunması istenen tüm özellikleri oluşturmak için yeterli değildir. Çeşitli fiziksel özellikleri geliştirmek için sodyumklorit, borikasit, potasyumsülfat, grafit, bakır tozu veya magnezyumoksit gibi diğer kimyasallar eklenir.

II.3.2.Rövetmanların Sınıflandırılması:

ADA'nın döküm rövetmanları ile ilgili 2 nolu spesifikasyonu 3 tip rövetmanı kapsar¹:

I.Tip Rövetmanlar: İnley ve kronların yapımında ve alaşımın döküm büzülmesinin rövetmanın termal genişmesi ile giderildiği durumlarda kullanılırlar.

II.Tip Rövetmanlar: İnley ve kron yapımında kullanılırlar. Ancak buradaki büzülmenin giderilmesi rövetmanın higroskopik genişmesine bağlıdır.

III.Tip Rövetmanlar: Bölümlü protezlerin yapımında kullanılırlar.

II.3.3.Rövetmanların Çeşitleri:

a)Alçı Bağlı Rövetmanlar: Ana bileşenleri hemihidrat alçı ve bir silika formudur. Günümüzde pekçok rövetman yüksek dayanıklılık sağladığı için α -hemihidrat ihtiva etmektedir. α -hemihidrat diğer bileşenleri birarada tutar, sertlik sağlar. Erime aralığı 1000°C'nin altında olan altın alaşımlarının dökümünde kullanılan rövetmanlarda α -hemihidrat bağlayıcı kullanılır. Alçı bağlayıcı rövetmanlar ; 200-400 °C'de büyük bir büzülme, 700 °C civarında az bir genişleme ve bundan sonra da aşırı bir büzülme gösterirler.Bu son büzülme, çıkan kükürt gazlarından ve bozulmadan kaynaklanmaktadır. Bozulma büzülmeyle beraber dökülen alaşımların yapısındaki gümüş, bakır gibi elementlerle sülfidler oluşturarak alaşımın kirlenmesine neden olur. Bu nedenle alçı ürününün 700°C'nin üzerinde ısıtılmaması gereklidir^{1,51}.

Silika, rövetmanın ısıtılması sırasında yanma direnci oluşturup, termal genişmeyi ayarlar. Termal genişleme, rövetmanın ısıtılması sırasında meydana gelerek, alaşımın dökülmesi sırasında oluşan büzülmeyi kısmen veya tamamen giderir. Eğer uygun silika formu kullanılırsa, alçının ısıtıldığı zaman gösterdiği büzülme ya giderilir ya

da ısıtma sırasında genleşmeye dönüşür. Silika ; quartz, tridimit, kristobalit ve erimiş quartz olmak üzere dört allotropik formda bulunur¹.

Dental rövetmanlarda quartz, kristobalit ve bunların kombinasyonları kullanılabilir veya saf halde de bulunabilir. Kullanılan silika tiplerine bağlı olarak dental rövetmanlara “quartz rövetmanları ” veya “kristobalit rövetmanları” adı verilir ^{1,51}.

Alçı bağlı rövetmanların yapısında alçı ve silikanın yanında renk maddeleri gibi modifiye ediciler ve karbon gibi düzenleyiciler bulunur. Düzenleyiciler altın alaşımlarının dökümü sırasında kalıpta okside edici olmayan bir atmosfer oluşturmak amacı ile kullanılırlar¹.

Alaşımların büzülmesini karşılamak amacı ile rövetmanda sertleşme genleşmesi istenir. Borik asit ve sodyumklorür gibi eklenen bazı modifiye ediciler sertleşme genleşmesini ayarladıkları gibi alçının 300°C'nin üstünde ısıtılması durumunda meydana gelen büzülmenin büyük kısmını da önler^{1,51}.

b)Fosfat Bağlı Rövetmanlar: Yüksek erime derecesine sahip metal-seramik alaşımlarının ortaya çıkması ile fosfat bağlı rövetmanların kullanımı yaygınlaşmıştır. Fosfat bağlı rövetmanlar yanmayan bir doldurucu içerirler. Bu doldurucu %80 konsantrasyonda quartz, kristobalit ve silikadır. Doldurucu maddenin amacı, yanmazlık ve yüksek termal genleşme sağlamaktır. Bağlayıcı olarak magnezyumoksit (bazik) ve fosfat (asidik) içerirler. Yeni altın alaşımları ve metal-seramik alaşımları geleneksel altın alaşımlarından daha yüksek erime ısılarına sahip oldukları için, katılma sırasında gösterdikleri büzülme fazladır. Fosfat bağlı rövetmanlarda kolloidal silika süspansiyonu kullanılarak bu sağlanır. Kolloidal silika çözeltisi içeren rövetmanlar işlemi basitleştirmek ve taşınmayı kolaylaştırmak için su ile karıştırılacak biçimde hazırlanmışlardır¹.

Kıymetli ve kıymetsiz metal alaşımları fosfat bağılı rövetmanlar kullanılarak çalışılabilir. Isıtma, rövetmana alma işleminden en az iki saat sonra yapılmalıdır. Kalıbın çatlamasını önlemek için yavaş bir ısıtma yapılmalıdır. Isıtma sıcaklığı alçı rövetmanlarınkinden yüksektir. Tavsiye edilen sıcaklık aralığı 732-982 °C'dir. Isıtma süresi; sıcaklık, fırında bulunan kalıp sayısı, ve boylarına bağlıdır. En az bir saat maksimum sıcaklıkta ısıyla manşetin doyurulması gereklidir¹.

Fosfat bağılı rövetmanlar kullanıldığında dökümün temizlenmesi çok zordur. Çünkü bu madde yumuşak alçı ürünü içermez. Ayrıca partiküller geniş quartz grenleri ihtiva eder. Altın içeren alaşımlarda olduğu gibi bazen rövetman dış yüzeyden kolayca kırılarak uzaklaşır. Diğer alaşımlarda ise inatçı bir şekilde yapışır ve ultrasonik temizleyici ile temizlenmesi gerekir^{1,51}.

c)Silika Bağlı Rövetmanlar: Bağlayıcı olarak ısıtılınca silikaya dönüşebilen silika jeli kullanılır. Silika jeli elde etmek için değişik metodlar vardır. Amonyumklorür gibi hızlandırıcılar katarak koloidal silikanın bir başka süspansiyonu elde edilebilir. Jel 168°C'nin altında kurutularak alkol ve su kaybeder, sert ve konsantre hale gelir. Kuruma sırasında meydana gelen hacimsel büzölmeye "yeşil büzölme" denir, bu kalıp içindeki boyutu azaltır. Dökümden önce meydana gelen kalıp genleşmesi ise, sadece metalin büzölmesini değil donma ve yeşil büzölmeyi de kompanze etmelidir. Diğer rövetmanlarda olduğu gibi termal genleşme miktarı, kullanılan silika doldurucusu miktarı, partikül boyu ve tipi ile kontrol edilir. Silika bağılı rövetmanlar fosfat bağılı rövetmanlardan ısıya daha dayanıklı olup, yüksek ısıtma ve döküm sıcaklığına dayanabilir¹.

II.4. ALFA CASE TABAKASI :

Titanyum yüksek erime noktasına ve yüksek sıcaklıkta yüksek kimyasal reaktiviteye sahiptir. Bu özelliği ile dökümden sonra titanyumun yüzeyinde "alfa case"

adı verilen bir kontaminasyon tabakası oluşur. Alfa case tabakası, yüksek sıcaklıkta titanyumun oksijen, azot, hidrojen gibi gazlarla, kullanılan rövetmanla ve pota materyali ile reaksiyona girmesi sonucu oluşur. Materyalin mekanik özelliklerini değiştirdiği için istenmeyen bir tabakadır. Alfa case oluşumu ile titanyumun şekil verilebilirliği, gerilme direnci ve biyolojik uyumu azalmaktadır. Alfa case tabakasındaki çatlakların da kırılganlığı etkilediği ileri sürülmektedir^{6,7,8,16,17,18,21,50,52}.

Alfa case tabakasının oluşumu titanyumun dökümündeki en önemli problemlerden biridir. Döküm sırasında titanyumun yüzeyinde hava ile temas sonucu oluşan, oksit tabakasından daha kalın, sert ve kırılgan bir tabakadır. Kalınlığı değişken olmakla birlikte 0,2 mm. yada daha fazla olabilmektedir^{21,53,54}.

II.4.1.Alfa case tabakasının oluşmasında etkili olan faktörler:

a) Titanyumun Oksijene Olan Afinitesi: 800°C'nin üzerinde oksijen titanyum içine difüze olarak bir kontaminasyon tabakası olan alfa case tabakası oluşturmaktadır. Oksijen konsantrasyonu %5-13 arasında olduğunda, β/α allotropik geçiş fazı kaybolarak titanyum tüm sıcaklıklarda α -monofaza dönmektedir. Bu sırada yüzeyde alfa case tabakası oluşur⁵⁵.

Titanyumun mekanik özellikleri farklı formlarda çözülebilir oksijenle ayarlanabilmektedir. Döküm sırasında erimiş titanyumun oksijene olan afinitesi materyalin kırılganlığını arttırmakta, gerilme direncini azaltmaktadır^{6,17,55,56}.

Augthun ve arkadaşları⁵⁶, döküm titanyumun yüzeyini inceledikleri çalışmalarında, döküm sırasında titanyumun içine difüze olan oksijenin yüzey tabakasının sertliğini artırdığını belirtmişlerdir. Titanyum için kabul edilen standart sertlik değerinin

%10 daha yükseldiği bölgenin alfa case tabakası olduğunu ve bu bölgenin derinliğinin alfa case tabakası ile uyumlu olduğunu göstermişlerdir.

Lautenschlager ve arkadaşları⁸, titanyum dökümlerde oksijenin difüzyonu sebebiyle alfa case tabakasındaki sertliğin (600 VHN), iç kısımdaki sertlik değerinin (200 VHN) üç katına çıkabildiğini belirtmişlerdir.

Brauner ve arkadaşları⁵⁵, alfa case tabakasının kimyasal kompozisyonunu inceledikleri çalışmalarında, tabakanın sertliğinden oksijenin sorumlu olduğunu, tabakada bulunan oksijen miktarının indirekt olarak sertlik ölçümleriyle tespit edilebileceğini ifade etmişlerdir.

Päbler ve arkadaşları¹⁷, farklı hacimlere sahip üç bölümden oluşan titanyum döküm örneklerde yaptıkları çalışmada, alfa case tabakasının sertliğinin tabakanın kalınlığı ile bağlantılı olduğunu, alfa case tabakasının en fazla olduğu bölümde sertlik değerlerinin de yüksek olduğunu bulmuşlardır.

b)Titanyumun Döküm Potası ile Reaksiyonu : Döküm sırasında pota malzemesi olarak zirkondioksit kaplama kullanıldığında erimiş titanyumun oksidasyona uğraması sonucu meydana gelen kirlenme renk renk parıldayan pota kalıntıları şeklinde ortaya çıkmaktadır. Döküm potası materyali olarak seramik kullanıldığında da titanyumun pota materyali ile reaksiyona girdiği görülmüştür. Bu nedenle titanyum dökümlerde bakır potalar kullanılmaya başlanmıştır⁶.

c)Titanyumun Rövetmanla Reaksiyonu:Titanyum oksitler tarafından kolayca indirgenemediğinden herhangi bir konvansiyonel rövetman kullanarak döküm yapmak güçtür. Bu nedenle titanyum dökümler için spesifik rövetmanlar kullanmak gereklidir

Titanyum dökümler için geliştirilen rövetmanların içine erimiş titanyumun rövetmanla reaksiyona girmesini engellemek için, refraktör ajanlar olarak bilinen ve titanyumdan daha stabil oksitler oluşturabilen “kalsiyum, magnezyum, zirkonyum” gibi elementler ilave edilmiştir.

Erimiş titanyumun rövetmanla reaksiyona girmesi yüzünden oluşan alfa case tabakasının kompleks olan kimyasal yapısında silika ve fosfat bağlı rövetmanlardan kaynaklanan silisyum ve fosfata rastlanmaktadır. Bunu önlemek için, başlangıçtan bu yana titanyum dökümlerde çeşitli rövetman sistemleri denenmiştir^{6,8,16,17,18,21,50,56,57}.

Titanyum dökümlerde kullanılan rövetmanlardan ilk jenerasyonu fosfat ve silikat bağlı rövetmanlar oluştururlar. Bunlar özellikle vakumlu döküm sistemlerinde kullanılmışlardır. Fakat oldukça kalın ve sert α -case tabakası oluşturmuşlardır.

İkinci jenerasyon rövetmanlar, alüminyum, magnezyum, zirkonyum, kalsiyum gibi elementlerin karışımı ile ilk jenerasyon rövetmanlarının değişmiş halidir. En yeni jenerasyon rövetmanlar ise, manşetlerin ısınması sırasında “spineller” denilen stabil, çift oksitlerin oluşumu ile hemen hemen tamamıyla alüminyumoksit, magnezyumoksit ve zirkonyumoksit gibi refraktöroksitlere dayanırlar. Bunlar çok ince ve yumuşaktırlar. Bu özellikleri sayesinde döküm örneklerinin üst yüzeylerinde oldukça düzgün ve daha ince yada yok denecek kadar az alfa case tabakası oluştururlar^{6,51}.

Hopp ve Lange⁵⁸, piyasada titanyumun dökümünde kullanılan rövetmanların kimyasal içeriğini analiz ederek, alfa case tabakasının bileşiminde bulunan elementlere rastlamışlardır. Bu rövetmanlarla yapılan titanyum dökümlerde alfa case tabakası kalınlıklarının rövetmanların içeriğindeki değişikliklere bağlı olarak farklılık gösterdiğini gözlemişlerdir.

Takahashi ve arkadaşları⁵⁷, piyasada bulunan beş farklı rövetmanın kimyasal analizini yaparak, bu rövetmanlarla elde edilen titanyum döküm örneklerin boyutsal doğruluğunu ve "alfa case" tabakasını incelemişlerdir. Titanyum için geliştirilmiş rövetmanların korvansiyonel rövetmanlardan daha iyi sonuç verdiğini bulmuşlardır.

Päppler ve arkadaşları¹⁷, döküm titanyum örneklerde EDAX analizi yaparak, kullanılan rövetman komponentlerine rastladıklarını belirtmişlerdir. Rövetmanın komponentlerinin gözlemlendiği bölgenin "alfa case" tabakası ile uyumlu olduğunu belirtmişlerdir.

d)Döküm Atmosferi: Erimiş titanyum döküm atmosferinden kaynaklanan karbon, hidrojen, oksijen, azot gibi gazlarla reaksiyona girmeye eğilimlidir. Dökümün kimyasal yapısı incelendiğinde, yüzeyden itibaren değişik derinliklerde içeri doğru gittikçe azalan biçimde bu elementlere rastlamak mümkündür^{6,7,8,16,17,18,21,52}.

Oksijen, hidrojen, azot gibi gazlar titanyumun atomik kristal yapısını etkilemektedir. Bu nedenle döküm sırasında erimiş titanyumun bu gazlarla olan reaksiyonunun döküm titanyumun bazı mekanik özelliklerini olumsuz yönde etkilediği ileri sürülmektedir^{8,16,21,52,55,56,58,59}.

Hruska ve arkadaşları²⁴, kendi geliştirdikleri bir dekontaminatör ile döküm atmosferini temizleyerek daha başarılı dökümler elde ettiklerini savunmuşlardır.

e)Manşet Sıcaklığı: Bilinen diğer alaşımlarda manşetin ön ısıtma sıcaklığı 700-1050°C , döküm sıcaklığı 900-1400°C iken, titanyumda bu fark daha büyüktür. Her döküm sistemine göre değişen 20-700°C 'lik kısmen soğutulmuş manşetlere 1800 - 2300 °C'lik sıcaklıkta erimiş titanyum akmaktadır. Düşük sıcaklıktaki manşetlere yüksek sıcaklıktaki metalin akması soğuma hızını artırır ve erimiş titanyumun

hemen donmasını sağlar. Böylece erimiş titanyumun rövetmanla reaksiyon zamanı kısaltılmış olur. Manşet sıcaklığının yüksek olması halinde yapılan dökümlerde daha kalın ve sert α -case tabakası oluşmaktadır^{50,58,53}.

Päbler ve arkadaşları¹⁷, farklı döküm sıcaklığına sahip manşetlerle yaptıkları dökümlerde, en düşük "alfa case" tabakası kalınlığının en düşük manşet sıcaklığına sahip manşetlerle dökülmüş örneklerde ölçüldüğünü gözlemişlerdir.

ğ)Dökülecek Restorasyonun Boyutları: Dökülecek örneklerin ince olması daha ince α -case tabakası oluşturmaktadır^{6,50,51,52,55}.

Titanyum dökümler için geliştirilen rövetmanların kimyasal yapısına titanyumla reaktivitesi az olan oksitlerin ilave edilmesi ve dökümün inert ortamlarda yapılması "alfa case" tabakasını kalınlığını azaltmada rutin uygulamalardan biridir^{6,16,51,52,55}.

Myakawa ve arkadaşları⁵², üç farklı hacime sahip titanyum dökümlerde, "alfa case" tabakasının kalınlığı üzerine yaptıkları çalışmada, örneklerin hacmi arttıkça tabakanın kalınlığının arttığını belirtmişlerdir.

Titanyum dökümler üzerindeki olumsuz etkisi nedeniyle, "alfa case" tabakası mekanik, kimyasal veya elektrokimyasal yöntemlerle uzaklaştırılması gereken bir tabakadır. "alfa case" tabakasının kalınlığını azaltmak veya oluşmasını önlemek için çalışmalar sürmektedir^{25,60}.

Diğer bir metod; titanyum içine elementler ilave ederek erime derecesini düşürmektir. Fakat bu yöntem titanyum dökümün mekanik direncini azaltan porözitelere sebep olmaktadır⁵⁹.

Titanyum döküm cihazlarında erime odacığında yayılan koruyucu argon gazı, hem soğutucu olarak görev yapar, hem de ortamdaki gazların uzaklaşmasına yardımcı olarak bir temizleyici görevi yapar, oksidasyonu önleyerek ve titanyuma basınç yapar. Döküm sırasında erimiş titanyumun çabuk donmasını sağlayarak, bakır potanın oksijen tarafından tahrib edilmesini önler. Argon gazının artması da porözitelere neden olur^{8,58,59}.

Vakumlu döküm sistemleri, titanyumun oksijene olan afinitesine karşı bir önlem olarak geliştirilmiştir^{16,17,24,50,59}. Hamanaka ve arkadaşları⁶¹, vakum gücü artırılmış yeni geliştirdikleri titanyum döküm sistemi ile yapılan dökümlerin daha iyi sonuçlar verdiğini bulmuşlardır.

II.4.2. Alfa Case Tabakasının İncelenmesi:

Alfa case tabakasını incelemek için yapılan çalışmalarda başlıca üç yöntem kullanılmıştır:

a) Kalınlığının Ölçülmesi: Tabakanın lokalize edilip, kalınlığının ölçülmesinde SEM'in yanısıra optik mikroskop, pertometre gibi cihazlardan yararlanılmıştır^{17,55,56,57,62}.

Augthun ve arkadaşları⁵⁶, titanyum örnekler üzerinde alfa case kalınlığını ölçmek için pertometre kullanmışlardır. Pertometre pürüz derinliğini ölçebilen bir cihazdır. Alınan sonuçlar μm . birimiyle kaydedilmektedir.

Brauner ve arkadaşları⁵⁵, Takahashi ve arkadaşları⁵⁷, optik mikroskop kullanarak döküm titanyum örnekler üzerinde alfa case tabakasını ölçerek, sonuçları μm . birimi ile kaydetmişlerdir.

"Alfa case" tabakasının kalınlığının ölçülmesinde SEM (Scanning Electron Microscopy) kullanılabilir. Păbler ve arkadaşları¹⁷, "alfa case" tabakasını ölçmede SEM'den yararlanmışlardır. SEM ; tarama elektron mikroskobudur. SEM'de görüntü elektronların enerjisi ile elde edilmektedir. Bu nedenle elektronların enerjilerine bağlı olarak moleküllerin şekillerine kadar ayrıntıyı gözleyebilme imkanı vardır. Elektron demetinin çarptığı bölgenin yerel topografisi, bileşimi, kristal yapısı gibi özellikleri belirlenebilir⁶³.

b)Kimyasal Kompozisyonunun Analizi (Elementel Analiz): X-ışını Spektrometresi (EDAX ; Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy Analiz cihazı) ile yapılabilir. Elektron mikroskobu ile birlikte kullanılır. 4Be-92U arasındaki elementleri periyodik cetveldeki K-L serileri arasında analiz etmek için gerekli dalga boyu aralığını kapsar. Elektron mikroskobuna kullanılan X-ışını spektrometresinde elementler X-ışını taneciğinin enerjisi ile belirlenir. Bu sayede farklı elementlerin farklı spektrumları alınarak analiz yapılır. Analiz edilen bölgedeki element yada bileşimin yüzde hesabına göre miktarsal değeri de hesaplanabilir.

SEM'de X-ışını spektrometrenin görüntüleri nokta, çizgi ve alan taramaları şeklinde yapılabilir. Nokta taramada elementlerin spektrumları 1µm'lik alandan gelen sinyallerle belirlenir. Bu tarama şeklinde elementlerin kantitatif değerlendirilmesi de yapılabilir^{63,64}.

Hopp ve Lange⁵⁸, döküm titanyum örnekler üzerinde EDAX analizi ile, yüzeyden içeri doğru giderek azalan rövetman komponentlerine rastlamışlardır.

Myakawa ve arkadaşları⁵², "alfa case" tabakasının incelenmesinde EPMA (Electron probe micro-analyzer) sistemini kullanmışlardır. Döküm titanyumun yüzeyinden

içeri doğru karbon, oksijen, alüminyum, magnezyum, fosfat , silisyum gibi elementlere rastlamışlardır.

c)Sertliğinin Ölçülmesi : Sertliğin kesin bir tanımı yoktur. Bununla beraber yüzey sertliği, çeşitli özellikler arasında meydana gelen etkileşimlerden kaynaklanmaktadır. Bunlar arasında dayanıklılık, orantı sınırı, çekilebilirlik, dövülebilirlik, aşınmaya direnç sayılabilir.

Bir yüzeyin sertliğini ölçmek için pekçok test mevcuttur. Dental materyallerin sertliğini tespit etmek için en çok kullanılan testler:Brinell sertlik testi, Rockwell sertlik testi, Knoop sertlik testi, Vickers sertlik testidir ^{1,2}.

Vickers sertlik testi cihazı; yüzleri arasındaki açı 136° olan kare tabanlı, elmas piramit şekilli bir yük kullanılarak yapılır. Bu yük metalin parlatılmış yüzeyine bastırılır. Meydana gelen çökme kare şeklindedir. Uygulanan yük çökme alanına bölünerek Vickers sertlik numarası (VHN) bulunur. Çökme alanının diagonellerinin boyutları ölçülerek ortalaması alınır⁶⁵.

Vickers sertlik testi, ADA'nın döküm altın alaşımlarının ve kırılgan materyallerin sertliğinin ölçülmesinde kullanılır. Bu test, titanyumun dökümü sırasında yüksek sıcaklık ve ortamda bulunan gazlardan oksijenin difüzyonu ile yüzey sertliğinde meydana gelen değişiklikleri belirlemede önemlidir ^{1,6,17,50}.

"Alfa case" tabakasının sertliğini ölçmede Augthun ve arkadaşları ⁵⁶, Brauner ve arkadaşları ⁵⁵ ve Paßler ve arkadaşları ¹⁷, Vickers sertlik testlerini kullanmışlardır. Titanyum dökümlerin yüzeyinden içeri doğru eşit uzaklıklarda alınan sertlik değerlerinin yüzeyden uzaklaştıkça giderek azaldığını gözlemişlerdir.

yapılan ölçümler, içeri gidildikçe sertliğin azaldığını göstermiştir. Alınan sonuçların alfa case tabakasının kalınlığı ile bağlantılı olduğunu ileri sürmüşlerdir.



III. MATERYAL VE YÖNTEM

Araştırma, Gazi Üniversitesi Dişhekimliği Fakültesi Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalı, Dentaurum Firması Araştırma Geliştirme Bölümü Metalurji Laboratuvarı (Almanya), Ortadoğu Teknik Üniversitesi Metalurji Mühendisliği SEM Laboratuvarı, TEAŞ Termik Santraller Laboratuvarı ve TSE Makine Laboratuvarı'nda gerçekleştirilmiştir.

Araştırmamızda kullanılan materyaller:

- 1-Döküm mumu (Vario-Aufwachs-Set, Yellow, Dentaurum, Germany).
- 2- Örneklerin elde edildiği silikon kalıp (Rema-Sil, Dentaurum, Germany).
- 3- Rövetman (Rematitan Plus, Rematitan Ultra, Dentaurum, Germany).
- 4-Manşetler (REMA-form, No:6, Dentaurum, Germany).
- 5-Asbest kağıt (Kera Vles Ord. No:127-250, Dentaurum, Germany).
- 6-Vakumlu rövetman karıştırıcı (Airvac, Dentaurum, Germany).
- 7-Ön ısıtma fırınları (Protherm, Dentaurum, Germany).
- 8-Metal (Rematitan Grade 1 Titanyum, Dentaurum, Germany)Tablo II.1.

Tablo II.1 :REMATİTAN GRADE 1 TİTANYUMUN KİMYASAL İÇERİĞİ

	Fe _{max}	O _{max}	N _{max}	C _{max}	H _{max}	Ti
RematitanGrade 1	0,15	0,12	0,05	0,06	0,013	Geri kalanı

- 9-Döküm cihazı (Rematitan, Dentaurum, Germany).
- 10-Kumlama cihazı (Ney, Ney, USA).
- 11-Akril (Ortho Acryl, Dentaurum, Germany).
- 12-Basınçlı tencere (Poliklav, Dentaurum, Germany).
- 13-Silisyum karbür zımpara kağıtları (Jean Wirtz,P#80,P#220,P#500,P#800,P#1200,

Germany).

14- Polisaaj solüsyonları (Dialub Sw, Final, Germany).

15-Kroll solüsyonu.(TEAŞ Kimya Laboratuvarı'nda hazırlanmıştır. Kimyasal içeriği:

6ml HNO_3 ml, 3ml. HF, 100ml Distile su).

16-Diğer malzemeler (spatül, bol, bol kaşığı).

Araştırmamızda kullanılan cihazlar :

1-Bilgisayar destekli optik mikroskop (Zwig Material Prüfung Postfach 4350, D7900,

Typ:3212.002, Werk.Nr.:112709 ,Germany).

2-Kaplama cihazı(Hummer VII Sputtering System, Anatech Ltd., Virginia, USA).

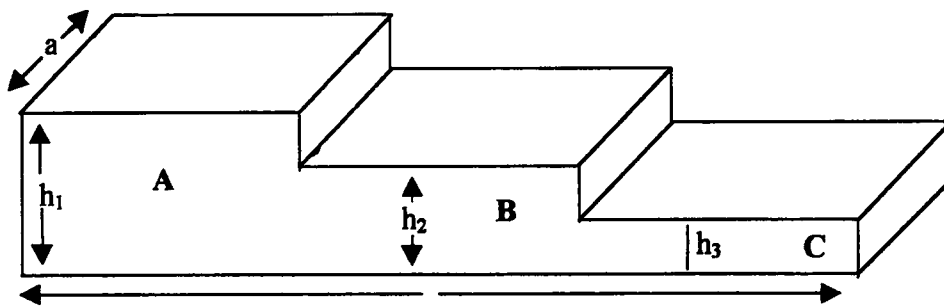
3-SEM (Jeol, JSM 6400, JAPAN).

4-EDAX analizi cihazı (Noran Instrument series II, USA).

5-Vickers sertlik cihazı (Vickers M 55, Vickers Instruments Ltd., USA).

İçerikleri farklı Rematitan Plus ve Rematitan Ultra rövetmanlarla dökülmüş, farklı hacimlere sahip üç bölümden oluşan titanyum örnekler üzerinde, "alfa case" tabakasının kalınlığı ve sertliği ölçülerek, EDAX analizi yapıldı.

III.1.ÖRNEKLERİN HAZIRLANMASI:



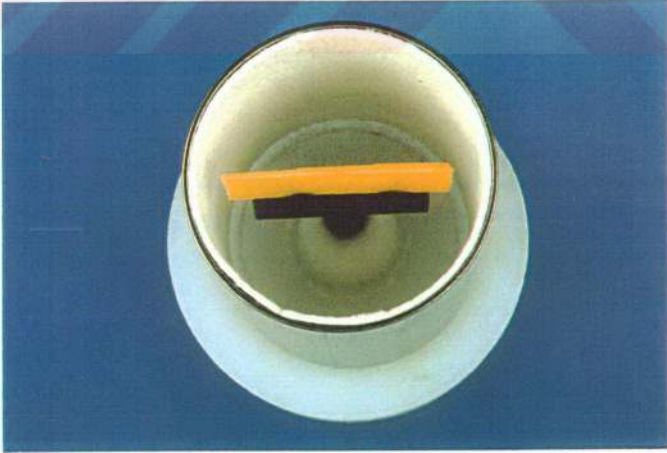
Şekil III.1.1:Deney örneğinin şematik görünümü.

l:36mm. a:10mm. h_1 :3mm. h_2 :2mm. h_3 :1mm.

Şekil III.1'de verilen boyutlara uygun olarak hazırlanmış silikon kalıptan, döküm mumu kullanılarak yapılan örnekler tıjlendi (resim III.1) ve manşete alındı (resim III.2). Her rövetman için 10'ar örnek elde edildi.



Resim III.1 : Tıjlanmış mum örnek.

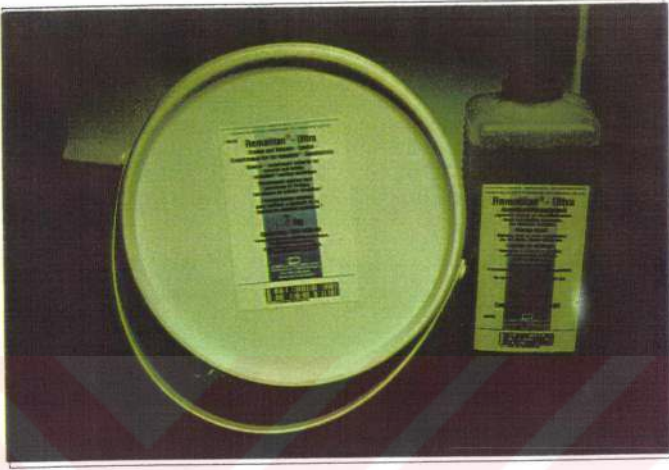


Resim III.2 : Manşete yerleştirilmiş mum örnek.

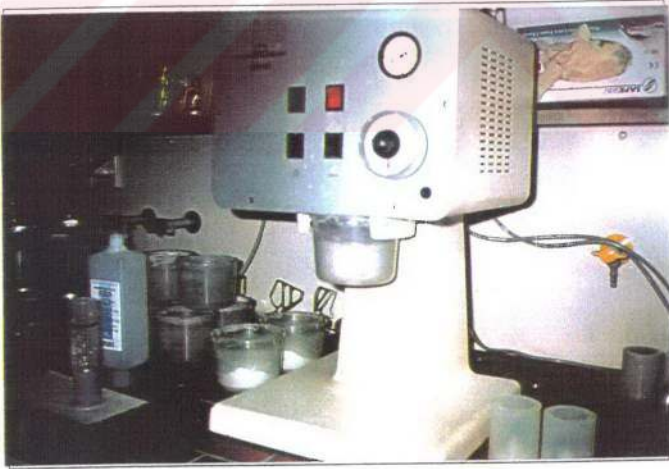
Rematitan Ultra rövetman için plastik, Rematitan Plus rövetman için metal manşetler kullanıldı. Metal manşetlerin içine 50x1mm. boyutlarında asbest kağıt yerleştirildi. Rematitan Plus (resim III.3.) ve Rematitan Ultra rövetmanları (resim III.4.) üretici firmanın önerileri doğrultusunda, toz:likit oranı 250:40ml. olacak şekilde, 8 atm. basınç altında vakumla karıştırılarak (resim III.5) manşetlere döküldü (resim III.6).



Resim III.3 : Rematitan Plus rövetman.



Resim III.4 : Rematitan Ultra rövetman.



Resim III.5 : Rövetmanın vakumla karıştırılması.



Resim III.6 : Rövetmanın manşete dökülmesi.

Rövetmanların sertleşmesinin ardından, Rematitan Plus için kullanılan plastik manşetler çıkarıldı. Elde edilen Rematitan Plus rövetman kalıplar ve Rematitan Ultra dökülmüş metal manşetler ön ısıtma fırınlarına alındı (resim III.7). Rematitan Ultra rövetmanın kullanıldığı manşetler 250°C'de 90 dakika, 830°C' de 40 dakika bekletilip, 430°C'ye kadar soğutuldu. Rematitan Plus rövetman kalıplar, 50°C'de 90 dakika, 250°C' de 90 dakika, 1000 °C'de 60 dakika bekletilip, daha sonra ısı döküm sıcaklığı olan 430°C'ye düşürüldü. Döküm işlem için, Dentaaurum firmasının Rematitan döküm cihazı kullanıldı (resim III.8). Rematitan döküm cihazında, üst odaciğe Rematitan Grade 1 titanyum metali (resim III.9), alt odaciğe manşet yerleştirildi. Döküm sırasında üst odacıkta basınç 0,95±0,04 bar, alt odacıkta basınç ise -0,95-0,05 bar olarak ayarlandı. Üst odacıkta bakır pota içinde bulunan metal elektrik arki ile 40 saniyede ertildi. Bu basınç farkı sayesinde eriyen metal alt odacıkta manşete döküldü. Döküm işlemi 20 saniyede tamamlandı. Her yeni döküm için 2,5 dakika beklendi. Her 4-5 dökümde bir titanyumun oksidasyonu ve kirlenme ihtimaline karşı bakır pota değiştirildi.



Resim III.7 : Ön ısıtma fırınına alınmış manşetler.



Resim III.8 : Rematitan döküm cihazı.

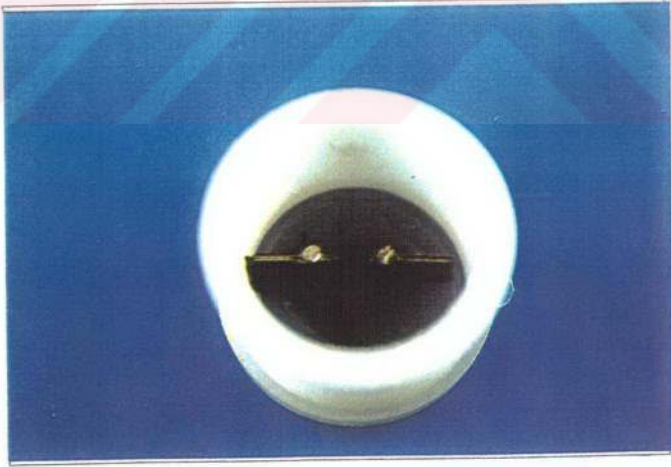


Resim III.9 : Rematitan grade 1 titanyum metali.

Döküm yapıldıktan bir süre sonra, manşetler soğuyana kadar su içinde bekletildi. Manşetten çıkan örnekler, 200 μm . Al_2O_3 ile kumlandı (**resim III.10**). Tesviyesi yapıldı. Daha sonra **şekil III.1**'de görülen A,B,C yüzeyleri **resim III.11**'deki gibi üste gelecek şekilde, örnekler kalıplara yerleştirilerek, hazırlanan akril döküldü. 2 atm. Basınç altında üretici firmanın önerileri doğrultusunda pişirildi (**resim III.12,13**). Metalurjik inceleme yapmak üzere, ISO 1463'e göre akriliğe gömülen örneklerin hazırlanmasına geçildi. Bu amaçla örnekler sırasıyla 220, 500, 800, 1200 gritlik silisyum karbür zımpara kağıtları ile zımparalandı. Polisaj solüsyonlarına %30 H_2O_2 karıştırılarak polisajları yapıldı.



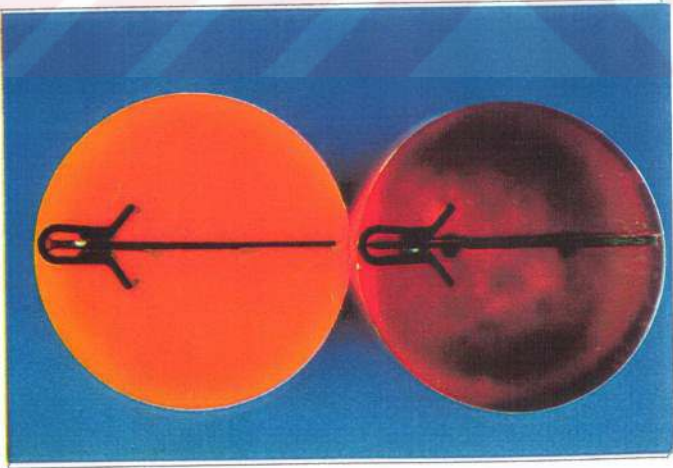
Resim III.10 : Kumlama için kullanılan cihaz.



Resim III.11 : Kalıba yerleştirilmiş döküm titanyum örnek.



Resim III.12 : Basınçlı tencere.



Resim III.13: Akrilik bloklara gömülmüş titanyum örnekler.

III.2.ALFA CASE TABAKASININ ÖLÇÜLMESİ:

Polisajlanmış örnekler metalurjik inceleme yapmak üzere Kroll solüsyonu ile 40 saniye kadar pürüzlendirildi. Alkolle temizlenip, su ile tekrar yıkandı ve kurutuldu.

Her örnekte A,B,C yüzeyleri üst kenarlarından içeri doğru 250 μ m.'lik alandan yatay yönde beş farklı noktadan bilgisayar destekli optik mikroskop kullanılarak 600 büyütmede ölçümler yapıldı (**resimIII.14**). Alınan değerler μ m. birimiyle kaydedildi.



Resim III.14 : Bilgisayar destekli optik mikroskop.

III.4. EDAX ANALİZİ:

Titanyum örnekler 250-300 A° kalınlıkta altın-palladyum ile kaplandı. Her örneğin, her yüzeyinde, üst kenardan itibaren sırasıyla 0,50,100,150,200,250 μ m. uzaklıklarda SEM'e (**resim III.15**) bağlı EDAX analiz ünitesinde(**resim III. 16**) , noktasal, kantitatif analiz yapıldı.



Resim III.15 : Scanning Elektron Mikroskobu.



Resim III.16 : SEM'e bağı EDAX analiz ünitesi.

Her iki grup örnekte farklı yüzeylerdeki alfa case görüntüsü SEM'den alınan fotoğraflarla kaydedildi.

III.5. VICKERS SERTLİK TESTİ:

SEM' de ölçümleri tamamlanan örnekler tekrar gözden geçirildi. Daha sonra Vickers sertlik cihazında (resim III.17), her örneğin, her yüzeyinde, üst kenardan itibaren 50µm. 'lık eşit uzaklıklarda, altı farklı noktaya, 0,1kg'lık. yükler 10 saniye süreyle uygulandı. Hesaplanan sertlik değerleri kaydedildi.



Resim III.17 : Vickers sertlik cihazı.

"Student t testi" ile farklı yüzeylere ait alfa case kalınlıkları ve farklı rövetmanlara ait alfa case kalınlıkları ile farklı yüzeylere ait Vickers sertlik değerlerinin istatistiksel analizi yapılmıştır. "Mann Whitney U" testi ile farklı rövetmanlara ait EDAX analizi sonuçları ve sertlik değerlerinin istatistiksel analizi yapılmıştır. "Wilcoxon analizi" ile farklı yüzeylere ait EDAX analizi sonuçlarının istatistiksel analizi yapılmıştır. "Varyans analizi (bağımlı gruplarda)" ile üst kenardan uzaklığa bağlı olarak sertlik değerlerinin değişimi istatistiksel olarak analiz edilmiştir.

IV. BULGULAR

IV.1. "ALFA CASE" KALINLIĞI ÖLÇÜMLERİNDEN ALINAN SONUÇLAR:

Rematitan Plus (RTP) ve Rematitan Ultra (RTU) ile dökülen örneklerden alınan "alfa case" kalınlığı değerlerinin istatistiksel analiz sonuçları aşağıda verilmiştir.

Tablo IV.1. 1 : RTP ve RTU ile dökülen örneklerde A, B, C yüzeylerinden ölçülen "alfa case" tabakası kalınlıklarının ($\mu\text{m.}$) birbiri ile karşılaştırılması. (n=50)

		Ortalama	Standart Sapma	t
RTP	A-B	28,94	36,39	5,62***
	A-C	52,11	42,20	8,73***
	B-C	23,16	22,53	7,26***
RTU	A-B	17,15	30,65	4,03***
	A-C	37,92	28,97	9,31***
	B-C	20,77	20,75	7,12***

***p< 0,001

RTP ve RTU ile dökülen örneklerde A,B,C yüzeylerinden elde edilen "alfa case" tabakası kalınlıkları birbirinden istatistiksel olarak anlamlı derecede farklıdır (Tablo IV.1.1).

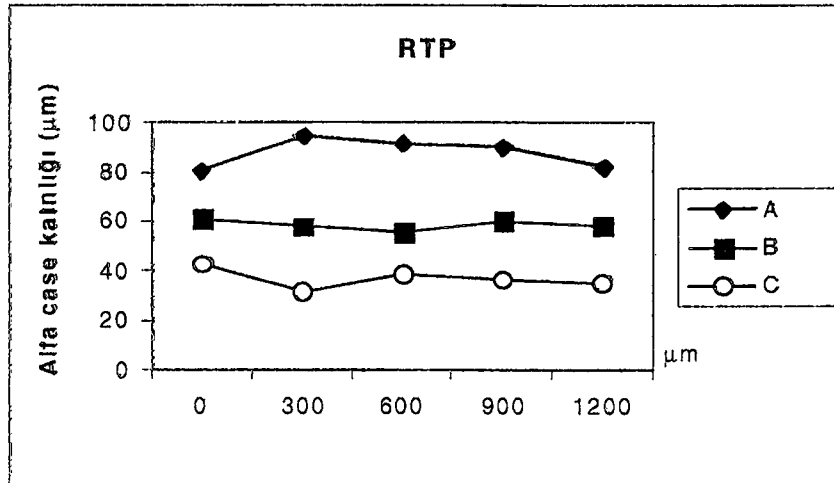
Tablo IV.1. 2 : RTP ve RTU rövetmanlarının A, B, C yüzeylerinden elde edilen "alfa case" kalınlıkları (μm .) bakımından birbiriyle karşılaştırılması. (n=50)

		Ortalama	Standart Sapma	t
A	RTP	87,56	39,92	3,22***
	RTU	64,46	31,24	
B	RTP	58,62	22,05	2,64***
	RTU	47,31	20,68	
C	RTP	35,45	13,70	3,81***
	RTU	26,54	9,24	

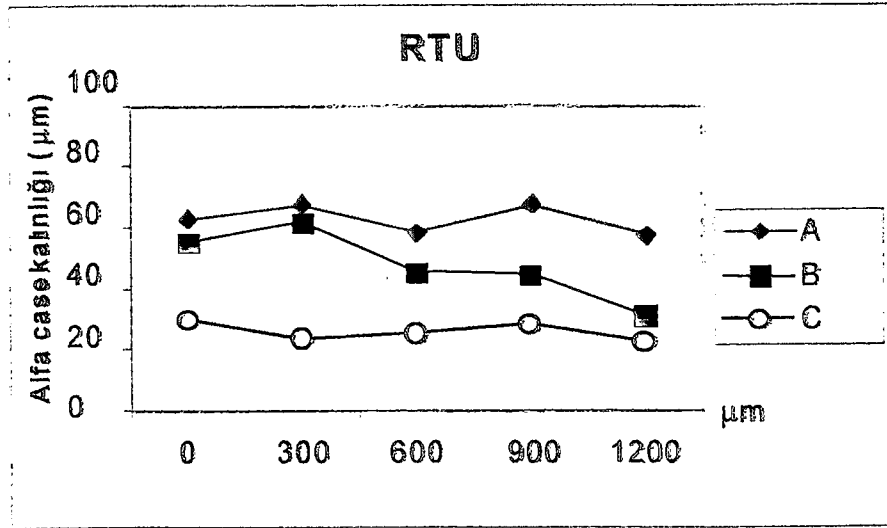
***p< 0,001

Rematitan Plus ve Rematitan Ultra rövetmanları A, B, C yüzeylerinden ölçülen "alfa case" kalınlıkları istatistiksel olarak karşılaştırıldığında birbirinden anlamlı derecede farklıdır. (Tablo IV.1.2.)

Şekil IV.1 ve 2'de Rematitan Plus ve Rematitan Ultra ile dökülen örneklerde "alfa case" tabakası kalınlığının A yüzeyinde B ve C yüzeylerinden daha fazla olduğu izlenmektedir. B yüzeyindeki "alfa case" kalınlığı ise C yüzeyinden daha fazladır.

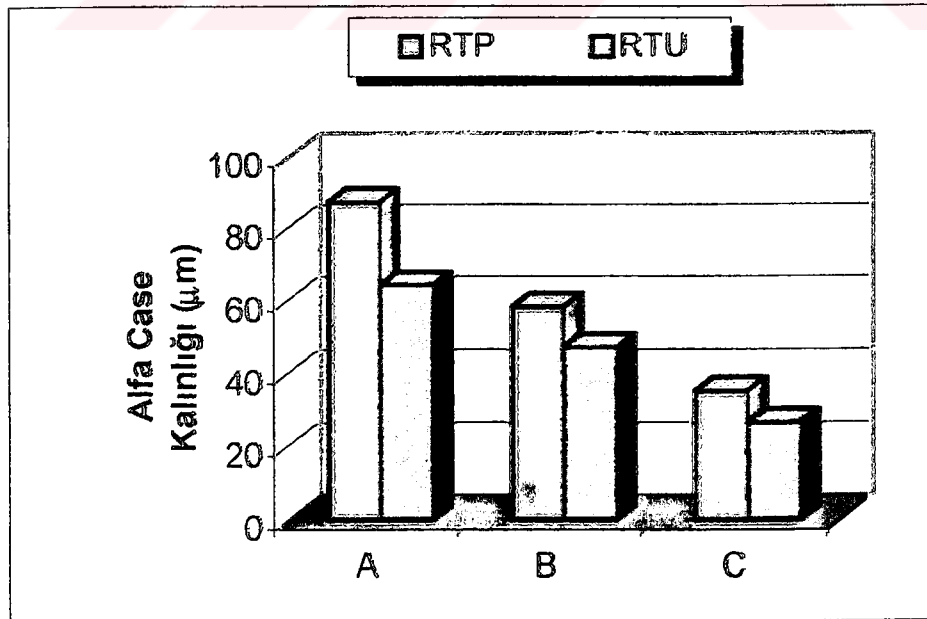


Şekil IV.1.1: Rematitan Plusla dökülen örneklerde A,B,C yüzeyinde ölçülen "alfa case" kalınlıkları.



Şekil IV.1. 2: Rematitan Ultra ile dökülen örneklerde A,B,C yüzeylerinden ölçülen alfa case değerleri.

Şekil IV.1.3'de A, B, C yüzeylerinde ölçülen alfa case tabakası kalınlıklarının Rematitan Ultra ile dökülen örneklerde Rematitan Plusla dökülen örneklerden daha düşük olduğu görülmektedir.



Şekil IV. 1.3: Rematitan Ultra ve Rematitan Plusla dökülen örneklerde A,B,C yüzeylerinde ölçülen alfa case tabakası kalınlığı.

IV.2.EDAX ANALİZİ İLE İLGİLİ BULGULAR:

Rematitan Plus ve Rematitan Ultra ile dökülen örneklerden elde edilen EDAX analizi değerlerinin istatistiksel analizi aşağıda verilmiştir.

Tablo IV.2.1: Rematitan Plus ve Rematitan Ultra rövetmanlarının A, B, C yüzeylerinden alınan EDAX analizi sonuçlarının birbiri ile karşılaştırılması. (n=10)

	GRUP	Ortalama	Std. Sap.	z
Si-A	RTP	0,78	0,38	2.94**
	RTU	0,30	0,21	
Si-B	RTP	0,41	0,19	2.72**
	RTU	0,18	0,09	
Si-C	RTP	0,49	0,30	3.02**
	RTU	0,12	0,09	
Al-A	RTP	0,16	0,15	1.48
	RTU	0,43	0,39	
Al-B	RTP	0,12	0,10	0.26
	RTU	0,40	0,87	
Al-C	RTP	0,09	0,07	0.03
	RTU	0,12	0,14	
Mg-A	RTP	0,09	0,09	0.23
	RTU	0,28	0,37	
Mg-B	RTP	0,11	0,08	1.14
	RTU	0,07	0,06	
Mg-C	RTP	0,06	0,07	0.77
	RTU	0,10	0,12	
Ca-A	RTP	0,13	0,08	0.98
	RTU	0,12	0,12	
Ca-B	RTP	0,07	0,04	0.52
	RTU	0,10	0,09	
Ca-C	RTP	0,07	0,06	0.03
	RTU	0,07	0,05	
P-A	RTP	0,00	0,00	3.10**
	RTU	0,07	0,06	
P-B	RTP	0,00	0,01	-3.928**
	RTU	0,04	0,03	
P-C	RTP	0,09	0,06	4.04**
	RTU	0,00	0,00	
Zr-A	RTP	0,14	0,15	1.66
	RTU	0,53	0,90	
Zr-B	RTP	0,14	0,09	0.68
	RTU	0,11	0,08	
Zr-C	RTP	0,12	0,07	0.37
	RTU	0,12	0,12	

*p<0.05, ** p<0.01

Rematitan Plus ile dökülmüş örneklerde A, B, C yüzeylerinden elde edilen silisyum ve fosfat değerlerinin, Rematitan Ultra ile dökülen örneklerden istatistiksel olarak anlamlı derecede farklı olduğu görülmüştür (Tablo IV.2.1).

Tablo IV.2.2: Rematitan Plusla dökülmüş örneklerde A, B, C yüzeylerinden alınan EDAX analizi sonuçlarının birbiri ile karşılaştırılması. (n=10)

RTP	Ortalama	Std. Sap.	z
Si-A	0,78	0,38	2,70**
Si-B	0,41	0,19	
Si-A	0,78	0,38	2,80**
Si-C	0,49	0,3	
Si-B	0,41	0,19	1,47
Si-C	0,49	0,3	
Al-A	0,16	0,15	1,24
Al-B	0,12	0,1	
Al-A	0,16	0,15	1,68
Al-C	0,09	0,07	
Al-B	0,12	0,1	1,95
Al-C	0,09	0,07	
Mg-A	0,09	0,09	0,77
Mg-B	0,11	0,08	
Mg-A	0,09	0,09	0,88
Mg-C	0,06	0,07	
Mg-B	0,11	0,08	1,30
Mg-C	0,06	0,07	
Ca-A	0,13	0,08	1,68
Ca-B	0,07	0,04	
Ca-A	0,13	0,08	1,68
Ca-C	0,07	0,06	
Ca-B	0,07	0,04	0,40
Ca-C	0,07	0,06	
P-A	0,00	0	1,00
P-B	0,00	0,01	
P-A	0,00	0	2,80**
P-C	0,09	0,06	
P-B	0,00	0,01	2,80**
P-C	0,09	0,06	
Zr-A	0,14	0,15	0,05
Zr-B	0,14	0,09	
Zr-A	0,14	0,15	0,45
Zr-C	0,12	0,07	
Zr-B	0,14	0,09	0,59
Zr-C	0,12	0,07	

* p < 0.05; ** p < 0.01

Rematitan Plusla dökülen örneklerde, A yüzeyinden elde edilen silisyum değerinin, B ve C yüzeylerindeki silisyum değerinden istatistiksel olarak anlamlı derecede farklı olduğu görülmüştür. A ve B yüzeylerindeki fosfat değeri, C yüzeyindekinden istatistiksel olarak anlamlı derecede farklıdır (Tablo IV.2.2).

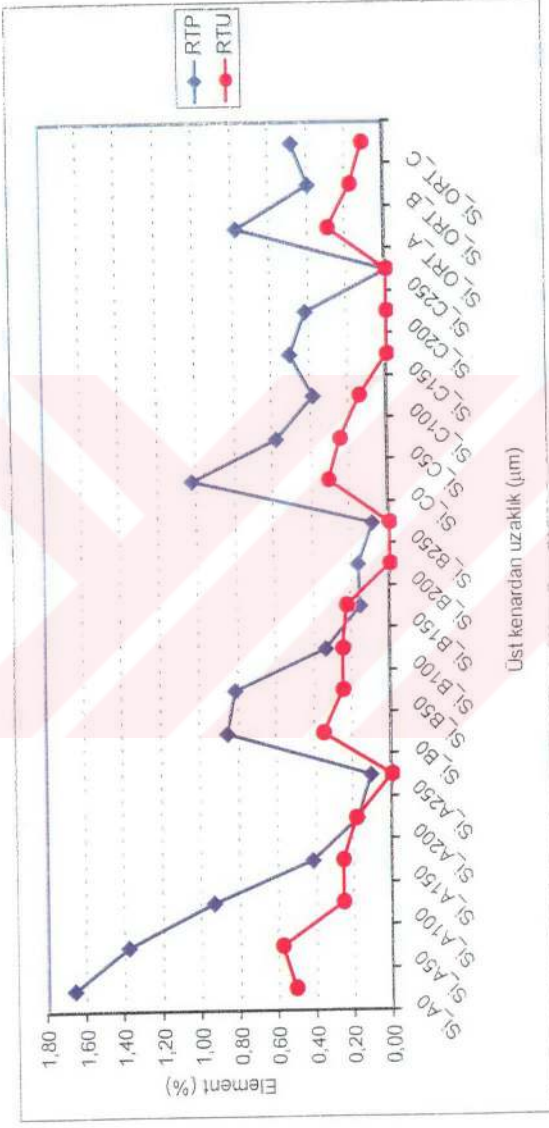
Tablo IV.2.3: Rematitan Ultra ile dökülmüş örneklerde A, B, C yüzeylerinden alınan EDAX analizi sonuçlarının birbiri ile karşılaştırılması. (n=10)

RTU	Ortalama	Std. Sap.	z
Si-A	0,30	0,21	2,70**
Si-B	0,18	0,09	
Si-A	0,30	0,21	2,80**
Si-C	0,12	0,09	
Si-B	0,18	0,09	2,70**
Si-C	0,12	0,09	
Al-A	0,43	0,39	1,59
Al-B	0,40	0,87	
Al-A	0,43	0,39	2,66**
Al-C	0,12	0,14	
Al-B	0,40	0,87	0,84
Al-C	0,12	0,14	
Mg-A	0,28	0,37	1,17
Mg-B	0,07	0,06	
Mg-A	0,28	0,37	0,56
Mg-C	0,10	0,12	
Mg-B	0,07	0,06	1,12
Mg-C	0,10	0,12	
Ca-A	0,12	0,12	0,51
Ca-B	0,10	0,09	
Ca-A	0,12	0,12	1,37
Ca-C	0,07	0,05	
Ca-B	0,10	0,09	1,30
Ca-C	0,07	0,05	
P-A	0,07	0,06	1,07
P-B	0,04	0,03	
P-A	0,07	0,06	2,36*
P-C	0,00	0,00	
P-B	0,04	0,03	2,80**
P-C	0,00	0,00	
Zr-A	0,53	0,90	2,70**
Zr-B	0,11	0,08	
Zr-A	0,53	0,90	1,78
Zr-C	0,12	0,12	
Zr-B	0,11	0,08	0,15
Zr-C	0,12	0,12	

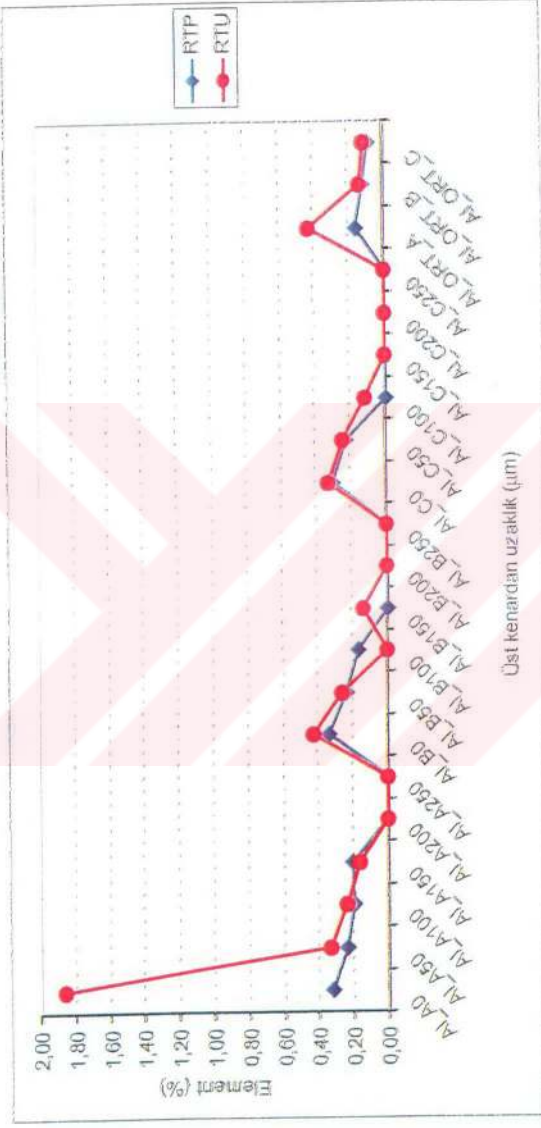
* p < 0.05; ** p < 0.01

Rematitan Ultra ile dökülmüş örneklerde, A yüzeyinden elde edilen silisyum değeri B ve C, B yüzeyinden elde edilen silisyum değeri ise C yüzeyinden istatistiksel olarak anlamlı derecede farklıdır. A yüzeyinden elde edilen alüminyum değerinin C yüzeyinden anlamlı derecede farklı olduğu görülmüştür. A yüzeyinde saptanan zirkonyum değeri ise B yüzeyinden istatistiksel olarak anlamlı derecede farklıdır. Fosfat değeri B yüzeyinde C yüzeyinden, A yüzeyinde de C yüzeyinden istatistiksel olarak anlamlı derecede farklıdır. (Tablo IV.2.3)

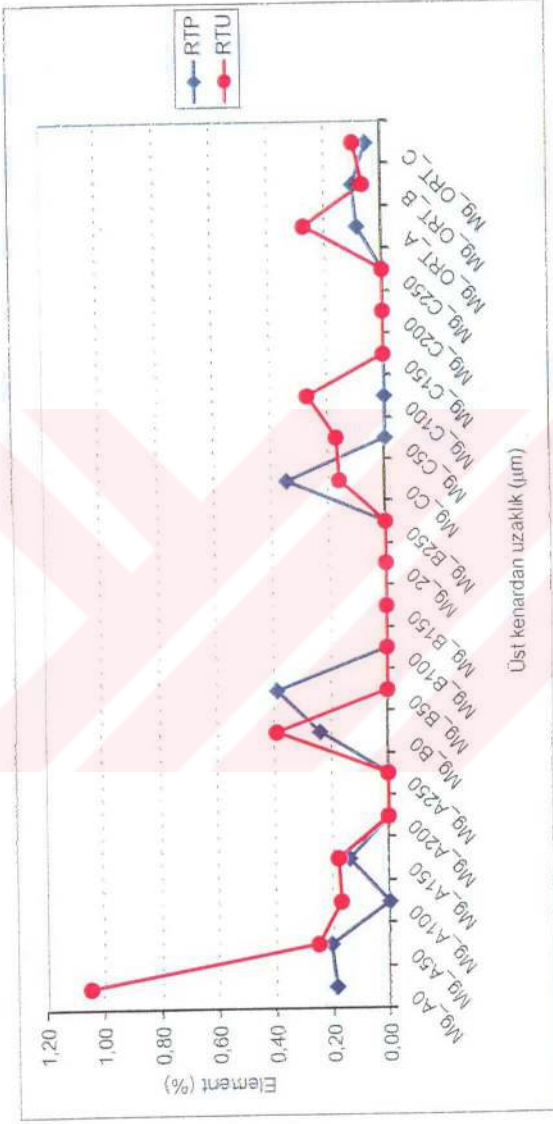
Rematitan Plusla ve Rematitan Ultra ile dökülen örneklerde üst kenardan içeri doğru rövetman komponentlerinden silisyum, alüminyum,zirkonyum, magnezyum, kalsiyum ve fosfata rastlanmıştır. Bu elementlerin değerlerinde genel olarak üst kenardan içeri doğru bir azalma eğilimi olduğu gözlenmiştir (Şekil IV.2.1-2-3-4-5-6).



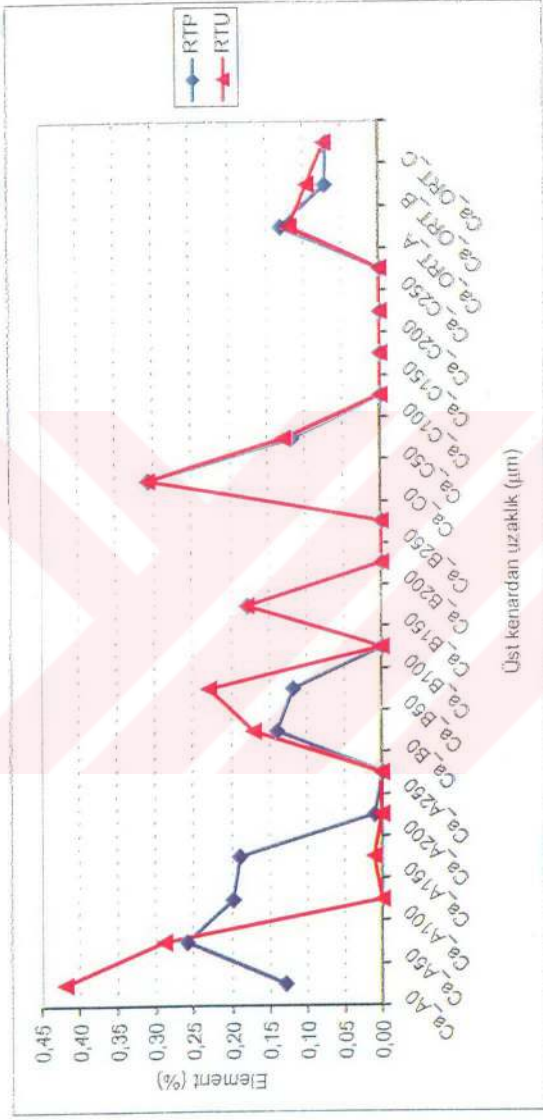
Şekil IV.2.4 Rematitan Plus ve Rematitan Ultra ile dökülen örneklerde A,B,C yüzeylerinden elde edilen silisyum değerleri,



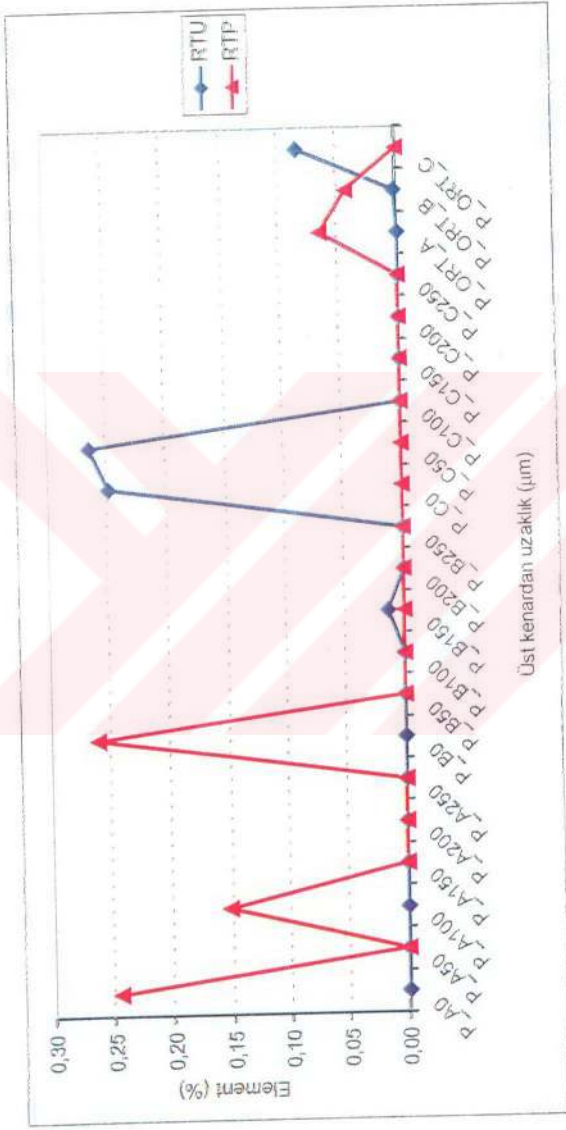
Şekil IV.2.2: Rematitan Plus ve Rematitan Ultra ile dökülen örneklerde A,B,C yüzeylerinden elde edilen alüminyum değerleri.



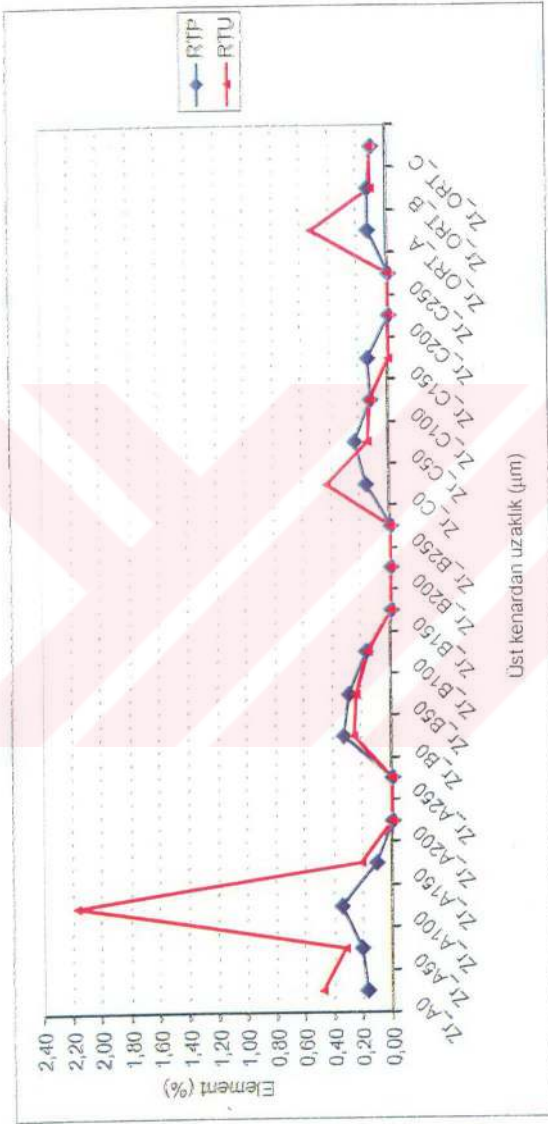
Şekil IV.2.3: Rematitan Plus ve Rematitan Ultra ile dökülen örneklerde A,B,C yüzeylerinden elde edilen magnezyum değerleri.



Şekil IV.2.4: Rematitan Plus ve Rematitan Ultra ile dökülen örneklerde A,B,C yüzeylerinden elde edilen kalsiyum değerleri.



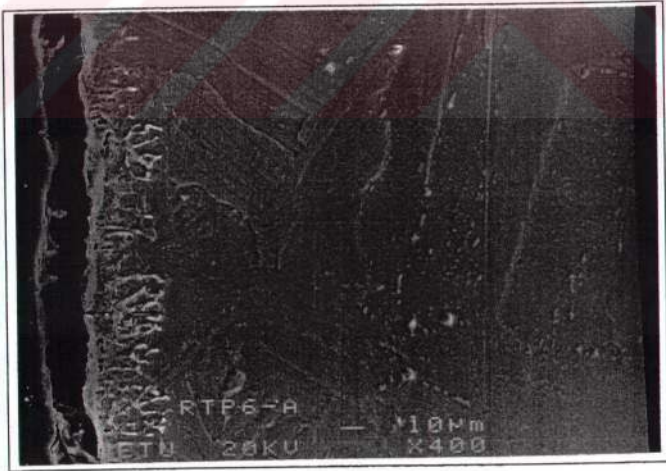
Şekil IV.2.5. Rematitan Plus ve Rematitan Ultra ile dökülen örneklerde A,B,C yüzeylerinden elde edilen fosfat değerleri.



Şekil IV.2.6: Rematitan Plus ve Rematitan Ultra ile dökülen örneklerde A,B,C yüzeylerinden elde edilen zirkonyum değerleri.

IV.3. MIKROSKOBİK BULGULAR:

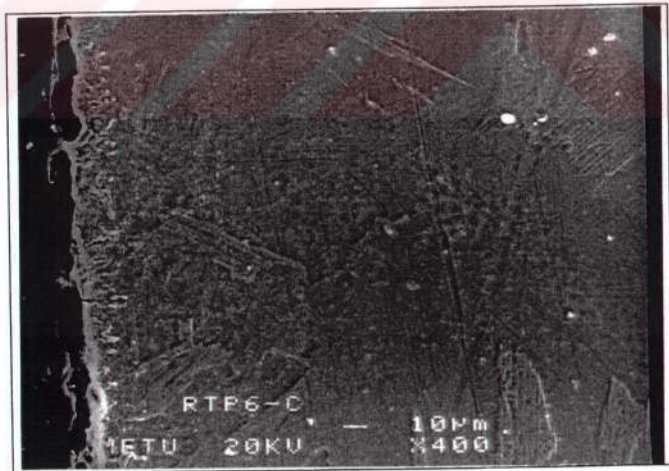
Rematitan Plus'la dökülmüş örneklerde A yüzeyinden (resim IV.3.1), B yüzeyinden (resim IV.3.2), C yüzeyinden (resim IV.3.3) ve Rematitan Ultra ile dökülmüş örneklerde A yüzeyi (resim IV.3.4), B yüzeyi (resim IV.3.5), C yüzeyinden (resim IV.3.6) alınan SEM fotoğraflarında alfa case tabakası görülmektedir. Tüm yüzeylerde üst kenardan itibaren içeri doğru çatlaklar ve yarıklarla karakterize düzensiz bir tabaka şeklindedir. Her yüzeyde üst kenar boyunca farklı kalınlıkta seyretmektedir. Rematitan Ultra ile dökülen örneklerde alfa case tabakasının yer yer yok denecek kadar azaldığı görülmektedir.



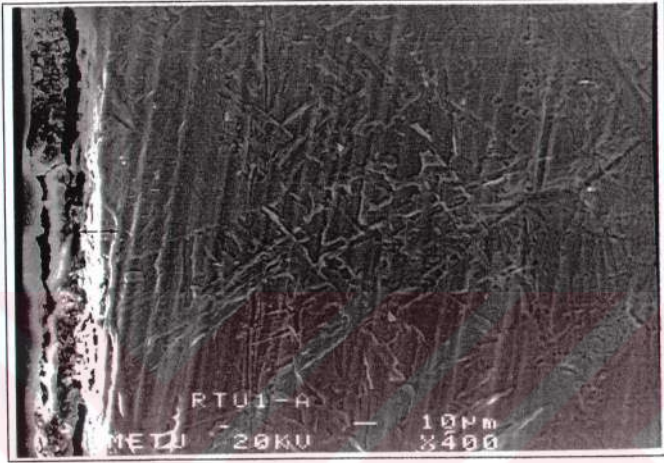
Resim IV.3.1:Rematitan Plusla dökülmüş bir örnekte A yüzeyinde alfa case görüntüsü.



Resim IV.3.2:Rematitan Plusla dökülmüş örneklerde B yüzeyinde alfa case görüntüsü



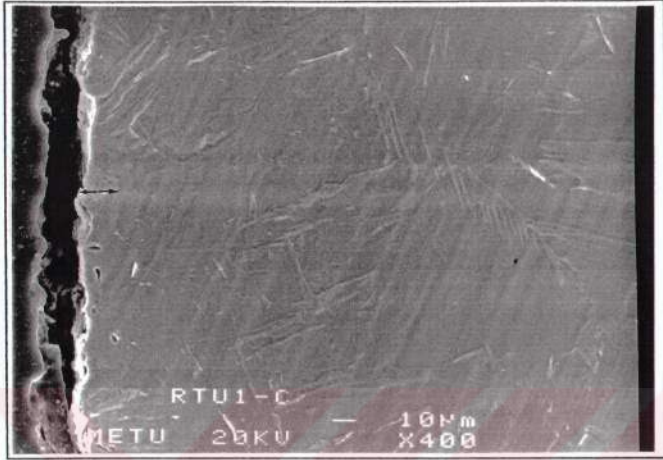
Resim IV.3.3:Rematitan Plusla dökülmüş bir örnekte C yüzeyinde alfa case görüntüsü.



Resim IV.3.4:Rematitan Ultra ile dökülmüş bir örnekte A yüzeyinde alfa case görüntüsü.



Resim IV.3.5:Rematitan Ultra ile dökülmüş bir örnekte B yüzeyinde alfa case görüntüsü.



Resim IV.3.6:Rematitan Ultra ile dökülmüş bir örnekte C yüzeyinde "alfa case" görüntüsü.

IV.4. VICKERS SERTLİK TESTİ SONUÇLARI:

Rematitan Plus ve Rematitan Ultra ile dökülmüş örneklerden elde edilen Vickers sertlik değerlerinin istatistiksel analiz sonuçları aşağıda verilmiştir.

Tablo IV.4.1: Rematitan Plus ile dökülmüş örneklerde A yüzeyinde Vickers sertlik değerlerinin üst kenardan uzaklığa bağlı değişimi. (n=10)

	Ortalama	Standart Sapma	f
A0	376,80	36,85	23,07**
A50	322,10	33,67	
A100	270,10	33,14	
A150	227,90	13,76	
A200	211,50	5,40	
A250	207,20	4,52	

**p<0,01

Tablo IV.4.2 : Rematitan Plus ile dökülmüş örneklerde B yüzeyinde Vickers sertlik değerlerinin üst kenardan uzaklığa bağlı değişimi. (n=10)

RTP	Ortalama	Standart Sapma	f
B0	344,90	47,86	18,31**
B50	278,40	46,81	
B100	236,30	34,09	
B150	214,40	14,59	
B200	206,20	9,50	
B250	204,40	5,02	

**p<0,01

Tablo IV.4.3 : Rematitan Plus ile dökülmüş örneklerde C yüzeyinde Vickers sertlik değerlerinin üst kenardan uzaklığa bağlı değişimi. (n=10)

	Ortalama	Standart Sapma	f
C0	278,70	23,43	27,05**
C50	226,30	13,85	
C100	204,80	3,88	
C150	203,80	4,34	
C200	203,30	4,85	
C250	200,70	4,88	

**p<0,01

Tablo IV.4.4 : Rematitan Ultra ile dökülmüş örneklerde A yüzeyinde Vickers sertlik değerlerinin üst kenardan uzaklığa bağlı değişimi. (n=10)

	Ortalama	Standart Sapma	f
A0	323,80	38,25	33,50**
A50	266,60	50,32	
A100	229,40	33,09	
A150	219,80	22,59	
A200	214,30	10,02	
A250	209,60	4,65	

****p<0,01**

Tablo IV.4.5 : Rematitan Ultra ile dökülmüş örneklerde B yüzeyinde Vickers sertlik değerlerinin üst kenardan uzaklığa bağlı değişimi. (n=10)

	Ortalama	Standart Sapma	f
B0	306,40	29,19	27,51**
B50	253,60	31,16	
B100	215,60	10,33	
B150	210,20	3,99	
B200	208,70	3,80	
B250	204,10	4,18	

****p<0,01**

Tablo IV.4.6 : Rematitan Ultra ile dökülmüş örneklerde C yüzeyinde Vickers sertlik değerlerinin üst kenardan uzaklığa bağlı değişimi. (n=10)

	Ortalama	Standart Sapma	f
C0	251,60	14,92	16,09**
C50	216,50	10,18	
C100	209,80	3,12	
C150	207,70	3,83	
C200	202,40	8,21	
C250	198,40	10,18	

**p<0,01

Rematitan Plus ve Rematitan Ultra ile dökülen örneklerde, A,B,C yüzeylerinde üst kenardan farklı uzaklıklarda alınan Vickers sertlik değerleri anlamlı biçimde farklıdır (TabloIV.4.1,2,3,4,5,6).

Tablo IV.4.7. :Rematitan Plus ve Rematitan Ultra ile dökülen örneklerde A,B,C yüzeylerinden elde edilen Vickers sertlik değerlerinin karşılaştırılması. (n=60)

		Ortalama	Standart Sapma	t
RTP	A-B	21,83	27,09	6,24***
	A-C	49,67	47,78	8,05***
	B-C	27,83	40,76	5,29***
RTU	A-B	10,82	23,32	3,59**
	A-C	29,52	36,12	6,32***
	B-C	18,70	25,15	5,75***

***p<0,001 **p<0,01

Rematitan Plusla dökülen örneklerde, A,B,C yüzeylerinden alınan Vickers sertlik değerleri karşılaştırılmış, A-B, B-C, A-C yüzeylerinin birbirinden istatistiksel olarak anlamlı derecede farklı olduğu görülmüştür (Tablo IV.4.7).

Rematitan Ultra ile dökülmüş örneklerde, A,B,C yüzeylerinden alınan Vickers sertlik değerleri karşılaştırılmış, A-B yüzeyleri arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık görülmüştür. B-C, A-C yüzeyleri arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılıklar vardır (Tablo IV.4.7).

Tablo IV.4.8 : A yüzeyinde, üst kenardan farklı uzaklıklarda, Rematitan Plus ve Rematitan Ultra ile dökülmüş örneklerden alınan Vickers sertlik değerlerinin birbiri ile karşılaştırılması. (n=10)

		Ortalama	Standart Sapma	z
A0	RTP	376,80	36,85	2,57**
	RTU	323,80	38,35	
A50	RTP	322,10	33,67	2,57**
	RTU	266,60	50,32	
A100	RTP	270,10	33,14	3,00**
	RTU	229,40	33,09	
A150	RTP	227,90	13,76	2,16*
	RTU	219,80	22,59	
A200	RTP	211,50	5,40	,23
	RTU	214,30	10,02	
A250	RTP	207,20	4,52	1,26
	RTU	209,60	4,65	

**p<0,01 * p<0,05

Rematitan Plus ve Rematitan Ultra rövetmanları karşılaştırıldığında, A yüzeyinde üst kenardan 0,50,100,150µm. uzaklıklarda alınan Vickers sertlik değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılıklar vardır (Tablo IV.3.8).

Tablo IV.4.9 : B yüzeyinde, üst kenardan farklı uzaklıklarda, Rematitan Plus ve Rematitan Ultra ile dökülmüş örneklerden alınan Vickers sertlik değerlerinin birbiri ile karşılaştırılması. (n=10)

		Ortalama	Standart Sapma	z
B0	RTP	344,90	47,86	1,66
	RTU	306,40	29,19	
B50	RTP	278,40	46,81	1,13
	RTU	253,60	31,16	
B100	RTP	236,30	34,09	2,09*
	RTU	215,60	10,33	
B150	RTP	214,40	14,59	,53
	RTU	210,20	3,99	
B200	RTP	206,20	9,50	1,44
	RTU	208,70	3,80	
B250	RTP	204,40	5,02	,07
	RTU	204,10	4,18	

*p<0,05

B yüzeyinde üst kenardan 100µm uzaklıkta alınan Vickers sertlik değerleri bakımından her iki rövetman arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık vardır (Tablo IV.4.9).

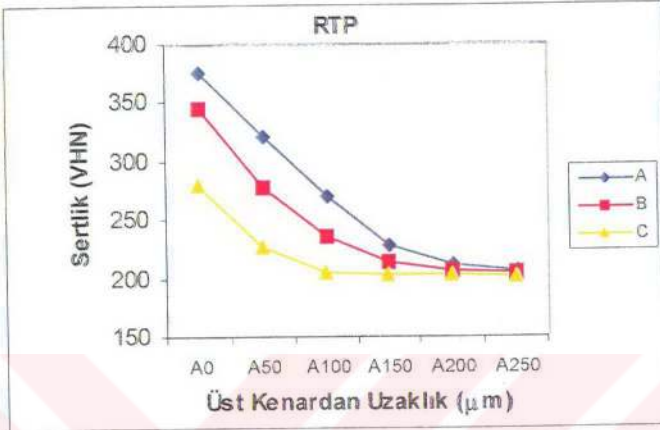
Tablo IV.4.10 : C yüzeyinde, üst kenardan farklı uzaklıklarda, Rematitan Plus ve Rematitan Ultra ile dökülmüş örneklerden alınan Vickers sertlik değerlerinin birbiri ile karşılaştırılması. (n=10)

		Ortalama	Standart Sapma	z
C0	RTP	278,70	23,43	2,95**
	RTU	251,60	14,92	
C50	RTP	226,30	13,65	1,93
	RTU	216,50	10,18	
C100	RTP	204,80	3,88	2,64**
	RTU	209,80	3,12	
C150	RTP	203,80	4,34	1,87
	RTU	207,70	3,83	
C200	RTP	203,30	4,85	,49
	RTU	202,40	8,21	
C250	RTP	200,70	4,88	,00
	RTU	198,40	10,18	

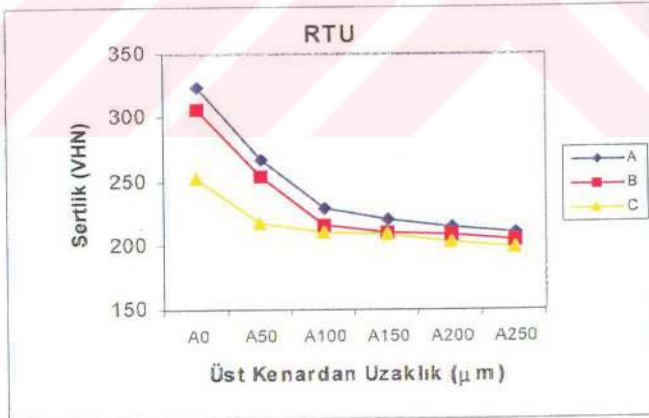
**p<0,01

C yüzeyinde, üst kenardan 0 ve 100µm uzaklıklarda alınan değerler de her iki rövetman arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılıklar vardır. (Tablo IV.4.10).

Şekil IV.4.1 ve 2’de Rematitan Plusla ve Rematitan Ultra ile dökülen titanyum örneklerde A yüzeyinde üst kenardan içeri doğru alınan Vickers sertlik değerlerinin B ve C yüzeylerinde üst kenardan içeri doğru alınan değerlerden daha fazla olduğu izlenmektedir.

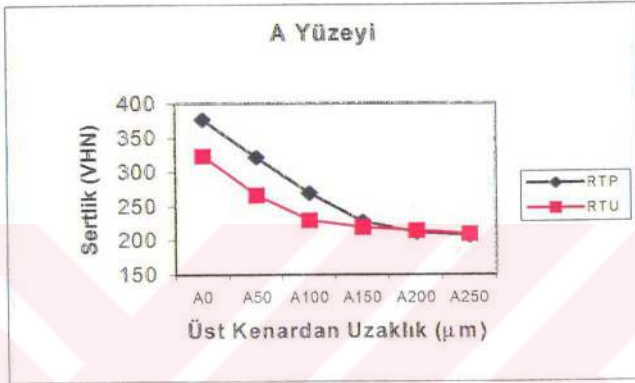


Şekil IV.4.1: Rematitan Plusla dökülen örneklerde farklı yüzeylerde üst yüzeyden farklı uzaklıklarda alınan Vickers sertlik değerleri.

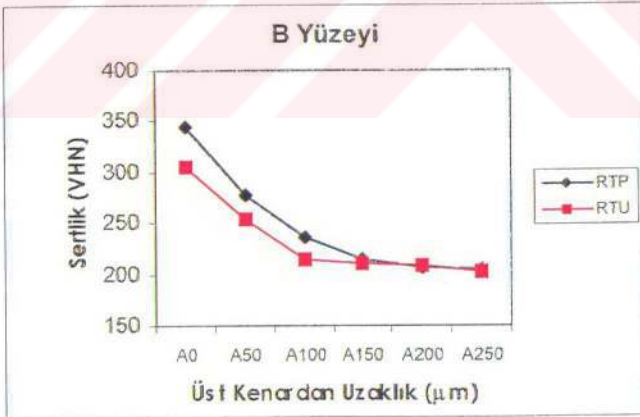


Şekil IV.4.2: Rematitan Ultra ile dökülen örneklerde farklı yüzeylerde üst yüzeyden farklı uzaklıklarda alınan Vickers sertlik değerleri.

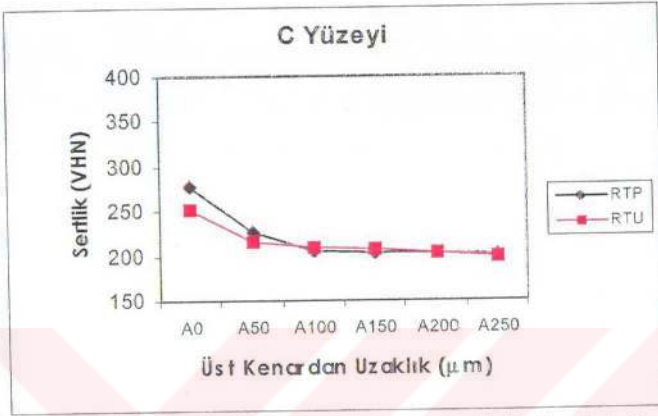
Şekil IV.4.3,4,5'de A, B, C yüzeylerinde, yüzeyden içeri doğru alınan Vickers sertlik değerlerinin Rematitan Plusla dökülen örneklerde Rematitan Ultra ile dökülenlerden daha yüksek olduğu izlenmektedir.



Şekil IV.4.3: Rematitan Plus ve Rematitan Ultra ile dökülen örneklerde A yüzeyinden üst kenardan farklı uzaklıklarda alınan Vickers sertlik değerleri.



Şekil IV.4.4: Rematitan Plus ve Rematitan Ultra ile dökülen örneklerde B yüzeyinden üst kenardan farklı uzaklıklarda alınan Vickers sertlik değerleri.



Şekil IV.4.5: Rematitan Plus ve Rematitan Ultra ile dökülen örneklerde C yüzeyinde üst kenardan farklı uzaklıklarda alınan Vickers sertlik değerleri

V. TARTIŞMA

Titanyum, son yıllarda dişhekimliğinin tüm dallarında yaygın biçimde kullanılmaktadır. Özellikle protetik diş tedavisinde kron-köprü protezlerinin yapımında, hareketli bölümlü protezlerin metal iskeletlerinin yapımında, tam protezlerde ve en önemlisi implant materyali olarak tercih edilen bir metal olmuştur^{50,53,54,66}.

Titanyum, mükemmel derecedeki biyolojik uyumu, korozyona direnci, hafifliği kolayca şekillendirilmesi gibi üstün özellikleri ile dental uygulamalarda şimdiye kadar çok tercih edilen altın alaşımlarının yerini almaya başlamıştır. Ekonomik açıdan değerlendirildiğinde altına göre daha ucuz bir metal oluşu önemli bir avantaj sağlamıştır. Bu nedenlerle, titanyum teknolojisindeki gelişmelere paralel olarak, önümüzdeki yıllarda titanyumun kıymetli metaller ile rekabete gireceği düşünülmektedir^{21,50,60,66,67}.

Yüksek erime derecesine sahip olduğundan, kıymetsiz metal alaşımlarına göre dökümünün daha güç olması, başlangıçta titanyumun kullanımını sınırlandırmıştır^{66,68,69}. Meyer²¹, yüksek sıcaklıkta titanyumun reaksiyona eğilimli olması yüzünden, özel döküm tekniklerinin ve rövetmanların geliştirildiğini belirtmiştir. Döküm ortamında bulunan oksijen, hidrojen, azot gibi gazlara olan güçlü afinitesi, döküm sırasında bu gazların titanyum içine difüze olarak, döküm titanyumun kontaminasyonuna neden olmaktadır. Yapılan araştırmalar, bu kontaminasyondan yalnız titanyumun gazlarla olan reaksiyonu değil, pota materyali ve rövetmanla olan reaksiyonunun da sorumlu olduğunu ortaya çıkarmıştır^{69,70,71}.

Meyer²¹, döküm ortamındaki gazlarla olan reaksiyonun önlenmesinde, argon gazı koruması altında ve vakumlu ortamda döküm yapan cihazların üretilmesinin titanyumun dökümü ile ilgili sorunları gidermede önemli gelişmeler sağladığını

vurgulamıştır. Özellikle vakumlu ortamda ve argon gazı koruması altında yapılan dökümlerin daha başarılı olduğu bildirilmiştir.^{70,72,73}

Sunnerkrantz ve arkadaşları⁷⁴, vakum/argon–basıncı döküm cihazında farklı basınçlarda dökülen titanyum kronlar üzerinde yaptıkları çalışma sonucu, argon gazının basıncının artırılmasının, erimiş metalin döküm zamanını kısalttığı, böylece erimiş titanyumun gazlarla reaksiyon süresinin kısaltıldığını saptamışlardır.

Hruska ve arkadaşları²⁴ ise, saf titanyumun döküm sırasında gazlarla reaksiyonunu engellemek ve döküm yüzeyindeki düzensizlikleri önlemek için kendi geliştirdikleri "Hruska Titan Dekontaminatör" cihazını kullanmış, elde edilen dökümlerin kalitesinin tatminkar olduğunu ileri sürmüşlerdir.

Titanyumun seramik potalarla reaksiyona girme eğilimi nedeniyle, döküm cihazlarında bakır potalar kullanılmaya başlanmıştır. Argon gazı koruması altında bakır potalarla döküm yapıldığında, titanyumun pota materyali ile reaksiyonu önlenmiştir. Metalin eritilmesi sırasında Wolfram elektrotların kullanıldığı elektrik arkı sayesinde ise, daha az metal kullanımı ile daha az kontaminasyon sağlanmıştır^{50,70,74}.

Titanyumun, döküm sırasında yüksek derecedeki reaksiyon eğilimi sonucu, döküm yüzeyinde bir reaksiyon tabakası oluşmaktadır. Yüzeyde oluşan bu sert ve kırılgan tabaka, titanyumun mekanik özelliklerini değiştiren "alfa case" tabakasıdır. Döküm atmosferi, pota materyalinin cinsi, kullanılan rövetmanın içeriği, manşet sıcaklığı, dökülecek restorasyonların hacmi, tabakanın oluşumu ile, yapısı ve sertliği üzerinde değişik etkilere sahiptir^{69,70,72,74}.

"Alfa case" tabakası, metal üzerinde olumsuz etkileri nedeniyle istenmeyen bir tabakadır. Metalin kırılganlığını artırıp, biyolojik uyumunun, gerilme direncinin ve şekil

verilebilirliğinin azalmasına sebep olur. Alfa case tabakasının kalınlığının azaltılması, hatta tamamen ortadan kaldırılması titanyum dökümlerin kalitesini olumlu yönde etkileyecek ve kullanımını genişletecektir^{68,70,71,72,75}.

Yaptığımız çalışmada, titanyum dökümlerde alfa case tabakası üzerine kullanılan rövetmanın içeriği ve dökülecek restorasyonların hacminin etkisini incelendi. Bu amaçla grade 1 titanyum kullanıldı. Päßler ve arkadaşları¹⁷, Brauner ve arkadaşları⁵⁵, Augthun ve arkadaşları⁵⁶, Takahashi ve arkadaşları⁵⁷ döküm titanyum örneklerde oluşan alfa case tabakasını incelemek için, saf titanyum kullanmışlardır. Augthun ve arkadaşları⁵⁶, titanyum alaşımı (Ti6Al4V) kullanarak yaptıkları dökümlerde de alfa case tabakasının oluştuğunu gözlemişlerdir.

Päßler ve arkadaşları¹⁷, döküm titanyumda, alfa case tabakası üzerine yaptıkları çalışmada, üç farklı hacimden oluşan döküm titanyum örnekler kullanmışlardır.

Myakawa ve arkadaşları⁵², farklı hacimlerdeki döküm titanyum örneklerde, dökümden sonra titanyumun yüzeyinde tabakalı bir yapı oluştuğunu gözlemişlerdir.

Yaptığımız çalışmada, alfa case kalınlığının, dökülecek objenin hacmi ile ilişkisini araştırmak üzere, farklı hacimlere sahip bölümlerden oluşan grade 1 titanyumdan dökülmüş örnekler kullanıldı.

Brauner ve arkadaşları⁵⁵, Päßler ve arkadaşları¹⁷, Myakawa ve arkadaşları⁵², Takahashi ve arkadaşları⁵⁷, döküm titanyum örnekler üzerinde metalurjik inceleme yapabilmek için polisajı tamamlanmış örnekleri "Kroll solüsyonu" ile pürüzlendirmişlerdir.

Çalışmamızda, döküm titanyum örnekler üzerinde, alfa case tabakasını inceleyebilmek amacıyla, ISO 1463'e⁶² uygun olarak, polisaj yapıldıktan sonra, yüzeyi pürüzlendirerek mikro yapıyı belirgin hale getirmek için "Kroll solüsyonu" kullanıldı.

Alfa case tabakasının ölçülmesi için literatürde değişik yöntemler kullanılmıştır. Brauner ve arkadaşları⁵⁵, dökümden sonra farklı kalınlıkta basamaklı hale getirdikleri örnekler üzerinde alfa case tabakasını ölçmek için, ışık mikroskobu kullanmışlardır. Takahashi ve arkadaşları⁵⁷ da, beş farklı silika bağlı fosfat rövetman kullanarak yaptıkları çalışmalarında titanyum örnekleri ışık mikroskobunda incelemişlerdir. Páßler ve arkadaşları¹⁷, ise alfa case tabakasını SEM'de ve ışık mikroskobunda inceleyerek, kalınlığını ölçmüşlerdir.

Alfa case tabakasının lokalizasyonu konusunda değişik görüşler mevcuttur. Myakawa ve arkadaşları⁵², EPMA ile döküm titanyumun yüzeyinde yaptıkları çalışmada, dört tabaka ayırdetmişlerdir. En dış tabaka, yanan rövetmanların bileşenleri ile titanyumun reaksiyonu sonucu oluşmuştur. İkinci tabaka α -stabilize edici elementlerden zengin olduğu için "alfa case tabakası" adı verilen bölgedir. Mikro yapıda görülen çok sayıda çatlakla karakterizedir. Dökümden sonra titanyumda kırılganlığın artmasından bu çatlaklar sorumlu tutulmaktadır. Üçüncü tabaka; silisyum, fosfat ve karbondan zengindir. İntermetalik bileşik yapısındadır. Dördüncü tabaka, iğne benzeri (acicular) bir yapıya sahiptir.

Wirz⁵⁴, EPMA ile yapılan incelemeler sonucu döküm titanyumun yüzeyinde beş bölge bulunduğunu belirtmiştir. Bunlardan ilki magnezyum, silisyum ve oksijenden zengin olan yüzey alanı, ikincisi alfa case tabakasının dış kısmı, üçüncüsü alüminyum, silisyum ve fosfatla kontaminasyonun arttığı alfa case bölgesidir. Alfa case tabakasının altında normal yapıya geçiş bölgesi uzanır. Bu tabakanın da altında, kontamine olmamış bir döküm titanyum yapısı izlenmektedir.

Weber ve arkadaşları¹⁶, alfa case tabakasının yapısını döküm yüzeyi, β -titanyum, Ti_3P , Ti_6Si_3 'den oluşan tabakalı yapı olarak sınıflandırmışlardır.

Takahashi ve arkadaşları⁵⁷, beş farklı fosfat bağlı rövetman kullanarak yaptıkları çalışmada alfa case tabakasını incelemişlerdir. Yüzeye yakın kısımda, titanyumun rövetmanla reaksiyona girdiğini saptamışlardır. Oluşan alfa case tabakasının (reaksiyonel tabaka) görünen kalınlığının, yüzeyden itibaren iğne benzeri yapı (needle-like structure) gösteren bölüme kadar olan uzaklık olarak belirtmişlerdir. Bu bölgede çok sayıda kırıklara ve çatlaklara rastlamışlardır. Saptadıkları alan üzerinde beş farklı noktada kalınlık ölçmüşler, elde ettikleri değerleri mikrometre cinsinden ifade etmişlerdir.

Araştırmamızda alfa case tabakasının kalınlığının ölçümünde bilgisayar destekli bir optik mikroskop kullanıldı. Alfa case tabakanın yeri, Päßler⁵⁰, Luthy⁵³, Takahashi ve arkadaşlarının⁵⁷ benzer çalışmalarında belirttikleri gibi, döküm yüzeyinde üst kenardan itibaren çatlaklar ve kırıklarla içeri doğru ilerleyen, α -titan ve ötektik titan tabakasını içine alan ve dökümün yüzeyine paralel olarak farklı kalınlıkta seyreden bölgedir. Ölçümlerde standardizasyonu sağlamak için, her yüzeyde birbirinden eşit uzaklıkta beş farklı noktadan ölçüm yapılarak, elde edilen değerler mikrometre olarak kaydedildi.

Hopp ve Krueger⁶⁸, Rematitan Plusla dökülen örneklerde alfa case tabakasının kalınlığının 40-90 μm ., Rematitan Ultra ile dökülen örneklerde 10-30 μm . olduğunu belirtmişlerdir. Çalışmamızda Rematitan Plus ve Rematitan Ultra ile dökülen örneklerde her üç yüzeyden elde edilen alfa case değerleri Hopp ve Krueger'in bulgularına yakındır. Rematitan Plusla dökülen örneklerde alfa case kalınlığı 30-90 μm ., Rematitan Ultra ile dökülen örneklerde ise, 25-70 μm . arasında değişmektedir. Literatürde başlangıçta yapılan titanyum dökümlerde 200 μm 'ye kadar alfa case tabakası kalınlığına rastlanabildiği belirtilmektedir^{53,60}. Bu bakımdan araştırmamızda kullanılan rövetmanlarla dökülen titanyum örneklerdeki alfa case kalınlıklarının başlangıçta yapılan dökümlerden

alınan değerlerden düşük olması dikkat çekicidir. Kullanılan rövetmanların ve döküm sisteminin ve titanyum için özel olarak geliştirilmiş olması "alfa case" kalınlığını azaltmada önemli rol oynamıştır.

Brauner ve arkadaşları⁵⁵, dört farklı rövetman kullanarak dökükleri titanyum kronlardan metalurjik kesitler alarak yaptıkları çalışmalarında 3mm.'lik kesitlerde 20 μ m. , 1,5mm.'lik kesitlerde 10 μ m., 0,8mm.'lik kesitlerde 5 μ m.'lik "alfa case" kalınlığı ölçmüşlerdir.

Päbler ve arkadaşları¹⁷, farklı hacimlere sahip bölümlerden oluşan döküm titanyum örnekler kullanarak yaptıkları araştırmada, "alfa case" kalınlığının en büyük hacimli bölümden en küçük hacimli bölüme doğru azalma gösterdiğini gözlemişlerdir.

Hopp ve Lange⁵⁸, titanyum dökümlerde daha az metal kullanımının daha az kontaminasyona yol açtığını belirtmişlerdir. Bu görüşe paralel olarak Myakawa ve arkadaşları⁵², "alfa case" kalınlığının dökülen objenin hacminden etkilendiğini ileri sürmüşlerdir. Hacim arttıkça "alfa case" tabakası kalınlığı artmaktadır. Çalışmamızda Rematitan Plus ve Rematitan Ultra ile dökülen her iki grup ömekte A, B, C yüzeylerinin ait oldukları bölümler farklı hacimlere sahiptirler (A>B>C). "alfa case" kalınlığı bakımından bir sıralama yapıldığında A>B >C'dir. Hacim arttıkça "alfa case" tabakası kalınlığı da artmıştır. Bu nedenle her iki grupta en yüksek "alfa case" tabakası kalınlığı A yüzeyinden elde edilmiştir. Rematitan Plusla dökülen örneklerde A yüzeyinde ölçülen "alfa case" kalınlığı ($\bar{x}$: 87,56 μ m.), B ($\bar{x}$: 58,62 μ m.) ve C ($\bar{x}$: 35,45 μ m.)'den alınan değerlerden anlamlı derecede farklı olduğu görülmüştür. Aynı şekilde Rematitan Ultra ile dökülmüş örneklerde de A yüzeyinden ölçülen "alfa case" kalınlığı ($\bar{x}$: 64,46 μ m.), B ($\bar{x}$: 47,31 μ m.) ve C ($\bar{x}$: 26,54 μ m.)'den anlamlı biçimde farklıdır. Elde edilen bu sonuçlar Päbler ve arkadaşları¹⁷, Myakawa ve arkadaşları⁵² , Brauner ve arkadaşlarının⁵⁵ benzer çalışmalarında elde ettikleri sonuçlarla paralellik göstermektedir. Araştırmamızda

kullanılan örnekler farklı hacimlere sahip bölümlerden oluştuğu için, bu bölümlere ait yüzeylerden alınan "alfa case" değerleri de birbirinden farklıdır. Hacim arttıkça kontaminasyon da artacağından, "alfa case" tabakasının kalınlığı da, kontaminasyonun artmasına bağlı olarak değişmektedir.

Dökülen objelerin hacimlerinin ve eritme sisteminin yanısıra kullanılan rövetmanların cinsi de titanyum dökümün kalitesinde belirleyicidir. Yüksek sıcaklıkta eriyen titanyum aşırı reaktivitesi nedeni ile rövetman komponentleri ile reaksiyona girdiğinden, başlangıç olarak titanyum dökümlerde fosfat bağlı rövetmanlar kullanılmıştır^{51,69,74}. Hopp⁵¹, yüksek ısıya dirençli fosfat bağlı rövetmanlarla yapılan dökümlerde, yüzeyde kalın bir "alfa case" tabakası oluştuğunu belirtmiştir. Zamanla fosfat bağlı rövetmanların yerini yeni tip rövetmanlar almaya başlamıştır. Yeni tip rövetmanlarla "alfa case" tabakasının kalınlığında azalma kaydedilmiştir^{69,74}.

Rövetmanla erimiş titanyumun reaksiyonu nedeni ile döküm titanyumun yüzeyinde bazı rövetman komponentlerine rastlanır. Silisyum ve fosfat bu komponentlerdendir ve titanyumun işlenebilirliğini, kalitesini olumsuz yönde etkilemektedirler. Bu etkiyi azaltmak için fosfat bağlı rövetmanlarda refraktör ajanların miktarı artırılmıştır^{51,69}. Lenz⁷⁰, bu rövetmanlarla "alfa case" tabakasının kalınlığının azaltıldığını ancak, oluşumunun tamamen engellenemediğini belirtmiştir.

Son olarak geliştirilen rövetman grubu "spinel rövetmanlar", silikat ve fosfat gibi unsurların miktarı azaltılmış, alüminyum, magnezyum, kalsiyum, gibi refraktör ajanlar daha yüksek oranda kullanılmıştır^{51,72,73,75,76}. Ott⁷⁷, spinel rövetmanların en önemli komponentlerinden refraktör ajanların özelliğinin bağlanma stabilitesi olduğunu vurgulamıştır. Bunlar ön ısıtma sırasında spinel denilen çift oksitleri oluşturmaktadırlar. Spineller TiO_2 'den daha stabildir. Bu ajanların erimiş titanyuma olan afiniteleri oksijene

olan afinitelerinden daha azdır. Böylece titanyum dökümler aşırı oksidasyondan korunmaktadır.

1992'de geliştirilen Rematitan Plus rövetmanının temelinde fosfat bağlı döküm rövetmanı vardır. Hopp ve Krueger⁶⁸, EDAX analizi ile bu rövetmanı incelemişler, bu rövetmanla yapılan dökümlerin akıcılığının çok iyi olduğunu vurgulamışlardır. EDAX analizi sonuçlarına göre, Rematitan Plus rövetmanında silisyum ve fosfatın yanısıra alüminyum, magnezyum, kalsiyum, zirkonyuma rastlandığını bildirmişlerdir.

Rematitan Ultra, 1995'te piyasaya sürülmüş magnezyumoksit ve alüminyumoksit temeline dayalı bir rövetmandır. Rövetmanın özelliği, donmasından sonra magnezyum alüminyum spinellerini içeren ince taneli bir karışım oluşturmastır. Bu özelliği ile döküm objelerin yüzeyinde oldukça düzgün, daha ince, hatta yok denecek kadar az "alfa case" tabakası oluşur⁶⁸.

Hopp ve Krueger'e⁶⁸ göre, "alfa case" değerleri Rematitan Ultra ile dökülen örneklerde Rematitan Plus'a göre daha azdır. Yaptığımız çalışmada Rematitan Ultra ile dökülen örneklerden alınan "alfa case" değerlerinin, Rematitan Plus ile dökülen örneklerden daha az olduğu ortaya çıkmıştır. Rematitan Ultra oluşturduğu spineller sayesinde erimiş titanyumla Rematitan Plus'a göre daha az reaksiyona girmektedir.

"Alfa case" tabakası döküm sırasında, erimiş titanyumun, rövetman komponentleri ile reaksiyona girmesi yoluyla oluşmaktadır. Spinel rövetmanların kullanımı ile bu reaksiyonlar azaltılmıştır. Ancak buna rağmen titanyumun gazlara olan aşırı afinitesi ve yüksek sıcaklıktaki reaktivitesi nedeni ile rövetman komponentleri ile kontamine olması engellenememektedir. Titanyumun kontamine olduğu elementlerin belirlenmesi için EDAX analizi ve EPMA kullanılmaktadır^{51,52,68,74,75,77}.

Päpler ve arkadaşları¹⁷, döküm titanyum örnekler üzerinde yaptıkları kalitatif EDAX analizinde, "alfa case" tabakasında magnezyum, alüminyum, silisyum, fosfat gibi elementlere rastlayarak, erimiş titanyumun rövetman komponentleri ile kontamine olduğunu ifade etmişlerdir.

Myakawa ve arkadaşları⁵², farklı hacime sahip titanyum örneklerin yüzeyinde "alfa case" tabakasının bulunduğu bölgelerde EPMA kullanarak yaptıkları çalışmada, rövetman komponentlerinden silisyum, alüminyum, oksijen, fosfat ve karbona rastlamışlardır.

Hopp ve Krueger⁶⁸, titanyum örnekler üzerinde, "alfa case" tabakasında EDAX analizi kullanarak yaptıkları çalışmalarında oksijeni ispatlayamamış ve indirekt olarak sertlikle ölçmüşlerdir. Sertlik testlerinin yapıldığı noktalarda EDAX analizi yapmışlardır. Döküm titanyumun yüzeyinde iki belirgin tabaka izlemişlerdir. Bunlarda birincisi α -titan bölgesidir. Bu tabakanın oksijenden zengin tabaka olduğunu ileri sürmüşlerdir. α -titan bölgesinin hemen altında ötektik titan tabakasının olduğunu belirtmişlerdir. Titanyumun yüzeyinde "alfa case" 'e karşılık gelen bölgede silisyum, fosfat, alüminyum, zirkonyum gibi rövetman komponentlerine rastlamışlardır. Bu elementlerin bulunduğu alanın oksijenden zengin alana kıyasla daha dar bir bölge olduğunu ifade etmişlerdir. Silisyumun özellikle döküm titanyumun dış yüzeyinde daha yüksek oranda bulunduğunu, daha sonra içeri gidildikçe azaldığını gözlemişlerdir. Fosfata 30 μ m. derinliğe kadar rastlayabildiklerini, alüminyum ve zirkonyumun ise "alfa case" bölgesine ait esas elementler olduğunu savunmuşlardır.

Yaptığımız çalışmada Rematitan Plus ve Rematitan Ultra ile dökülen örneklerde rövetman komponentlerinden silisyum, alüminyum, magnezyum, kalsiyum, zirkonyum ve fosfata rastlanmıştır. Her iki grup ömekte de silisyumun üst kenara yakın bölgede daha yüksek oranda bulunduğu, alüminyum yüzdesinin ise bu alanda silisyuma göre daha

düşük olduğu izlenmiştir. Magnezyum, zirkonyum ve kalsiyuma, silisyum ve alüminyuma oranla daha az rastlanmaktadır. Bu elementlerin tüm örneklerde üst kenardan içeri doğru giderek azalma eğiliminde olduğu görülmüştür. Rematitan Plus ve Rematitan Ultra ile dökülen örneklerde elementlerin üst kenardan itibaren içeri doğru genel olarak azalan bir seyir gösterme eğiliminde olmasını, "alfa case" tabakasından uzaklaşıldıkça kontaminasyonun azalması biçiminde açıklamak mümkündür. Rematitan Plusla dökülmüş örneklerde ölçülen "alfa case" kalınlığı, rövetman komponentlerinin azalmaya başladığı uzaklıklarla uyumludur. Aynı yorumu Rematitan Ultra ile dökülmüş örnekler için de yapmak mümkündür. Her iki grup rövetmanla dökülmüş örneklerde farklı yüzeylerden alınan "alfa case" kalınlıklarından , A yüzeyinden alınan değerlerin B ve C'den daha yüksek olduğu daha önce saptanmıştı. Her iki grup örnekte farklı yüzeylerde (A, B, C) yapılan EDAX analizi sonuçları karşılaştırıldığında, yüzeylerdeki silisyum ve fosfat elementlerinin dağılımının, "alfa case" kalınlığı ölçümlerinden alınan sonuçlarla uyumlu olduğu ortaya çıkmıştır. Diğer elementler açısından yüzeyler arasında anlamlı bir farklılık olduğunu söylemek her zaman mümkün değildir. Bu durum, kontaminasyonun yüzeyler üzerindeki her noktada farklı miktarda olmasıyla açıklanabilir. EDAX analizi ile her iki rövetman arasında elementlerin dağılımı açısından bir karşılaştırma yapıldığında, Rematitan Plus'la dökülen örneklerden alınan silisyum ve fosfat değerlerinin Rematitan Ultra ile dökülen örneklerdekine göre daha fazla olması Rematitan Plus'ın temelinde fosfat bağlı bir rövetman olmasından kaynaklanmaktadır. Silisyum ve fosfat, bu rövetmanın temel komponentlerindendir. Ancak, Rematitan Utra'da refraktör ajanlar daha büyük bir yüzdeyle bulunduğundan, bu komponentlerin miktar Rematitan Plus'a göre daha azdır. Bu nedenle silisyum ve fosfatla kontaminasyon Rematitan Plus'la dökülen örneklerde daha fazladır.

EDAX analizi ile, Weber ve arkadaşları¹⁶, Wirz⁵⁴ ve Myakawa ve arkadaşlarının⁵² yaptığı gibi, döküm titanyumun yüzeyindeki elementlerin dağılımını kesin sınırlarla ayırmak mümkün değildir. Elementlerin dağılımı her örnekte ve her yüzeyde

farklılık göstermektedir. Ancak, yaptığımız çalışmada, döküm örneklerin üst kenarlarına yakın bölgelerinde en fazla rastlanan elementin silisyum olduğu gözlenmiştir. Silisyumdan sonra en fazla rastlanan elementler sırasıyla alüminyum, kalsiyum, magnezyum ve zirkonyum ve fosfattır.

Titanyumun yüksek sıcaklıkta gazlarla olan etkileşiminin önüne geçmek mümkün değildir. Özellikle oksijene olan afinitesi döküm sonrasında daima yüzeyde sert bir reaksiyon tabakası; "alfa case" oluşturacaktır. Bu tabakanın geliştirilen yeni rövetmanlarla kalınlığı azalmıştır^{50,54,55,57,58,60,70,75,77}.

Titanyumun yüksek sıcaklıkta oksijenle reaksiyona girmesi ile, oksijen titanyumun içine difüze olur. Sıvı titanyumun içine difüze olan oksijen, döküm sonrasında yüzeydeki sert "alfa case" tabakasının oluşmasına neden olur. Bu nedenle tabakanın sertliğinde oksijenin payı büyüktür^{50,54,55,56,70,75}.

Luthy⁵³, titanyumun oksijen içeriğinin <0,1 iken %0,5'e çıkması ile sertliğin 200 VHN'dan 370 VHN'a yükseldiğini belirtmiştir. Oksijen içeriği >0,8 olduğunda titanyumun soğuk olarak şekillendirilip, çekilip, dövülmesinde sorunlarla karşılaşmaktadır. Bu yüzden oksijen içeriğinin yüksek olduğu "alfa case" tabakasının varlığında, titanyumun şekillendirilmesinde güçlüklerle karşılaşmaktadır^{7,50,56}.

Lautenschlager ve arkadaşları⁸, döküm titanyum örneklerinde yüzeyde oluşan reaksiyon tabakasının sertliğinin 600 VHN iken, iç tabakalarda 200 VHN'a düştüğünü belirtmişlerdir. Reaksiyonel tabakadan uzaklaştıkça döküm titanyumun sertliği DIN 17850'de belirtilen 210 VHN'a yaklaşmaktadır. Yüzeyde oluşan reaksiyon tabakasının sertlik değerlerinin yüksek olması, döküm sonrasında titanyum üzerinde çalışılmasını güçleştirmektedir.

Augthun ve arkadaşları⁵⁶, grade 2 titanyum kullanarak elde ettikleri döküm titanyum örnekler üzerinde "alfa case" tabakasının kalınlığı ve sertliğini ölçmüşlerdir. Örneklerde kaydedilen "alfa case" kalınlığı değerleri ile sertlik değerleri arasında ilişki olduğunu gözlemişlerdir. Döküm örneklerin yüzeyinden içeriye doğru alınan sertlik değerlerinin yüzeyden uzaklaştıkça azaldığını ifade etmişlerdir. En yüksek sertlik değerlerini yüzeyde reaksiyonel tabakanın bulunduğu bölgeden almışlardır. Ortalama sertlik değerinin %10 kadar yükseldiği bölgenin, "alfa case" tabakasının bulunduğu alana karşılık geldiğini belirtmişlerdir.

"Alfa case" tabakasında oksijenin tesbiti indirekt olarak sertlik testlerinin yapılması ile mümkündür. Ancak döküm örneklerin yüzeyinde oluşan "alfa case" tabakasında sertlik DIN 18750'de belirtilen 210 VHN'ın iki-üç katına çıkabilmektedir^{21,50,54,55,56,60,72,75}.

Wirz⁶⁰, titanyum döküm örneklerin yüzeyinde yapılan bir çalışmada 0,1 kg.lık yük kullanılarak, yüzeyden itibaren 100 μm . aralıklarla sertlik ölçüldüğünü, yüzeyde 800 VHN olan sertliğin 100 μm .'den sonra 200 VHN civarına düştüğünü gözlemiştir. Yüzeyden itibaren 200 μm . , 300 μm . , 400 μm . uzaklıklarda sertlik değerinin yaklaşık 200 VHN 'da seyrettiğini belirtmiştir. Yüzeyden 100 μm .'ye kadar olan alanın sertlik değerinin standartlarda döküm titanyum için belirtilen değerin (210 VHN) üç-dört katı olmasından dolayı "alfa case" bölgesine ait olduğunu bildirmiştir.

Klinger ve arkadaşları⁷⁵ da, 0,1kg'lık yükler kullanılarak döküm titanyumun yüzeyinde sertlik testi yapılan bir çalışmada, döküm yüzeyinden 20 μm . aralıklarla içeri doğru sertlik ölçüldüğünü, 0-20 μm . arasında sertlik değeri 540-490 VHN iken, 80 μm . 'de sertlik değerinin 220 VHN'ye düştüğünü, 80 μm . 'den sonra bu değerin 190-200 VHN

arasında sabit kaldığını bildirmişlerdir. Bu değerlere göre "alfa case" tabakası kalınlığının 100µm. civarında olduğunu savunmuşlardır.

Takahashi ve arkadaşları⁵⁷, beş farklı fosfat bağlı rövetman kullanarak dökükleri titanyum örnekler üzerinde "alfa case" tabakasının kalınlığını ölçüp, yüzeyden içeri doğru 75 µm. aralıklarla Knoop sertlik testi yapmışlardır. Sertlik değerlerinin yüzeyden içeri doğru gidildikçe azaldığını gözlemişlerdir. En yüksek sertlik değerlerinin alındığı bölgenin "alfa case" tabakası olduğunu ileri sürmüşlerdir. Elde edilen sertlik değerlerine göre tahmin edilen "alfa case" kalınlığı ile mikroskopik olarak ölçülen kalınlığın birbiri ile uyumlu olduğunu gözlemişlerdir. En düşük sertlik değeri gösteren rövetmanda "alfa case" kalınlığı değerlerinin daha düşük olduğunu, dökümün yüzeyinin daha düzgün olduğunu belirtmişlerdir.

Park ve arkadaşları⁷⁶, farklı rövetmanlar kullanarak dökükleri titanyum kronlar üzerinde 0,1 kg.'lık yük uygulayarak, yüzeyden içeri doğru 50 µm. aralıklarla sertlik testi yapmışlardır. Titanyumla daha az reaksiyona girmesi beklenen, refraktör ajanlar içeren rövetmanlarla dökülmüş örneklerde, sertlik testleri sonucu yüzeyde bulunan oksidasyon alanının ("alfa case" tabakası) daha az olduğunu bildirmişlerdir.

Yaptığımız çalışmada, alınan sertlik değerlerinin her iki grup örnekte farklı yüzeylerde, üst kenardan farklı uzaklıklarda içeri doğru gidildikçe anlamlı biçimde değiştiği bulunmuştur. Üst kenardan içeri doğru gidildikçe "alfa case" tabakasından uzaklaşılmasına bağlı olarak, sertlik değerleri azalarak, standartlarda döküm titanyum için önerilen sertlik değerine ulaşılmaktadır. Rematitan Plusla dökülmüş örneklerde A yüzeyinde ölçülen sertlik değerlerinin üst kenardan 50-100µm. uzaklıkta, döküm titanyum için standartlarda verilen Vickers sertlik değeri olan 210 VHN'ye ulaştığı görülmektedir. Bu yüzeyde saptanan "alfa case" kalınlığı ortalaması 87,56µm.'dir. B yüzeyinde, yüzeyden 0-50µm. uzaklıkta 210 VHN'ye ulaşılmaktadır. B yüzeyinde ölçülen "alfa case"

kalınlığı ortalaması 58,62 μm .'dir. C yüzeyinde, yüzeyden 0-50 μm . uzaklıkta 210 VHN'ye ulaşılmaktadır. C yüzeyinde ölçülen "alfa case" kalınlığı ortalaması ise 35,45 μm .'dir. Aynı şekilde Rematitan Ultra ile dökülmüş örneklerde A yüzeyinde, yüzeyden içeri doğru 50-75 μm ., B yüzeyinde 25-50 μm ., C yüzeyinde 0-25 μm . uzaklıklarda 210 VHN'ye ulaşılmaktadır. A, B, C yüzeylerinde alınan "alfa case" kalınlığı değerleri ortalaması sırası ile 64,46 - 47,31 – 26,54 μm 'dir. Her iki grupta, A, B, C yüzeylerinde alınan Vickers sertlik değerleri, ölçülen "alfa case" değerlerini doğrulamaktadır. A yüzeyinden B ve C'ye gidildikçe "alfa case" değerlerindeki azalma sertlik değerlerinde de izlenmektedir. Bu sonuçlar literatürdeki benzeri çalışmaların sonuçları ile uyumludur^{16,17,56,57,75}. Üst kenardan farklı uzaklıklarda alınan sertlik değerlerinin birbirinden farklı olması, içeri doğru gidildikçe bu değerlerde görülen azalma, oksijen kontaminasyonunun azalmasına bağlı olarak "alfa case" tabakasının azalması ile açıklanabilir.

Rematitan Ultra ile dökülmüş örneklerde sertlik değerlerinin tüm yüzeylerde Rematitan Plusla dökülenlere oranla daha düşük bir seyir göstermesi Hopp ve Kruger'in⁶⁸ bu rövetmanlar üzerindeki bulguları ile yakından ilişkilidir. Spinel bir rövetman olan Rematitan Ultra, içerdği refraktör ajanlar sayesinde oksijenle daha az reaksiyona girmektedir. Refraktör ajanların oksijene olan afiniteleri titanyuma olan afinitelerinden fazladır. Bunu sonucu refraktör ajanlar oksijenle birleşerek daha stabil oksitler oluşturmaktadır. Tüm bunlara rağmen, titanyumun oksijene olan eğilimi o kadar yüksektir ki, daima döküm titanyumun yüzeyinde bir "alfa case" tabakası oluşmaktadır. Ancak önlenemeyen bu kontaminasyonun miktan tüm yüzeylerde farklıdır. Farklı yüzeylerden alınan farklı sertlik değerlerini bu şekilde açıklamak mümkündür. Bu nedenle hacim arttıkça kontamine olan metal mikan artacağından, "alfa case" tabakasındaki artışa bağlı olarak sertlik değerlerinde de bir artış olacaktır.

Titanyumdan dökülecek objelerin hacimlerinin azaltılması, özel olarak geliştirilmiş rövetmanların kullanılması, vakumlu ortamda ve argon gazı koruması altında düşük

manşet sıcaklıklarında bakır potalar ile döküm yapılması "alfa case" tabakasını tamamen ortadan kaldırmasa bile, kalınlığını azaltmaktadır.



VI. SONUÇLAR

İki farklı rövetman kullanarak döküğümüz grade 1 titanyum örnekler üzerinde, oluşan "alfa case" tabakasının kalınlığını, sertliğini ve kimyasal kompozisyonunu (elementel içeriğini) incelediğimiz çalışmamızda aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir:

1-Dökülecek objelerin hacminin azaltılması, kontaminasyona uğrayan metal miktar azalacağı için, "alfa case" tabakasının kalınlığını azaltır. Rematitan Plus ve Rematitan Ultra ile dökülmüş her iki grup ömekte, "alfa case" kalınlığı A yüzeyinden (en büyük hacime sahip bölümde bulunan) C yüzeyine (en düşük hacime sahip bölümde bulunan) doğru belirgin biçimde azalmıştır. En yüksek "alfa case" kalınlığı değerleri her iki grup ömekte de A yüzeyinden, en düşük değerler ise, yine her iki grup ömekte de C yüzeyinden elde edilmiştir. Bu nedenle titanyumdan dökülecek objelerin daha küçük hacimli şekillendirilmeleri gerekmektedir.

2-Ermiş titanyumun rövetman komponentleri ile olan reaksiyonu sonucu döküm titanyumun yüzeyinde "alfa case" tabakasına karşılık gelen alanda rövetman komponentlerinden silisyum, alüminyum, zirkonyum, magnezyum, fosfat ve kalsiyuma rastlamak mümkündür. Ancak içeri doğru bu komponentlerin miktarı giderek azalmaktadır.

3-Döküm sırasında, erimiş titanyum içine difüze olan gazlardan oksijenin varlığı, Vicker's sertlik testleri sonucunda indirekt yolla ispatlanmıştır. Rematitan Plus ve Rematitan Ultra ile dökülen örneklerde, A, B, C yüzeylerinde yapılan ölçümler ve mikroskobik incelemeler sonucu belirlenen "alfa case" tabakası sınırları içine kalan bölgede, sertlik değerlerinin arttığı görülmüştür. Sertlik değerlerindeki bu artışta oksijenin payı büyüktür.

4-Döküm titanyumun yüzeyinde "alfa case" tabakasının kalınlığına bağlı olarak sertlik üst kenardan içeri doğru giderek azalan değerler gösterir. En yüksek sertlik değerleri "alfa case" tabakası sınırları içinde kalan bölgeden elde edilmektedir. Rematitan Plus ve Rematitan Ultra ile dökülmüş her iki grup ömekte Vickers sertlik değerleri üst kenarda en yüksek seviyede iken, içeri doğru gidildikçe değerler düşmüştür. Vickers sertlik değerlerinin uluslararası standartlarda döküm titanyum için belirtilen değerlere ulaştığı mesafelerin her iki grup ömekte de elde edilen "alfa case" kalınlığı değerleri ile uyumlu olduğu görülmüştür.

5-"Alfa case" tabakasının kalınlığı arttıkça, sertlik değerleri de artmaktadır. Dökülen objelerin hacmini artırması, "alfa case" tabakasının kalınlığının yanısıra sertliği de arttırmaktadır. Rematitan Plus ve Rematitan Ultra ile dökülen her iki grup ömekte Vickers sertlik değerleri de "alfa case" değerleri gibi, A yüzeyinden C yüzeyine (en büyük hacime sahip bölümden, en küçük hacime sahip bölüme doğru) doğru bir azalma göstermektedir. Her iki grup ömekte de, en yüksek sertlik değerleri A yüzeyinden, en düşük değerler ise C yüzeyinden elde edilmiştir.

6-Rematitan Plus modifiye edilmiş fosfat bağlı bir rövetmandır. Rematitan Ultra ise, spinel rövetmanlardandır. Deney örnekleri içinde en düşük "alfa case" değerleri Rematitan Ultra ile dökülen örneklerden alınmıştır. Rematitan Plusla dökülen örneklerde "alfa case" kalınlığı değerleri daha yüksektir. Vickers sertlik değerlerinin de bu sonuçlarla uyumlu olduğu görülmüştür. Rematitan Ultra kullanılarak dökülen örneklerden daha mükemmel sonuçlar alınmaktadır.

7-Titanyumdan dökülecek objelerin hacimlerinin azaltılması, yeni rövetman sistemlerinin kullanılması, vakumlu ortamda ve argon gazı koruması altında düşük sıcaklıklarda bakır potalar ile döküm yapılması "alfa case" tabakasını tamamen ortadan kaldırmamakta ancak, kalınlığını azaltmaktadır.

VII ÖZET

Kıymetsiz metaller grubu içinde yer alan titanyum ve titanyum alaşımlarının hafif, korozyona dirençli ve biyolojik olarak uyumlu olmaları gibi özellikleri ile kullanımları giderek yaygınlaşmaktadır. Dişhekimliğinde, titanyumun dökümü kıymetsiz metallerle karşılaştırıldığında daha farklıdır. Erimiş titanyum döküm sırasında pota materyali, rövetman ve döküm atmosferi ile reaksiyona girerek döküm titanyumun yüzeyinde alfa case tabakası oluşturmaktadır. Dökülen restorasyonların hacmi ve kullanılan rövetmanın cinsi ve döküm cihazı alfa case tabakasının kalınlığını değiştirmektedir.

Çalışmamızda içerikleri farklı iki rövetmanla dökülmüş titanyum örneklerde, oluşan alfa case tabakasının kalınlığı ve sertliği incelenerek, EDAX analizi yapıldı.

Araştırma için Rematitan Plus ve Rematitan Ultra rövetmanları kullanıldı. Rematitan döküm cihazında, vakum ve argon gazı koruması altında, grade 1 titanyumdan, rövetmanların herbiri için üç farklı yüzeyden (A, B, C) oluşan 10'ar örnek döküldü. Örneklerin ISO 1463'e uygun olarak mikroskopik inceleme için polisajları yapıldı. Örnekler üzerinde ilk olarak bilgisayar destekli optik mikroskop kullanılarak, alfa case tabakasının kalınlığı ölçüldü. Farklı rövetmanla dökülmüş her iki grup örnekte A, B, C yüzeylerinin herbirinden, beş farklı noktadan ölçülen kalınlıklar ayrı ayrı kaydedildi. Tüm örneklerin A, B, C yüzeylerinde, üst kenardan içeri doğru 50µm.'lik uzaklıklarda EDAX analizi yapıldı. Alfa case tabakasının içine difüze olan oksijenin tabakanın sertliğini artırması nedeniyle, heriki grup örneğin A, B, C yüzeylerinde üst kenardan içeri doğru 50µm.'lik uzaklıklarda 0.1 kg'lık yük kullanılarak Vickers sertlik testi yapıldı.

Örneklerin farklı hacimlere sahip bölümlerinde bulunan A, B, C yüzeylerinden elde edilen alfa case kalınlıkları hacim ile orantılı olarak artmıştır. İçeriği nedeniyle, titanyumla daha az reaksiyona giren Rematitan Ultra rövetmanı ile dökülen örneklerde, alfa case kalınlığının Rematitan Plusla dökülen örneklere göre daha az olduğu gözlemlendi.

Rövetman komponentlerinden silisyum, alüminyum, magnezyum, kalsiyum, fosfat ve zirkonyumun üst kenardan içeri doğru gidildikçe azaldığı belirlendi. Üst kenardan içeri doğru alfa case tabakasından uzaklaşılmasına bağlı olarak, sertlik değerlerinin ve titanyumla kontamine olmuş elementlerin azalması dikkat çekicidir.

Vickers sertlik testi sonucu elde edilen sertlik değerlerinin her yüzeyden alınan alfa case kalınlığı sonuçlarına paralellik gösterdiği gözlemlendi.

VIII. SUMMARY

Titanium and titanium alloys which are in the non-precious metal group are being widely used with the properties of their low weight, corrosion resistance and biocompatibility. In dentistry, casting of titanium is different from casting of non-precious metals. During casting process, molten titanium reacts with crucible material, investment and casting atmosphere and produces alfa case layer on its cast form. The volume of the objects, the investment type used and the casting machine change the thickness of alfa case layer.

In this study, the thickness and the hardness of alfa case layer produced on the titanium samples which were casted with two investments of different content were measured and analysed with EDAX.

For this investigation Rematitan Plus and Rematitan Ultra investments were used. For each investment, 10 samples were cast from grade 1 titanium under vacuum and argon gas protection in the Rematitan casting machine. The samples were polished according to ISO 1463 for the microscopic observation. First, the thickness of alfa case layer on the samples was measured using the computer aided optical microscope. In both of two groups of samples which were cast with different investments, the thicknesses, measured from five different regions in each of A, B, C surfaces were recorded. On A, B, C surfaces of all samples, EDAX analyse was made with intervals of 50µm. through the upper edge. Since the oxygen diffused in alfa case layer increases its hardness, on A, B, C surfaces of both of two groups of samples, Vickers hardness test was made using 0,1 kg load with 50µm. intervals through the upper edge.

The thicknesses of alfa case layer obtained from A, B, C surfaces on the regions of the samples which have different volumes were increased proportional with the volume. It was observed that, the alfa case layer thickness on the samples cast with Rematitan Ultra investment which is expected to react less with titanium because of its content, is lower than the alfa case layer thickness on the samples cast with Rematitan Plus.

It was found that, calcium, aluminium, magnesium, silicium, phosphate and zirconium which are investment components were decreasing through the upper edge. It is attentive that, related with being away from the alfa case layer, the hardness values and the elements which are contaminated with titanium were decreased.

It was shown that, the hardness values gained from the Vickers hardness test were parallel to the results of alfa case thicknesses obtained from each surface.

KAYNAKLAR :

1. ZALMOĞLU, A., CAN, G., ERSOY, E., AKSU, L. : DişHekimliğinde Maddeler Bilgisi. Birinci Baskı, A.Ü. Basımevi, Ankara, (1993).
2. CRAIG, R.G., MARCUS, L., WARD, E. : Restorative Dental Materials, 10th ed., The C.V. Mosby Co., St.Louis,(1997).
3. ANDERSON, J.N. : Applied Dental Materials, 7th ed., Blackwell Scientific Publications, London, (1990).
4. ERSOY, E. : Sabit Protez Alaşımları, A.Ü. Dişhek. Fak. Der., 16(3), 539- 542.(1989)
5. YAVUZYILMAZ, H. : Metal Destekli Estetik (Veneer – Kaplama) Kronlar, 2. Baskı, G.Ü. Yayınları, Ankara, (1996).
6. PÄBLER, K. : Titan in der Zahnmedizin in "Titan in derZahnmedizin", (WIRZ, J., BISCHOFF, H. ed.),41-62, Quintessenz Verlags-GmbH, Berlin, (1997).
7. PÄBLER, K. : Der Dentale Titanguß - Grundlagen, Technologie und Werkstoffkundliche Bewertung, Quintessenz Zahntech, 17(6), 717-726. (1991)
8. LAUTENSCHLAGER, E.P., MONAGHAN, P. :Titanium and Titanium Alloys as Dental Materials, Int. Dent. J., 43(39), 245-253.(1993)
9. PARR, G.R., GARDNER, L.K., TOTH, R.W. : Titanium : The Mystery Metal of Implant Dentistry. Dental Materials Aspects, J. Proshet. Dent., 54(3), 410-414.(1985)
10. BRICK, R.M., RENSE, A.W., GORDON, R.B. : Structure and Properties of Engineering Materials. 4th. ed., Mc Graw Hill Inc., Tokyo, (1977).
11. JAFFEE, R.I., PROMISEL, N.E. : The Science Technology and Application of Titanium, 1st. ed., Pergamon Press, Oxford, (1970).
12. AMERICAN SOCIETY for METALS. : Metals Handbook, 8th. ed., Gall Metals Park, Ohio, (1985).
13. REMATITAN TITANIUM CASTING SYSTEM, Dentaaurum, Germany.
14. ABKIWITZ, S., BURKE, J.J., HILTZ, R.J. : Titanium in Industry, Technology of Stuructural Titanium, 2nd. ed., D. Van Nostrand Company Inc., Toronto, (1955).

15. DEUTSCHES INSTUT für NORMUNG, DIN 17850. : Titan, Chemische Zusammensetzung, Beuth Verlag, Berlin. (1990)
16. WEBER, H., PRÖBSTER, L., GEIS- GERSTORFER, J. : Titan als Prothetischer Werkstoff, Dtsch Zahnarztl Z, 47(8), 473-481. (1992)
17. PÄBLER, K., BESTELMEYER, F., OHNMACHT, P., SERNET, F. : Einflüsse auf die Qualität und Eigenschaften von Dentalen Titangüssen, Dental Labor, 39(6), 809-815. (1991)
18. PÄBLER, K. : Titan in der Zahnärztlichen Protetik, Die. Zahntechnik, 3, 10-16. (1993)
19. BRAUNER, H. : HIP-Nitriding of Cast Titanium Dental Crowns, EPA Congress 1996, Abstr. No : 180, 114. (1996)
20. ANUSAVICE, K.J., DEHOFF, P.H., HASHINGER, D., TWIGGS, S.W. : Temperature on the Creep of PFM Alloys, J. Dent. Res., 68, 1182-1187. (1985)
21. MEYER, J.M. : Titanium : Today and Tomorrow, 1st. Information Meeting on Titanium in Dentistry, Geneva Conference Abstracts, 9-20. (1994)
22. O' BRIEN, W.J. : Dental Materials : Properties and Selection. 1st ed., Quintessenz Pub. Co. Inc., Chicago, (1989).
23. BLAKE, G.B., MACFARLANE, M.R., HINTON, J.W. : Titanium in Reconstructive Surgery of the Skull and Face, British Journal of Plastic Surgery, 43, 528-535. (1990)
24. HRUSKA, A.R., BORELLI, P. : Quality Criteria for Pure Titanium Casting, Laboratory Soldering, Intraoral Welding, and a Device to Aid in Making Uncontaminated Castings, J. Prosthet. Dent., 66(4), 561-565. (1991)
25. MATTHEW, J., DONACHIE, Jr. : Titanium : A Technical Guide. 1st ed., ASM International Metals Park, USA, (1988).
26. SKARVEIT, L., SELVING, K.A., MYKLEBUST, S., TUEIT, A. : Effect of TiF₄ Solution on Bacterial Growth in Vitro and on Tooth Surfaces, Acta Odontol. Scand., 48(3), 169-174. (1990)
27. PALAGHIAS, G., ELIADES G., VOUGIOUKLAKIS, G. : In vivo Corrosion Behavior of Gold-Plated Versus Titanium Dental Pins, J. Prosthet. Dent., 67(2), 194-198. (1992)

28. SHASTRY, C.V., GOLDBERG, A.J. : The Influence of Drawing Parameters on the Mechanical Properties of Two β - Titanium Alloys, J. Dent. Res., 62(10), 1092-1097. (1983)
29. BAEZ, R., BLACKMAN, R., BARGHI, N., TSENG, E. : Margin Fit of Pure Titanium Cast Crown Copings, Dental Abstracts No:700, 269. (1990)
30. BERGMAN, B., BESSING, C., ERICSON, G., LUNDQUIST, P., NILSON, H., ANDERSSON, M. : A 2-Year Follow-up Study of Titanium Crowns, Acta. Odontol. Scand., 48, 113-117. (1990)
31. BLACKMAN, R., BAEZ, R., BARGHI, N. : Marginal Accuracy and Geometry of Cast Titanium Copings, J.Prosthet. Dent., 67(4), 435-440. (1992)
32. WANG, R.R., BOYLE, A. M. : A Simple Method for Porosity in Titanium Castings, J.Prosthet. Dent., 70(3), 275-276. (1993)
33. MATSUMURA, H., SUEYOSHI, M., ATSUTA, M. : Radiopacity and Physical Properties of Titanium Polymethacrylate Composite, J. Dent. Res., 22(6), 573-588. (1992)
34. COHEN, B.I., CONDOS, S., MUSIKANT, B.L., DEUTSCH, A.S. : Retentive Properties of Threaded Split-Shaft Posts with Titanium- Reinforced Composite Cement, J. Prosthet. Dent., 68(6), 910-912. (1992)
35. KIMURA, H., HORNG, C., O'KAZAKI, M., TAKAHASHI, J. : Thermal Compability of Titanium Porcelain System, J. Osaka. Univ. Dent. Sch., 30, 43-52. (1990)
36. ZAİMOĞLU, A., BURGAZ, Y., YURDUKORU, B. : Metal-Seramik Bağlantısında Oksidasyonun Önemi, A.Ü. Dişhek. Fak. Der., 11(1), 237-245. (1984)
37. KIMURA, H., HORNG, C., O'KAZAKI, M., TAKAHASHI, J. : Oxidation Effects on Porcelain Titanium Interface Reactions and Bond Strength, Dent. Mat. J., 9(1), 91-99.(1990)
38. PÄBLER, K. : Die Weiter-entwicklung des Rematitan- Systems, Quintessenz Zahntech., 21(5), 649-661. (1995)

39. MAY, K.B., RUSSEL, M.M., RAZZOOG, M.E., LANG, B.R. : The Shear Strength of Polymethyl Methacrylate Bonded to Titanium Partial Denture Framework Material, J. Prosthet. Dent., 70(5), 410-413. (1993)
40. MAY, K.B., FOX, J., RAZZOOG, M.E., LANG, B.R. : Silane to Enhance the Bond Between Polymethyl Methacrylate and Titanium, J. Prosthet. Dent., 73(5), 428-431. (1995)
41. BLACKMAN, R., BARGHI, N., TRAN, C. : Dimensional Changes in Casting Titanium Removable Partial Denture Framework, 65(2), 309-315. (1991)
42. DAYANGAÇ, B. : İmplant Materyali Olarak Titanyum, H.Ü. Dişhek. Fak. Der., 12(4), 241-243. (1988)
43. REKOW, E.D. : Dental CAD-CAM Systems. What is the State of Art? JADA.122, 43-48. (1991)
44. CERNAVİN, I., PUGATSCHEW, A., BOER, N., TYAS, M.J. : Laser Applications in Dentistry : A Review of the Literature, Aust. Dent. J., 39(1), 28-32. (1994)
45. SJOGREN, G., ANDERSSON, M., BERGMAN, M. : Laser Welding of Titanium in Dentistry, Acta. Odontol. Scand., 46, 247-253. (1988)
46. HRUSKA, A.R. : Intraoral Welding of Pure Titanium, Quintessenz Int., 18(10), 683-688. (1987)
47. ANDERSSON, M., BERGMAN, M., ERICSON, G., LUNDQUIST, P., NILSON, H. : Clinical Results with Titanium Crowns Fabricated with Machine Dublication and Spark Erosion, Acta. Odontol. Scand., 47, 279-286. (1989)
48. RAZZOOG, M.E., LANG, B.R., RUSSEL, M.M., MAY, K.B. : A Comparison of the Color Stability of Convantional and Titanium Dental Porcelain, J. Prosthet. Dent., 72(5), 453-456. (1994)
49. KING, A.W., CHAI, J., LAUTENSCHLAGER, E., GILBERT, J. : The Mechanical Properties of Milled and Cast Titanium for Ceramic Veneering, Int. J. Prosthodont, 7(6), 532-537. (1994)

50. PÄBLER, K. : Darstellung, Prüfung und Eigenschaften von Edelmetallfreien Dentallegierungen und Titan. 1st. ed., Quintessenz Verlags-GmbH, Berlin. (1998)
51. HOPP, M. : Der Dentale Präzisionsguß kann neben Fräsen, Sintern und Galvanisieren immer noch als No:1 in der Zahntechnik Bestehen, DZW-Zahntechnik, 1, 8-10. (1997)
52. MYAKAWA, O., WATANABE, K., OKAWA, S., NAKANO, S., KOBAYASHI, M., SHIOKAWA, N. : Layered Structure of Cast Titanium Surface, Dent. Mat. J., 8(2), 175-185. (1989)
53. LUTHY, H. : Titanium : Materials Science Aspects. 1st. Information Meeting on Titanium in Dentistry, Geneva Conference Abstracts, 31-45. (1994)
54. WIRZ, J. : Use of Titanium in Clinical Prosthodontics- State of the Art. 1st. Information Meeting on Titanium in Dentistry, Geneva Conference Abstracts, 21-30. (1994)
55. BRAUNER, H. : Zur Randschichtaufhärtung an Titanwerkstoffen Durch Unterschiedliche Formstoffe und Einbettmassen, Dtsch. Zahnärztl. Z., 47, 511-515. (1992)
56. AUGTHUN, M., SCHADLICH-STUBENRAUCH, J., SAHN, P.:R : Untersuchungen zur Oberflächenbeschaffenheit von Gegossenem Titan, Dtsch Zahnärztl Z, 47(8), 505-507. (1992)
57. TAKAHASHI, J., KIMURA, H., LAUTENSCHLAGER, E.P., CHERN LIN, J.H., MOSER, J.B., GREENER, E.H. : Casting Pure Titanium into Commercial Phosphate-Bonded SiO₂ Investment Molds, J. Dent. Res., 69(12), 1800-1805. (1990)
58. HOPP, M., LANGE, K.P. : Titanguß in "Titan in der Zahnmedizin", (WIRZ, J., BISCHOFF, H. ed.), 71-86, Quintessenz Verlags-GmbH, Berlin, (1997).
59. HERO, H., SYVERUD, M.W. : Mold Filling and Porosity in Casting of Titanium, Dental Materials, 9, 15-18. (1993)
60. WIRZ, J. : Titan –ein Werkstoff der Modernen Prothetik, Quintessenz, 45, 731-739. (1994)

61. HAMANAKA, H., DOI, H., YONEYAMA, T., OKUNO, O. : Dental Casting of Titanium and Ni-Ti Alloys by a New Casting Machine, J. Dent. Res., 68(11), 1529-1533. (1989)
62. INTERNATIONAL STANDARD : Metallic and Oxide Coatings-Measurement of Coating Thickness-Microscopical Method. 2nd. ed., 1463,ISO, Switzerland. (1982)
63. JEOL NEWS. Electron Optics Instruments / Application, Tokyo, Japan. (1980)
64. AMERICAN SOCIETY for TESTING and MATERIALS : Standard Guide for Quantitative Analysis by Energy –Dispersive Spectroscopy. E1508, 917-924. (1998)
65. INTERNATIONAL STANDARD : Metallic Materials-Hardness Test-Vickers Test-. 1st. ed., 6507-3, ISO, Switzerland. (1989)
66. YILMAZ, H. : Titanyum ve Protetik Diş Tedavisinde Kullanımı, A.Ü. Dişhek. Fak. Der., 8(1), 75-79. (1998)
67. NEO, T.K., GILBERT, J.I., WOZNIAK, W.I., ENGELMAN, M.J. : Mechanical Properties of Titanium Connectors, Int. J. Prosthodont., 9(4), 379-393. (1996)
68. HOPP, M., KRUEGER, H. : Einbetmassen für den Titanguß in "Titan in der Zahnmedizin", (Wirz, J., Bischoff, H. ed.), 87-105, Quintessenz Verlags-GmbH, Berlin, (1997).
69. MORI, T., JEAN LOUIS, M., YABUGAMI, M., TOGAYA, T. :The Effect of Investment Type on the Fit of Cast Titanium Crowns, Aust. Dent. J., 39(6), 348-352. (1994)
70. LENZ, E. : Die Randschichten von Titangußobjekten in "Titan in der Zahnmedizin", (WIRZ, J., BISCHOFF, H. ed.), 106-114, Quintessenz Verlags-GmbH, Berlin, (1997).
71. GEIS-GERSTORFER, J., SIMONIS, A., ECKHARDT, M., HASELBERGER, D. : Der Titanguß mit dem Titaniumer die Gußtechnik ist noch nicht Vol Ausgereift, Dental Labor, 37(12), 1789-1792. (1989)
72. PROBSTER, L., GEIS-GERSTORFER, SIMONIS, A., J., SETZ, J., WEBER, H. : Titan-Zum Gegenwertigen Stand Eines Neuen Dentalwerkstoffs, Dental Labor, 39(8), 1073-1078. (1991)

73. AL-MESMAR, H.S., MORGANO, S.M., MARK, L.E. : Investigation of the Effect of the Sprue Designs on the porosity and the Completeness of Titanium Cast Removable Partial Denture Frameworks, J. Prosthet.Dent., 82(1), 15-21. (1999)
74. SUNNERKRANTZ, P.A., SYVERUD, M., HERO, H. : Effect of Casting Atmosphere on the Quality of Titanium Crowns, Scand. J. Dent. Res., 98, 268-272. (1990)
75. KLINGER, E., WALTER, M., BONING, K. : Titanguß nachdem Cylarc- Verfahren Eine Werstoffkundliche Untersuchung, Dental Labor, 39(12), 1797-1799. (1991)
76. PARK, Y., MORI, T. : An Assesment of Investment for Titanium Casting, J. Dent. Res., Abstr. No:129, 72, 681. (1993)
77. OTT, D. : Titanguß im Dental Labor, Metall, 49(6), 425-429. (1995)
- 

ÖZGEÇMİŞ

1971 yılında Ankara' da doğdum. İlk öğrenimimi Ankara Hamdullah Suphi İlkokulu'nda, orta öğrenimimi 1988 yılında Ankara Bahçelievler Deneme Lisesi'nde tamamladım. 1988 yılında kazandığım G.Ü. Dişhekimliği Fakültesi'ndeki öğrenimimi 1993 yılında tamamlayarak, 1994 yılında aynı fakültenin Protetik Diş Tedavisi Ana Bilim Dalı'na doktora öğrencisi olarak girdim. 1998 yılında araştırma görevlisi kadrosuna atandım. Halen aynı bölümde araştırma görevlisi olarak bulunmaktayım.

