

Mateusz Wirwicki, Tomasz Topoliński

e-mail: wirwicki@utp.edu.pl

Zakład Inżynierii Biomedycznej, Wydział Inżynierii Mechanicznej, Uniwersytet Technologiczno-Przyrodniczy, Bydgoszcz

## Trzypunktowe zginanie próbki z dwutlenku cyrkonu

### Wstęp

Dwutlenek cyrkonu jest materiałem znanym w branży inżynierii biomedycznej od lat 90. Można zauważyć duże zainteresowanie lekarzy stomatologów oraz techników dentystycznych jego aplikacją w stomatologii. Spowodowane jest to bardzo łatwą technologią obróbki, dzięki systemom CAD/CAM oraz wykorzystywaniem cyfrowych odcisków ubytków [Poitevi i in., 2009]. Dzięki materiałowi, jakim jest dwutlenek cyrkonu można bardzo dobrze odtworzyć przezierność szkliwa oraz naturalne refleksy świetlne. Wysoka biogodność dwutlenku cyrkonu wykonanej podbudowy nie powodują uczuleń oraz wprowadzone do organizmu nie podrażniają tkanek. Dwutlenek cyrkonu od 30 lat znajduje zastosowanie również w endoprotezach stawów biodrowych, co potwierdza, że jest to materiał bezpieczny dla użytkownika. Jednym z problemów jest zbyt duży koszt wykonania podbudowy oraz opracowanie metody klejenia koron lub mostów, która zmniejszyłaby odklejanie się podbudowy u pacjentów.

Celem pracy była analiza właściwości mechanicznych *Cyrkon Lava* podczas procesu trzypunktowego zginania.

### Metoda obrabiania dwutlenku cyrkonu

Obrabianie opiera się na przygotowaniu kształtu korony lub mostu w materiale miękkim przypominającym bleczek gipsowy, jaki stanowi dwutlenek cyrkonu przed wypaleniem [Wirwicki i Topoliński, 2012]. Materiał jest na tyle miękki, że obróbka nie sprawia problemów, ale trzeba pamiętać, że podczas utwardzania zmniejsza swoją objętość o 20%. Następnie uformowany kształt zostaje wypalony w wysokiej temperaturze dochodzącej do 1500°C w procesie zwanym syntezyzacją – utwardzaniem materiału [Heydecke i in., 2002; White i in., 2005]. Na tworzoną tak np. koronę, zostaje napawana ceramika podnosząca walory estetyczne, dopasowująca koloryt korony do koloru zębów pacjenta oraz pełniąc rolę szkliwa. Wykonana podbudowa zostaje doklejona do wcześniej przygotowanej/opracowanej powierzchni zęba, a korona zostaje opiolowana i wytrawiona. Wykonane w ten sposób podbudowy stomatologiczne mają dobre właściwości mechaniczne, tzn. wysoki moduł sprężystości przekraczający 200 GPa, wysoki współczynnik twardości wynoszący około 13 GPa oraz dobrą biogodność [Lasek i in., 2009]. Badania przedstawione w literaturze świadczą o bardzo dużym wpływie sposobu opracowania powierzchni materiału, jakim jest dwutlenek cyrkonu, na właściwości mechaniczne.

### Zginanie – materiały i metody

Do badań trzypunktowego zginania wykorzystano materiał *Cyrkon Lava*, który jest stosowany do wytworzenia koron oraz mostów poprzez proces frezowania. Bleczek wykonany z dwutlenku cyrkonu o wymiarach 60 mm × 40 mm × 40 mm został docięty piłą taśmową firmy Proxxon na mniejsze elementy o wymiarach 25 mm × 16 mm × 2,5 mm. Uzyskane powierzchnie zostały zeszlifowane papierem ściernym o gramaturze 800 do wymiarów 25 mm × 16 mm × 1,87 mm [Manicone i in., 2007].

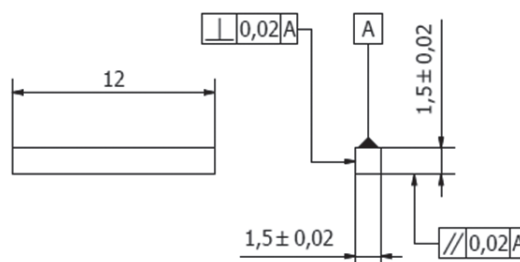
Analiza literatury pozwoliła wyróżnić badania, które przedstawiają wpływ opracowanej powierzchni, czyli jej chropowatości na własności mechaniczne materiału [Marrelli i in., 2013] Próbki zostały przygotowane według ściśle określonej procedury. Przegląd literaturowy pozwolił wnioskować, że próbki, które są przygotowywane według różnych procedur, mają odmienne właściwości mechaniczne [Attia i in., 2006; Fischer i in., 2008].

Elementy otrzymane w opisany powyżej sposób zostały poddane wycinaniu laserowemu na urządzeniu *Alfas WS*, przy takich ustawieniach lasera, aby zapobiec przegrzaniu dwutlenku cyrkonu.

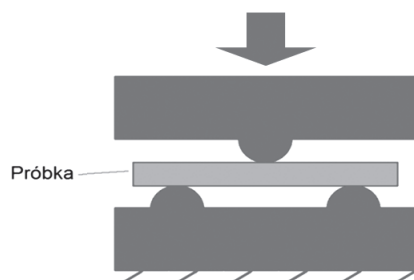
Uzyskano 8 próbek o wymiarach 1,87 mm × 1,87 mm × 15 mm. Następnie poddano je procesowi syntezyzacji – wypaleniu w temperaturze 1500°C, podczas którego następował skurcz materiału wynoszący 20% całej objętości.

Utwardzone próbki o wymiarach około 1,5 mm x 1,5 mm x 12 mm zostały poddane badaniu trzypunktowego zginania na maszynie wytrzymałościowej *Instron 8874* według normy [PN-EN 843-1, 2007]. Norma ta określa gabaryty próbki oraz dopuszczalne błędy wykonania. Opisuje również, jak powinien wyglądać uchwyt do przeprowadzenia trzypunktowego zginania oraz szczegółowy przebieg badania.

Na rys. 1 przedstawiono geometrię badanych próbek, a na rys. 2 pokazano schemat trzypunktowego zginania próbki. Przemieszczenie górnego ramienia maszyny wynosiło 1 mm/min. W badaniu został użyty siłomierz tensometryczny o zakresie pomiarowym do 5 kN.



Rys. 1. Geometria badanych próbek



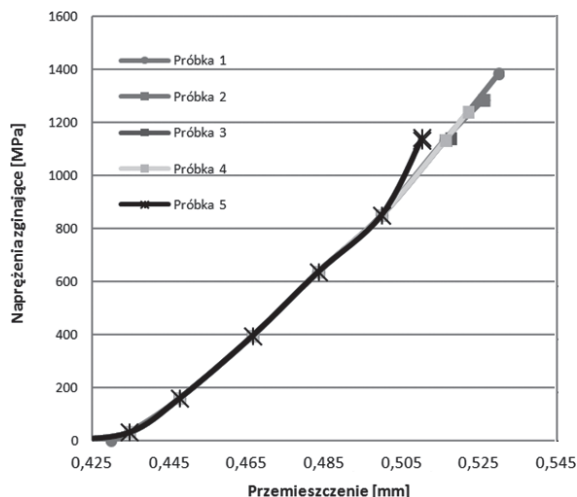
Rys. 2. Schemat trzypunktowego zginania próbki

Próbki do badań trzypunktowego zginania zostały wyselekcjonowane, czyli sprawdzone pod mikroskopem stereoskopowym ze względu na jakość struktury, aby wyeliminować wszystkie niedokładności spowodowane obróbką laserową, czy papierem wodnym, jak np. przepalenie, odłamania krawędzi próbek itp.

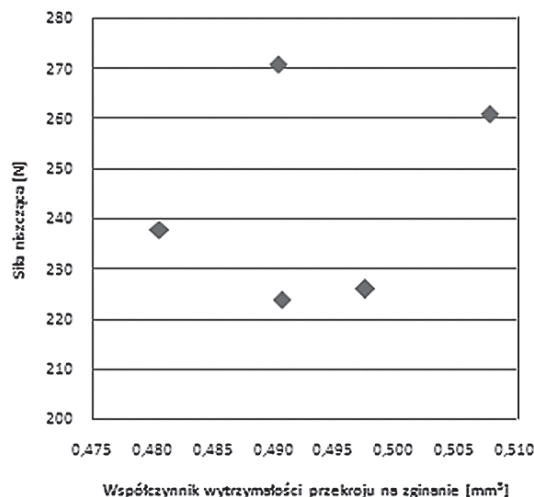
### Wyniki badań i ich analiza

Elementy badane zostały zmierzone w trzech miejscach względem osi *X* próbki (szerokość) i osi *Y* (wysokość). Wyniki tych pomiarów w postaci średniej geometrycznej wartości wskaźnika wytrzymałości przekroju na zginanie przedstawiono w kolumnie 2 tab. 1.

Wykres na rys. 3 przedstawia zestawienie naprężeń wynikających z przemieszczenia się górnego uchwytu do trzypunktowego zginania. Analizując przebieg pięciu prób zginania trzypunktowego można zauważyć, że procesy zginania do osiągnięcia wartości naprężenia zginającego ok. 900 MPa są do siebie zbliżone, różnią się naprężeniami niszczącymi, co przedstawiono w tab. 1.



Rys. 3. Zbiorczy wykres napięć



Rys. 4. Wykres rozrzutu siły niszczonej w zależności od współczynnika wytrzymałości przekroju na zginanie

Analizując otrzymany materiał pod mikroskopem stereoskopowym, można zauważyć większą chropowatość materiału na powierzchni, która była szlifowana za pomocą papieru wodnego. Cięcie laserem zmniejsza chropowatość, wygładza płaszczyzny.

Różnice w wartościach napiężeń przedstawione na rys. 3 mogą wynikać także z przypadkowego, przyjętego do badań ustawienia próbki, raz na powierzchni ciętej laserem, a w innym przypadku szlifowanej papierem wodnym. Przedstawiony na rys. 4 rozrzut wartości siły niszczonej względem współczynnika wytrzymałości przekroju na zginanie, może być spowodowany różnymi czynnikami. Brak jednoznacznego związku między tymi wielkościami wskazuje na możliwość wpływu innych czynników, np. w związku ze znacznym skurczem badanego materiału, przebiegiem grzania i chłodzenia, czy niejednorodnością materiału [Kelly i Denry, 2008].

Tab. 1. Wyniki pomiarów wartości wskaźnika wytrzymałości przekroju na zginanie

Nr próbki	Wskaźnik wytrzymałości przekroju na zginanie [mm <sup>3</sup> ]	Wartość siły niszczonej [N]	Wartość napięcia niszczonego [MPa]
1	0,4903	271	1381,5
2	0,5078	261	1284,9
3	0,4975	226	1135,4
4	0,4805	238	1238,1
5	0,4906	224	1141,3

Tab. 2. Wartości odchylenia od średniej

Wartość średnia napięcia maksymalnego	Odchylenie standardowe	Względne odchylenie standardowe
1236 MPa	92,35	7,47%

## Wnioski

Dwutlenek cyrkonu jest nowoczesnym materiałem, obiecującym w stomatologii. Spowodowane jest to łatwą obróbką, biogodnością, wysokimi właściwościami estetycznymi oraz, jak to wskazują badania wytrzymałościowe, znacznymi wartościami napiężeń niszczących wynoszącymi 1236 MPa.

Opisane właściwości wytrzymałościowe mogą być spowodowane przemianami zachodzącymi w materiale i zmianą układu krystalograficznego na bardziej zwarty. Literatura z zakresu inżynierii biomedycznej wskazuje również, że po zmianie układu następuje zatrzymanie propagacji pęknięć w materiale, przez co również otrzymuje się znaczną poprawę właściwości mechanicznych [Stellini i in., 2010; Taskonak i in., 2008; Wirwicki i Topoliński, 2012].

Literatura przedstawia również badania wytrzymałościowe przeprowadzone dla dwutlenku cyrkonu, którego powierzchnie były pokryte napawaną porcelaną imitującą szkliwo.

## LITERATURA

- Poitevin A., De Munck J., Cardoso M., V., Mine A., Peumans M., Lambrechts P., Van Meerbeek B., 2010. Dynamic versus static bond-strength testing of adhesive interfaces, *Dental Materials* **26**, nr 11, 1068–1076. DOI: 10.1016/j.dental.2010.07.007
- Attia A., Abdelaziz K.M., Freitag S., Kern M., 2006. Fracture load of composite resin and feldspathic all-ceramic CAD/CAM crowns, *J. Prosthet. Dent.*, **95**, nr 2, 117–123. DOI: 10.1016/j.prosdent.2005.11.014
- Fischer J., Stawarczyk B., Hämmerle C.H.F., 2008. Flexural strength of veneering ceramics for zirconia, *Journal of Dentistry*, **36**, nr 5, 316–321. DOI: 10.1016/j.jdent.2008.01.017
- Heydecke G., Butz F., Hussein A., Strub J.R., 2002. Fracture strength after dynamic loading endodontically treated teeth restored with different post-and-core systems, *J. Prosthet. Dent.*, **87**, nr 4, 438–445. DOI: 10.1067/mpr.2002.123849
- Kelly J.R., Denry I., 2008. Stabilized zirconia as a structural ceramic: an overview. *Dental Materials*, **24**, nr 3, 289–298. DOI: 10.1016/j.dental.2007.05.005
- Lasek K., Okoński P., Mierzwińska-Nastalska E., 2009. Tlenek cyrkonu – właściwości fizyczne i zastosowanie kliniczne, *Protet. Stomatol.*, **6**, 415–422
- Loher H., Behr M., Hintereder M., Rosentritt M., Handel G., 2009. The impact of cement mixing and storage errors on the risk of failure of glass-ceramic crowns, *Clin. Oral Invest.*, **13**, nr 2, 217–222. DOI: 10.1007/s00784-008-0215-7
- Manicone P.F., Rossi Iommetti P., Raffaelli L., 2007. An overview of zirconia ceramics: Basic properties and clinical applications. *Journal of Dentistry*, **35**, nr 11, 819–826. DOI: 10.1016/j.jdent.2007.07.008
- Marrelli M., Inchingolo F., Malatta C., Alfano M., Tatullo M., 2013. Three-point bending test of Zirconia Core/Veneer ceramics for Dental Restorations. *International Journal of Dentistry*, **2013**, Article ID 831976, 5 pages. DOI: 10.1155/2013/831976
- Stellini E., Stomaci D., Zuccon A., Bressan E., Ferro R., Petrone N., Favero L., Mazzoleni S., 2010. Tooth fragment reattachment through the use of a nanofilled composite resin, *Eur. J. Paediatric Dent.*, **11**, nr 2, 77–81
- Taskonak B., Borges G.A., Mecholsky Jr J.J., Anusavice K.J., Moore B.K., Yan J., 2008. The effects of viscoelastic parameters on residual stress development in a zirconia/glass bilayer dental ceramic. *Dental Materials*, **24**, nr 9, 1149–1155. DOI: 10.1016/j.dental.2008.01.004
- White S.N., Miklus V.G., McLaren E.A., Lang A., Caputo A.A., 2005. Flexural strength of a layered zirconia and porcelain dental all-ceramic system. *J. Prosthet. Dent.*, **94**, nr 2, 125–131. DOI: 10.1016/j.prosdent.2005.05.007
- Wirwicki M., Topoliński T., 2012. Preliminary testing of zirconium dioxide – a comparison of selected dental ceramic. 29<sup>th</sup> Danubia – Adria Symposium, Belgrad, Serbia 26–29 September 2012
- Wirwicki M., Topoliński T., 2012. Zirconium dioxide as a biomaterial; the microstructure. Selected problems of designing and operating technical systems, *J. Polish CIMAC*, **7**, nr 3, 369–372
- PN-EN 843-1, 2007. *Techniczna ceramika zaawansowana - Właściwości mechaniczne ceramiki monolitycznej w temperaturze pokojowej – Część 1: Oznaczenie wytrzymałości na zginanie*