

Agata SAMBOK-KIEŁBOWICZ¹, Witold WALKE²

¹SKN Inżynierii Biomateriałów „Synergia”, Katedra Biomateriałów i Inżynierii Wyrobów Medycznych, Politechnika Śląska, Zabrze

²Katedra Biomateriałów i Inżynierii Wyrobów Medycznych, Politechnika Śląska, Zabrze

OCENA MIKROSTRUKTURY ORAZ WYBRANYCH WŁASNOŚCI UŻYTKOWYCH WKŁADÓW KORONOWO-KORZENIOWYCH

Streszczenie: W pracy przeprowadzono ocenę mikrostruktury oraz wybranych własności użytkowych wkładów koronowo-korzeniowych stosowanych w stomatologii. W szczególności przeprowadzono obserwacje mikroskopowe struktury, badania mikrotwardości oraz odporności korozyjnej metodą potencjodynamiczną. Do badań wytypowano wkłady wykonane ze stopów na osnowie Ni, Co, Au oraz Ti. Celem przeprowadzonych badań było określenie przydatności poszczególnych stopów stosowanych do wytwarzania tego typu wyrobów. Na podstawie uzyskanych wyników określono wkład o najkorzystniejszym zespole własności fizykochemicznych umożliwiającą w sposób prawidłowy leczenie protetyczne.

Słowa kluczowe: wkłady koronowo-korzeniowe, stopy na osnowie Ni, Co, Au i Ti, mikrostruktura, mikrotwardość, odporność korozyjna

1. WSTĘP

Wkłady koronowo-korzeniowe pełnią funkcję odbudowującą strukturę znacznie zniszczonej korony zęba. Składają się z części koronowej, tworzącej substytut uszkodzonej części naddziąsłowej zęba oraz z części korzeniowej umieszczonej wewnątrz kanału. Na część koronową zostaje nadbudowane uzupełnienie protetyczne, natomiast zrekonstruowana część korzeniowa stanowi element retencyjny [1]. Współcześnie szczególnie istotnym aspektem jest dobranie odpowiednich własności mechanicznych, które w przypadku źle dobranych wartości mogą powodować odkształcenia, utratę retencji, a nawet uszkodzenia pozostałej zdrowej struktury zęba. Odpowiednią odporność na degradację układu stomatognatycznego można uzyskać poprzez selekcję różnych aspektów współczesnych wkładów. Aktualnie istnieje możliwość wykonywania wkładów z różnego typu materiałów, gdzie właściwości powinny być dostosowane do warunków użytkowych. W pracy przeprowadzono badania, umożliwiające ocenę przydatności stosowania wytypowanych materiałów metalowych do wytwarzania wkładów koronowo-korzeniowych [2-5]. Dlatego też celem pracy była ocena przydatności proponowanych stopów metali nieżelaznych do wytwarzania wkładów koronowo-korzeniowych. Dla zrealizowania wyżej sformułowanego celu przeprowadzono badania, których zakres obejmował: obserwacje mikroskopowe, pomiary mikrotwardości oraz badania odporności korozyjnej metodą potencjodynamiczną.

2. MATERIAŁ I METODYKA BADAŃ

Do badań wytypowano aktualnie stosowane wkłady koronowo-korzeniowe wykonane ze stopów: Ti-6Al-4V, Au-Pd, Co-Cr-Mo oraz Ni-Cr-Mo – tabela 1.

Tabela 1. Skład chemiczny materiałów (główne pierwiastki stopowe), z których wykonano wkłady koronowo-korzeniowe [6,7]

Rodzaj stopu	Pierwiastek, % mas.											
	Ti	Al	V	Au	Pd	Co	Ni	Cr	Mo	Fe	Ag	Be
Ti-6Al-4V	reszta	5,5	3,5	-	-	-	-	-	-	0,3	-	-
Au-Pd	-	-	-	reszta	25	-	-	-	-	-	4	-
Co-Cr-Mo	-	-	-	-	-	reszta	-	30	6-8	-	-	-
Ni-Cr-Mo	-	-	-	-	-	-	reszta	20	9,5	1	-	2

Próbki do badań metalograficznych oraz pomiarów mikrotwardości pobrano z wkładów wykonując zglądy metalograficzne wzdłużne i poprzeczne. Wszystkie zglądy zostały przygotowane z wykorzystaniem urządzeń firmy Struers. Z kolei do badań potencjodynamicznych wykorzystano gotowe postacie wkładów koronowo-korzeniowych.

2.1. Badania metalograficzne mikroskopowe

Ocena mikrostruktury poszczególnych stopów, z których wykonano wkłady, została przeprowadzona na trawionych zglądach wzdłużnych i poprzecznych, w zakresie powiększeń 100-1000x z wykorzystaniem mikroskopu świetlnego ZEISS Observer.Z1m

2.2 Pomiary mikrotwardości

Pomiary mikrotwardości wkładów koronowo-korzeniowych przeprowadzono za pomocą metody Vickersa przy obciążeniu F wynoszącym 0,9801 N. Badanie zostało przeprowadzone z wykorzystaniem mikrotwardościomierza firmy Struers DuraScan. Pomiar wykonano na zglądach wzdłużnych i poprzecznych wykonując po 5 pomiarów dla każdego wkładu.

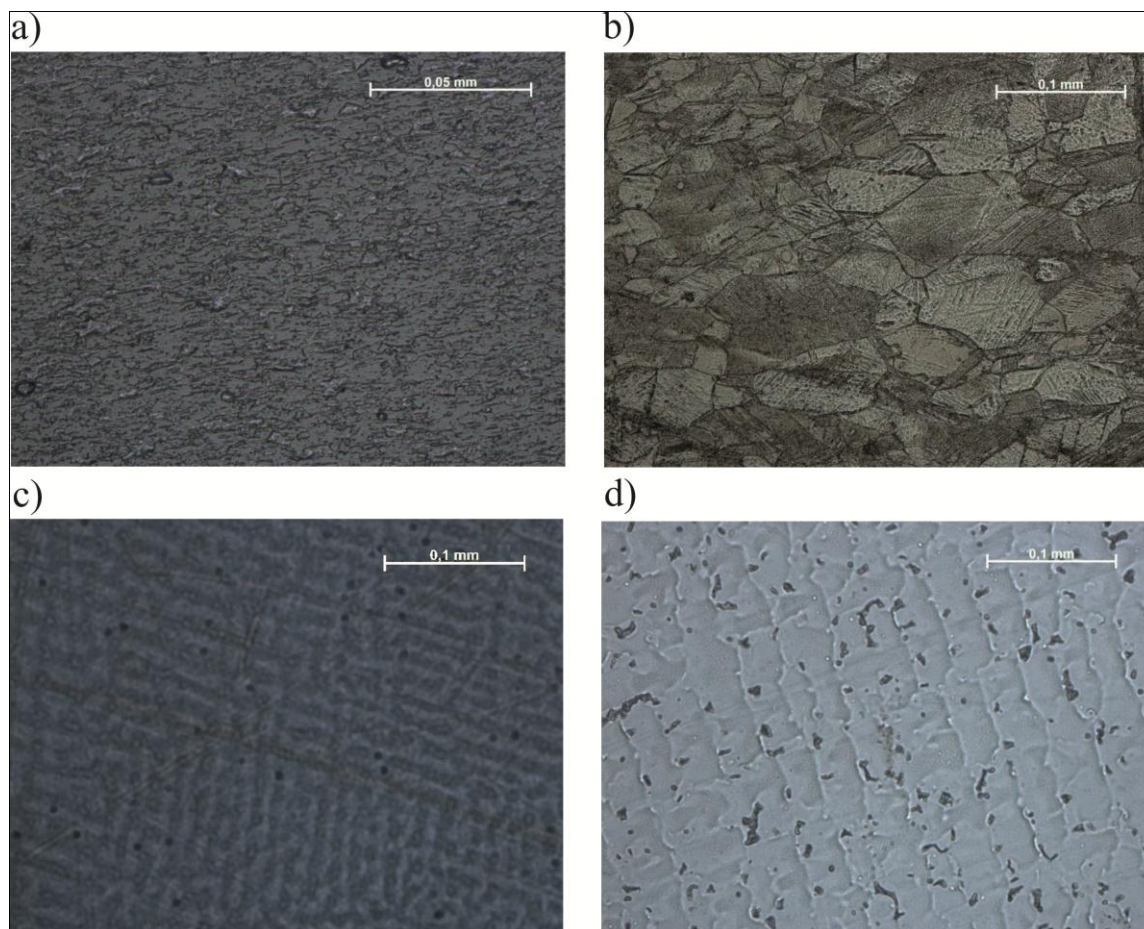
2.2. Badania potencjodynamiczne

W ramach badań potencjodynamicznych przeprowadzono badanie odporności na korozję wżerową zgodnie z normą PN-EN ISO 10271:2012 [8]. Do tego celu zbudowano stanowisko pomiarowe wyposażone w potencjostat VoltaLab PGP201, celę elektrochemiczną z podwójną ścianką umożliwiającą utrzymanie stałej temperatury, zestaw elektrod (nasycona elektroda kalomelowa oraz elektroda platynowa) oraz komputer z oprogramowaniem VoltaMaster 4. Próbki podczas badania zatopione były w roztworze sztucznej śliny o składzie chemicznym zgodnym z normą PN-EN ISO 10993-15 [9]. Badania rozpoczynano od ustalenia potencjału otwarcia E_{OCP} . Następnie próbki polaryzowano w kierunku anodowym z szybkością zmian potencjału 1 mV/s od wartości potencjału $E_{start} = E_{OCP} - 100$ mV. Po uzyskaniu wartości potencjału $E = +4000$ mV lub gęstości prądu 1 mA/cm² zmieniano kierunek polaryzacji rejestrując tym samym krzywą powrotną. Na podstawie otrzymanych krzywych wyznaczono charakterystyczne wielkości określające odporność na korozję wżerową, tj.: potencjał korozyjny, potencjał przebicia lub transpasywacji, potencjał repasywacji oraz opór polaryzacji (met. Sterna).

3. WYNIKI BADAŃ

3.1. Wyniki badań metalograficznych mikroskopowych

Mikrostruktura stopu Ti-6Al-4V to struktura dwufazowa zawierająca dyspersyjne wydzielenia fazy α i β (będąca wynikiem obróbki cieplnej w obszarach temperaturowych α i β) charakterystyczna dla stopu po obróbce plastycznej i wyżarzaniu – rys. 1a. Z kolei w mikrostrukturze stopu Au-Pd ujawniono metastabilną uporządkowaną fazę AuPd(II), która może tworzyć się wewnątrz ziarn fazy α_0 i jest bogata w Ag oraz uporządkowaną fazę AuPd(I) na granicach ziarn. Wewnątrz ziarn widoczne są pasma poślizgu powstałe w wyniku procesu technologicznego – rys. 1b. Mikrostruktura stopu Co-Cr-Mo w stanie lanym – osnową jest roztwór stały składników stopowych w fazie β -Co. W obrębie krystalitów występują mikrosegregacje dendrytyczne, w przestrzeniach międzydendrytycznych i wzdłuż granic krystalitów rozmieszczone są wydzielenia pierwotne o charakterze ciągłym (węglik $M_{23}C_6$) na granicach i wewnątrz ziarn – rys. 1c. Mikrostruktura stopu Ni-Cr-Mo w stanie lanym, osnową jest roztwór stały składników stopowych w fazie β -Ni. W obrębie krystalitów występują mikrosegregacje dendrytyczne, w przestrzeniach międzydendrytycznych i wzdłuż granic krystalitów rozmieszczone są wydzielenia pierwotne węglików $M_{23}C_6$ na granicach i wewnątrz ziarn – rys. 1d.



Rys. 1. Mikrostruktura stopów stosowanych do wytwarzania wkładów koronowo – korzeniowych, zgląd wzdłużny, trawiony: a) Ti-6Al-4V – pow. 500x, b) Au-Pd – pow. 200x, c) Co-Cr-Mo – pow. 200x, d) Ni-Cr-Mo – pow. 200x

3.2. Wyniki pomiarów mikrotwardości

Wyniki pomiaru mikrotwardości metodą Vickersa przedstawiono w poniższej tabeli 2.

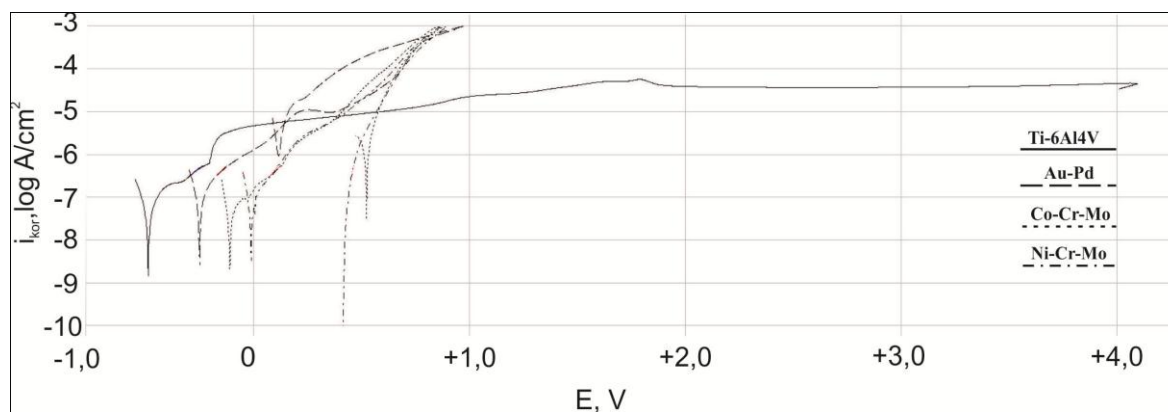
Tabela2. Wyniki pomiaru twardości Vickersa [HV0,1] badanych próbek

Nr	Rodzaj stopu (zgląd)							
	Ti-6Al-4V		Au-Pd		Co-Cr-Mo		Ni-Cr-Mo	
	wzdłużny	poprzeczny	wzdłużny	poprzeczny	wzdłużny	poprzeczny	wzdłużny	poprzeczny
1	379	382	156	155	374	375	224	224
2	383	380	154	155	376	375	220	222
3	370	369	154	154	365	368	228	226
4	374	375	157	159	379	376	224	226
5	383	383	159	157	378	378	223	221
Średnia	377		156		374		224	

Badania wykazały, że najwyższą twardością charakteryzują się stopy na osnowie tytanu oraz kobaltu (Ti-6Al-4V – 377 HV0,1; Co-Cr-Mo – 374 HV0,1), natomiast najniższą - stop na osnowie złota – Au-Pd – 156 HV0,1. Z kolei średnia wartość twardości stopu na osnowie niklu wynosi 224 HV0,1

3.2. Wyniki badań potencjodynamicznych

Krzywe polaryzacji uzyskane podczas badań potencjodynamicznych dla wytypowanych wkładów koronowo-korzeniowych przedstawiono na rys. 2.



Rys. 2. Krzywe polaryzacji wyznaczone dla wkładów koronowo-korzeniowych wykonanych ze stopów: Ti-6Al-4V, Au-Pd, Co-Cr-Mo, Ni-Cr-Mo – postać logarytmiczna

Na podstawie wyznaczonych krzywych określono charakterystyczne wielkości opisujące odporność na korozję wżerową wkładów koronowo-korzeniowych, które zestawiono w tabeli 3. Najwyższą wartość potencjału korozyjnego uzyskano dla stopu Ni-Cr-Mo – $E_{kor} = -9$ mV, z kolei najniższą wartością charakteryzuje się stop Ti-6Al-4V – $E_{kor} = -456$ mV. Wartości potencjału przebicia dla wkładów wykonanych z stopów: Au-Pd, Cr-Ni-Mo, Ni-Cr-Mo były zbliżone i mieściły się w zakresie $E_{tr} = +626 \div +646$ mV. Dla wkładu koronowo-korzeniowego wykonanego z Ti-6Al-4V w całym zakresie pomiarowym nie stwierdzono gwałtownego przyrostu gęstości prądu, co świadczy o perfekcyjnej pasywacji do wartości potencjału +4000mV.

Tabela 3. Wyniki badań odporności na korozję wżerową

Rodzaj stopu	E_{kor} , [mV]	R_p , [$k\Omega cm^2$]	i_{kor} , [$\mu A/cm^2$]	E_b , [mV]
Ti-6Al-4V	-456	639	0,041	>+4000
Au-Pd	-247	205	0,126	+646
Co-Cr-Mo	-100	489	0,053	+626
Ni-Cr-Mo	-9	277	0,093	+645

4. PODSUMOWANIE

Istnieje możliwość wykonywania wkładów z różnego typu materiałów, gdzie właściwości powinny być dostosowane do warunków użytkowych. Stąd też w pracy przeprowadzono szereg badań, których celem stanowiła ocena przydatności stosowania wytypowanych materiałów metalowych do wytwarzania wkładów koronowo-korzeniowych. Dla zrealizowania wyżej sformułowanego celu przeprowadzono wybrane badania dla wkładów wykonanych ze stopów Ti-6Al-4V, Au-Pd, Co-Cr-Mo i Ni-Cr-Mo. Pierwszy etap stanowiła ocena jakości materiału, z którego wykonano wkłady koronowo-korzeniowe pod względem struktury. Na podstawie obserwacji mikroskopowych stwierdzono, że mikrostruktura wszystkich badanych materiałów odpowiada zaleceniom normatywnym. Przeprowadzone badania mikrotwardości metodą Vickersa wykazały znaczące różnice między poszczególnymi wkładami. Twardość wkładów jest niezwykle istotna biorąc pod uwagę ich warunki użytkowania. W przypadku twardości stopu przekraczającej twardość szkliva (około 260÷370 HV w zależności od umiejscowienia) mogą one powodować nadmierne ścieranie się zębów przeciwstawnych. Najniższą twardością charakteryzuje się stop Au-Pd – 156 HV. Do jej obniżenia przyczynia się znacząco wysoka zawartość złota (twardość Au – 50÷52 HV). Z kolei najwyższą twardością charakteryzował się stop Ti-6Al-4V – 377 HV. Wartość twardości uzyskana dla stopu Co-Cr-Mo jest zbliżona do opisywanego stopu tytanu. Biorąc pod uwagę twardość tkanek naturalnych zęba można przy zastosowaniu stopów Ti-6Al-4V lub Co-Cr-Mo uzyskać monoblok prawidłowo współpracujący z tkanką. Przeprowadzone pomiary mikrotwardości w poszczególnych obszarach każdego z wkładów koronowo-korzeniowych nie różniły się między sobą w uzyskanych wartościach co świadczy o równomiernym umocnieniu materiału w całej jego objętości. Dobór odpowiedniego materiału powinien uwzględniać również warunki rzeczywiste, w których gotowy wyrób będzie funkcjonował. Dlatego też w ostatnim etapie pracy ocenie poddano odporność na korozję materiałów w warunkach symulujących pracę wkładów metodami potencjodynamicznymi. Badania wykazały, że najwyższą odpornością na korozję charakteryzował się wkład wykonany ze stopu Ti-6Al-4V. Dla pozostałych materiałów wyniki były porównywalne.

Reasumując, przeprowadzone w pracy badania jednoznacznie wykazały, że stop Ti-6Al-4V posiada najkorzystniejszy zespół własności fizykochemicznych, co ma bezpośredni wpływ na poprawę jakości własności użytkowych wkładów koronowo-korzeniowych wykonanych z tego materiału.

LITERATURA

- [1] Rosenstiel S. F., Land M. F., Fujimoto J.: Współczesne protezy stałe, Wydawnictwo Czelej, Lublin, 2002.

- [2] Robak B. J., Bożyk J., Borowicz J.: Koncepcje budowy części korzeniowej wkładów koronowo-korzeniowych w świetle piśmiennictwa, *Dental and Medical Problems*, vol. 48, nr 4, 2011, s. 576–582.
- [3] Zielińska R., Dejak B., Suchorzewski A.: Porównanie właściwości zębów odbudowanych wkładami koronowo-korzeniowymi lanymi i standardowymi kompozytowymi wzmocnionymi włóknami szklanymi na podstawie piśmiennictwa, *Protetyka Stomatologiczna*, 2010, LX, nr 1, s. 37-43.
- [4] Dejak B.: Porównanie wytrzymałości zębów odbudowanych za pomocą indywidualnych wkładów koronowo-korzeniowych metalowych i standardowych kompozytowych wzmocnionych włóknami szklanymi, *Protetyka Stomatologiczna*, 2010, LX, nr 2, s. 112-123
- [5] Poi W.R., Cardoso L.C., Castro J.C.M., Cintra L.T.A., Gulinelli J.L., Lazari J.A.B.: Multidisciplinary treatment approach for crown fracture and crown-root fracture – a case report, *Dental Traumatology*, vol. 23, 2007, s. 51-55.
- [6] ISO 5832-3:2007: Implants for surgery - Metallic materials - Part 3: Wrought titanium 6-aluminium 4-vanadium alloy.
- [7] Marciniak J.: *Biomateriały w stomatologii*, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice, 2008
- [8] PN - EN ISO 10271:2012: *Dentystyczne materiały metalowe - Metody badania korozji*.
- [9] PN-EN ISO 10993-15: *Biologiczna ocena wyrobów medycznych - Część 15: Identyfikacja i oznaczanie ilościowe produktów degradacji metali i stopów*.

ANALYSIS OF SELECTED UTILITY PROPERTIES OF CROWN-ROOT CONTRIBUTION

Abstract: The project included studies about microhardness and properties of selected utility crown-root contribution. In particular microscopic observation and corrosion resistance by using potentiodynamic testing. To studies chosen crown-root contribution made of alloy matrix of Ni, Co, Au and Ti. The aim of this study was to determine the usefulness of the various alloys used to production crown-root contribution. Based on these results, showed product with the most preferred physicochemical properties which allows properly prosthetic treatment.