

Patrycja SZYMCZYK, Andrzej PAWLAK, Grzegorz ZIÓLKOWSKI, Bogdan DYBAŁA, Edward CHLEBUS, Centrum Zaawansowanych Systemów Produkcyjnych, Politechnika Wroclawska, Wrocław

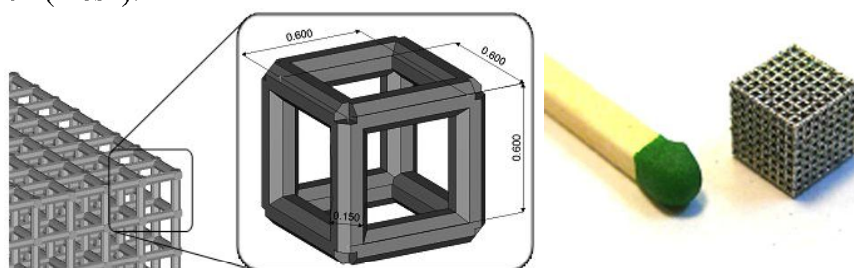
CHARAKTERYZACJA GEOMETRYCZNA I MECHANICZNA SKAFFOLDÓW ZE STOPU Ti6Al7Nb WYTWORZONYCH W TECHNOLOGII LASEROWEJ MIKROMETALURGII

Streszczenie: Praca przedstawia wyniki badań struktur mikroskaffoldów wytwarzanych ze stopu Ti6Al7Nb, w technologii laserowej mikrometalurgii proszków metali. Opracowana technologia wytwarzania mikrostruktur kratowych, umożliwia produkowanie regularnie porowatych struktur, składających się z porów w kształcie sześciangu z walcowymi belkami wpisanymi w jego krawędzie. Celem badań było opracowanie metodologii oceny i charakteryzacji wytworzonych struktur.

Słowa kluczowe: skaffold, Ti6Al7Nb, mikrotomografia komputerowa, SLM,

1. WSTĘP

Technologie przyrostowe posiadają istotną przewagę nad technologiami konwencjonalnymi, polegającą na możliwości kształtowania geometrycznego obiektów, niemal pozbawionych ograniczeń co do kształtów i struktury wewnętrznej wyrobów. Dzięki tym technologiom możliwe jest wytwarzanie swobodnie ukształtowanych kanałów, zamkniętych gniazd wewnątrz części, a nawet skomplikowanych struktur kratowych (lattice), czy siatkowych (mesh).



Rys. 1. Geometria komórki elementarnej wytwarzanych skaffoldów (z lewej) i wyprodukowany sześciang z tą strukturą o wymiarze komórki 600 μm , uzyskany z przetopionego proszku stopu Ti6Al7Nb (z prawej)

Opracowana technologia wytwarzania mikroskaffoldów z biogodnego stopu tytanu (Ti6Al7Nb), umożliwia produkowanie regularnie porowatych struktur, składających się z porów w kształcie sześciangu z walcowymi belkami wpisanymi w jego krawędzie (rys. 1). Średnice otrzymanych prętów sięgają 180 μm , natomiast odległość pomiędzy osiami kolejnych belek została zredukowana do 600 μm , co w rezultacie pozwoliło otrzymać strukturę o regularnych, przelotowych kanałach o rozmiarze $\sim 420 \mu\text{m}$. Zgromadzone podczas studium literaturowego informacje, ze względu na znaczne różnice wynikające

przede wszystkim z technologii wytwarzania skaffoldów, nie pozwalają na wyodrębnienie idealnej struktury, która zapewnić będzie efektywny przerost i różnicowanie komórek. Wielkość uzyskanych porów w analizowanych strukturach jest wystarczająca z punktu widzenia proliferacji komórek służących odbudowie tkanki kostnej, co potwierdzają obecnie prowadzone badania na komórkach [1-4].

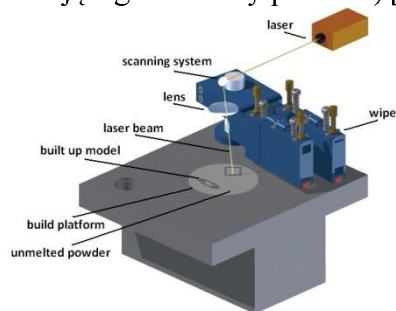
Charakteryzacja geometrii skomplikowanych struktur wewnętrznych, wytworzonych skaffoldów kostnych za pomocą technologii generatywnych, jest niezbędna w przypadku oceny jakości wytworzonych elementów. Według aktualnej wiedzy autorów w literaturze nie ma przedstawionej metody charakteryzacji skaffoldów obejmującej wyznaczenie parametrów geometrycznych skaffoldu w przedstawiony sposób wraz z analizą powierzchni i jednoczesną walidacją metody.

Na potrzeby oceny dokładności produkowanych skaffoldów opracowana została metoda wykorzystująca uzupełniające się metody skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM) oraz mikrotomografii komputerowej (μ CT). Połączenie obu metod daje możliwość całościowej charakteryzacji badanych struktur, ponadto możliwa jest walidacja metody μ CT względem wyników uzyskanych za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego.

Przedstawiona metoda pozwala na charakterystykę wszystkich znaczących parametrów geometrycznych struktury skaffoldów kostnych przedstawionych w literaturze tematu (jakość powierzchni, porównanie geometrii rzeczywistej i nominalnej, grubość belek skaffoldu, porowatość całkowita, porowatość i średnica pojedynczej komórki elementarnej, wielkość połączeń pomiędzy nimi oraz stosunek powierzchni do objętości skaffoldu).

2. TECHNOLOGIA SELECTIVE LASER MELTING (SLM)

Technologia Selective Laser Melting (SLM), będąca przykładem technik opartych na mikrometalurgii proszków, jest metodą opartą na miejscowym przetapianiu proszku metalu z indywidualnie dobranymi parametrami procesu warstwa po warstwie, za pomocą lasera dużej mocy (laser Nd:YAG moc max.: 100W). Kolejne warstwy modelu budowane są z nowo naniesionego proszku, bezpośrednio na poprzednich warstwach co zapewnia trwałe połączenie w obrębie całego modelu. Proszek metalu jest podawany za pomocą ruchomego zgarniacza (nanoszącego i wyrównującego warstwy proszku) [5].



Rys. 2. Schemat urządzenia wykorzystywanego do badań nad procesem SLM

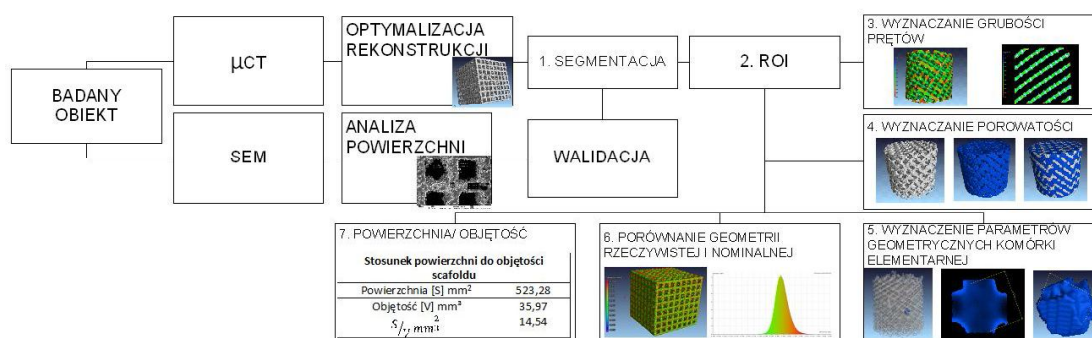
Proces wytwarzania wyrobów za pomocą technologii SLM jest procesem dyskretnym. Budowa obiektów w technologii generatywnej jest procesem warstwowym a każda warstwa powstaje ze ściegów stopionego laserem metalu tworząc skany liniowe. Odpowiednie sterowanie tymi parametrami jak i dobór strategii skanowania kolejnych warstw wpływa na własności mechaniczne otrzymanych wyrobów, głównie ze względu na zastosowany materiał i gęstość materiału wyjściowego [6-8].

Wszelkie badania przeprowadzone podczas optymalizacji procesu pod kątem odpowiedniego doboru parametrów technologicznych, umożliwiających wytwarzanie mikrostruktur kratowych, wykonane zostały na urządzeniu realizującym technologię SLM,

pozwalającym na skupienie wiązki lasera Nd:YAG o mocy 100W do średnicy 100 μ m. Modele wytwarzane były z warstw proszku Ti6Al7Nb o średnicach cząstek mniejszych niż 45 μ m, których grubości wynosiły 20 i 50 μ m. Schemat urządzenia przedstawiono na rys. 2.

3. CHARAKTERYZACJA GEOMETRYCZNA

Mając na uwadze złożony kształt, jakim charakteryzują się struktury przestrzenne o otwartej porowatości jakimi są skaffoldy, problemem staje się ich dokładna charakteryzacja, zwłaszcza tak istotnych ich cech jak powierzchnia, jej jakość, porowatość całkowita, czy średnica i porowatość pojedynczej komórki elementarnej oraz wielkości połączeń między kolejnymi porami. W dobie zaawansowanych technologii z dziedziny inżynierii odwrotnej, pojawiają się nowe możliwości oraz narzędzia umożliwiające dokonanie nieniszczących badań oceniających skomplikowane struktury o otwartej porowatości wewnątrz objętości analizowanego przedmiotu.



Rys.3. Opracowana metoda charakteryzacji wytwarzanych struktur

3.1. Charakteryzacja cyfrowa parametrów geometrycznych skaffoldów

Proces akwizycji danych za pomocą μ CT składa się z trzech podstawowych etapów. Pierwszy etap to zapis danych z projekcji badanego elementu. Drugi etap obejmuje rekonstrukcję zebranych projekcji pozwalającą na uzyskanie trójwymiarowych mapy gęstości badanego elementu w postaci skali szarości. Trzeci etap obejmuje analizę zrekonstruowanych danych za pomocą odpowiedniego oprogramowania.

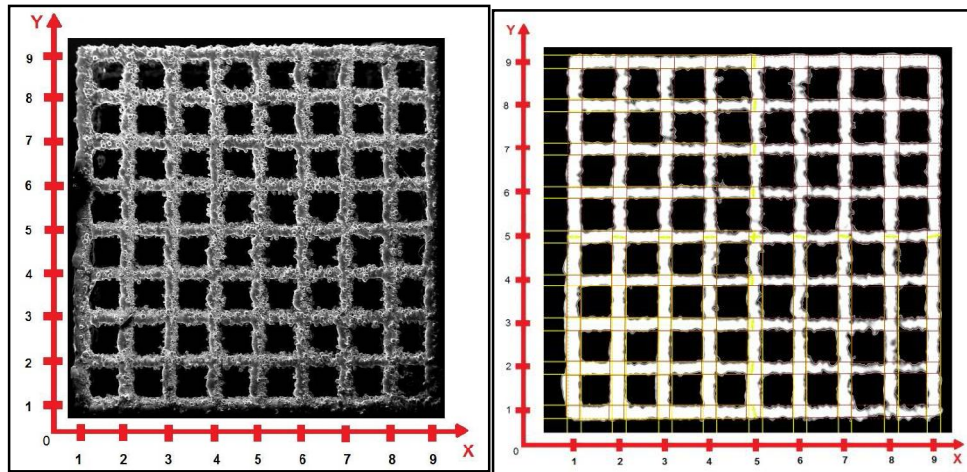
Przeprowadzona optymalizacja rekonstrukcji, polegała na uzyskaniu jak największej rozdzielczości przestrzennej badanego obiektu. Analizę danych przeprowadzono w oprogramowaniu Volume Graphics VG Studio MAX 2.0. Otrzymane podczas rekonstrukcji dane, poddane zostały automatycznej segmentacji z wykorzystaniem zaawansowanego poszukiwania krawędzi. Zastosowano automatyczną segmentację w celu zapewnienia powtarzalności pomiarów i uniknięcia wpływu operatora. Następnie wyznaczono region zainteresowania ROI (Region of Interest) pozwalający na powtarzalne porównywanie geometrii dla różnych skaffoldów. Mając tak przygotowany model bryłowy analizowanego skaffoldu, można było przystąpić do jego szczegółowej analizy (Rys. 3).

3.2. Charakteryzacja optyczna powierzchni belek skaffoldów

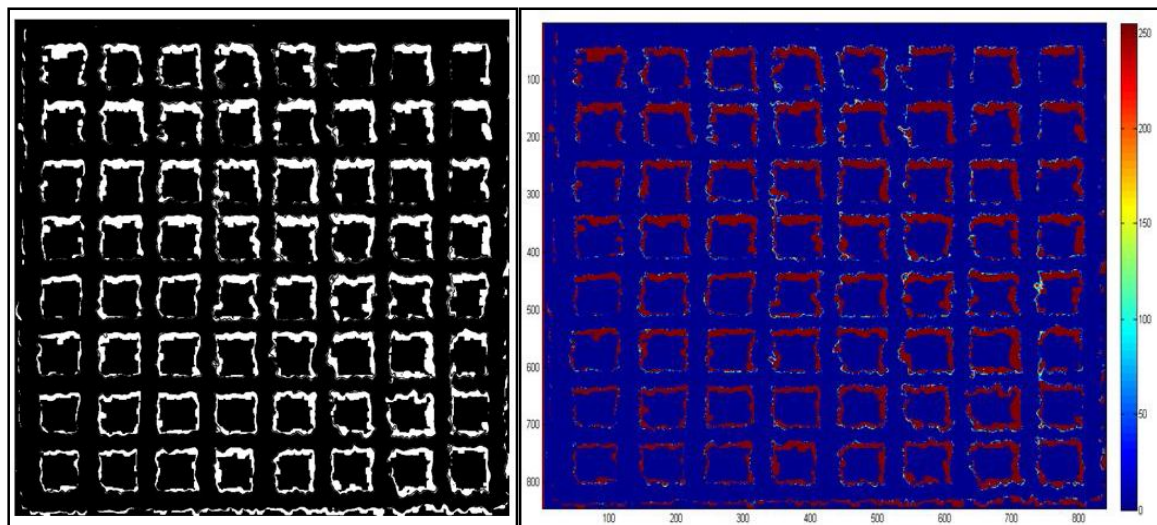
Analiza powierzchni badanej próbki została wykonana za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego, jako uzupełnienie wyników. Przeprowadzone pomiary wykonano w celu walidacji metody mikrotomografii komputerowej, mającej na celu zbadanie zgodności otrzymanych wyników. Wykonane zostały zdjęcia powierzchni, służące zobrazowaniu jakości wykonanych powierzchni belek w skaffoldach, a także dokonaniu pomiarów otrzymanych porów oraz średnic wytworzonych belek w strukturze.

3.3. Walidacja metod cyfrowej oraz optycznej

W celu porównania pomiarów uzyskanych przedstawionymi metodami, porównano zdjęcia SEM z przekrojami μ CT. W tym celu wybrano płaszczyznę pomiarową, jednakową dla obu metod, oznaczono pręty w strukturze na płaszczyźnie skaffoldu dążąc do ujednoczenia pomiaru, przeprowadzono pomiary średnic prętów w oprogramowaniu Volume Graphics oraz w oprogramowaniu obsługującym SEM (Rys. 4), dzięki temu wyznaczono średnią wartość średnicy z kilku pomiarów, oraz przeprowadzono analizę porównawczą zdjęć uzyskanych metodami SEM i μ CT przy pomocy narzędzia MATLAB.



Rys.4. Pomiar średnic prętów na obrazie SEM (z lewej) i na przekroju μ CT (z prawej)



Rys.5. Analiza porównawcza zdjęć uzyskanych metodami SEM i μ CT (z lewej) i otrzymana mapa odchyłek (z prawej)

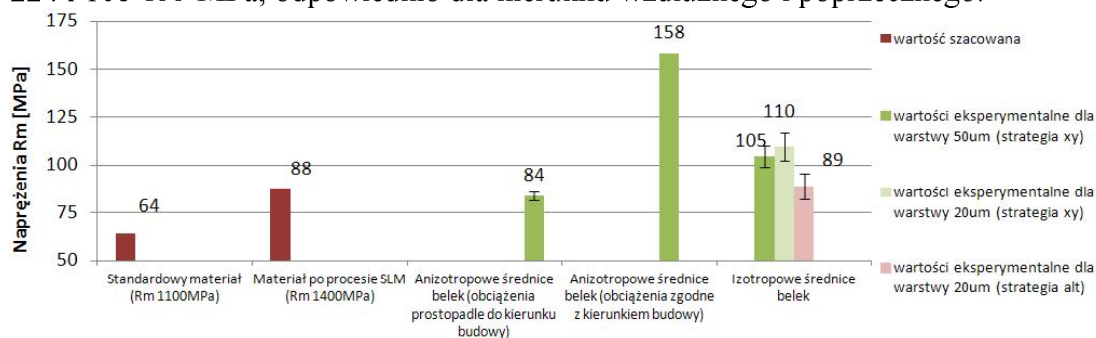
Porównanie danych pochodzących z pomiarów μ CT i SEM wykazało dużą zbieżność w uzyskanych wynikach. Odchyłki w grubości beleczek kostnych dla obu metod nie przekraczają $10\mu\text{m}$, co oznacza dużą dokładność prezentowanej metody (Rys.5). Dzięki bardzo dokładnym rekonstrukcjom cyfrowym otrzymanym z tomografii komputerowej, można w sposób nieinwazyjny dokonywać analizy i charakteryzacji wytwarzanych struktur. Dzięki modelowi cyfrowemu wyznaczenie grubości beleczek, porowatości zarówno globalnej struktury jak i materiału, porównanie geometrii rzeczywistej

i nominalnej, wyznaczenie parametrów geometrycznych komórki elementarnej (średnica, wielkość połączeń pomiędzy komórkami elementarnymi), czy wyznaczenie stosunku powierzchni do objętości, nie stanowi problemu, a uzyskane wyniki są bardzo precyzyjne [9-11].

4. CHARAKTERYZACJA MECHANICZNA

Przeprowadzone statyczne próby ściskania wyprodukowanych struktur, niezależnie od wykorzystanych strategii skanowania podczas wytwarzania, przekraczają wartości naprężeń których oczekiwano. Wartości szacunkowe obliczono na podstawie powierzchni pola przekroju prętów wrzeczywistości przenoszącej naprężenia. Zakładając wytrzymałość materiału na ściskanie osiągniętą dla litych próbek o takich samych wymiarach zewnętrznych wytworzonych jak analizowane skaffoldy ze stopu Ti6Al7Nb w technologii SLM na poziomie 1500 ± 65 MPa, oraz przeliczając ją na powierzchnię przekroju 81 prętów w próbce o średnicy $180 \mu\text{m}$, maksymalne wartości obciążenia przyłożone do powierzchni sześcienniej próbki w warunkach idealnych powinny sięgać ok. 88 MPa. Eksperymentalne badania ściskania wytworzonych struktur z grubościami warstw 20 i $50 \mu\text{m}$ osiągają wartości, odpowiednio 109 i 105 MPa (rys. 6). Widoczny jest nieznaczny wpływ zastosowanej grubości warstwy czy odmiennej strategii na otrzymywane wyniki naprężeń. Istotny wpływ posiada orientacja wytwarzanych próbek względem platformy procesowej.

Odnosząc otrzymane wartości testów ściskania do wartości tkanek kostnych, które struktury te mają docelowo zastępować, należy pamiętać o ich anizotropii i ich odmiennych wartości zależnych od struktury, lokalizacji anatomicznej i kierunku obciążenia. Wytrzymałość na ściskanie kości korowej w zależności od kierunku przyłożenia siły wynosi 131-224 i 106-133 MPa, odpowiednio dla kierunku wzdłużnego i poprzecznego.



Rys.6. Wyniki statycznych prób ściskania wytworzonych struktur dla różnych grubości warstw, orientacji próbki względem platformy oraz wykorzystanej strategii skanowania

Struktura korowa kości wykazuje wyższe własności mechaniczne niż tkanka gąbczasta. Przyjmuje się, że wytrzymałość i moduł sprężystości kości gąbczastej są o około 20 razy mniejsze niż w przypadku kości zbitej [12].

5. PODSUMOWANIE

Opisana metoda charakteryzacji, pozwala na precyzyjne i nieniszczące analizowanie skomplikowanych geometrycznie struktur przestrzennych, jakimi są skaffoldy. Jednocześnie dzięki uzyskanemu modelowi cyfrowemu, możliwe jest wyznaczenie wszystkich parametrów geometrycznych struktur skaffoldów kostnych wymienianych w literaturze tematu. Przeprowadzona charakteryzacja mechaniczna wytworzonych struktur kratowych, potwierdza hipotezę autorów odnośnie możliwości analitycznego szacowania wytrzymałości na ściskanie z wykorzystaniem prawa Hooke'a, a otrzymane wyniki pozwalają na pełne

definiowanie materiału struktury, pozwalając na przeprowadzenie analiz wytrzymałościowych z wykorzystaniem Metody Elementów Skończonych [13].

LITERATURA

- [1] Murphy CM., Haugh MG., O'Brien FJ.: The effect of mean pore size on cell attachment, proliferation and migration in collagen-glycosaminoglycan scaffolds for tissue engineering. *Biomaterials*; 31(3), 2010, s.461-466
- [2] Yan Wang, Yifu Shen, Zhiyang Wang, Jialin Yang, Ning Liu, Wenrong Huang, Development of highly porous titanium scaffolds by selective laser melting, *Materials Letters*, 64, 2010, s.674-676
- [3] Lichte P., Pape H.C., Pufe T., Kobbe P., Fischer H.: Scaffolds for bone healing: Concepts, materials and evidence; *Injury*, 42, 2011, s.569-573
- [4] Elema, H. ; de Groot, J.H. ; Nijenhuis, A.J. ; Pennings, A.J. ; Veth, R.P.H. ; Klompmaker, J., et al. (1990). Biological evaluation of porous biodegradable polymer implants in menisci. *Colloid and Polymer Science*, Vol. 268, 1082–1088
- [5] Chlebus E., Kurzynowski T.: Przegląd technik Rapid Prototyping do budowy metalowych modeli prototypowych, *Górnictwo Odkrywkowe*, nr 5/6, 2006 R. 48, s.71-74
- [6] Kurzynowski T., Chlebus E., Kuźnicka B., Dybała B.: SLM processing of metal powders, *Conference Proceedings ICMR09, The University of Warwick UK*, 2009
- [7] Yadroitsev I., Bertrand Ph., Smurov I.: Parametric analysis of selective laser melting process, *Applied Surface Science*, 253, 2007, s.8064-8069
- [8] Yasa E., Deckers J., Kruth J.P.: Investigation of the influence of laser re-melting on density, surface quality and microstructure of selective laser melting parts; *Rapid Prototyping Journal*, 17/5, 2011, s.312-327
- [9] Hasan R., Mines R., Fox P.: Characterization of selectively laser melted Ti-6Al-4V micro-lattice struts, *Procedia Engineering*, Vol. 10, 2011, s.536-541
- [10] Mines R.: On the Characterisation of Foam and Micro-lattice Materials used in Sandwich Construction, *Strain*, Vol. 44, 2008, s.71-83
- [11] Santorinaios M., Brooks W., Sutcliffe C.J., Mines R.A.W.: Crush behavior of open cellular lattice structures manufactured using selective laser melting, *WIT Transaction on The Built Environment*, Vol. 85, 2006, s.481-490
- [12] Weiner S. "THE MATERIAL BONE: Structure-Mechanical Function Relations", *Annu. Rev. Mater. Sci.* 28:271-298 1998
- [13] Chlebus E., Kuźnicka B., Kurzynowski T., Dybała B.: Microstructure and mechanical behaviour of Ti—6Al—7Nb alloy produced by selective laser melting, *Materials Characterization*, Vol. 62, Issue 5, May 2011, s.488–495

GEOMETRICAL AND MECHANICAL CHARACTERIZATION OF SCAFFOLDS MANUFACTURED FROM Ti-6Al-7Nb BY LASER MICROMETALLURGY – SLM

Abstract: This paper presents the investigation results on Ti6Al7Nb micro scaffold structures, manufactured in metal powder Selective Laser Melting process. Developed technology of manufacturing lattice microstructures, can produce regular porous structure consisting of pores in the shape of a cube with cylindrical beams entered in the edges. The aim of the study was to develop a methodology for the evaluation and characterization of the produced structures.