



KAPITAŁ LUDZKI
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI



INSTYTUT METALURGII
I INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ
im. Aleksandra Krupkowskiego
Polskiej Akademii Nauk

UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI
FUNDUSZ SPOŁECZNY



Komercyjnie czysty tytan umacniany w złożonym procesie odkształcenia do zastosowań w produkcji implantów dentystycznych

Jakub Kawałko
Magdalena Bieda
Krzysztof Sztwiertnia

—• Interdyscyplinarne studia doktoranckie z zakresu inżynierii materiałowej z wykładowym językiem angielskim •—

Instytut Metalurgii i Inżynierii Materiałowej im. A. Krupkowskiego Polskiej Akademii Nauk

Ul. Reymonta 25, 30-059 Kraków, tel. + 48 (12) 295 28 28, faks. + 48 (12) 295 28 04

<http://www.imim-phd.edu.pl/>

Projekt współfinansowany ze środków Unii Europejskiej w ramach Europejskiego Funduszu Społecznego



Plan Prezentacji

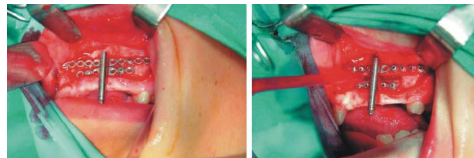
- » Wprowadzenie; motywacja
 - » Implanty dentystyczne
- » Tytan – materiał biokompatybilny
- » Umacnianie metali przez rozdrobnienie ziarna
- » Metody wytwarzania struktur drobnoziarnistych w metalach
- » Metoda formowania materiałów KoBo
 - » Tytan – mikrostruktura, właściwości
- » Obróbka elektroerozyjna
- » Podsumowanie



Motywacja: Zanik kostny i implantacja



Pionowy zanik wyrostka zębodołowego

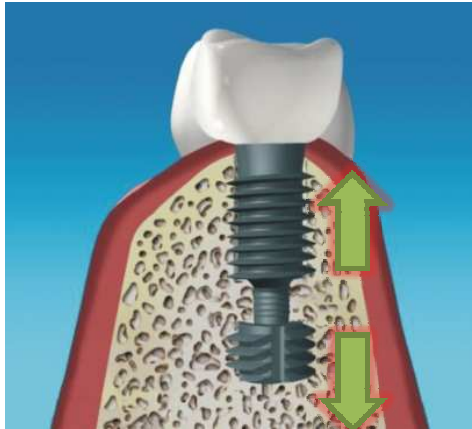


Augmentacja kości poprzez osteogenezę dystrykcyjną Martina

- » Tkanka kostna ma tendencję do zaniku jeśli nie pracuje pod naturalnymi obciążeniami
- » W 60% przypadków ubytków zębowych obserwuje się pewien stopień zaniku kości żuchwy lub szczęki
- » W takich przypadkach zalecana jest dodatkowa procedura odbudowy kości przed właściwym zabiegiem implantacji wszczepu kolumnowego:
 - » Sterowana regeneracja kości
 - » Przeszczep kości (autograft)
 - » Osteogeneza dystrykcyjna
- » Dodatkowe zabiegi chirurgiczne, wydłużony czas leczenia, znaczne utrudnienie dla pacjentów
- » Regeneracja jest często pomijana co potencjalnie może prowadzić do uszkodzenia układu implant - kość



Projekt Implanto-dystraktora



*Koncepcyjny szkic konstrukcji
implanto-dystraktora*

- » Nowy projekt implanto-dytraktora: dwa typy funkcjonalności w jednym urządzeniu
- » Osteogeneza dystrakcyjna – regeneracja tkanki kostnej pod wpływem przyłożonych naprężeń rozciągających
- » W pełni funkcjonalny wszczep filarowy z zamocowaną koroną protetyczną

Konstrukcja implanto-dystraktora jest złożona i wysoce zminiaturyzowana;
Konieczny jest biomateriał z odpowiednio zwiększoną wytrzymałością mechaniczną



Projekt Implanto-dystraktora

Formowanie implantu

- Obróbka,
- modyfikacja warstwy wierzchniej

Opracowanie materiału

- Dobór materiału biokompatybilnego

Ocena wpływu metod obróbki na biogodność implantu



Wprowadzenie: implanty dentystyczne, gatunki tytanu

- » Doskonała biogodność
- » Zdolność do osseointegracji
- » Odporność na korozję
- » Możliwość pozostania w ciele pacjenta przez długi okres
- » Zdolność do repasywacji
- » Wysoka wytrzymałość właściwa
- » Paramagnetyczny
- » Niskie przewodnictwo elektryczne

Gatunki tytanu		Gatunek 2	Gatunek 4
Skład		wag[%]	wag [%]
	C	Max 0.1	Max 0.1
	Fe	Max 0.3	Max 0.5
	H	Max 0.015	Max 0.015
	N	Max 0.03	Max 0.05
	O	Max 0.25	Max 0.4
	Ti	dopełnienie	dopełnienie
Właściwości mechaniczne	Granica plastyczności [Mpa]	280-450	480-655
	Wytrzymałość na rozciąganie [Mpa]	340-430	550-660
	Wydłużenie względne %	20-28	15-20



Niewystarczająca wytrzymałość mechaniczna [zwłaszcza do nowych złożonych zastosowań]

Materiały do umacniania





Wprowadzenie: implanty dentystyczne, gatunki tytanu

Dwa typy implantów tytanowych dostępnych komercyjnie [w zależności od składu materiału strukturalnego]

Tytan o czystości komercyjnej (Gatunek 4)

Stop Ti 6Al-4V ($\alpha+\beta$) (Gatunek 5)

Toksyczne/szkodliwe dodatki

Gatunki tytanu		Gatunek 4	Gatunek 5 [Ti 6Al-4V]
Skład	wag [%]		
	C	Max 0.1	
	Fe	Max 0.5	Max 0.25
	H	Max 0.015	6
	N	Max 0.05	4
	O	Max 0.4	Max 0.2
	Ti	dopełnienie	dopełnienie
Właściwości mechaniczne	Granica plastyczności [Mpa]	480-655	830-930
	Wytrzymałość na rozciąganie [Mpa]	550-660	895-990
	Wydłużenie względne %	15-20	10-15

- Zatrucie metalami
- Obluzowanie aseptyczne

- Zaburzenia osseointegracji
- Stany zapalne



KAPITAŁ LUDZKI
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI

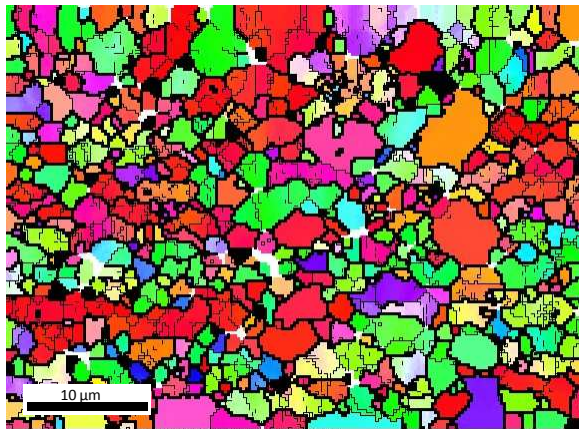


INSTYTUT METALURGII
I INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ
im. Aleksandra Krupkowskiego
Polskiej Akademii Nauk

UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI
FUNDUSZ SPOŁECZNY

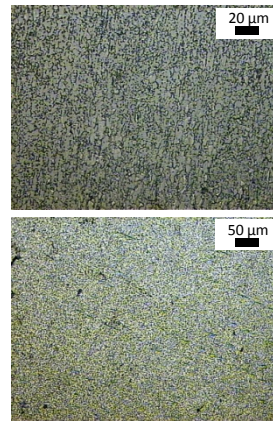


Coś o stopach beta



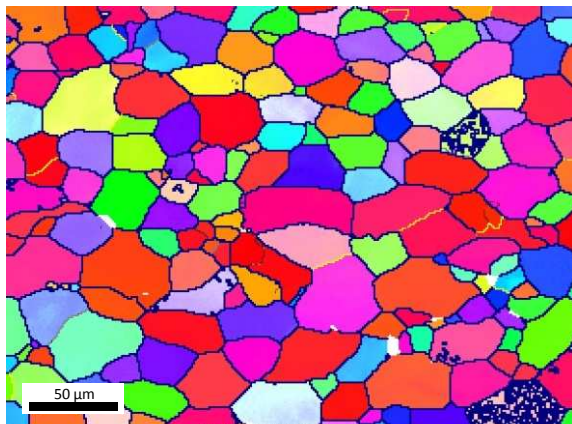
Tytan Gatunku 5

Mapa orientacji krystalograficznych zebrana z komercyjnie dostępnego implantu firmy IDI



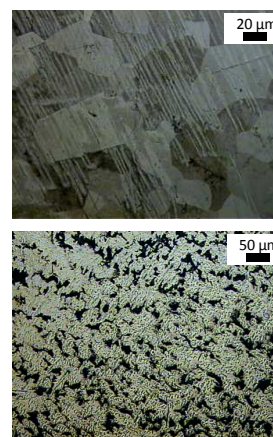
Tytan Gatunku 5

Mikroskopia optyczna, implant IDI.
Przekrój poprzeczny i podłużny



Tytan Gatunku 4

Mapa orientacji krystalograficznych zebrana z komercyjnie dostępnego implantu firmy Neoplant



Tytan Gatunku 4

Mikroskopia optyczna, implant Neoplant. Przekrój poprzeczny i podłużny

Mikrostruktury implantów tytanowych dostępnych komercyjnie

Implant dentystyczny wyprodukowany ze stopu Ti 6Al-4V (Gatunek 5)

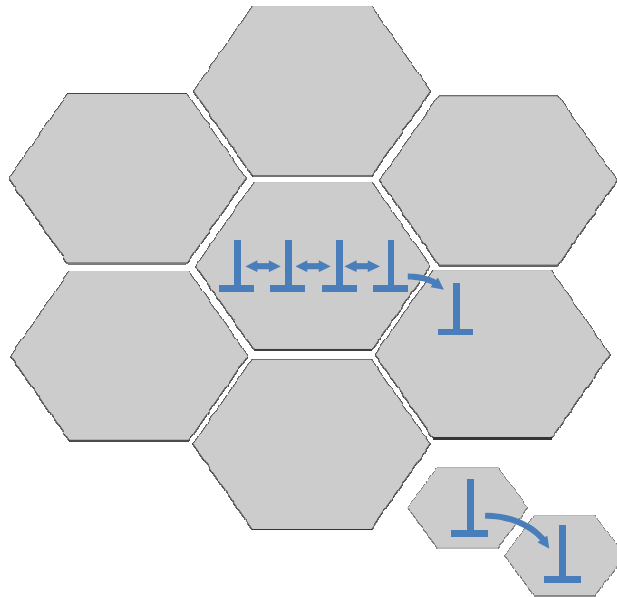
Mikrostruktura składa się z równoosiowych ziaren fazy α o średnich rozmiarach ok. 10 μm oraz mniejszych ziaren fazy β (średnie rozmiary ok. 1 μm)

Implant dentystyczny wyprodukowany z tytanu o czystości komercyjnej (Gatunek 4)

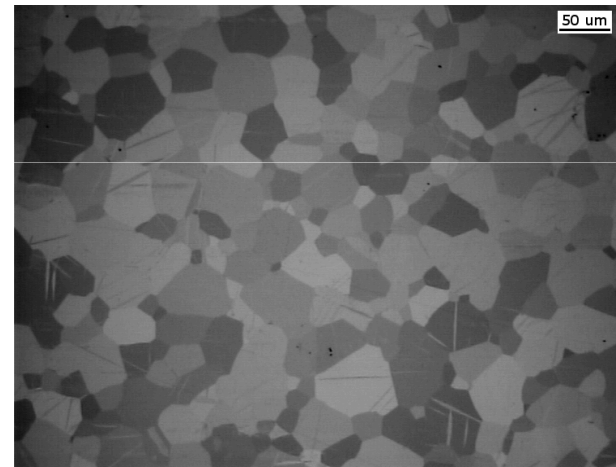
Mikrostruktura składa się z równoosiowych ziaren fazy α .
Średnia wielkość ziaren $\sim 30 \mu\text{m}$



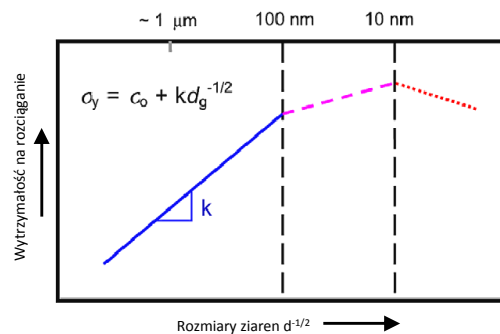
Umocnienie przez rozdrobnienie ziarna



- » Odkształcenie materiału polikrystalicznego
- » Ruch dyslokacji wewnątrz ziaren
- » Zatrzymanie ruchu dyslokacji na defektach sieci krystalograficznej (granice ziaren)



Typowa mikrostruktura komercyjnie czystego Tytanu –
mikroskop optyczny; światło spolaryzowane



Równanie Halla – Petcha, limit umocnienia

- Rozdrobnienie ziarna, wzrost liczby granic prowadzą do umocnienia materiału



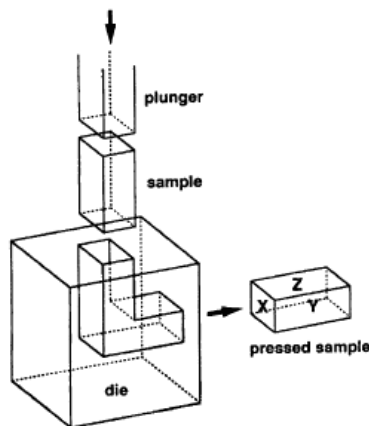
Metody Intensywnego Odształcenia Plastycznego [wykorzystywane do obróbki tytanu]

Wytwarzanie struktur drobnokrystalicznych

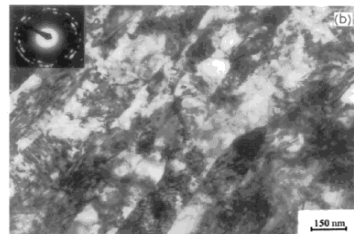
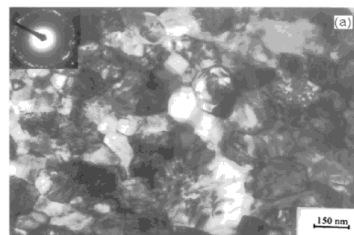
» Intensywne Odształcenie Plastyczne [Severe Plastic Deformation; SPD]

» Krystalizacja z fazy amorficznej; sputtering; osadzanie z fazy gazowej, etc.

Wyciskanie w kanale kątowym ECAP - Equal Channel Angular Pressing



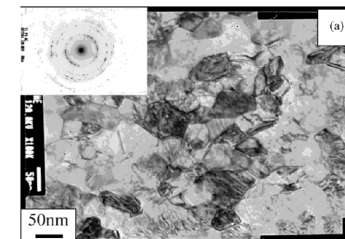
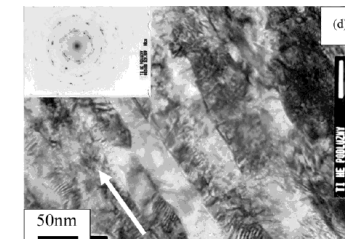
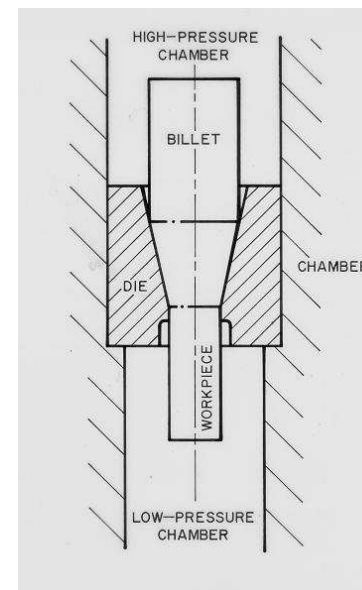
Tytan o czystości komercyjnej
ECAP 8 przepustów drogą B_c
+walcowanie na zimno, zgniot 55%
+ wyżarzanie 400 °C/0,5 h
(a)przekrój poprzeczny
(b)przekrój podłużny



V.V. Stolyarov, Y. Theodore Zhu, Igor V.
Alexandrov, T.C. Lowe, R. Z. Valiev
Materials Science and Engineering A343
(2003) 43 - 50

Wyciskanie Hydrostatyczne HE - Hydrostatic extrusion

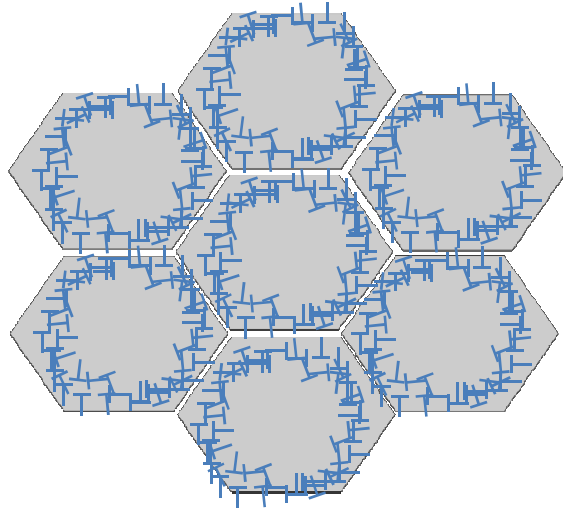
Tytan o czystości komercyjnej
20 przepustów z rosnącym całkowitym stopniem
odkształcenia;



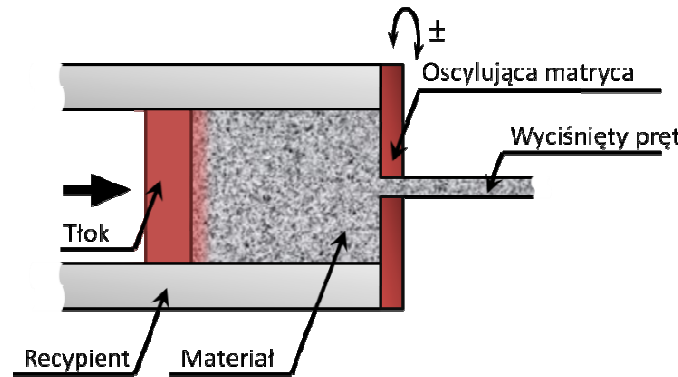
W. Pachla, M. Kulczyk, M. Sus-
Ryszkowska, A. Mazur, K. J.
Kurzydłowski J. materials proc.
technology 205 (2008) 173-182



KoBo – metoda wyciskania materiałów



W typowym procesie odkształcania powstające nowe dyslokacje gromadzą się w stosy umacniając materiał i utrudniając dalszą obróbkę plastyczną – wymagana zwiększona temperatura procesu



Parametry procesu:

λ - Stopień przerobu

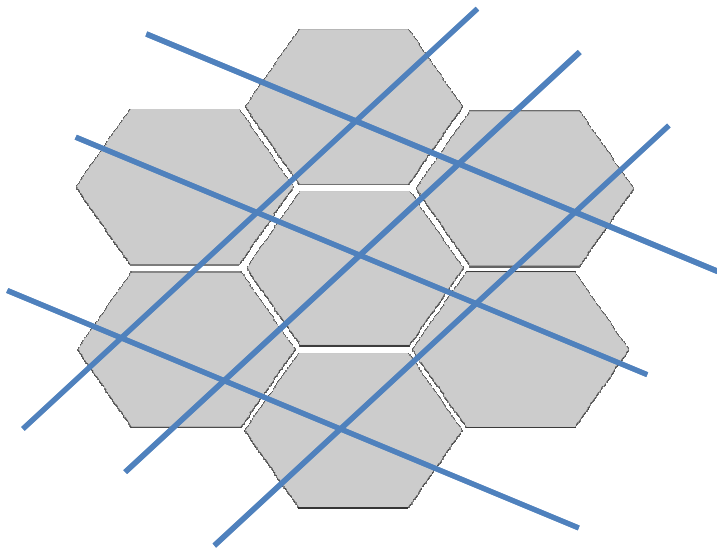
T - Temperatura

F - siła wyciskania

v - Prędkość wyciskania

f - Częstotliwość oscylacji

Kąt oscylacji matrycy



- » KoBo – technika energo oszczędnej formowania materiałów
- » Metoda jest połączeniem klasycznego wyciskania z oscylacyjnym skręcaniem matrycy
- » Oscylacje matrycy podczas wyciskania powodują zmiany drogi odkształcania, destabilizując strukturę dyslokacji
- » W rezultacie obniżony jest stopień umocnienia odkształceniowego oraz siła wyciskania



KAPITAŁ LUDZKI
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI



INSTYTUT METALURGII
I INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ
im. Aleksandra Krupkowskiego
Polskiej Akademii Nauk

UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI
FUNDUSZ SPOŁECZNY

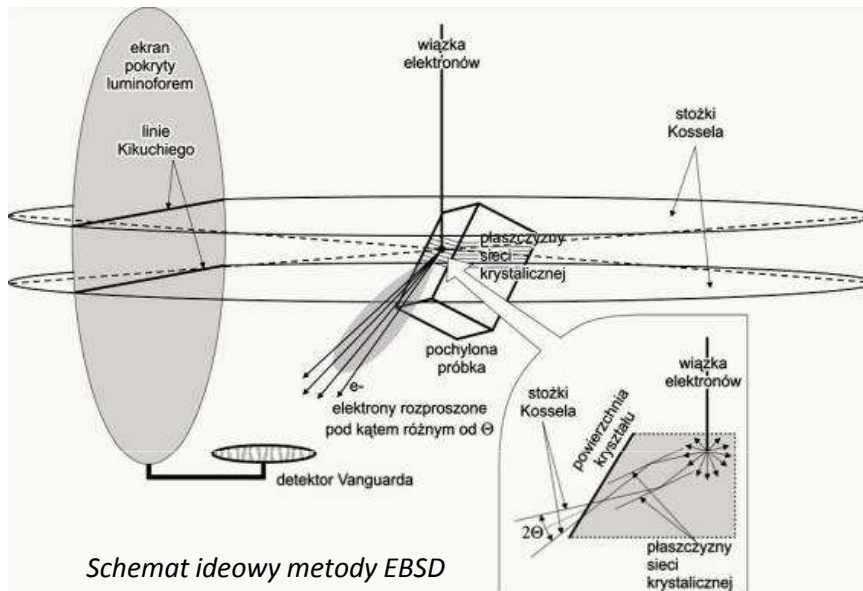


KoBo – metoda wyciskania materiałów

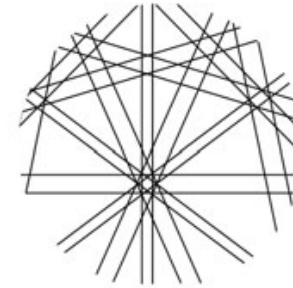
- Wyciskanie – płynięcie materiału
- Wyniki wyroby stop magnez cynk
- Konsolidacja proszków



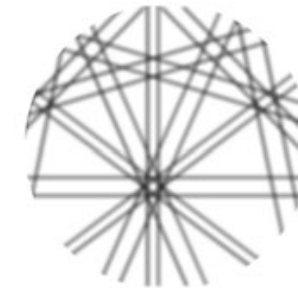
EBSD; analiza parametrów jakości obrazu



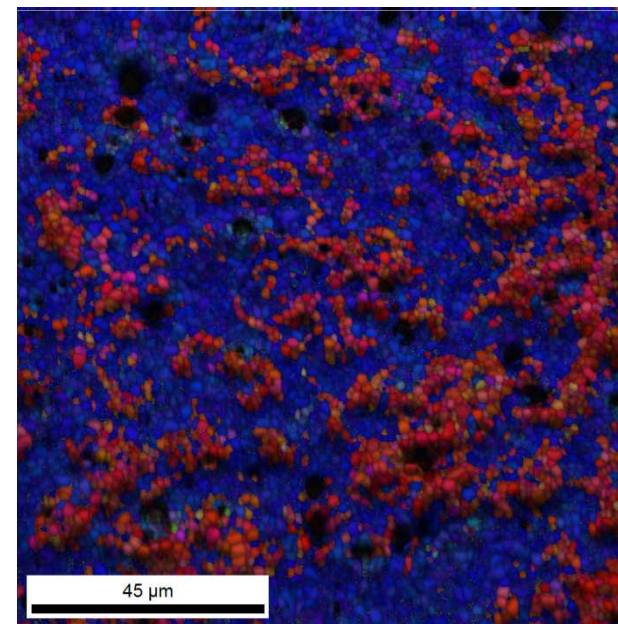
Schemat ideowy metody EBSD



Schematyczne przedstawienie idealnego obrazu dyfrakcyjnego



Obraz dyfrakcyjny obszaru ze zdeformowaną siecią krystaliczną



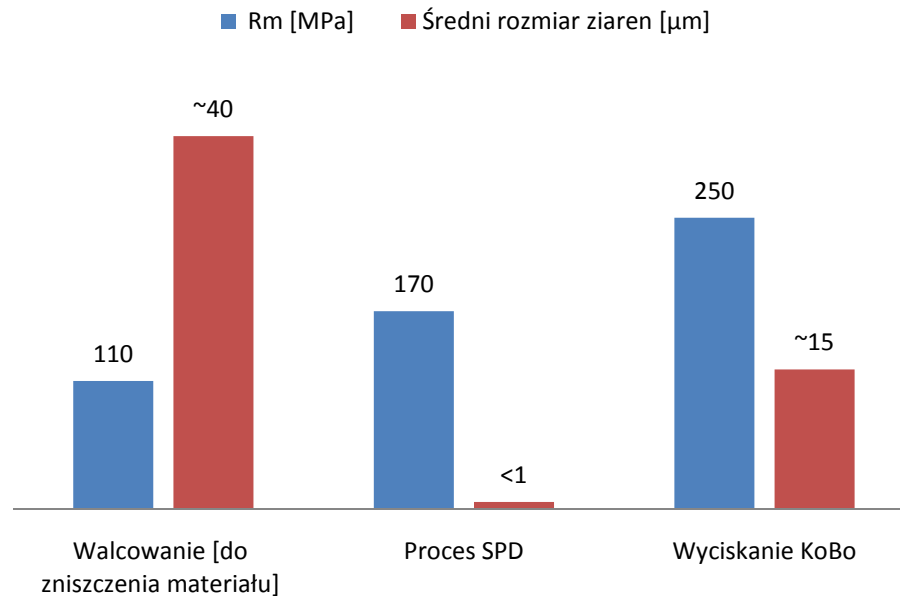
Obraz przedstawia mapę orientacji z naciętym obrazem rozkładu IQ (cieniowanie)

Parametr IQ – Image Quality określa jakość (intensywność) obrazu dyfrakcyjnego
Umożliwia obrazowanie nagromadzeń dyslokacji; granic międzyziarnowych; zdeformowanych obszarów sieci.



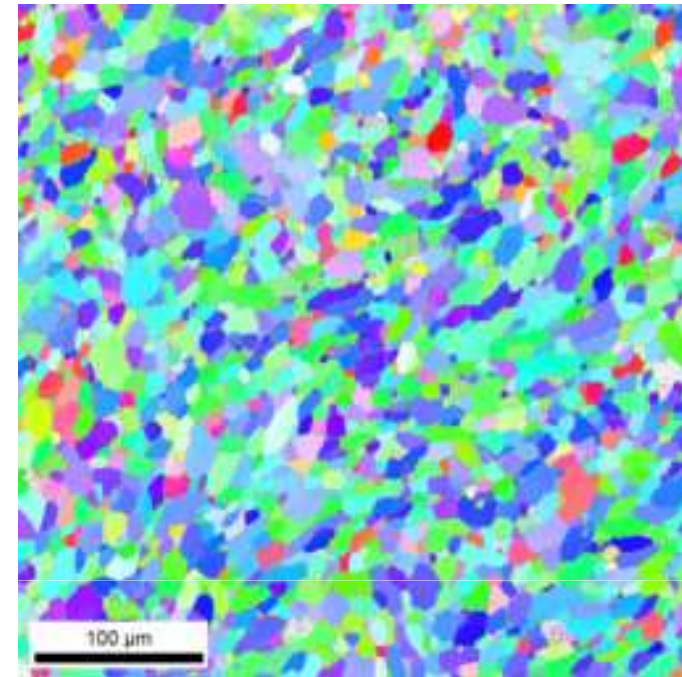
Mikrostruktura materiału po KoBo; dodatkowy efekt umocnienia

wytrzymałość na rozciąganie / średnie rozmiary ziaren



Gęstość dyslokacji porównywalna do materiału w stanie z przed odkształcenia

Równanie Halla – Petcha nie tłumaczy wysokiej wytrzymałości cynku po odkształceniu metodą KoBo .

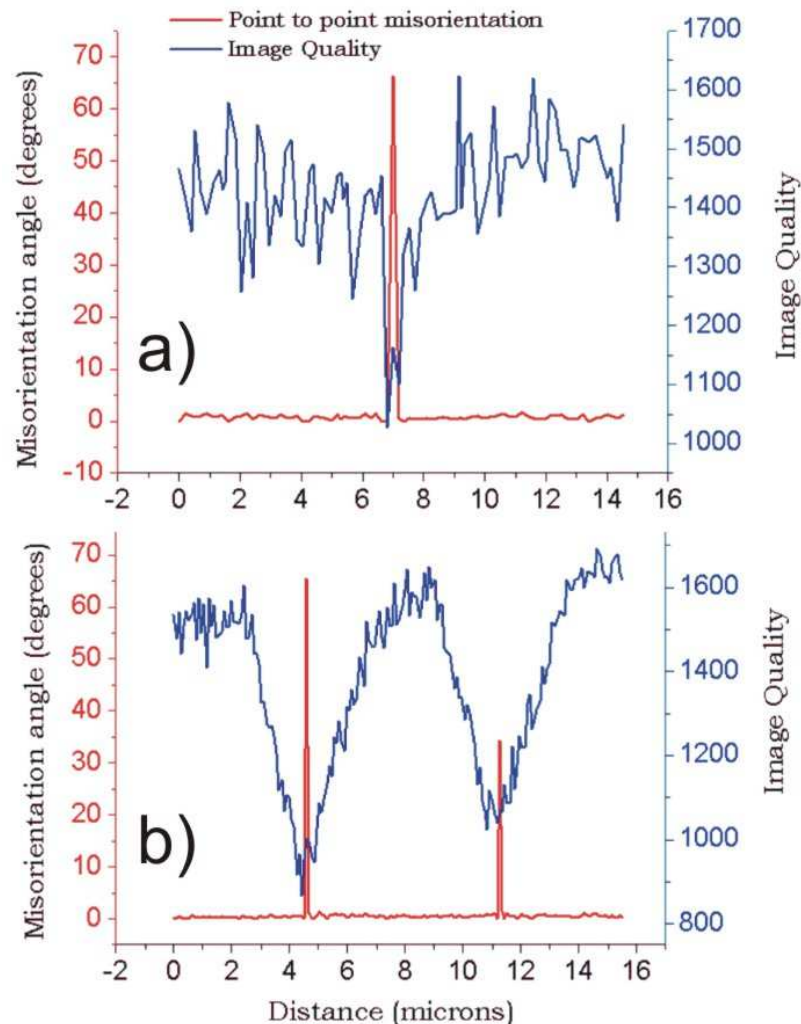


Wysokiej czystości polikrystaliczny cynk (99,995%)

Wyciskanie KoBo $\lambda = 400$

Prędkość wyciskania 0,5 mm/s

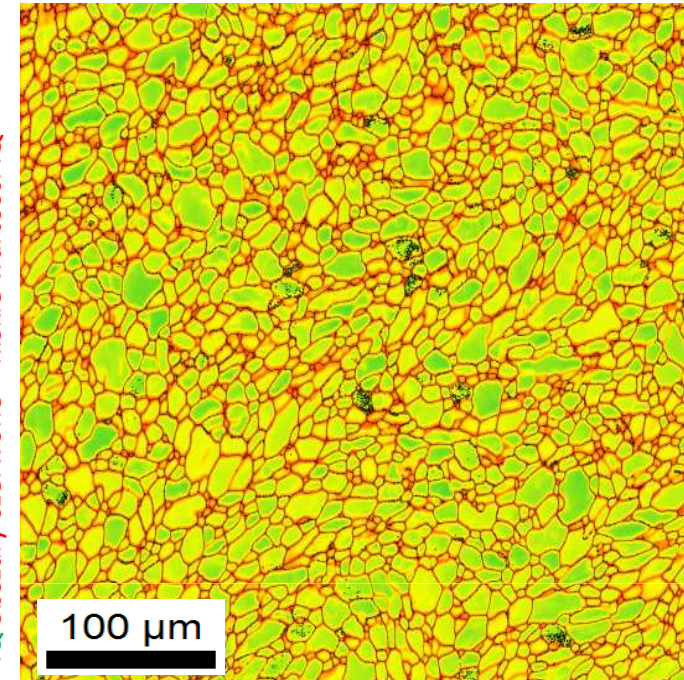
Oscylacje matrycy $\pm 8^\circ$, f 5 Hz.



Typowe profile parametru IQ oraz kąta dezorientacji
zmierzone w poprzek granicy wysokiego kąta:

- a) W materiale nieodkształconym
- b) W materiale odkształconym KoBo

Mapa IQ mikrostruktury cynku po odkształceniu
KoBo; Obszary zielone i żółte – wysokie wartości
IQ obszary czerwone – niskie wartości IQ



- » W materiale odkształconym KoBo obserwuje się obszary zdeformowanej sieci wzdłuż granic o szerokości przekraczającej znacznie szerokość samej granicy
- » Materiał posiada strukturę kompozytu: wnętrza ziaren są względnie niezdeformowane i miękkie;
- » Obszary wzdłuż granic charakteryzują się nagromadzeniem defektów – tworzą twardą „skorupę” wokół ziaren i umacniają cały materiał



Wyciskanie metodą KoBo Tytan o czystości komercyjnej

Temperatura procesu T=400 °C

T. Początkowa wsadu 450 °C

Kąt obrotu matrycy +/- 6°;

Częstotliwość oscylacji 5Hz

Temperatura procesu T=400 °C

T. Początkowa wsadu 450 °C

Kąt obrotu matrycy +/- 6°;

Częstotliwość oscylacji 5Hz

Gatunek 2

Gatunek 4

Średnica matrycy/produktu

8 mm

10 mm

Stopień przerobu λ

19,14

12,25

Prędkość wyciskania

0,5 mm/s

-

Siła wyciskania

~ 70T

100T

Początkowa granica
plastyczności [Mpa]

280-450

480-655

Granica plastyczności
KoBo [Mpa]

675

Początkowa twardość Hv

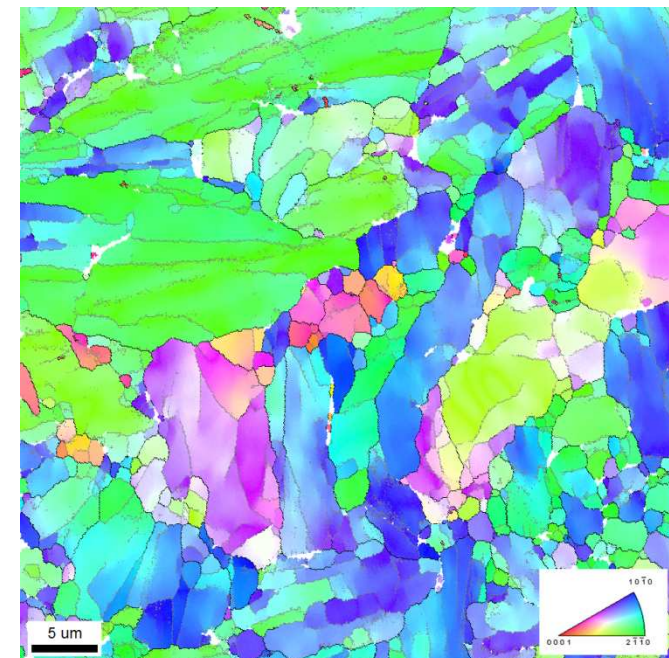
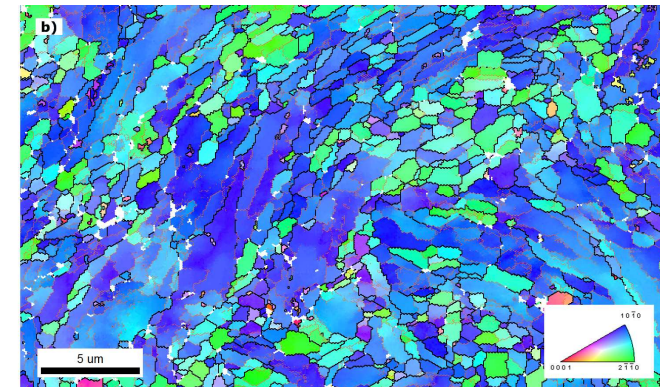
234.9±3.5

234.9±3.5

Twardość Hv KoBo

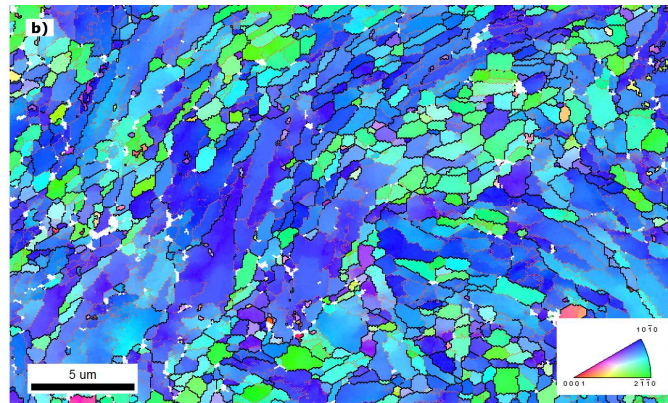
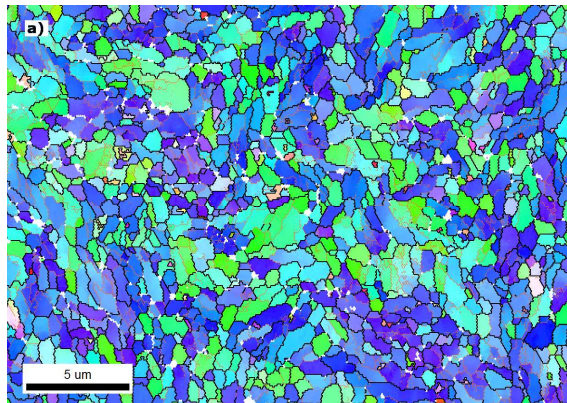
251.2±2.2

251.2±2.2





Wyciskanie metodą KoBo Tytan o czystości komercyjnej



Tytan Gatunku 2
Mapy orientacji IPF po
wyciskaniu KoBo

Rozdrobniona mikrostruktura
Połączenie struktury
równosiowej ze skupiskami
ziaren wydłużonych





KAPITAŁ LUDZKI
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI



INSTYTUT METALURGII
I INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ
im. Aleksandra Krupkowskiego
Polskiej Akademii Nauk

UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI
FUNDUSZ SPOŁECZNY



Obróbka elektroerozyjna tytanu

Obróbka elektroerozyjna –
EDM [Electrical Discharge
Machining]

Obróbka umożliwiającą
precyzyjne, punktowe
usuwanie materiału

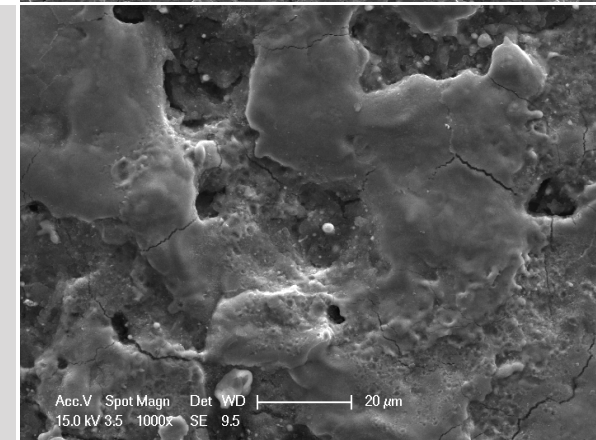
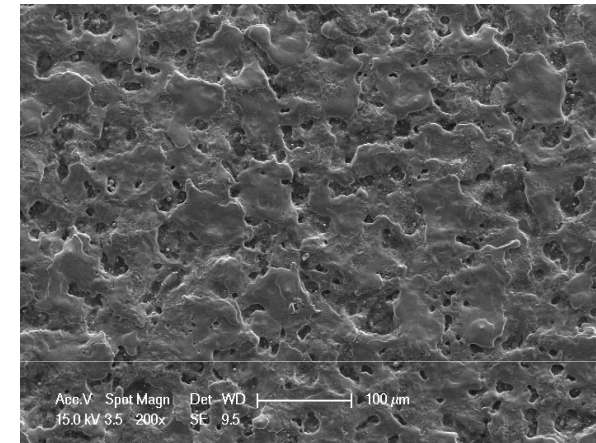
- » Obrabianie dowolnych kształtów [CNC]
- » Wysokie napięcie między elektrodą i materiałem
- » Przebiecie przez ciecz dielektryczną
- » Powstanie tunelu plazmowego
- » Intensywne topienie i parowanie materiału

Morfologia po elektrodrążeniu
Rozwinięcie powierzchni
Liczne zagłębienia, pory
Pozostałości stopionego
materiału

Mikropęknięcia wywołane
szokami termicznymi



Drążarka elektroerozyjna EDIOS



Morfologia warstwy wierzchniej tytanu o czystości komercyjnej gatunku 4 po KoBo obrobionego elektroerozyjnie



Podsumowanie

- » Poszukiwanie umocnionych materiałów biozgodnych
- » Tytan odkształczany metodą formowania KoBo
- » Określanie wpływu parametrów procesu na charakterystyki produktu
- » Charakteryzacja mikrostruktury i właściwości mechanicznych
- » Obróbka elektroerozyjna tytanu
- » Wpływ na warstwę wierzchnią, morfologię, właściwości biokompatybilne, erozyjne, etc



KAPITAŁ LUDZKI
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI



INSTYTUT METALURGII
I INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ
im. Aleksandra Krupkowskiego
Polskiej Akademii Nauk

UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI
FUNDUSZ SPOŁECZNY



Dziękuję za uwagę

—• Interdyscyplinarne studia doktoranckie z zakresu inżynierii materiałowej z wykładowym językiem angielskim •—

Instytut Metalurgii i Inżynierii Materiałowej im. A. Krupkowskiego Polskiej Akademii Nauk

Ul. Reymonta 25, 30-059 Kraków, tel. + 48 (12) 295 28 28, faks. + 48 (12) 295 28 04

<http://www.imim-phd.edu.pl/>

Projekt współfinansowany ze środków Unii Europejskiej w ramach Europejskiego Funduszu Społecznego