

Experimentální **A**nalýza **N**apětí **2003**

THE DETERMINATION OF BIAXIAL FLEXURAL STRENGTH OF CERAMICS WITH THE SPECIAL SURFACE FILM **STANOVENÍ PEVNOSTI KERAMIKY SE SPECIÁLNÍ POVRCHOVOU VRSTVOU PŘI BIAXIÁLNÍM OHYBU**

Radek Sedláček¹, Jana Rosenkrancová², Jana Adertová³, Václav Šedivka⁴

The surface treatment of samples consists in its covering by ceramic layer containing “rough particles”, i.e. containing certain share of rough particles of the identical chemical composition as the matrix. This treatment improves property of the surface from the biocompatibility, resp. bioactivity aspect. The rough surface can be covered by the bio-compatible crushed material for better bioactivity improvement.

51 pieces of ceramic samples were made in cooperation Saint-Gobain Advanced Ceramics company ltd. and Department of Glass and Ceramics, Institute of Chemical Technology, Prague. They were divided into two groups. The result suspension of ceramic powder was applied on the matrix surface (samples prepared by pressing and fired to temperature 750°C) by the spraying method and provides by thermal processing (1570°C). The layer thickness is approximately 0,20 mm.

Samples were tested in Mechanical Testing Laboratory at the Faculty of Mechanical Engineering, Czech Technical University in Prague. Mechanical Testing Laboratory has a top quality testing system of US production, MTS 858.2 Mini Bionix System that is suitable for executing various tests needed for mechanical properties assessment of biomaterials combinations. The methodology of the determination of biaxial flexural strength is based on the standard ISO 13356:1997(E) that describes principle, where a disc of the test material is placed between two coaxial rings of unequal diameter and compressive force is applied. The result comparison of two groups, their mean fracture stresses (σ) it was found that the surface treatment though improves bioactivity, but apparently it has not the significant effect on the biaxial flexural strength of ceramics.

Keywords

Ceramics, Surface film, Biaxial flexural strength

Keramika, povrchová vrstva, biaxiální ohyb

¹ Ing. Radek Sedláček: ČVUT v Praze, Fakulta strojní, Laboratoř biomechaniky člověka, Technická 4, 166 07 Praha 6, tel.: +420-2-24352653, e-mail: sedlacek@biomed.fsfd.cvut.cz

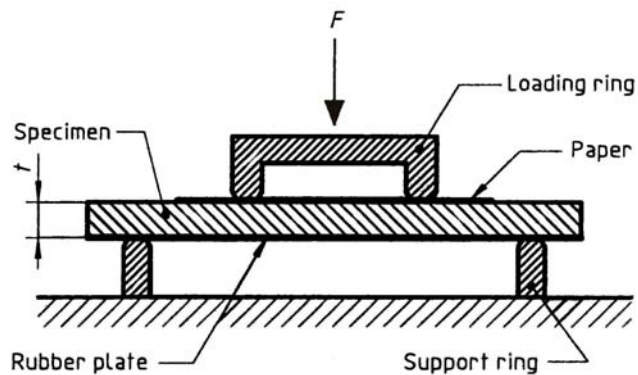
² Ing. Jana Rosenkrancová: ČVUT v Praze, Fakulta strojní, Laboratoř biomechaniky člověka, Technická 4, 166 07 Praha 6, tel.: +420-2-24352653, e-mail: rosenkra@biomed.fsfd.cvut.cz

³ Ing. Jana Adertová, CSc.: VŠCHT v Praze, Ústav skla a keramiky, Technická 5, 166 28 Praha 6, tel.: +420-2-24354135, e-mail: jana.andertova@vscht.cz

⁴ Ing. Václav Šedivka: Saint-Gobain Advanced Ceramics, s.r.o., Přepeská 1302, 511 10 Turnov, tel.: 481 363 511, e-mail: sedivka@sgac-turnov.cz

Úvod

Povrchová úprava keramiky, která se používá na výrobu endoprotéz, spočívá v pokrytí předmětu keramickou vrstvou, jejíž složení odpovídá chemickému složení keramické matrice. Vrstva obsahuje hrubé částice, které ovlivňují vlastnosti povrchu z hlediska biotolerance, resp. bioaktivity. Aplikovaná vrstva musí splňovat následující parametry: dobrá přilnavost k povrchu matrice, pravidelná tloušťka (okolo $200\mu\text{m}$), rovnoměrné rozložení částic na povrchu matrice.



Obr. 1 Schéma biaxiálního ohybu

Materiály a metody

Na základě spolupráce firmy Saint-Gobain Advanced Ceramics, s.r.o. a VŠCHT v Praze, ústavu skla a keramiky bylo vyrobeno 51 vzorků, které byly následně rozděleny do devíti skupin, A až I. Ve skupině A je 11 kontrolních vzorků bez povrchové úpravy, skupiny B–I obsahují po 5 vzorcích a liší se mezi sebou odchylkami v chemickém složení povrchové vrstvy. Matrice pro tvorbu vzorků byla vyrobena izostatickým lisováním za studena (CIP) z granulátu v pružné formě. Jako granulát byl použit typ TZ – 3YSB – E TOSOH Corp. Z vylišovaného válce byly vyrobeny disky s přídavkem na broušení (v syrovém stavu).

Následně byl proveden přežah při 750°C . Poté byly vrstvy aplikovány metodou sprayování příslušné suspenze z keramického prášku, která musí také obsahovat vodu, hrubé částice materiálu o velikosti $(50 \div 250) \mu\text{m}$ a optimálně zvolený typ organických přísad. Suspenze byla namíchána ze všech komponent v mixovacím boxu. Po nanesení povrchové vrstvy na keramickou matrici podstoupily vzorky termální proces, při kterém byl proveden výpal při teplotě 1570°C . Tloušťka vrstvy se pohybovala v průměru okolo $0,2 \text{ mm}$.

Vzorky byly testovány v Laboratoři mechanických zkoušek na ČVUT v Praze, fakultě strojní. Tato laboratoř je akreditovaná zkušební laboratoř, která se orientuje na testování mechanických vlastností keramických materiálů, používaných především při výrobě keramických



Obr. 2 Testovací systém MTS

náhrad lidských kloubů. Testy byly provedeny na špičkovém testovacím stroji MTS Mini Bionix 858.2 (obr. 2).

Stanovení pevnosti keramiky při biaxiálním ohybu σ je ve shodě s mezinárodní normou ISO 13356:1997(E) [1]. Zkušební vzorek ve tvaru nízkého válečku o průměru d ($36,0 \pm 1,0$) mm a tloušťce t ($2,0 \pm 0,1$) mm je umístěn mezi podpěrný a zatěžovací kroužek přípravku (obr. 1 a 3) o průměru d_s , resp. d_l a zatížen silou F až do jeho zlomení (obr. 4). Výpočet lomového napětí σ vychází ze vztahu (1), kde ν je Poissonova konstanta ($\nu = 0,3$).

$$\sigma = \frac{3F}{2\pi \cdot t^2} \left[(1 + \nu) \cdot \ln\left(\frac{d_s}{d_l}\right) + (1 - \nu) \cdot \left(\frac{d_s^2 - d_l^2}{2d^2}\right) \right] \quad (1)$$



Obr. 3 Disk před zatížením



Obr. 4 Disk po destrukci

Výsledky

V Tabulce 1 jsou znázorněny průměrné hodnoty lomového napětí σ všech devíti skupin spolu s jejich směrodatnými odchylkami. Porovnáním výsledných hodnot skupin B ÷ I se skupinou A můžeme zjistit, že některé úpravy povrchu (nástriky) spolu se zlepšením bioaktivity mohou zlepšit i mechanické vlastnosti keramiky, jiné je naopak zhoršují. Pro přesnější informace o jednotlivých skupinách by z hlediska statistického vyhodnocení musela každá skupina obsahovat alespoň 10 vzorků.

Tab1 Výsledné hodnoty lomového napětí keramiky

skupina	A	B	C	D	E	F	G	H	I
σ [MPa] ± SO	600 ± 20	540 ± 24	620 ± 7	570 ± 12	610 ± 16	510 ± 12	650 ± 10	640 ± 18	610 ± 17

SO – směrodatná odchylka aritmetického průměru

Závěr

Tato práce byla podpořena projektem Ministerstva školství č. MSM 210000012. Pro výrobce keramických náhrad nemohou být sice výsledky směřodonné, ale jak tato předběžná studie ukazuje, lze v rámci zvýšení bioaktivity povrchových vrstev dosáhnout i zlepšení mechanických vlastností biomateriálu.

Literatura

- [1] ISO 13356:1997 (E) Implants for surgery – Ceramics materials based on yttria-stabilized tetragonal zirconia (Y-TZP)