

Maciej HAJDUGA Akademia Techniczno Humanistyczna w Bielsku-Białej Wyższa Szkoła Inżynierii Dentystycznej w Ustroniu

Tadeusz ZDZIECH Wyższa Szkoła Inżynierii Dentystycznej w Ustroniu

ANALIZA POŁĄCZENIA PROTETYCZNEGO METAL - CERAMIKA

Streszczenie. Celem pracy jest analiza struktury połączenia pomiędzy materiałem ceramicznym, a podbudową metaliczną, w zależności od obecności, lub braku warstwy oksydacyjnej na powierzchni metalu. W pracy przedstawiono wyniki analiz charakteru połączenia, które zostały przeprowadzone na jednym stopie metalu i jednym materiale ceramicznym o zróżnicowanym przygotowaniu podłoża zalecanym i nie zalecanym przez producenta.

Wyniki badań metalograficznych makrostruktury koron przedstawiono na próbkach za pomocą mikroskopu stereoskopowego w powiększeniach 10x, 200x, 500x. Zmiany stężenia pierwiastków analizowano przy pomocy mikroanalizatora rentgenowskiego Jeol J7, które przeprowadzono na granicy warstw metal-ceramika.[1]

1. WSTĘP

Postęp i osiągnięcia w dziedzinie wiedzy medycznej, inżynierii materiałowej oraz nauk technicznych dotyczących szeroko pojętych problemów zdrowia i życia człowieka wpłynęły na dynamiczny rozwój technologii wykorzystywanej w stomatologii zachowawczej, ortodontcji i protetyce dentystycznej.[2]

Do materiałów, które zrewolucjonowały medycynę, a zwłaszcza stomatologię i technikę dentystyczną, można zaliczyć: ceramikę, metale, polimery, kompozyty.

Na szczególną uwagę zasługują tworzywa ceramiczne i stopy metali mające szerokie zastosowanie w wykonywaniu uzupełnień protetycznych.[3]

Połączenie pozytywnych cech tych dwóch materiałów mających tak odmienne właściwości chemiczno fizyczne pozwoliły otrzymać konstrukcje protetyczną spełniające wymagania estetyczne i wytrzymałościowe.

Mimo coraz nowocześniejszych technik, urządzeń i materiałów służących do wykonania uzupełnień protetycznych stałych, technika metalowo - ceramiczna pozostaje niezawodną, przewidywalną i jeszcze dominującą metodą wykonania różnego rodzaju prac protetycznych, takich jak onlayów, koron, mostów i prac kombinowanych.[4]

Celem pracy jest zbadanie stopnia charakteru połączenia dyfuzyjnego, bądź pseudodyfuzyjnego, pomiędzy metalem i ceramiką, oraz wpływ obróbki powierzchniowej metalu przez piaskowanie tlenkiem glinu Al_2O_3 o gradacji 110 μm i 250 μm , jak również dokonanie podobnych operacji z uwzględnieniem warstwy przejściowej – utlenionej bądź też nie utlenionej.

2. MATERIAŁY CERAMICZNE

Badaniu została poddana ceramika ^{IPS} d. SIGN firmy Ivoclar, która jest fluoroapatytowym-leucytowym szkłem ceramicznym przeznaczonej do napalania na podbudowie metalowej. Materiał ten zachwyca swoją estetyką, a jego ścieralność jest zdecydowanie lepsza niż tradycyjnych materiałów, przez co nie doprowadza do abrazji przeciwstawnych zębów własnych. Kryształki fluoroapatytu będące podstawowym składnikiem materiałów ceramicznych ^{IPS} d. SIGN imitują optyczne właściwości naturalnych zębów. (rys.1)



Rys.1 Ceramika ^{IPS} d. SIGN

3. METODYKA BADAŃ

Badania makroskopowe przygotowano na jednym stopie metalu i jednym materiale ceramicznym o zróżnicowanym przygotowaniu podłoża, zalecanym i nie zalecanym przez producenta.

Próbki do badań przygotowano w następujących grupach:

Grupa 1

1. Odlewanie
2. Piaskowanie (110 μm)
3. Ceramika
4. Badanie

Grupa 2

1. Odlewanie
2. Piaskowanie (110 μm)
3. Utlenianie
4. Ceramika
5. Badanie

Grupa 3

1. Odlewanie
2. Piaskowanie (250 μm)
3. Ceramika
4. Badanie

Grupa 4

1. Odlewanie
2. Piaskowanie (250 μm)
3. Utlenianie
4. Ceramika
5. Badanie

Próbka grupy 2 zawiera etapy przygotowania podłoża zalecany przez producenta, a próbkach grupy 1,3,4 sposób przygotowania podłoża nie zalecany jest przez wytwórcę stopu i porcelany.

Badania za pomocą mikroskopu stereoskopowego zostały przeprowadzona na próbkach grupy 1, 2, 3, 4, a analiza charakteru połączenia zostały przeprowadzona na próbce grupy 1.

4. MATERIAŁY PRZEZNACZONE DO BADAŃ

4.1. Skład chemiczny materiału ceramicznego

Procentowy skład chemiczny proszku ceramiki

Standardowy	Procentowa (%)
SiO ₂	50,0 – 65,0
Al ₂ O ₃	8,0 – 20,0
K ₂ O	7,0 – 13,0
Na ₂ O	4,0 - 12,0
CaO	0,1 – 6,0
P ₂ O ₅	0,0 – 5,0
F	0,1 – 3,0

Właściwości fizyczne ceramiki ^{IPS} d. SIGN

WAK (25 – 510°C) - 12,0 ⁺	- 0,5 10 ⁻⁶ K ⁻¹ m/m
Temperatura mięknienia	- 510 ⁺ -10 °C
Wytrzymałość na zginanie	- 80 ⁺ - 25 N/mm ²
Rozszerzalność	- 3,8 – 8,9 ng/cm ²
Twardość	- 520 – 599 HV 0,2/30
Siła przyczepności opakera	- 45,5 – 60,6 MPa

Materiały te spełniają normę europejska ISO 9693 i ISO 6872

4. 2. Skład chemiczny stopu

Badaniem poddano materiał metaliczny o symbolu 4all®. (rys. 2)
Jest to stop nieszlachetny niklowo - chromowy o idealnych właściwościach mechanicznych i fizycznych do zastosowania zarówno z tradycyjną ceramiką skaleniową jak i ceramiką niskostopowa.

Skład chemiczny stopu 4all® (%) wagowy

Ni	Cr	Mo	Si	Mn	Al.	C
61,4	25,7	11,0	1,5	<1,0	<1,0	<1,0

Właściwości fizyczne stopu :

- kolor	- metaliczny biały
- gęstość (g/cmm ³)	- 8,4
- temperatura topienia (°C)	- 1260 -1350
- temperatura odlewania (°C)	- 1405 – 1465
- CTE 25-500 (^x 10 ⁻⁶ /°C)	- 13,8
- CTE 20-600 (^x 10 ⁻⁶ /°C)	- 14,1
- wydłużenie (%)	- 12,0
- moduł elastyczności (Mpa)	- 200.00
- temperatura oksydacji (°C) / minuty / próżnia	- 950 /1/ brak
- twardość w skali Vickersa (po napaleniu)	- 235
- granica plastyczności (wydłużenie 0,2% (Mpa) po napaleniu ceramiki)	- 375

Stop o symbolu 4all® przeznaczony jest do wykonywania:

- koron
- mostów
- wkładów koronowo korzeniowych
- mostów z krótkimi i długimi przęsłami

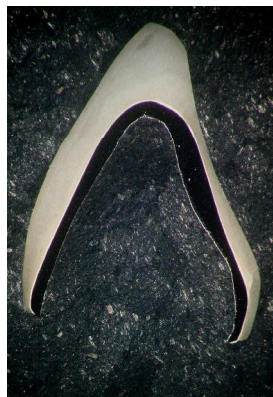


Rys. 2. Materiał fabryczny – stop 4all®

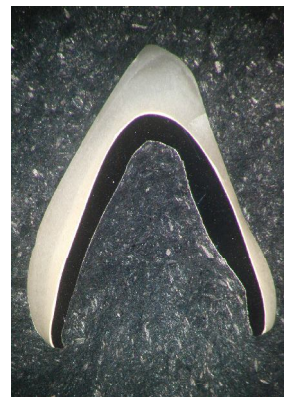
5. WYNIKI BADAŃ

5.1. Wyniki badań metalograficznych makrostruktury

Wyniki badań metalograficznych makrostruktury koron przedstawiono na rys. 3, 4, 5, 6. Obejmują one strukturę materiału metalicznego (podbudowę), jak i ceramikę. Powierzchnie struktur metalu i ceramiki wzajemnie do siebie przylegają, łącząc się zwarcie na całej linii połączenia. Zauważono mikropęknięcie warstw ceramiki, w próbkach nr 1,3,4, które to fazy zostały nałożone na siebie nie zgodnie z zaleceniami producenta. Na próbce 1 i 3 nie pozostawiono po oksydacji warstwy tlenkowej na metalu tak jak zaleca producent. Dodatkowo metal na próbce nr 3 i 4 został wypiaszkowany Al_2O_3 o gradacji $250\ \mu m$., zamiast $120\ \mu m$.(rys.5,6)



Rys. 3. Próbka 1 Stereoskop - 10x



Rys. 4. Próbka 2. Stereoskop 10x



Rys. 5. Próbka 3. Stereoskop 10x



Rys. 6. Próbka 4. Stereoskop 10x

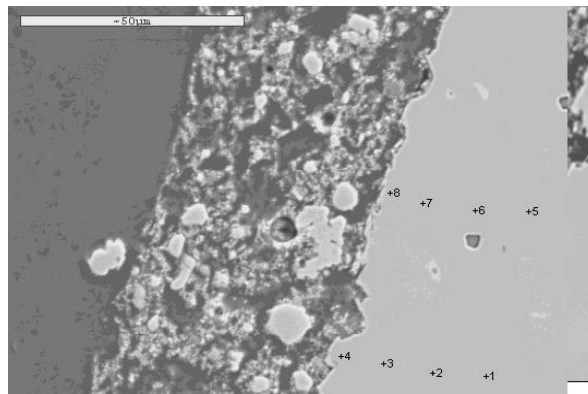
5. 2. Wyniki badań mikroanalizy mikrostruktury

Badanie przeprowadzono na koronach ze stopu nieszlachetnego niklowo-chromowego 4all® i ceramice^{IPS} d. SIGN firmy Ivoclar, który jest fluoroapatytowym-leucytowym szkłem ceramicznym. Rozkład powierzchniowy poszczególnych pierwiastków występujących w warstwie metal ceramika zobrazowano na rys.7.

W punktach 1-4 i 5-8 wykonano analizy ilościowe stopu Ni-Cr-Mo. Wykona mikroanaliza RTG wykazuje, że na granicy metal warstwa ceramiki następuje spadek zawartości Cr i wzrost Mo. Liniowa koncentracja poszczególnych pierwiastków zamieszczonych w tabeli 1 przedstawiono na rys. 7, a ich wykresy w tabelach 2 i 3.

Mikroanalizę warstwy opakera ceramiki na granicy stop-ceramika w punktach 1-8 przedstawiono na rys. 8.

Udział procentowy pierwiastków występujący na granicy rozdziału przedstawiony został w tabeli 4, 5, 6.



Rys. 7. Próbka 1 Mikroanaliza warstwy metalu na granicy stop-ceramika. Elektrony wtórne 1000x. Zaznaczone punkty pomiarowe od 1do 8.

Tabela 1. Rozkład powierzchniowy poszczególnych pierwiastków występujących w warstwie metalu

Pkt pomiarowy	Zn	Ni	Fe	Cr	Ti	Zr	Mo		
1	0,007	61,651	0,089	25,798	0	0	11,699		
2	0,019	62,111	0,06	25,657	0	0,071	10,552		
3	0,031	63,636	0,111	25,5	0	0,1	10,442		
4	0,029	64,7	0,106	21,197	0	0,521	11,199		
5	0	64,501	0,071	25,427	0,021	0	9,915		
6	0	63,669	0,075	25,404	0	0,009	9,943		
7	0	60,373	0,103	26,695	0,037	0,05	12,122		
8	0,055	62,367	0,074	23,457	0,032	0,1	13,357		
Odległość od granicy	Zn	Ni	Fe	Cr	Ti	Zr	Mo		Pkt pomiarowy
4	0,029	64,7	0,106	21,197	0	0,0521	11,199		4
4	0,055	62,367	0,074	23,457	0,032	0,1	13,357		8
14	0,031	63,636	0,111	25,5	0	0,1	10,442		3
14	0	60,373	0,103	26,695	0,037	0,05	12,122		7
24	0,019	62,111	0,06	25,657	0	0,071	10,552		2
24	0	63,669	0,075	25,404	0	0,009	9,943		6
34	0,007	61,651	0,089	25,798	0	0	11,699		1
34	0	64,501	0,071	25,427	0,021	0	9,915		5

Tabela 2. Analiza ilościowa stopu Ni- Cr -Mo na granicy metal – ceramika

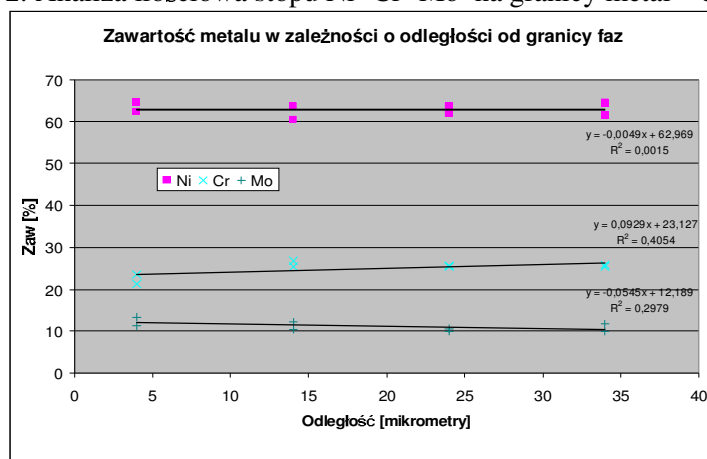
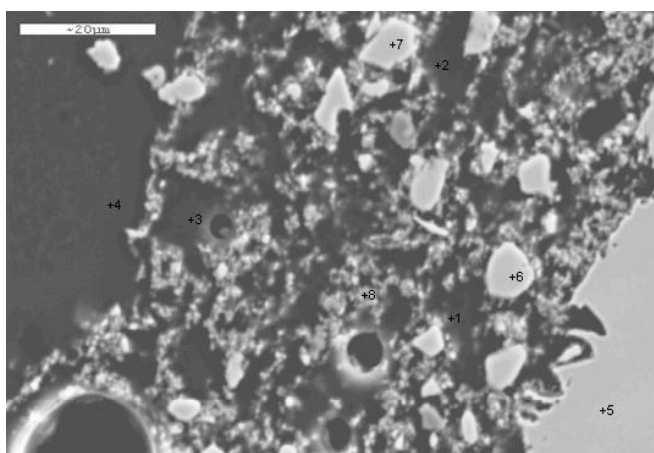
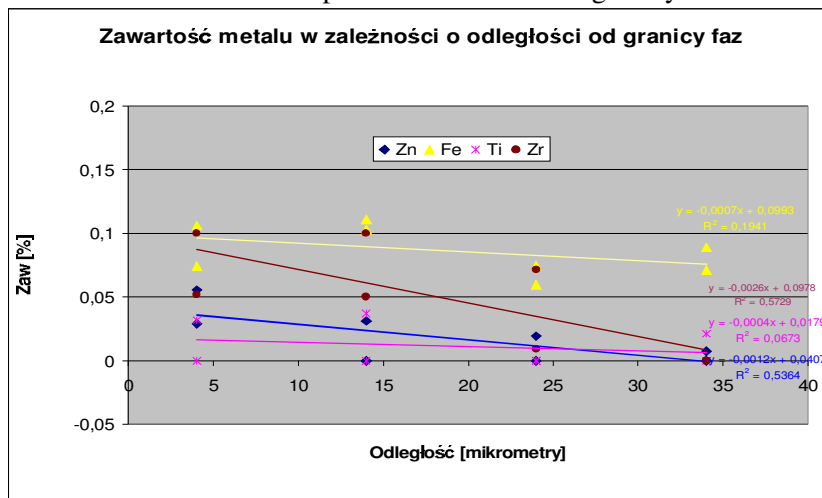


Tabela 3. Analiza ilościowa stopu Zn - Fe - Ti - Zr na granicy metal – ceramika



Rys. 8. Próbką 1. Mikroanaliza warstwy opakera ceramiki na granicy stop-ceramika, punktu 1-8. Elektrony wtórne 1300x.

Tabela 4. Skład procentowy pierwiastków w warstwie opakera.(punkty 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7)

Pierwiastki	Procentowa zawartość punkt nr 1	Procentowa zawartość punkt nr 2	Procentowa zawartość punkt nr 3	Procentowa zawartość punktu nr 4	Procentowa zawartość punktu nr 5.	Procentowa zawartość punktu nr 6	Procentowa zawartość punktu nr 7
V	47.049	52.118	46.876	49.867	0.000	26.188	48.608
Na	1.625	2.401	1.926	1.691	0.059	0.000	1.935
Al.	7.955	6.986	8.064	6.388	0.021	0.042	4.217
Si	29.654	6.920	27.936	31.747	0.907	0.782	18.074
Ba	1.257	1.324	1.385	2.001	0.007	0.008	0.914
Ca	2.107	1.717	1.613	1.063	0.004	0.065	0.920
K	5.169	5.125	5.480	3.843	0.027	0.214	3.247
Zr	0.574	6.869	0.947	0.754	0.028	69.470	32.967
Cr	0.028	0.044	0.000	0.001	25.451	0.030	0.052
Fe	0.283	0.078	0.043	0.000	0.058	0.025	0/015
Ni	0.122	0.055	0.044	0.007	64.603	0.088	0.114
Zn	0.188	0.193	0.192	2.709	0.000	0.045	0.328

6. WNIOSKI

- a) Gwarancją dobrego połączenia metal ceramika jest prawidłowo przeprowadzony proces technologiczny zalecany przez producenta.
- b) Wyniki badań makrostruktury pokazał na negatywny wpływ zbyt dużej wielkości gradacji (250 μm) obróbki powierzchni metalu przez piaskowanie tlenkiem glinu Al_2O_3 na ceramikę (popękanie).
- c) Badania za pomocą mikroskopu rentgenowskiego pozwoliła zaobserwować zmianę stężeń liniowych pierwiastków na granicy połączenia metal Ceramika. [2]
- d) Wyniki badań mikrostruktury wskazują na pseudodyfuzyjny charakter połączenia metal-ceramika.

LITERATURA

- [1] Cebula Dorota, Jerzy Wideoman: Badania Metalurgiczne Preparatyka i metody obserwacji Warszawa 1999.
- [2] Hajduga M., Królikowski Z.: Metaloznawstwo metali - przewodnik metodyczny do ćwiczeń laboratoryjnych, Uniwersytet Śląski Katowice 1978.
- [3] Majewski S.: Protetyka stałych uzupełnień zębowych, SZ-W, Kraków 1998
- [4] Włosiński W.: Połączenia ceramiczno – metalowe, PWN Warszawa 1984.

THE ANALYSIS OF A STRUCTURAL PROSTHETIC CONNECTION CERAMICS – METAL

Summary. The aim of the work is an analysis of connection structure between a ceramic material and a metallic substructure depending on presence or lack of an oxidised layer on the metal surface and the class of metal treatment by aluminium oxide which were conducted on one metal alloy and one ceramic material with various preparation of a base which was and was not recommended by the producer.

Results of metallographic researches of heads macrostructure were recorded on samples for analysis which were gained with the use of a stereoscopic microscope with a magnification of 10x, 200x, 500x. Changes of chemical elements concentration were analyzed by a rentgenographic microanalyzer Jeol J7 which was recorded on the border of metal-ceramics layers [1].