

UNIWERSYTET MEDYCZNY W ŁODZI
WYDZIAŁ LEKARSKI

Katedra Stomatologii Odtwórczej

Zakład Technik Dentystycznych

Rozprawa doktorska

**Wpływ parametrów obróbki
strumieniowo-ściernej na połączenie
metal - ceramika tłoczona**

mgr Ewa Pruszczyńska

Promotor: Prof. dr hab. inż. Leszek Klimek

Zakład Technik Dentystycznych

Katedra Stomatologii Odtwórczej Uniwersytetu Medycznego w Łodzi

Promotor pomocniczy: dr inż. Zofia Kula

Zakład Technik Dentystycznych

Katedra Stomatologii Odtwórczej Uniwersytetu Medycznego w Łodzi

Łódź 2020

Streszczenie

Postęp w technologii, materiałoznawstwie i biotechnologii nie ominął stomatologii i technik dentystycznych. Popularnymi pracami stały się konstrukcje metalowo-ceramiczne. Składają się one ze szkieletu metalowego i materiału licującego – ceramiki. Jednym z materiałów do licowania jest ceramika tłoczona. Oprócz obciążeń mechanicznych, znaczenie dla wytrzymałości uzupełnienia mają obciążenia termiczne. Zmiany temperatur pojawiające się podczas spożywania zimnych oraz ciepłych posiłków, a także znaczne różnice w przewodności cieplnej i rozszerzalności ceramiki i metalu mogą mieć istotny wpływ na trwałość połączenia ceramiki i metalu. Jedną z najczęściej spotykanych wad w protezach metalowo-ceramicznych jest pękanie i odpadanie porcelany od podbudowy metalowej.

Cel pracy:

1. zbadanie, czy przeniesienie parametrów obróbki strumieniowo-ścierniej (zastosowane ścierniwo oraz ciśnienie obróbki) pod ceramikę napalaną da takie same efekty w przypadku ceramiki dotłaczanej,
2. zbadanie wytrzymałości połączenia pomiędzy układem metal ceramika dotłaczana a metal - ceramika napalana,
3. ocena wpływu obciążeń termicznych na jakość połączenia metal – ceramika dotłaczana,
4. zbadanie wytrzymałości połączenia metal ceramika – dotłaczana po przygotowaniu powierzchni metalu węglikiem krzemu.

Do badań mających na celu sprawdzenie możliwości przeniesienia parametrów obróbki pod ceramikę napalaną w zastosowaniu do ceramiki tłoczonych wykorzystano próbki ze stopu chromo-kobaltowego Magnum Nitens. Ceramika tłoczona wykorzystana w badaniach, to CERGO KISS, firmy Degudent. W pierwszej serii przygotowano trzydzieści dziewięć (39) walców, podzielono na trzy grupy po 13 sztuk w każdej. Powierzchnie czołowe walców wszystkich grup zostały poddane obróbce strumieniowo-ścierniej. Jako materiału ściernego użyto korundu (Al_2O_3) o wielkości ziarna

110 μ m. Obrabiono używając ciśnienia strumienia 0,2MPa, 0,4MPa, 0,6MPa. Na tak przygotowanych powierzchniach wykonano pomiary chropowatości. Określono następujące parametry: Ra, Rz, Rt, Rc oraz RVo. W następnej kolejności dotłoczono ceramikę. Próbkę poddane zostały testowi ścinania. Uzyskane wartości były zbyt niskie. Po wykonaniu badań wytrzymałościowych na uzyskanych przełomach próbek wykonano badania fraktograficzne. We wszystkich wariantach obróbki otrzymano wartość wytrzymałości na ścinanie w granicach 7MPa. Badania fraktograficzne wykazały, że w wszystkich przypadkach pęknięcia następuje na granicy metal - ceramika. Zaproponowane parametry obróbek strumieniowo-ściernych nie zapewniły właściwych parametrów wytrzymałościowych połączenia. Przyczyną tak niskich wytrzymałości mogło być zastosowanie zbyt małego ziarna materiału ściernego, co spowodowało powstanie na obrabianej powierzchni nierówności zbyt małych do napłynięcia ceramiki tłoczony, która z uwagi na mniejszą temperaturę procesu ma zdecydowanie mniejszą lepkość niż ceramika napalana.

Do drugiej serii próbek użyto takich samych materiałów jak przy pierwszej. Próbkę podzielono na dwie podgrupy A i B. Przed napaleniem ceramiki, jedna z powierzchni czołowych walców została poddana obróbce strumieniowo-ściernej. Jako materiał ścierny w próbkach A wykorzystano Al₂O₃, zaś do obróbki powierzchni próbek B, posłużył SiC. W obu przypadkach zastosowano ścierniwo o wielkość ziarna 250 μ m. Na tak przygotowanych powierzchniach wykonano pomiary chropowatości poszerzając je o dodatkowe parametry takie jak: Rq, Ry, Rp, Rv, RSm, RLa, Rlo, Rlr, Rmr, Rpm. oraz badania swobodnej energii powierzchniowej (SEP).

Następnie na próbki dotłoczono ceramikę i podzielono je na 4 grupy badawcze: dwie poddane obróbce strumieniowo-ściernej Al₂O₃ lub SiC oraz dwie Al₂O₃ lub SiC i termocyklom. Następnie określono wytrzymałość na ścinanie technologiczne połączenia metal - ceramika tłoczona, próbek przed i po obciążeniach termocyklicznych oraz wykonano badania fraktograficzne.

Istotnie statystycznie różnice pomiędzy ścierniwem Al₂O₃ a SiC w większości pomiarów świadczą o tym, że obróbka strumieniowo-ścierna

ziarnem 250 μm stwarza lepsze warunki fizyczne do uzyskania pożądanego wzoru retencyjnego pod natłoczenie porcelany.

Wszystkie parametry chropowatości, próbek po obróbce z wykorzystaniem SiC osiągają wyższe wartości w porównaniu do tych samych parametrów powierzchni przygotowywanej z wykorzystaniem Al_2O_3 . Jedynym parametrem pozostającym na podobnym poziomie, w przypadku obu profili powierzchni, jest R_{10} , którego wartość w obu przypadkach oscylowała w granicach 0,85 μm .

Wyniki badań SEP wykazały wyższe wartości dla próbek po obróbce Al_2O_3 (29 mJ/m^2) niż dla próbek po obróbce SiC (27 mJ/m^2). Powierzchnia schropowana z wykorzystaniem Al_2O_3 charakteryzuje się 52% udziałem składowej polarnej. W przypadku powierzchni Co-Cr po obróbce SiC udział składowej polarnej wyniósł 7%.

We wstępnych badaniach wytrzymałościowych otrzymano wartość wytrzymałości na ścinanie technologiczne w granicach 7 MPa. W drugiej serii badań wytrzymałość jest porównywalna, niezależnie od zastosowanego ścierniwa w granicach 8 MPa.

Badania dowiodły, że termocykle obniżają w sposób istotny statystycznie wytrzymałość na ścinanie technologiczne. Natomiast obróbka strumieniowo-ścierna z wykorzystaniem SiC jest korzystniejsza z punktu widzenia wytrzymałości na ścinanie technologiczne układów poddanych obróbce termocyklicznej.

Przeprowadzone badania faktograficzne wykazały, że pękanie połączenia we wszystkich grupach w zdecydowanej większości przebiegało na granicy metal - ceramika z niewielkim udziałem przełomu w ramach ceramiki. Wyniki badań potwierdzają, że najsłabszym ogniwem w połączeniu metal ceramika tłoczona jest granica tego połączenia.

Wnioski

1. Parametry obróbki strumieniowo-ściernej stosowane pod napalanie ceramiki nie mogą być bezpośrednio przełożone na parametry pod ceramikę tłoczoną,
2. Wytrzymałość połączenia metal - ceramika dotłaczana jest mniejsza niż wytrzymałość połączenia metal - ceramika napalana.
3. Obciążenia termiczne, którym poddano przygotowane układy, zdecydowanie obniżają wytrzymałość połączenia metal - ceramika tłoczona.
4. Obróbka strumieniowo-ścierna węglikiem krzemu poprawia wytrzymałość połączenia po termocyklach

Summary

Progress in technology, materials science and biotechnology refers also to dentistry and dental techniques. Metal-ceramic constructions have become popular permanent works. They consist of metal foundation and a facing material – ceramics. One of facing materials is pressed ceramics. Apart from mechanical loads, thermal loads are significant for the strength of the supplement. Changes of temperature occurring while eating cold and hot meals, as well as large differences in thermal conduction and extensibility of ceramics and metal may have a significant influence on the strength of metal-ceramic joint. One of the most frequent disadvantages of metal-ceramic prostheses is bursting and chipping of ceramics from metal foundation.

The aim of the thesis

1. Examining if transferring the parameters of abrasive blasting treatment (the abrasive material and the treatment pressure used) for fired ceramics will provide the same results as for pressed ceramics,
2. testing the strength of the joint between the metal and pressed ceramics and metal - firing ceramics,
3. assessment of the impact of Thermocycles on the quality strength of the joint metal - ceramics,
4. examining of the strength between the metal and pressed ceramic joint- after preparation the metal surface with silicon carbide.

The aim of the thesis is examining the influence of abrasive blasting aiming at examining the potential of transferring the parameters of the treatment for firing of ceramics to the parameters of the treatment for pressed ceramics chrome-cobalt alloy Magnum Nitens samples were used. Pressed ceramics used in the research is CERGO KISS, by Degudent. In the first series thirty-nine (39) cylinders were prepared and divided into three groups, 13 items in each. The front surfaces of the cylinders of all groups underwent abrasive

blasting treatment. Corundum (Al_2O_3) of the grain size $110\ \mu\text{m}$ was used as an abrasive material. The samples were sandblasted with the stream pressure of 0,2 MPa, 0,4 MPa, 0,6 MPa. On such prepared surfaces roughness tests were made. The following parameters were determined: Ra, Rz, Rt, Rc oraz RVo. Subsequently, ceramics was pressed. The samples underwent strength tests of technological shearing. The values obtained were too low. After doing strength tests on the obtained samples sections, fractographic tests were made. In all types of the treatment the shearing strength value of around 7MPa was obtained. Fractographic tests showed that bursting in all cases occurred on the joint between metal and ceramics. The suggested parameters of abrasive blasting treatment did not provide appropriate strength parameters of the joint. The reason for such low strength might have been the use of abrasive material with too small grain, which caused occurring of irregularities on the treated surface that were not big enough for the pressed ceramics (which, because of the lower temperature of the process, has significantly smaller viscosity than fired ceramics) to flow.

In the second series of samples the same materials as in the first group were used. The samples were divided into two subgroups A and B. Prior to firing ceramics, one of the front surfaces of the cylinders underwent abrasive blasting treatment. As an abrasive material in the A samples Al_2O_3 was used, whereas SiC was used for the treatment of the surface of B samples. In both cases an abrasive material of the grain size $250\ \mu\text{m}$ was used. On such prepared surfaces roughness tests by adding parameters such as Rq, Ry, Rp, Rv, RSm, RLa, Rlo, Rlr, Rmr, Rpm.as well as free surface energy tests (SEP) were made. Then, ceramics was pressed on the samples and they were divided into four research groups: two sandblasted with Al_2O_3 or SiC and two sandblasted with Al_2O_3 or SiC and thermocycles. Then the technological shearing strength of the metal - pressed ceramics joint in the samples before and after thermocycles loads was determined and fractographic tests were made.

Statistically valid differences between abrasive materials Al_2O_3 and SiC in most parameters prove that abrasive blasting treatment with the

grain of 250 μm creates better physical conditions for obtaining a desired retention pattern for ceramics pressing.

All roughness parameters of the samples after the treatment with the use of SiC reach higher values in comparison with the same parameters of the surface prepared with the use of Al_2O_3 . The only parameter staying at a similar level in both surface profiles is R_{io} whose value in both cases amounted around 85 μm .

SEP research results showed higher values for the samples after the treatment carried out with the use of Al_2O_3 (29 mJ/m^2) than for those treated with SiC (27 mJ/m^2). The surface sandblasted with the use of Al_2O_3 is characterised by 52 % share of a polar component. In the Co-Cr surface treated with SiC the share of a polar component amounted 7%.

In the preliminary strength tests the obtained value of technological shearing strength amounted around 7 MPa. In the second series of tests, the strength is similar: around 8MPa, irrespective of the abrasive material used. The tests proved that thermocycles decrease technological shearing strength in a statistically valid way. Abrasive blasting treatment with the use of SiC is, on the other hand, more beneficial from the point of view of technological shearing strength of systems that underwent thermocycles treatment.

Fractographic tests that were made showed that bursting in all groups occurred on the joint between metal and ceramics in the majority of cases, with a small share of a section within ceramics. The results of tests show that the weakest part in the metal-pressed ceramics joint is the border of this joint.

Conclusions

1. The parameters of abrasive blasting treatment used in firing of ceramics cannot be directly transferred to the parameters for pressed ceramics.
2. The strength of the metal-pressed ceramic joint is lower than the metal-ceramic joint.
3. Thermocycles that acted on the prepared systems decrease a metal-pressed ceramics joint significantly.

4. Abrasive blasting with silicon carbide improves joints after thermocycles