



## Badania struktury stomatologicznego stopu kobaltu

O. Petka<sup>a</sup>, K. Gołombek<sup>b</sup>

<sup>a</sup> Studentka Politechniki Śląskiej, Wydział Mechaniczny Technologiczny,  
Studenckie Koło Naukowe „Nanotechnologii i Materiałów Funkcjonalnych”  
email: olga.petka@op.pl

<sup>b</sup> Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny,  
Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Zakład Technologii Procesów  
Materiałowych, Zarządzania i Technik Komputerowych w Materiałoznawstwie  
email: klaudiusz.golombek@polsl.pl

**Streszczenie:** W pracy przedstawiono proces wytwarzania stomatologicznego stopu kobaltu metodą odlewania odśrodkowego. W pracy oceniono strukturę oraz wykonano analizy składu chemicznego stopu w mikroobszarach. Do badań zastosowano stop stomatologiczny na podstawie kobaltu Wirobond LFC firmy Bego. Oceny struktury dokonano na podstawie przeprowadzonych obserwacji z wykorzystaniem technik mikroskopowych. W mikroskopie SEM przeprowadzono dodatkowo analizę składu chemicznego w mikroobszarach próbki wykorzystując detektor EDS. Na podstawie wykonanych badań stwierdzono występowanie struktury dendrytycznej stopu kobaltu oraz określono skład chemiczny w mikroobszarach próbki.

**Abstract:** This thesis describes fabrication process for dental cobalt alloy produced by centrifugal casting. The aim of this study was to analyze the microstructure and chemical composition of scrutinized alloy. Wirobond LFC (provided by Bego) which is a cobalt matrix alloy was used in this study. Microstructure analysis was held on the basis of microscopic observations. EDS detector in SEM microscope was used to estimate the chemical composition of microsites of the specimen. On the basis of the analysis dendritic structure was identified in the alloy. Chemical composition of microsites of the specimen was estimated in the study.

**Słowa kluczowe:** stop kobaltu, stop stomatologiczny, struktura, odlewanie odśrodkowe

### 1. WPROWADZENIE

Kobalt jako materiał biomedyczny został rozpowszechniony po wytworzeniu w USA, w 1929 roku, stopu odlewniczego Vitallium (Co-Cr-Mo). Początkowo stop ten był stosowany

w chirurgii stomatologicznej. W latach 70-tych XX wieku stał się podstawowym materiałem również w ortopedii, jako przedstawiciel grupy nadstopów żaroodpornych i żarowytrzymałych [1]. O przydatności stopów kobaltu jako materiałów biomedycznych decydują głównie wytrzymałość oraz biokompatybilność [2]. Kolejną, ważną z punktu widzenia zastosowania w medycynie cechą stopów kobaltu jest wysoka odporność na korozję w środowisku płynów ustrojowych, pozwalająca na ich stosowanie na implanty długotrwałe [3]. Zastosowania stopów kobaltu obejmują m.in.: wkręty, stanowiące podstawę do przytwierdzenia zębowych protez ceramicznych, implanty stawów biodrowych, kolanowych, dysków międzykręgowych oraz śruby zabezpieczające złamania [2]. Do głównych metod wytwarzania stopów kobaltu zalicza się metalurgię proszków, topienie w piecach indukcyjnych oraz odlewanie metodą traconego wosku [3]. Metoda traconego wosku polega na wykonaniu prototypu woskowego przyszłego odlewu. Taki model wraz z wlewami zalewany jest masą osłaniającą, a następnie poddawany jest procesowi wytapiania wosku oraz wygrzewania formy w piecu [4]. Ostatni etap polega na wypełnieniu formy stopionym metalem poprzez odlewanie metodą odśrodkową (zalecane do odlewów o skomplikowanych kształtach oraz większych wymiarach) lub próżniowo-ciśnieniową (mniejsze elementy, głównie ze stopów szlachetnych). Do topienia metalu stosuje się nagrzewanie indukcyjne. Taki sposób nagrzewania pozwala eliminować część wad odlewniczych [5].

## 2. MATERIAŁ I METODYKA BADAŃ

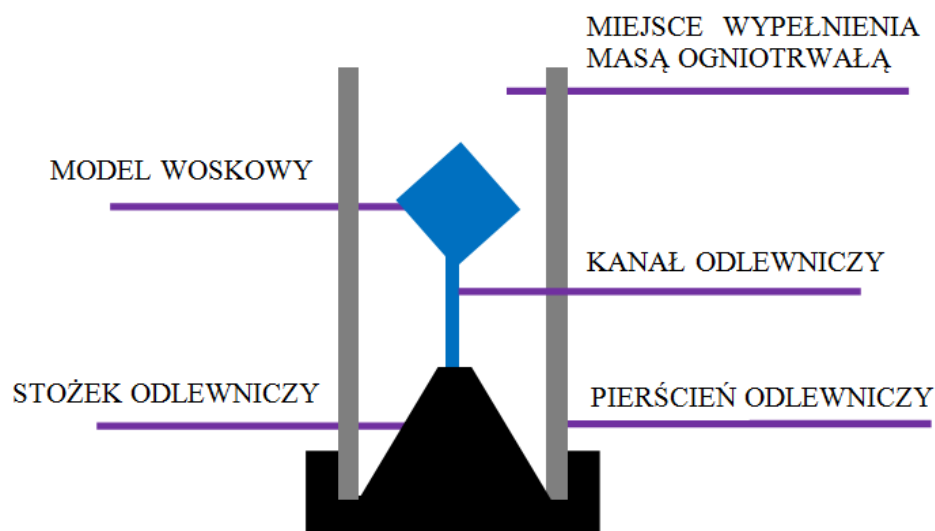
Badania wykonano na próbce ze stopu kobaltu Wirobond LFC firmy Bego. Skład chemiczny stopu przedstawiono w Tablicy 1. Odlew wykonano metodą traconego wosku. Z drucika woskowego przygotowano kanał odlewniczy o długości 15 mm, a następnie płytkę woskową o wymiarach 10x10x2 mm. Przygotowane elementy osadzono w pierścieniu odlewniczym (Rysunek 1).

Tablica 1. Skład chemiczny badanego stopu kobaltu

*Table 1. Chemical composition of tested alloy*

Pierwiastek chemiczny	Zawartość procentowa (masowa)
Co	33,9
Cr	28,5
Fe	30
Mo	5
Mn	1
Si, C, N	reszta

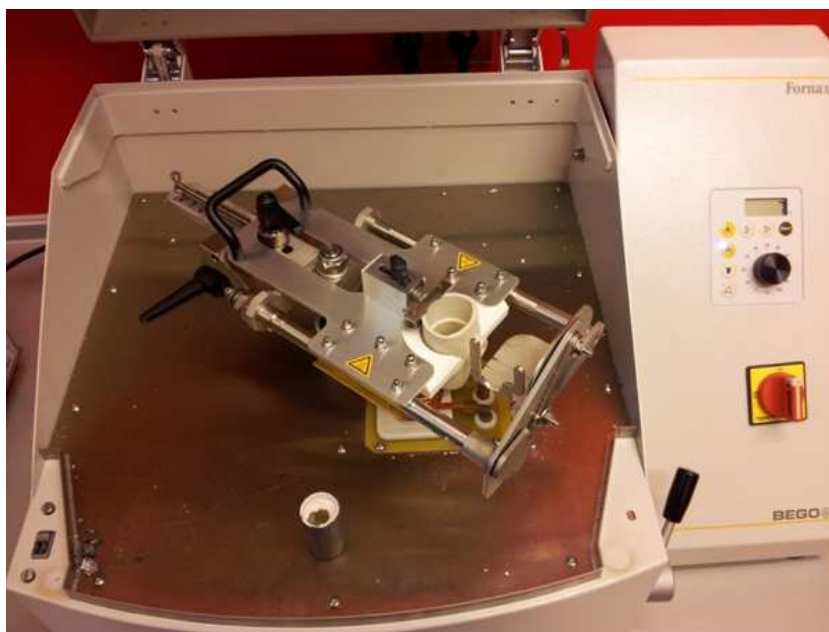
Model woskowy poddano działaniu preparatu Aurofilm firmy Bego. Preparat zastosowano w celu uzyskania gładkiej powierzchni odlewu (poprzez zmniejszenie napięcia powierzchniowego i powinowactwa do wody) oraz zapobieganiu przyklejania masy osłaniającej do modelu. W celu przygotowania masy odmierzone 100g proszku WiroFine, 14 ml płynu BegoSol K oraz 6 ml wody destylowanej. Substraty umieszczono w naczyniu i poddano wstępnemu ręcznemu mieszaniu przez 15 sekund. Następnie mieszanina została poddana próżniowemu mieszaniu mechanicznemu przez 60 sekund. Tak przygotowaną masą zalano formę poddawaną wstrząsom.



Rysunek 1. Pierścień odlewniczy z umieszczonym w nim modelem woskowym  
*Figure 1. Casting ring with the wax model attached*

Po upływie 10 minut od zalania usunięto stożek odlewniczy i pozostawiono masę w temperaturze pokojowej na 20 min do całkowitego związania. Po wysuszeniu proces spieczenia formy i wytapiania wosku prowadzono w piecu Miditherm firmy Bego w temperaturze około 1000°C przez 30 minut. Stopiony indukcyjnie wsad (około 5g metalu) odlewano metodą odśrodkową w odlewarce Fornax firmy Bego. Na rysunku 2 przedstawiono formę wypełnioną metalem po odlewaniu. Po wybiciu modelu z masy osłaniającej próbkę oczyszczono (Rysunek 3). Układ wlewowy usunięto za pomocą cięcia, przeprowadzonego na maszynie Discotom-2 firmy Struers.

Próbkę ze stopu kobaltu zainkludowano i poddano szlifowaniu oraz polerowaniu. Parametry dobrano na podstawie twardości materiału. Dobrano metodę szlifowania C. Początkowo próbkę szlifowano ręcznie na papierze ściernym z SiC o ziarnistości 220 oraz 500. Następnie proces kontynuowano na automatycznej szlifierce Tegramin-30 firmy Struers. Parametry procesu przedstawiono w Tabelicy 2. Następnie powierzchnię preparatu trawiono w wodzie królewskiej. Czas trawienia dobierano eksperymentalnie.



Rysunek 2. Odlewarka Fornax z formą wypełnioną metalem

*Figure 2. Fornax casting machine and the casting form filled with metal*



Rysunek 3. Oczyszczony odlew metalowy

*Figure 3. Cleaned metal cast*

Obserwacji strukturalnych dokonano z zastosowaniem mikroskopów świetlnego Leica MEF4A (z oprogramowaniem komputerowym AxioVision) oraz skaningowego mikroskopu elektronowego Zeiss Supra 35. Obserwacje na mikroskopie świetlnym prowadzono w polu jasnym oraz z wykorzystaniem kontrastu interferencyjnego. Kontrast interferencyjny (Nomarskiego) polega na obserwacji preparatu oświetlonego przez wiązkę normalną oraz przesuniętą (opóźnioną w czasie). Oświetlenie takie uzyskuje się przez podział światła spolaryzowanego na dwie osobne wiązki przy pomocy pryzmatu [6].

Tablica 2. Parametry szlifowania i polerowania

Table 2. Grinding and polishing parameters

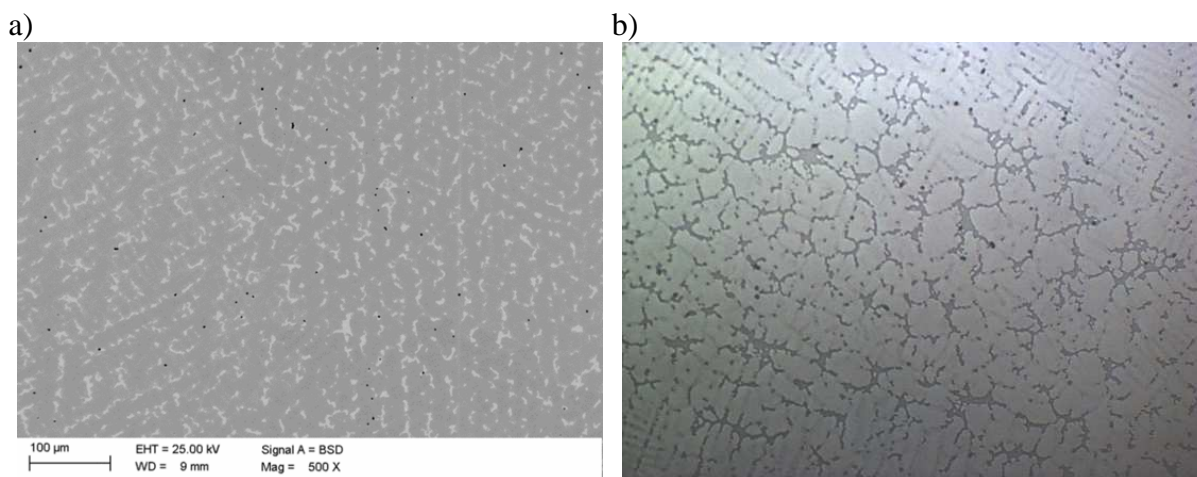
Rodzaj tarczy	Ziarnistość	Obroty	Czas	Obciążenie	Zwilżacz
Szlifowanie					
MD-Piano	600	200	3 min	30N	woda
MD-Piano	1200	200	3 min	30N	woda
Polerowanie					
MD-Plan	9 $\mu\text{m}$	80	2 min	15N	niebieski + diament
MD-Dur	3 $\mu\text{m}$	80	2 min	15N	niebieski + diament
MD-Nap	1 $\mu\text{m}$	80	2 min	15N	niebieski + diament
MD-Chem	0,04 $\mu\text{m}$	80	5 min	15N	zawiesina koloidalna na bazie krzemu

Obserwacji w mikroskopie elektronowym skaningowym dokonano wykorzystując obrazowanie SE oraz BSD. Wykonano zdjęcia struktury oraz dokonano analizy składu chemicznego w mikroobszarach stopu przy pomocy oprogramowania Ametek firmy Edax. Obrazowanie SE ujawnia topografię powierzchni. Obraz powstaje dzięki elektronom wtórnym docierającym do detektora. Natomiast w obrazowaniu z wykorzystaniem detektora BSD obraz powstaje na podstawie elektronów wstecznie rozproszonych, trafiających do detektora umieszczonego bezpośrednio nad próbką. Obraz w trybie BSD powstaje na podstawie pojawiającego się prądu elektrycznego, zależnego od liczby atomowej pierwiastka. Jaśniejsze obszary obrazu reprezentują skupiska pierwiastków o wyższej średniej liczbie atomowej [7].

### 3. WYNIKI BADAŃ

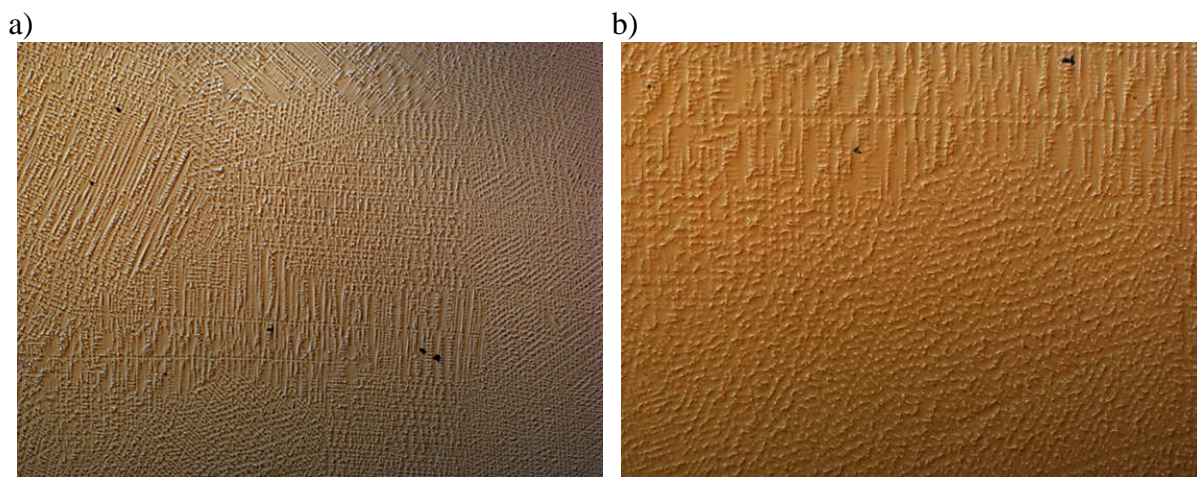
Na podstawie obserwacji mikroskopowych stwierdzono występowanie w stopie struktury dendrytycznej (Rysunek 4). Duża wielkość ziaren jest wynikiem powolnego chłodzenia w temperaturze pokojowej. Otrzymana struktura jest typowa dla tego rodzaju stopów odlewniczych, które posiadają morfologię niejednorodnego austenitu kobaltowego (faza  $\square$ ), w której występuje duża segregacja chemiczna. Chrom oraz molibden są głównymi pierwiastkami ulegającymi segregacji w obszarze dendrytów [8]. Analiza nie wykazała różnicy w strukturze odlewu przed i po trawieniu. Zaobserwowano ziarna o żebrowym ułożeniu dendrytów. Wyraźnie widać granice kolejnych ziaren w strukturze oraz główne kierunki wzrostu dendrytycznego podczas krystalizacji (Rysunek 5).

Analiza składu chemicznego mikroobszarów próbki wykazała znaczne różnice wartości rzeczywistych i tych podanych przez producenta. Zawartość żelaza wynosi 15% (30% według producenta), a kobaltu 46% (33,9% według producenta). Zawartość pozostałych pierwiastków była zbliżona (Rysunek 6 oraz Tablica 3). Niezgodność rzeczywistego składu chemicznego ze specyfikacją może negatywnie wpływać na jakość odlewów oraz prowadzić do występowania wad odlewniczych [9].



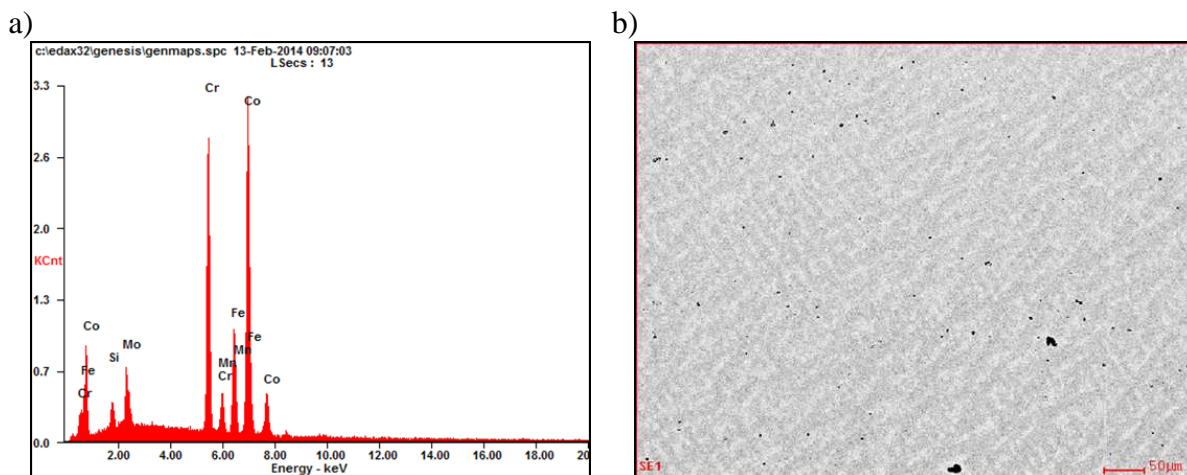
Rysunek 4. Struktura badanego stopu kobaltu: (a) po trawieniu, SEM; (b) przed trawieniem, mikroskop świetlny (pow. 500x)

*Figure 4. Structure of the tested cobalt alloy: (a) after etching, SEM; (b) before etching, optical microscope (magnification 500x)*



Rysunek 5. Struktura badanego stopu kobaltu, mikroskop świetlny z wykorzystaniem kontrastu interferencyjnego, powiększenie: (a) 50x; (b) 100x

*Figure 5. Structure of the tested cobalt alloy, optical microscope, differential interference contrast, magnification: (a) 50x; (b) 100x*



Rysunek 6. Analiza składu chemicznego mikroobszaru próbki: (a) wykres energii rozproszonego promieniowania rentgenowskiego; (b) zdjęcie SEM analizowanego obszaru  
 Figure 6. Chemical composition analysis of microarea of the specimen: (a) graph showing scattered X-radiation energy; (b) SEM photograph of the analyzed microarea

Tablica 3. Analiza składu chemicznego próbki

Table 3. Chemical composition analysis of the specimen

Pierwiastek chemiczny	Zawartość procentowa	
	Wt%	At%
SiK	01.65	03.44
MoL	08.17	04.98
CrK	25.47	28.67
MnK	01.09	01.16
FeK	14.05	14.73
CoK	46.32	45.99

#### 4. PODSUMOWANIE

Badaniu poddano stop kobaltu Wirobond LFC. Na podstawie obserwacji mikroskopowych stwierdzono, że stop po odlewaniu odśrodkowym wykazuje strukturę dendrytyczną, charakterystyczną dla tej metody wytwarzania. Zastosowanie techniki EDS pozwoliło na określenie składu chemicznego badanego preparatu. Na podstawie badań stwierdzono występowanie pierwiastków: Co, Cr, Fe, Mn, Mo oraz Si, typowych dla stopów stomatologicznych. Stwierdzono ponadto rozbieżność wartości podawanych przez producenta i wartości określonych metodą EDS.

**LITERATURA**

1. B. Surowska, Biomateriały metalowe oraz połączenia metal-ceramika w zastosowaniach stomatologicznych, Wydawnictwa Uczelniane, Lublin 2009.
2. J. Loch, H. Krawiec, Zachowanie Korozyjne Stopów Kobaltu w Roztworze Sztucznej Śliny; XXXVII International Scientific Conference Foundryman' Day 2013, Krakow, 28–29 Nov. 2013.
3. <http://iim.p.lodz.pl/media/materialy/lab-korozji/3.k.m.p..pdf>
4. J. Guzera, Wykonywanie odlewów metodą wytapianych modeli w autoklawizowanych formach gipsowych, Archives of Foundry Engineering, Volume 10, Special Issue 3 (2010) 307 – 310
5. B. Surowska, K. Beer, J. Borowicz, I. Veremchuk, Wpływ technologii odlewania na jakość stomatologicznego stopu kobaltu, Postępy Nauki i Techniki 11 (2011) 81-88.
6. <http://www.pzo.waw.pl/optyka.html>
7. A. Barbacki, Mikroskopia elektronowa, Wydawnictwo Politechniki Poznańskiej, Poznań 2003.
8. Z. Górny, Odlewnicze stopy kobaltu, Instytut Odlewnictwa, Warszawa 2008.
9. A. Trojan, Badania składu chemicznego wieloskładnikowych stopów na osnowie niklu i kobaltu, Prace IMŻ 1 (2010) 265-270.