

Pomiary własności mikromechanicznych tytanu i jego stopu przeznaczonych na konstrukcje protetyczne

Streszczenie. Celem opracowania było wyznaczenie parametrów wytrzymałościowych tytanu i stopu tytanu przeznaczonych na podbudowy stałych uzupełnień protetycznych otrzymywanych przy komputerowym wspomaganii projektowania i wytwarzania. Wykonano badania mikromechaniczne w których wyznaczono mikrotwardość i moduły sprężystości wzdłużnej. Na ich podstawie stwierdzono, że DMLS jest technologią preferowaną do wykonawstwa stałych konstrukcji nośnych dla protetyki stomatologicznej i może stanowić alternatywę dla systemu CAD/CAM z obróbką ubytkową.

Abstract. The aim of the elaboration was a question of setting strength parameters of titanium (Ticp) and its alloy (Ti6Al4V) which are used to serve as base for those permanent prosthetic supplements which are later manufactured with the employment of CAD/CAM systems. Micromechanical tests were performed in which the designated microhardness and Young's modules. According to the results obtained, the following conclusion has been derived: when strength aspect is discussed, the DMLS method is a preferred one for manufacturing of load structures in dentistry and may be an alternate way for the CAD/CAM system used in decrement processing. (Measurement of micromechanical properties of titanium and its alloy used to prosthetic reconstructions).

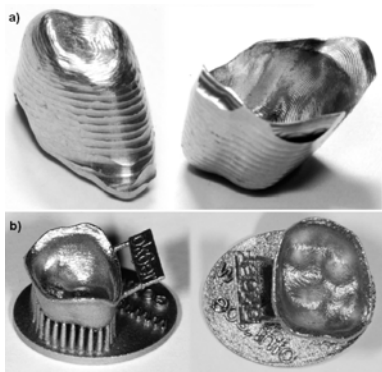
Słowa kluczowe: CAD/CAM, DMLS, konstrukcje protetyczne, węglnikowanie.

Keywords: CAD/CAM, DMLS, prosthetic reconstructions, indenting.

doi:10.12915/pe.2014.05.35

Wstęp

W wykonawstwie stałych uzupełnień protetycznych coraz szersze zastosowanie znajdują technologie oparte na systemach Computer Aided Design/ Computer Aided Manufacturing (CAD/CAM) [1,2]. W większości polegają one na realizacji wspomaganym komputerowo trzech etapów: skanowania i odwzorowania kształtu, projektowania uzupełnienia oraz obróbki ubytkowej frezowaniem. Alternatywą dla metod opartych na frezowaniu jest technologia Selective Laser Sintering (SLS) w tym Direct Metal Laser Sintering (DMLS) [3,4] (rys.1). Z wykorzystaniem tej technologii można zrealizować wykonanie stałej konstrukcji terapeutycznej w CAD/CAM. Na etapie CAM podbudowa metalowa jest wytwarzana poprzez spiekanie wiązką lasera proszku tytanowo-aluminiowo-wanadowego. W urządzeniu dedykowanym pracom stomatologicznym na platformę roboczą nanoszona jest warstwa proszku o grubości 0,02 mm, a następnie wiązka lasera z zakresu podczerwieni jest prowadzona po powierzchni proszku zgodnie z bitmapą będącą wirtualnym zapisem tworzonej podbudowy. Następnie platforma robocza obniża się i nanoszona jest kolejna warstwa proszku. Szybkie utwardzanie po stopieniu prowadzi do powstania homogennej struktury materiału. Po zakończeniu procesu spiekania nadmiary niewykorzystanego proszku mogą zostać użyte w kolejnym cyklu produkcyjnym. Obniża to koszty produkcji i minimalizuje proces recyklingu odpadów w porównaniu do technologii frezowania.



Rys.1. Podbudowy koron protetycznych wykonanych w systemie CAD/CAM: a) w technologii frezowania, b) w technologii laserowego przyrostowego spiekania

Celem opracowania było wykorzystanie nowych procedur pomiarowych do wyznaczenia mikrotwardości i modułów Younga w stałych konstrukcjach protetycznych wykonanych w systemie CAD/CAM a uzyskiwanych w dwóch różnych technologiach:

- w technologii frezowaniem poprzedzonej obróbką cieplną i przeróbką plastyczną,
- w technologii laserowego przyrostowego spiekania z selektywnych proszków metali.

Materiał i metody

Materiałem badań były próbki wykonane z commercially pure titanium grade 1 (Ticp), o oznaczeniu Everest T Blank przeznaczonego do procedury CAD/CAM w systemie Kavo-Everest oraz próbki ze stopu Ti6Al4V o nazwie EOS Titanium 64 (Ti64) wykonane technologią DMLS. Z obu materiałów wykonano prostopadłościanny o wymiarach 15 mm x 5 mm x 2 mm. Próbkę Ticp pobierano w procesie cięcia fabrycznych kształtek wyprodukowanych w formie walców i bloczków, a próbki Ti64 pobierano przez cięcie bloczków po procesie przyrostowego spiekania z selektywnych proszków w urządzeniu EOSINT M 270.

Badania mikromechaniczne przeprowadzono na odpowiednio wyszlifowanych zgładach. W tym celu próbki zatopiono w żywicy oraz poddano je procesowi polerowania na urządzeniu Struers TegraForce-5, na którym za pomocą zaprogramowanych operacji osiągnięto warstwę wierzchnią próbek wymaganą do badań.

Pomiary twardości metodą Vickersa przeprowadzono z wykorzystaniem urządzenia Instron Wolpert TESTOR 2100 (Rys.2.). Badanie polegało na wciśnięciu diamentowego węglnika w badaną próbkę z obciążeniem 1,961 N, przy określonej prędkości obciążania i odciążania. Czas utrzymania maksymalnego obciążenia wynosił 10 s. Na podstawie pomiarów przekątnych odcisków wyznaczono twardość Vickersa:

$$(1) \quad HV = 0,1891 \cdot \frac{F}{d^2}$$

gdzie: HV – twardość Vickersa przy małej sile obciążenia [MPa], F – siła obciążająca węglnik [N], d – przekątna odcisku [mm].

Badanie przeprowadzono według znormalizowanej procedury [5].



Rys. 2. Urządzenie do badania twardości Instron Wolpert TESTOR 2100: a) widok ogólny, b) penetrator z głowicą badawczą i obiektywem

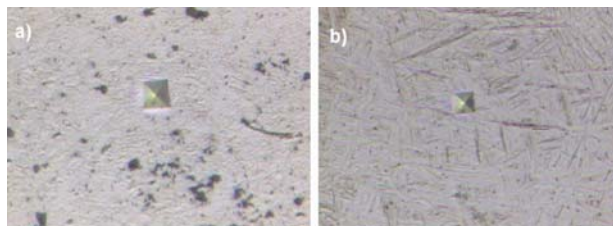
Badania właściwości mikromechanicznych, które obejmowały pomiary mikrotwardości i modułu Younga przeprowadzono na urządzeniu Micro Combi Tester firmy CSEM Instruments (Rys.3.). Wyznaczono je na podstawie wgłębnikowania próbki z wykorzystaniem penetratora diamentowego w kształcie ostrosłupa prawidłowego o podstawie kwadratu. W pomiarach w sposób ciągły rejestrowano wartości siły i głębokości penetracji ostrza w cyklu obciążania i odciążania. Maksymalna wartość obciążenia wynosiła 200 mN, prędkość obciążania i odciążania wynosiła 400 mN/min, a czas utrzymania maksymalnego obciążenia – 5 s. Dla każdego cyklu wyznaczane były zależności obciążenia wgłębnika w funkcji głębokości penetracji. Analiza właściwości mikromechanicznych oparta była o metodę Oliver'a i Pharr'a, zgodnie z którą mikrotwardość (HV) i moduł sprężystości badanego materiału (E) obliczano z krzywej wgłębnikowania.



Rys. 3. Urządzenie Micro Combi Tester do badań mikromechanicznych: a) widok urządzenia, b) wgłębnikowanie próbki

Wyniki badań

Twardość Vickersa na urządzeniu Instron Wolpert TESTOR 2100 wyznaczono jako średnią z 30 prób. Na rysunku 4 przedstawiono przykładowe odciski penetratora. W tabeli 1 zamieszczono wyniki badań twardości metodą Vickersa.

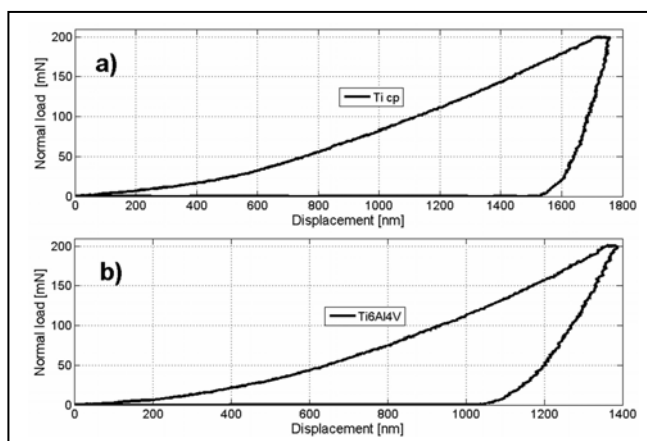


Rys. 4. Odciski wgłębnika Vickersa w próbkach: a) Ticip do obróbki ubytkowej Kavo-Everest, b) Ti64 z technologii DMLS

Tabela 1. Zestawienie wartości średnich mikrotwardości dla materiałów badanych na Instron Wolpert TESTOR 2100

L.p.	Badany materiał	Wartość średnia mikrotwardości H, [MPa]	Niepewność standardowa typu A $u_{(H)}$, [MPa]
1	Ticip	2167,2	76,4
2	Ti-6Al-4V	4583,6	101,8

Wyniki badań mikromechanicznych: mikrotwardości i modułu Younga - na urządzeniu MCT wyznaczano jako średnią z 30 pomiarów dla każdej próbki. Na rysunku 5 przedstawiono przykładowe krzywe wgłębnikowania. W tabeli 2 zestawiono wyniki badań mikromechanicznych metodą Oliver'a i Pharr'a.



Rys. 5. Krzywe wgłębnikowania z badań na MCT: a) dla próbki z Ticip do obróbki ubytkowej, b) dla próbki Ti6Al4V z technologii DMLS

Tabela 2. Zestawienie wyników badań mikromechanicznych metodą Oliver'a i Pharr'a

L.p.	Badany materiał	Wartość średnia mikrotwardości H, [MPa]	Niepewność standardowa typu A	Wartość średnia modułu Younga E, [GPa]	Niepewność standardowa typu A
			$u_{(H)}$, [MPa]		$u_{(E)}$, [GPa]
1	Ticip	2275,1	78,5	136	4
2	Ti-6Al-4V	4485,2	98,2	130	5

Statystyczną ocenę badań określono na podstawie analizy wariancji. Testem Shapiro Wilka sprawdzono charakter rozkładu wyników pomiaru zgodnie z teorią Gaussa. Rozrzut wyników określono poprzez wyznaczenie niepewności pomiaru. Niepewność standardową obliczono metodą A ze statystycznie określonej wariancji [6].

Dyskusja

W podsumowaniu wyników badań i analiz poniżej przedstawiono własną interpretację parametrów mikro-mechanicznych tytanu i jego stopu oraz skonfrontowano je z wynikami innych autorów.

Na podstawie przeprowadzonych badań mikro-mechanicznych metodą Vickersa i metodą Oliver'a i Pharr'a można stwierdzić, że stopy tytanu Ti6Al4V osiągają znacznie wyższe wartości mikrotwardości niż czysty tytan. Stop Ti6Al4V w obu metodach badania wykazał ponad 2-krotnie wyższą mikrotwardość niż Ticp. W badaniach współczynnika sprężystości wzdłużnej stop tytanu uzyskany z technologii DMLS posiadał niższą wartość modułu Younga niż tytan z procesów obróbki cieplnej i plastycznej przeznaczony do obróbki ubytkowej metodą frezowania w systemie Kavo Everest. Może to stanowić wskazanie do wykorzystania technologii DMLS na podbudowy konstrukcji protetycznych. Dzięki zbliżeniu wartości modułu sprężystości materiału do modułu sprężystości tkanek twardych uzyskuje się bardziej optymalne przeniesienie obciążeń kontaktowych z konstrukcji terapeutycznej na tkanki twarde układu stomatognatycznego [7-11]. Takie zjawisko stymuluje procesy fizjologiczne w tkance twardej, która współpracuje z konstrukcją terapeutyczną.

W drugiej połowie XIX wieku Meyer G.H. i Cuman C. oraz Wolff J.D. stwierdzili, że o strukturze kości oraz o kierunku jej rozwoju decyduje aktualny stan naprężenia.

Weryfikację doświadczalną wybranych stymulatorów mechanicznych przebudowy tkanki kostnej przedstawiono w pracy Browna T.D. i in. (1990). Autorzy na podstawie badań wykazali, że wielkościami najbardziej wpływającymi na przebudowę tkanki kostnej są: gęstość energii odkształcenia, maksymalne odkształcenie i naprężenie główne oraz wzdłużne naprężenia styczne. W warunkach okluzji i w warunkach żucia w układzie stomatognatycznym występują naprężenia i odkształcenia, które stanowią stymulatory przebudowy tkanki kostnej. W wyniku niewłaściwego rozwiązania konstrukcyjnego (kształtu, braku łagodnych przejść, błędów wykonawstwa i osadzenia, zbyt sztywnego materiału) nadmierne spiętrzenia naprężeń w warunkach ciągle powtarzających się i zmiennych obciążeń zgryzowych szczególnie w rejonie stopnia mogą decydować o niepowodzeniu leczenia protetycznego [12]. Ze względu na kryteria sztywności w stosunku do struktur kostnych i tkanek twardych zębów można zauważyć, że stop Ti6Al4V z technologii DMLS jest materiałem lepszym od czystego tytanu. Ponadto nie wymaga etapu obróbki ubytkowej, w której występują drgania i zużywanie się frezów, co jest wynikiem namazywania się tytanu podczas skrawania. W konsekwencji może to prowadzić do niedokładności w wykonaniu konstrukcji protetycznej.

Wnioski

W pomiarach mikrotwardości można zauważyć znaczne różnice dla próbek wykonanych z czystego technicznie tytanu do obróbki ubytkowej i tytanu stopowego Ti6Al4V z procesu spiekania. Tytan stopowy charakteryzuje

się około dwukrotnie wyższą mikrotwardością i niższą wartością modułu Younga.

Na podstawie zrealizowanych badań można stwierdzić, że przrostowe spiekanie laserowe z selektywnych proszków w wyniku czego uzyskuje się podbudowę ze stopu Ti6Al4V – w aspekcie ocenionych parametrów mikromechanicznych – jest nową technologią preferowaną do wykonawstwa konstrukcji nośnych dla stomatologii. Może ono stanowić alternatywę dla klasycznych metod opartych o tradycyjne odlewnictwo oraz metod CAD/CAM opartych o frezowanie. Technologia ta nie powoduje generowania strat materiału charakterystycznych dla obróbki frezowaniem i jest proekologiczna.

Podziękowania

Autorzy chcą serdecznie podziękować za wsparcie finansowe w ramach projektu badawczego 410/UPB/WL nr. 2013/K/ZDS/003896.

LITERATURA

- [1] Majewski S.W., Nowe technologie wytwarzania stałych uzupełnień zębowych: galwanofarming, technologia CAD/CAM, obróbka tytanu i współczesne systemy ceramiczne, *Protetyka Stomatologiczna*, 57 (2007), nr. 2, 124-131
- [2] Gładkowska M., Montefka P., Okoński P., Comparison of CAD/CAM systems used in modern prosthodontics, *Protetyka Stomatologiczna*, 58 (2008), nr. 2, 105-113
- [3] Ciocca L., Fantini M., de Crescenzo F., Corinaldesi G., Scotti R., Direct metal laser sintering (DMLS) of a customized titanium mesh for prosthetically guided bone regeneration of atrophic maxillary arches, *Medical & Biological Engineering & Computing*, 49 (2011), nr.11, 1347-52
- [4] Iseri U., Ozkurt Z., Kazazoglu E., Shear bond strengths of veneering porcelain to cast, machined and laser-sintered titanium, *Dental Materials Journal*, 30 (2011), nr.3, 274-80
- [5] Norma PN-EN ISO 6507-1:2007: Metale- Pomiar twardości sposobem Vickersa – Część 1: Metoda badań
- [6] Przewodnik PKN-ISO/IEC Guide 99, Wydawnictwo PKN, Warszawa 2010.
- [7] Będziński R., Experimental and numerical methods in biomechanics, *Biocybernetics & Biomedical Engineering*, 27 (2007), nr. 1/2, 275-292
- [8] Özcan M., Hämmerle C.H., Titanium as a Reconstruction and Implant Material in Dentistry: Advantages and Pitfalls, *Materials*, 5 (2012), nr.9, 1528-1545.
- [9] Ryniewicz A., Bojko Ł., Ryniewicz W., Selected Mechanical Properties of Titanium in Dental Implantology Reconstruction Procedure, *Engineering of Biomaterials*, 15 (2012), nr. 112, 48-53.
- [10] Ryniewicz A.M., Ryniewicz W., Badania wytrzymałościowe i tribologiczne tytanu przeznaczonego do wykonawstwa stałych uzupełnień protetycznych, *Implantoprotetyka*, 9 (2008), nr 1(30), 42-47.
- [11] Ryniewicz A.M., Ryniewicz W., The Estimation of Selected Properties of Titanium to Performance of Prosthetic Restorations in CAD/CAM, *Polish Journal of Environmental Studies*, 16 (2007), nr. 6C, 348-353
- [12] Majewski S.W., Rekonstrukcja zębów uzupełnieniami stałymi. Wydawnictwo Fundacji rozwoju Protetyki, Kraków 2005.

Autorzy: dr hab. inż. Anna M. Ryniewicz, prof. AGH, Akademia Górniczo-Hutnicza, Wydział Inżynierii Mechanicznej i Robotyki, Katedra Konstrukcji i Eksploatacji Maszyn, al. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków, E-mail: anna@ryniewicz.pl; mgr inż. Łukasz Bojko, Akademia Górniczo-Hutnicza, Wydział Inżynierii Mechanicznej i Robotyki, Katedra Konstrukcji i Eksploatacji Maszyn, al. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków, E-mail: lbojko@agh.edu.pl; dr n. med. Wojciech Ryniewicz, Uniwersytet Jagielloński, Collegium Medicum, Wydział Lekarski, Katedra Protetyki Stomatologicznej, ul. Montelupich 4, 31-155 Kraków, E-mail: wojciech@ryniewicz.pl.