

Özgün Araştırma Makalesi

Alaşım Tipinin Seçici Lazer Ergitme ile Üretilmiş Co-Cr Altyapıların Metal-Seramik Bağlantı Dayanımına Etkisi*The Effect of Alloy Type on Metal-Ceramic Bond Strength of Co-Cr Frameworks Fabricated by Selective Laser Melting*Haydar Albayrak¹ , Aygül Yaprak² , Büşra Ekici² **ÖZET**

Amaç: Bu çalışmada, seçici lazer ergitme (SLE) yönteminde kullanılan Co-Cr alaşım tozlarının metal-seramik (MS) bağlantı dayanımı üzerine alaşım tipinin etkisinin değerlendirilmesi amaçlandı.

Gereç ve Yöntem: Otuz adet bar şekilli (25x3x0.5 mm) Co-Cr metal altyapı, çekirdek metal (n=10, Grup-D) kullanarak döküm yöntemiyle, tip 4 (n=10, Grup-T4) ve tip 5 (n=10, Grup-T5) alaşım tozu kullanarak SLE yöntemi ile üretildi. Çekirdek metal ve alaşım tozlarının mikroyapısı X-ışını diffraksiyon (XRD) yöntemi ile incelendi. Tüm metal altyapıların merkezine feldspatik porselen uygulandı ve fırınladı. Tüm numunelerin MS bağlantı dayanımı (MPa) 3 nokta bükülme testi ile ölçüldü. MS bağlantı dayanımı verileri, tek yönlü varyans analizi ve Tamhane T2 post hoc testi kullanılarak analiz edildi ($\alpha=0.05$). Her gruptan iki numunenin kırık metal-seramik arayüzü enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi ve stereo mikroskop kullanılarak incelendi.

Bulgular: Grup-T5 (25.62 ± 2.02 MPa) Grup-D (37.28 ± 4.46 MPa; $P<0.001$) ve grup T4'ten (32.82 ± 2.85 MPa; $P<0.001$) anlamlı derecede daha düşük MS bağlantı dayanımı gösterdi. Bükülme testi sonrasında metal arayüzündeki porselen kalıntısının miktarı en fazla Grup D'de ve en az Grup-T5'te olduğu belirlendi.

Sonuç: Bu çalışmanın bulguları alaşım tipinin, SLE kullanılarak üretilen altyapıların MS bağlantı dayanımını etkileyebileceğini gösterdi.

Anahtar Kelimeler: Döküm; Eklemeli üretim; Tip 4 alaşım tozu; Porselen bağlantısı

ABSTRACT

Aim: This study aimed to evaluate the effect of alloy type on the metal-ceramic (MC) bond strength of Co-Cr alloy powders used in the selective laser melting (SLM) method.

Materials and Method: Thirty bar-shaped (25x3x0.5 mm) Co-Cr metal substructures were fabricated using type 4 (n=10, Group-T4) and type 5 (n=10, Group-T5) alloys with SLE method, using metal ingot with casting method (n=10, Group-D). The microstructures of metal ingot and alloy powders were analyzed by X-ray diffraction (XRD). Feldspathic porcelain was applied at the center of each framework and fired. MC bond strength (MPa) of all frameworks was measured using three-point bending testing. MC bond strength data were analyzed using a one-way analysis of variance and the Tamhane T2 post hoc test ($\alpha=0.05$). Fractured metal-ceramic interfaces of two specimens from each group were examined by using energy dispersive X-ray spectroscopy and a stereo microscope.

Results: Group-T5 (25.62 ± 2.02 MPa) showed significantly lower MC bond strength than Group-D (37.28 ± 4.46 MPa; $P<0.001$) and group T4 (32.82 ± 2.85 MPa; $P<0.001$). After the bending test, it was confirmed that the amount of porcelain residue at the metal interface was highest in Group D and least in Group-T5.

Conclusion: The findings of this study showed that the alloy type may affect the MC bond strength of substructures fabricated using SLE.

Keywords: Additive manufacturing; Casting; Porcelain bonding; Type-4 alloy powder

Makale gönderiliş tarihi: 14.03.2023; Yayına kabul tarihi: 19.08.2023

İletişim: Haydar Albayrak

Erciyes Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalı Melikgazi Kayseri, Türkiye

E-Posta: dthaydaralbayrak@hotmail.com

¹ Dr. Öğr. Üyesi, Erciyes Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalı Melikgazi Kayseri, Türkiye

² Ar. Gör., Erciyes Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalı Melikgazi Kayseri, Türkiye

GİRİŞ

Günümüzde metal seramik (MS) restorasyonlar, kabul edilebilir estetikleri, yüksek mekanik özellikleri ve düşük maliyetlerinden dolayı kalan diş yapısının korunması ile diş eksikliklerinin tedavisinde yaygın olarak kullanılmaktadır.¹ Geleneksel döküm tekniği uzun yıllar boyunca MS restorasyonların altyapısının üretiminde kullanılmıştır. Zaman alıcı olması, diş teknisyeninin becerisine bağlı olması ve üretilen altyapılarda iç pörözitelerin gözlenmesi bu yöntemin dezavantajlarındanıdır.^{2,3} Bu dezavantajları ortadan kaldırmak için eklemeli ve eksiltmeli üretim prensiplerine dayanan yeni üretim yöntemleri geliştirilmiştir.⁴ Karmaşık geometrileri üretim yeteneğinin sınırlı olması, artık materyalin fazla olması ve kazıyıcı uçların hızlı aşınması nedeniyle eksiltmeli üretim yönteminin kullanımı sınırlı kalmıştır.⁵

Seçici lazer ergitme (SLE) metal tozlarını lazer enerjisi ile katman katman eriterek birleştirme temeline dayanan eklemeli üretim yöntemidir.⁶ Artık metalin çok az olması, yüksek boyutsal doğruluğu, kısaltılmış üretim süresi, karmaşık geometrik şekilleri üretme yeteneğinin ve son ürünün yoğunluğunun iyi olması gibi birçok avantajı vardır. Bu avantajlardan dolayı SLE günümüzde MS restorasyonların altyapısının üretiminde en fazla kullanılan üretim yöntemidir.^{6,7}

Diş hekimliğinde kullanılan tüm metal alaşımları Uluslararası Standartlar Organizasyonu (ISO) 22674 standardına göre mekanik özellikleri ve kullanım amaçları göz önünde bulundurularak 6 gruba (Tip 0-5) ayrılmıştır.⁸ Günümüzde Tip 4 ve 5 özellikteki bazı metal alaşımları MS restorasyonların altyapılarının üretimi için kullanılmaktadır. Bunlardan Kobalt-Krom (Co-Cr) içerikli olanlar, nikelsiz içeriği, mükemmel fiziksel özellikleri, yüksek korozyon dirençleri ve düşük toksisiteleri sebebiyle öncelikle tercih edilmektedir.^{1,9}

Metal altyapı ile porselen tabakası arasındaki bağlantının devamlılığının korunması MS restorasyonların uzun dönem klinik başarısı için önemlidir.³ SLE cihazlarında kullanım için tanecik boyutu, element içeriği ve alaşım tipi farklı olan Co-Cr içerikli alaşım tozlarına dental marketlerde ulaşılabilir. ISO 22674 standardında tanımlanan her bir alaşımın mekanik özelliği⁸ ve mikroyapısı birbirinden farklıdır.¹⁰ Co-Cr alaşımlarının mikroyapısı hekzagonal sıkı paket (HSP) ve yüz merkezli kübik (YMK) fazlardan

oluşur.² Alaşım mikroyapısının MS bağlantı dayanımını etkileyebileceği Zhou ve ark.¹¹ tarafından bildirilmiştir. Bu nedenle alaşım tipinin MS bağlantı dayanımını etkileyebileceği düşünülebilir ve literatürde bu konu ile ilgili araştırmaya rastlanmadı.

Bu çalışmanın amacı SLE yönteminde kullanılan farklı Co-Cr içerikli tozların alaşım tipinin MS bağlantı dayanımına etkisini döküm yöntemi ile karşılaştırarak değerlendirmektir. Ayrıca Tip 4 ve Tip 5 Co-Cr alaşım tozlarının mikroyapılarının karşılaştırılması da amaçlanmıştır. Bu çalışmanın boş hipotezi "Co-Cr tozunun alaşım tipi MS bağlantı dayanımını etkilemez" şeklinde belirlendi.

GEREÇ VE YÖNTEM

Bu çalışmada döküm ve eklemeli üretim yöntemi ile elde edilmiş bar şeklindeki numunelerin MS bağlantı dayanımı değerlendirildi.¹² Ayrıca metal çekirdek ve tozların mikroyapısı karakterize edildi. Kullanılan alaşım tipine göre Tip 4 alaşım grubu (Grup-T4, n=10) ile Tip 5 alaşım grubu (Grup-T5, n=10) ve kontrol için döküm grubu (Grup-D, n=10) oluşturuldu. Kullanılan metal alaşımlara ait bilgiler Tablo 1'de sunuldu.

Döküm grubu (Grup-D) numuneleri için düz plak mum (Selwax 0.5 mm düz plak mum, Ar-Ge Dental, Ankara) 25x3x0.5 mm boyutlarında bir bisturi ile kesildi ve döküm hunisine tijler yardımı ile bağlandı. Mum yüzeyinin revetman ile temas açısını azaltmak için yüzey enerjisi düzenleyici bir ajan (Sure Take Surfactant 120 ml, İvoclar, Lihtenştayn) uygulandı. Fosfat bağlı revetman tozu (Bellavest SH, BEGO, Almanya) ve likiti (Begasol HE, BEGO, Almanya) üretici firmanın önerdiği oranda otomatik cihaz (Easymix, BEGO) kullanılarak karıştırıldı ve manşetin içerisine döküldü. Bir indüksiyonlu döküm cihazı (Smd 510-Mikrotek Dental-Smd, Ankara, Türkiye) kullanılarak üretici firmanın önerilerine göre döküm işlemi gerçekleştirildi. Manşetin kendi halinde oda sıcaklığına kadar soğuması beklendi. Daha sonra metal altyapılar bir elektrikli laboratuvar mikromotoru (NSK Ultimate XL-K; Nakanishi Inc, Nakanishi, Japonya) ve karbon separe (cutting wheels; San-1 Grinding Wheel Products Co, Changhua, Tayvan) yardımı ile döküm yolundan ayrıldı.

Eklemeli üretim numuneleri için bir üç boyutlu yazılım programında (SolidWorks 2018; Dassault System SolidWorks Corp, Boston, ABD) 25x3x0.5 mm boyutlarında bar şeklinde bir katı model tasarlandı

ve Standard Tessellation Language (STL) dosyası formatında kaydedildi. STL dosyası kopyalanarak bir bilgisayar destekli üretim (Cambridge, 3Shape, Kopenhag Danimarka) programında sanal tablaya yerleştirilip üretim dosyası oluşturuldu ve SLE makinesine (Lazer Spot Çapı 55 µm, TruPrint 1000, Trumpf, Ditzingen, Almanya) aktarıldı. SLE makinesinin kullanılacak toz haznesine 5 kilogram hiç kullanılmamış Tip 4 alaşım tozu (Tablo 1) yerleştirilerek Grup-T4 için bar şeklindeki numunelerin üretimi yapıldı. Üretim nitrojen gazı koruyucu atmosferinde 150 W lazer gücü, 1200 mm/s lazer tarama hızı, 60 µm tarama mesafesi ve 20 µm katman kalınlığı parametreleri kullanılarak gerçekleştirildi. SLE makinesinin çalışması sırasında oluşan enerji yoğunluğu (ED): $ED = P / (V \times h \times d)$ formülü kullanılarak hesaplandı. Formülde lazer gücü (W) P, lazer tarama hızı (mm/s) v, tarama mesafesi h (mm) ve katman kalınlığı (mm) d ile gösterildi.¹³ Bu parametrelere göre çalışmamızdaki enerji yoğunluğu 104.17 J.mm⁻³ olarak hesaplandı ve Co-Cr alaşımları için gerekli eşik değer olan 100 J.mm⁻³'den fazladır.¹³ İşlem bittikten sonra üretim tablası 650 °C'deki bir fırının (PLF 120/6, Protherm Laboratuvar Fırınları, Ankara, Türkiye) içerisine yerleştirildi ve 12 dakika içinde sıcaklık 800°C'ye çıkarıldı. Bu sıcaklıkta 15 dakika tutuldu ve 15 dakika içinde 550°C'ye soğutuldu. Fırınlama esnasında 6 litre/dakika akım hızı ile fırın içerisine verilen nitrojen gazı ile inert ortam sağlandı. Üretim tablası 550 °C'de fırından çıkartıldı ve kendi halinde oda sıcaklığına kadar soğuması beklenerek stres azaltma fırınlanması tamamlanmış oldu. Aynı üretim parametreleri ve stres azaltma fırınlanması Tip 5 alaşım tozu

kullanılarak Grup-T5 altyapı numunelerini üretmek için kullanıldı. Bir elektrikli laboratuvar mikromotoru ve karbon separe yardımı ile numuneler üretim tablasından ayrıldı.

Tüm altyapıların tesviyesi yapıldı ve son boyutları bir mikrometre (± 0.01 mm hassasiyet, 293-821-30, Mitutoyo Corporation, Kanagawa, Japonya) kullanılarak doğrulandı. ISO 9693 standardına¹² uymayan altyapılar çalışma dışı bırakılmıştır.

Altyapılar önce 980 °C'de 5 dakika boyunca oksitleme fırınlanmasına (Programat P310, Ivoclar Vivadent, Lihtenştayn) tabii tutuldu. Daha sonra yüzeyleri 110 µm alüminyum oksit (Dentoblast; BdentonaEdelkorund, Almanya) ile 10 saniye boyunca 4 bar basınç ve 10 mm uzaklıktan 45 derece açıyla kumlandı.¹⁴ Devamında tüm altyapılar 40 °C'de distile suda 15 dakika boyunca ultrasonik olarak temizlendi (Sonorex Super; Bandelin Electronic GmbH & Co KG, Berlin, Almanya).

Metal altyapıların merkezindeki 3x8 mm'lik kısma sırasıyla bonding ajanı (Wash Opaque, VMK-Master, Vita, Bad Sackingen, Almanya), renk opağı, dentin porseleni, şeffaf porselen (VMK-Master, Vita, Bad Sackingen, Almanya) ve glaze ajanı (Akzent Plus; Vita, Bad Sackingen, Almanya) uygulandı. Toplamda 4 fırınlama (mine ve dentin aynı fırınlama ile pişirildi) üreticinin önerdiği prosedüre göre aynı porselen fırını (Programat P310, Ivoclar Vivadent, Lihtenştayn) kullanılarak yapıldı. Tüm numunelerin porselen kalınlıklarının 1.1 \pm 0.1 mm olduğu kontrol edildi.¹²

Tablo 1. Bu çalışmada kullanılan metal alaşımlarının genel özellikleri

		Grup-D	Grup-T4	Grup-T5
Üreticinin Belirttiği özellikler		Bego Wirobond C, Bremen, Almanya	Ador Bond Pulver Plus, Hilden, Almanya	Ador Bond Pulver Plus, Hilden, Almanya
Element İçeriği	Co	63.3	63.6	63.6
	Cr	24.8	24.8	24.8
	W	5.3	5.5	5.5
	Mo	5.1	5.0	5.0
	Si	1.0	1.1	1.1
Young Modülüsü		180	200	275
Termal Genleşme Katsayısı (25–500 °C), 10⁻⁶ K⁻¹		14.3	14.3	14.3
ISO 22674' e göre Alaşım tipi		Tip 4	Tip 4	Tip 5
Vickers Sertliği (HV 10)		315	250	520
Hammadde Formu		Düküm çekirdeği	Toz	Toz
LOT numarası		4083	201117	210627

Porselen işlenmesi tamamlandıktan sonra tüm numunelerin MS bağlantı dayanımı değerleri 3 nokta bükülme testi ile bir evrensel test cihazı (Instron 3345 Norwood, MA, ABD) kullanılarak analiz edildi (0.5 mm/dk). Kırılma yükü kaydedildi ve her bir numune için MS bağlantı dayanımı değeri $\sigma = k \times F$ formülü kullanılarak hesaplandı.¹² "σ" MS bağlantı dayanımı değerini (MPa), "F (N)" kaydedilen kırılma yükünü temsil eder. ISO 9693 standartlarına göre, "k" kullanılan metalin elastiklik modülü (Tablo 1) ve kalınlığına bağlı olarak hesaplanan bir katsayıdır.¹²

Üç nokta bükülme testinden sonra her gruptan rastgele seçilen 2 numunenin tam ortasından (hem metal hem de porselen arayüzlerine) 2 noktaya (0.8x0.8 mm) bir alan emisyonlu tarayıcı elektron mikroskopunda (FE-SEM; Zeiss Gemini 500, Oberkochen, Almanya) element analizi yapıldı (EDS, Octane Elect SUPER. ABD; kV: 20, eV: 127.9, büyütme: 138x). Ayrıca bu numunelerden rastgele belirlenen birisi stereo mikroskopta (Leica; Led2500, Leica Microsystems, Wetzlar, Almanya) görüntülendi.

Döküm çekirdeğinin ve her bir alaşım tozunun mikroyapısı X ışını diffraksiyon (XRD) yöntemi ile karakterize edildi. Tüm XRD ölçümleri, 40 mA akımda 45 kV jeneratör geriliminde Cu-K α radyasyonu ($\lambda=1.54$ Å) ile çalışan bir cihazda (Empyrean, Malvern Panalytical Ltd, Malvern, Birleşik Krallık) yapıldı. Ölçümler

5°-100° tarama aralığında (2 θ) ve 0.026 adım tarama boyutu kullanılarak gerçekleştirildi. Elde edilen XRD desenlerine mineral analizi yapılarak alaşımların kimyasal içerikleri bir veri tabanı (ICDD-International Centre for Diffraction Data) ile karşılaştırılıp belirlendi.

MS bağlantı dayanımı değerlerinin normal dağılıma uygunluğu Shapiro-Wilk testleri ile değerlendirildi. Verilerin analizi tek yönlü varyans analizi ile yapıldı. Varyansların homojenliği Levene testi kullanılarak değerlendirildi. İkili karşılaştırmalar Tamhane T2 post hoc testi ($\alpha=0.05$) kullanılarak gerçekleştirildi. Tüm istatistiksel analizler ($\alpha=0.05$) bir yazılım programı (IBM Corp. Released 2011. IBM SPSS Statistics for Windows, Versiyon 20.0. Armonk, NY, ABD) kullanılarak yapıldı.

BULGULAR

MS bağlantı dayanımı değerlerine ait tanımlayıcı istatistik verileri Tablo 2'de sunuldu. Tek yönlü varyans analizi (Tablo 3) MS bağlantı dayanımı değerleri açısından gruplar arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark olduğunu gösterdi. Grup-D ve Grup-T4 arasında istatistiksel olarak anlamlı fark yokken ($P>0.05$), Grup-T5 Grup-D ve Grup-T4'ten ($P<0.001$) anlamlı derecede daha düşük MS bağlantı dayanımı gösterdi.

Tablo 2. Metal-seramik bağlantı dayanımı değerlerinin gruplara göre sonuçları

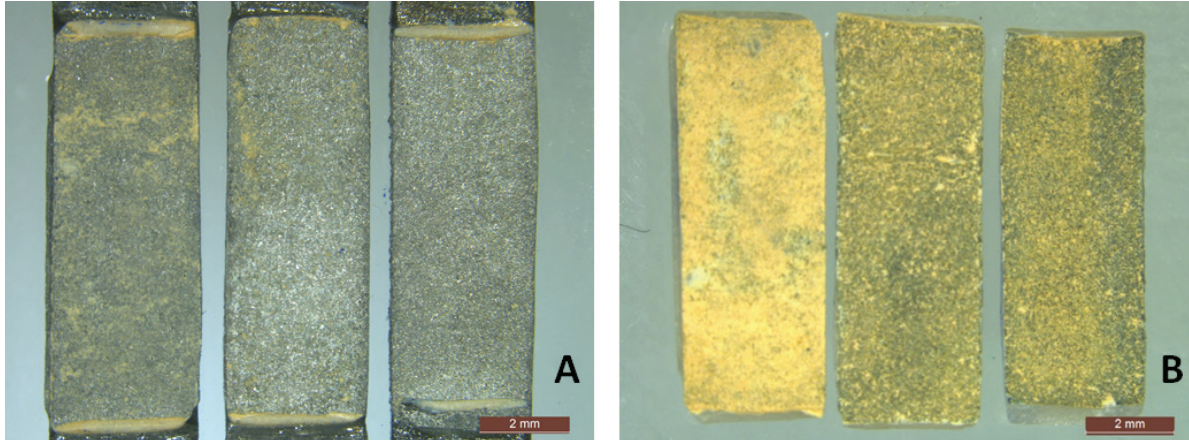
Gruplar*	n	Ortalama (MPa)	SS	En düşük değer	En yüksek değer
Grup-D	10	37.28	4.46	30.36	43.99
Grup-T4	10	32.82	2.85	28.49	35.95
Grup-T5	10	25.62	2.02	22.64	29.11
Toplam	30	31.91	5.82	22.64	43.99

*Grup-D: Döküm grubu (kontrol), Grup-T4: Altyapısı Tip 4 alaşımdan eklemeli üretim yöntemi ile üretilmiş grup, Grup-T5: Altyapısı Tip 5 alaşımdan eklemeli üretim yöntemi ile üretilmiş grup, SS: standart sapma, n: gruplara ait numune sayısı

Tablo 3. Tek yönlü varyans analizi tablosu

	Kareler toplamı	df	Kareler ortalaması	F	P
Gruplar arası	692.493	2	346.247	32.437	0.000
Gruplar içi	288.209	27	10.674		
Toplam	980.702	29			

df: serbestlik derecesi



Şekil 1. Üç nokta bükülme testi sonrasında numunelerin stereo mikroskop görüntüsü. A-Kırık metal yüzeyi (soldan sağa Grup-D, Grup-T4, Grup-T5); B-Kırık porselen yüzeyi (soldan sağa Grup-D, Grup-T4, Grup-T5)

Bükülme testi sonrasında stereo mikroskop görüntülerinde Grup-D'nin kırık metal arayüzeyindeki seramik kalıntısı diğerlerinden daha fazlaydı (Şekil 1A). Grup-T4 ve Grup-T5'in kırık porselen arayüzeyi döküm grubuna göre daha gri renkteydi (Şekil 1B). Kırık metal arayüzünde en az seramik kalıntısı Grup-T5'teydi (Şekil 1A).

EDS analizi sonuçlarına göre Grup-D'nin metal arayüzeyinde kalan silisyum element yüzdesi, Grup-T4'e ve Grup-T5'e göre daha yüksekti. Grup-D'nin porselen arayüzeyinde Co, Cr ve W elementlerine neredeyse hiç rastlanmazken, T4 ve T5'te Co ve Cr gözlemlendi (Tablo 4).

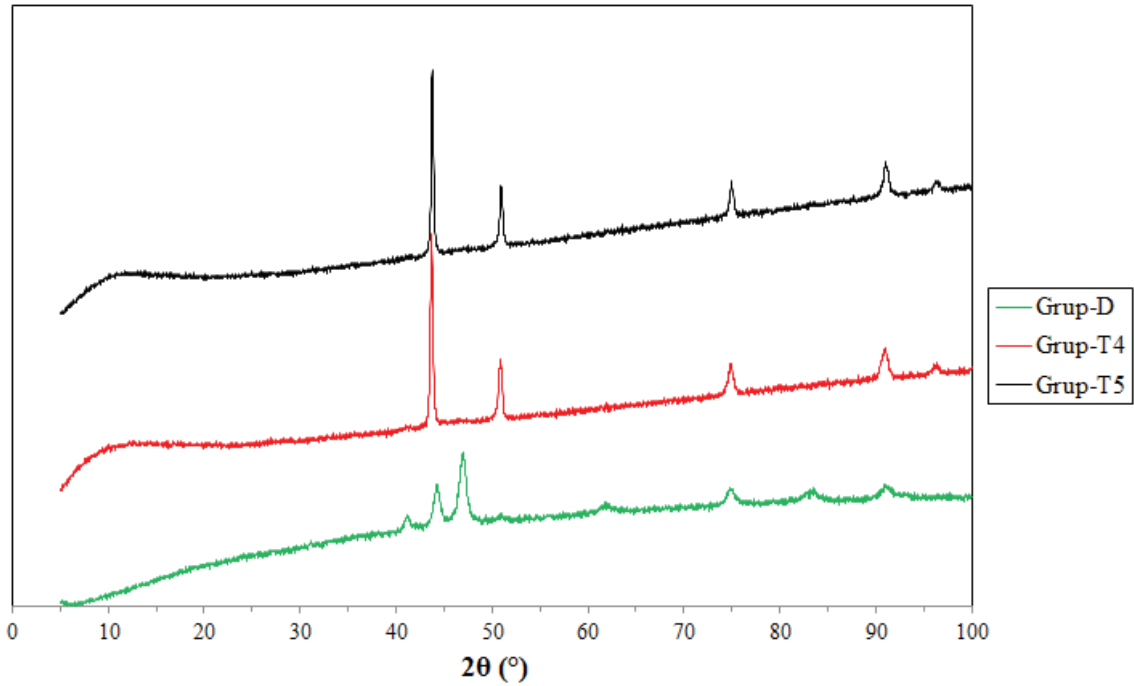
Tablo 4. Kırık metal ve porselen yüzeylerinin ağırlıkça element yüzdeleri

Elementler	Ağırlıkça (%) Element İçerikleri					
	Metal Yüzeyi			Porselen Yüzeyi		
	Grup-D	Grup -T4	Grup-T5	Grup-D	Grup -T4	Grup-T5
Co*	10.04	37.11	41.32	0	2.12	1.89
Cr*	7.95	17.11	18.71	0.78	11.22	10.30
W*	0	2.38	3.18	0	0	0
Si*‡	16.13	5.73	4.85	18.91	12.96	14.49
O*	28.29	16.43	13.64	38.92	37.90	38.44
Ce‡	10.73	7.18	5.44	12.78	12.56	13.15
Ti‡	5.52	2.58	1.92	6.87	5.47	5.77
K‡	4.73	1.6	1.47	6.12	3.77	4.28
Al‡	6.87	5.69	4.22	6.93	6.00	6.25
Na‡	5.32	0	0.82	5.18	2.36	1.86
Zr‡	2.99	2.00	1.54	3.52	3.15	3.34
C*	0	2.21	2.36	0	2.51	0

*, Metal içeriğinde bulunan elementler; ‡, porselen içeriğinde bulunan elementler,

Grup-T4 ve Grup-T5'te kullanılan alaşım tozlarının XRD desenleri büyük oranda birbirine benzerdir ve tamamen YMK fazı içermektedir (Şekil 2). Grup-

D'deki alaşım YMK fazından farklı olarak HSP fazı da içermektedir.



Şekil 2. Döküm çekirdeği (Grup-D), Tip 4 (Grup-T4) ve Tip 5 (Grup-T5) alaşım tozlarına ait X-ışını kırınım desenleri

TARTIŞMA

Bu çalışmada eklemeli üretim yönteminde kullanılan alaşım tipinin MS bağlantısına etkisi değerlendirildi. Grup-T4 Grup-T5'ten istatistiksel olarak anlamlı ($P < 0.001$) derecede yüksek (Tablo 2) MS bağlantı dayanımı sergilediği için Co-Cr tozunun alaşım tipinin MS bağlantı dayanımını etkilemeyeceği şeklinde belirlenmiş boş hipotez reddedildi. Kaleli ve ark.¹⁵ yaptıkları çalışmada Tip 4 ve Tip 5 alaşımlardan elde edilen altyapıların MS bağlantı dayanımları arasında fark gözlemlenmemiştir. Kaleli ve ark.¹⁵ çalışmamızdan farklı olarak Tip 4 alaşım tozunda altyapı üretimi için seçici lazer sinterleme tekniğini kullanmıştır. Sonuçların benzer olmaması, çalışmamızda kullanılan eklemeli üretim yönteminin farklı olması ile ilişkili olabilir.

MS bağlantı dayanımı Van der Waals kuvvetleri, mekanik bağlantı, kompresif kuvvetler ve kimyasal bağlantı sonucunda oluşur.¹⁶ Van der Waals kuvvetleri oluşumunda elektron alışverişi içermediğinden dolayı diğer faktörlerden daha zayıf etkiye sahiptir.¹ Kimyasal bağlanma MS bağlantısının oluşmasındaki en önemli mekanizmadır.¹⁷ Porselen uygulanmasından önce metal altyapının oksidasyon fırınlaması sonucunda elde edilen oksit tabakasının porselen ile

kaynaşması sonucunda oluşur.¹⁶ Oksit tabakasının kalınlığı ve içeriği MS bağlanma dayanımını etkileyebilir.¹⁸⁻²⁰ Bu tabakanın ince olması, hiç oluşmaması¹⁹ veya kalın olması MS bağlantı dayanımını zayıflatmaktadır.¹⁸ Co-Cr içerikli alaşımlar ana element içeriğine göre 3 farklı kompozisyonda kullanıma sunulmuştur: Co-Cr-Mo, Co-Cr-W ve Co-Cr-Mo-W.⁷ Bunlardan Co-Cr-Mo-W ve Co-Cr-W alaşımları MS restorasyonların altyapılarının üretiminde kullanılmaktadır.²¹ Alaşımın içeriğindeki tungsten (W) elementi oranının (%) artmasının oksit tabakasının kalınlığını azalttığı Karaali ve ark.²² tarafından yapılan bir çalışmada gösterilmiştir. Bundan dolayı alaşım içeriğindeki W elementi yüzdesinin değişmesinin MS bağlantı dayanımını etkilemesi beklenebilir. Antanasova ve ark.²³ tarafından yapılan aynı porselen sisteminin Co-Cr-W alaşımı ile birlikte kullanıldığı bir çalışmada döküm ve eklemeli üretim grubunun MS bağlantı dayanımı değeri (MPa) sırasıyla 50.61 ± 5.30 ve 49.46 ± 4.61 olarak belirtilmiştir. Bu değerler çalışmamızdan anlamlı derecede yüksektir. Bu durum çalışmamızdaki W elementi içeriğinin (%5.3-5.5) Antanasova ve ark.²³ çalışmasından (%9) anlamlı derecede düşük olması ile ilişkili olabilir. Oksit tabakası kalınlığının da değerlendirileceği ileri araştırmalar ile çalışmamızın sonuçları desteklenebilir.

Mikromekanik bağlantı ise metal yüzeyinin Al_2O_3 ile kumlanması ile sağlanır.¹⁶ Metal altyapının aşırı derece kumlanması yoğun pürüzlülüğe, keskin sırtların artmasına ve erimiş porselenin metali daha az ıslatmasına sebep olur.¹⁷ Bu durumlar MS arayüzünde stres konsantrasyonunun artıp bağlantı dayanımının zayıflaması ile sonuçlanır.²⁴ Bu nedenle Al_2O_3 içerikli kumun tanecik boyutu kritik öneme sahiptir.¹⁷ Literatürde 50 ila 250 μm arasında Al_2O_3 kullanmış çalışmalar mevcuttur. Fakat çalışmaların çoğunluğunda^{24,26,27} 110 μm Al_2O_3 kullanılmıştır. Külünk ve ark.²⁸ 110 μm Al_2O_3 kullanımının MS bağlantı dayanımını artırdığını göstermiştir. Bu nedenle çalışmamızda 110 μm Al_2O_3 ile kumlama tercih edildi. Alaşım tipinin farklılaşması üretilecek altyapıların mekanik özelliğinde değişikliğe sebep olabilir.²⁹ Bu nedenle aynı tanecik büyüklüğüne sahip Al_2O_3 'ün, mekanik özelliği farklı alaşım tiplerinde kumlama sonucunda farklı yüzey özelliği oluşturabileceği düşünülebilir. Daha kuvvetli MS bağlantısı elde etmek için alaşım tipine göre farklı tanecik boyutlarının araştırıldığı ileri çalışmalara ihtiyaç vardır.

Metal ile seramik arayüzünde termal genleşme katsayısı (TGK) farkından dolayı oluşan kompresif kuvvetler MS bağlantı dayanımı için önemlidir.¹⁶ Dental porselenler baskı streslerine karşı dayanıklılık gösterirken, gerilme ve makaslama streslerine karşı dayanıksızdırlar.¹⁶ Bu nedenle metal ile seramik arasında kompresif kuvvetlerin oluşabilmesi için metal alaşımının TGK'sının porselenden daha büyük olması önerilmiştir.²⁰ Bu çalışmada kullanılan opak materyalinin TGK'sı üretici tarafından $13.6-14.0 \times 10^{-6} 1/^{\circ}K$ ve porselen dentin tozunun ise $13.2-13.7 \times 10^{-6} 1/^{\circ}K$ olarak belirtilmiştir.²⁹ Bununla birlikte VMK Master porselen sisteminin $13.8-15.2 \times 10^{-6} 1/^{\circ}K$ arasında TGK'ya sahip (25–500 $^{\circ}C$) olan metal alaşımları ile kullanılması önerilmiştir.²⁹ Bu çalışmada kullanılan tüm alaşımlar porselen üreticisinin TGK aralığına uygundur. Ayrıca kullanılan tüm alaşımların TGK'larının aynı olması, alaşım tipinin MS bağlantısına etkisini daha net bir şekilde değerlendirme imkânı sağladı.

Bağlantı dayanımı testi sonrasında kırık arayüzeylerin görüntülenmesi ve element içeriğinin tespiti, test sonuçlarının desteklenmesi açısından önemlidir. Kırık yüzeylerden metal arayüzünde porselene ait kalıntıların daha az miktarda gözlenmesi MS bağlantı dayanımının daha zayıf olduğunu gösterir.³⁰ Bu ça-

lışmada alınan stereo mikroskop görüntülerinde metal arayüzünde en az seramik kalıntısının Grup-T5'te olduğu gözlemlendi (Şekil 1A). Bu durum yapılan EDS analizlerinde Grup-T5'in metal arayüzeyinde porselene ait elementlerin (Tablo 4) diğer gruplara göre daha az miktarda olması ile desteklendi. Arayüzey karakterizasyonu sonuçları Grup-T5'in en düşük MS bağlantı dayanımı sergilemesini desteklemektedir.

Bu çalışmada Grup T4 ve T5'te kullanılan alaşımların mikroyapısı tamamen YMK fazından oluşurken Grup-D HSP fazı da içermektedir. Zhou ve ark.¹¹ HSP fazının MS bağlantı dayanımını artırdığını belirtmiştir. Metal arayüzeyinde en fazla porselen kalıntısının Grup-D'de gözlenmesi ve Grup-T5'ten yüksek MS bağlantı dayanımına sahip olması Zhou ve ark.¹¹ çalışmasının sonuçlarını destekler. Fakat Grup-D ile Grup-T4 arasında MS bağlantı dayanımı değerleri açısından istatistiksel olarak anlamlı bir fark gözlenmedi. Bu çalışmada bar şeklinde numuneler kullanılması bu farkın ortaya çıkmasını engellemiş olabilir. Diş anatomisini taklit eden numuneleri içeren ileri çalışmalara ihtiyaç vardır.

Uluslararası Standart Organizasyonu (ISO) 9693 kriterlerine göre aynı grup içinde 7 adet seramik işlenmiş metal altyapı örneklerinin en az 4 tanesinde 25 MPa'dan fazla MS bağlantı dayanımı gözlenmesi klinik olarak kabul edilebilir bağlantı olarak tanımlanmıştır.¹² Bu çalışmada da tüm grupların MS bağlantı dayanımı değerleri ISO 9693 kriterlerine uygundur ve klinik olarak kabul edilebilir özelliktedir.

Ağız ortamındaki sıcaklık değişimlerinin, çiğneme yüklerinin ve pH değişimlerinin değerlendirilmemiş olması bu çalışmanın kısıtlamalarındandır. Ayrıca tek tip porselen tozu, aynı elementel içeriğe sahip Co-Cr alaşımlarının kullanılmış olması ve eklemeli üretim makinesinin çalışma parametrelerinin değiştirilmemesi de sınırlama olarak düşünülebilir.

SONUÇ

Bu çalışmanın sınırlamaları dahilinde aşağıdaki sonuçlar elde edildi:

Alaşım tipi SLE kullanılarak üretilen altyapıların MS bağlantı dayanımını etkileyebilir.

Eklemeli üretim yönteminde Tip 4 Co-Cr alaşım tozu kullanılarak üretilen altyapıların MS bağlantı dayanımı Tip 5 Co-Cr alaşımlarına göre anlamlı

derecede yüksektir.

Bu çalışmada kullanılan alaşımların hepsinin MS bağlantı dayanımı ISO 9693 kriterlerine göre klinik olarak uygulanabilir özelliktedir.

TEŞEKKÜR

Bu çalışmanın yazarları, numunelerin X-ışını diffraksiyon (XRD) yöntemi ile incelenmesi sırasındaki desteklerinden dolayı Öğretim Görevlisi İhsan Ak-şit'e teşekkür eder.

KAYNAKLAR

- Anusavice KJ, Shen C, Rawls HR. Phillips' Science of Dental Materials. 12th ed. St. Louis, Missouri: Elsevier Health Sciences; 2012. p. 367- 473.
- Zhou Y, Li N, Yan J, Zeng Q. Comparative analysis of the microstructures and mechanical properties of Co-Cr dental alloys fabricated by different methods. J Prosthet Dent 2018;120:617-23.
- Özcan M. Fracture reasons in ceramic-fused-to-metal restorations. J Oral Rehabil 2003;30:265-9.
- Kruth JP, Mercelis P, Van Vaerenbergh J, Froyen L, Rombouts M. Binding mechanisms in selective laser sintering and selective laser melting. Rapid Prototyp J 2005;11:26-36.
- Lee D, Hanawa T, Jang S, Lee H, Hong M, Min BK, *et al.* Effect of post-sintering conditions on the mechanical properties of a new Co-Cr alloy produced by new subtractive manufacturing. J Nanosci Nanotechnol 2019;19:2395-8.
- Koutsoukis T, Zinelis S, Eliades G, Al-Wazzan K, Rifaiy MA, Al Jabbari YS. Selective laser melting technique of Co-Cr dental alloys: a review of structure and properties and comparative analysis with other available techniques. J Prosthodont 2015;24:303-12.
- Bandyopadhyay A, Traxel KD, Avila JD, Mitra I, Bose SC. CoCr Alloys. Wagner WR, Sakiyama-Elbert SE, Zhang G, Yaszemski MJ, Editors. Biomaterials Science: An Introduction to Materials in Medicine. 4th ed. London: Academic Press, an imprint of Elsevier; 2020. p. 257- 269.
- International organization for standardization. ISO 22674: Dentistry – Metallic materials for fixed and removable restorations and appliances. Geneva, Switzerland. 2016. <https://www.iso.org/standard/59620.html>
- Walton TR. The up to 25-year survival and clinical performance of 2,340 high gold-based metal-ceramic single crowns. Int J Prosthodont 2013;26:151-60.
- Hitzler L, von Kobylinski J, Lawitzki R, Krempaszky C, Werner E, editors. Microstructural development and mechanical properties of selective laser melted Co-Cr-W dental alloy. TMS 2020 149th Annual Meeting & Exhibition Supplemental Proceedings; 2020 Feb 23-27; California, USA. New York: Springer; 2020.
- Zhou Y, Wei W, Yan J, Liu W, Li N, Li H, *et al.* Microstructures and metal-ceramic bond properties of Co-Cr biomedical alloys fabricated by selective laser melting and casting. Mater Sci Eng A 2019;759:594-602.
- International Organization for Standardization. ISO 9693-1: Dentistry compatibility testing-part 1: Metal-ceramic systems. Geneva, Switzerland. 2012. <https://www.iso.org/standard/54946.html>
- Tonelli L, Fortunato A, Ceschini L. CoCr alloy processed by Selective Laser Melting (SLM): effect of Laser Energy Density on microstructure, surface morphology, and hardness. J Manuf Process. 2020;52:106-19.
- Li J, Chen C, Liao J, Liu L, Ye X, Lin S, *et al.* Bond strengths of porcelain to cobalt-chromium alloys made by casting, milling, and selective laser melting. J Prosthet Dent 2017;118:69-75.
- Kaleli N, Saraç D. Comparison of porcelain bond strength of different metal frameworks prepared by using conventional and recently introduced fabrication methods. J Prosthet Dent 2017;118:76-82.
- Naylor WP, King, A. H. Introduction to Metal-Ceramic Technology. 3th ed. Hanover Park, Illinois: Quintessence Publishing; 2018. p. 109-117.
- McLean JW. The Science and Art of Dental Ceramics-Volume I: The Nature of Dental Ceramics and Their Clinical Use. 1th ed. Chicago, Illinois: Quintessence Publishing; 1979. p. 71.
- Smith TB, Kelly JR, Tesk JA. In vitro fracture behavior of ceramic and metal-ceramic restorations. J Prosthodont 1994;3:138-44.
- Wataha JC. Alloys for prosthodontic restorations. J Prosthet Dent 2002;87:351-63.
- Powers JM, Wataha JC. Dental Materials Foundations and Applications. 11th ed. St. Louis, Missouri: Elsevier Health Sciences; 2015. p. 138- 154.
- Wei W, Zhou Y, Sun Q, Li N, Yan J, Li H, *et al.* Microstructures and mechanical properties of dental Co-Cr-Mo-W alloys fabricated by selective laser melting at different subsequent heat treatment temperatures. Metall Mater Trans A 2020;51:3205-14.
- Karaali A, Mirouh K, Hamamda S, Guiraldenq P. Effect of tungsten 0–8 wt.% on the oxidation of Co–Cr alloys. Comput Mater Sci 2005;33:37-43.
- Antanasova M, Kocjan A, Žužek B, Jovanovski S, Jevnikar P. The bond strength of dental porcelain to cobalt-chromium alloys fabricated by casting, milling and by selective laser melting: a comparative analysis. Mater Tehnol 2019;53:845-52.
- Dimitriadis K, Papadopoulos T, Agathopoulos S. Effect of bonding agent on metal-ceramic bond strength between Co-Cr fabricated with selective laser melting and dental feldspathic porcelain. J Prosthodont 2019;28:1029-36.
- Lawaf S, Nasermostofi S, Afradeh M, Azizi A. Comparison of the bond strength of ceramics to Co-Cr alloys made by casting

and selective laser melting. J Adv Prosthodont 2017;9:52-6.

26. Kaleli N, Çağrı U, Küçükkekenci AS. Lazer tarama hızının lazer sinterleme ile üretilen metal altyapıların porselen bağlantısı üzerindeki etkisi. KOU Sag Bil Derg 2020;6:227-32.

27. Kaleli N, Ural Ç, Küçükkekenci AS. The effect of layer thickness on the porcelain bond strength of laser-sintered metal frameworks. J Prosthet Dent 2019;122:76-81.

28. Külünk T, Kurt M, Ural Ç, Külünk Ş, Baba S. Effect of different air-abrasion particles on metal-ceramic bond strength. J Dent Sci

2011;6:140-6.

29. Yu J, Kang S, Lee J, Jeong H, Lee S. Mechanical properties of dental alloys according to manufacturing process. Materials 2021;14:3367-79.

30. Zinelis S, Barmpagadaki X, Vergos V, Chakmakchi M, Eliades G. Bond strength and interfacial characterization of eight low fusing porcelains to cp Ti. Dent Mater 2010;26:264-73.