



**Tadeusz Krzysztof Zdziech**

**Wpływ przygotowania powierzchni stopu  
chromowo-niklowego i chromowo-kobaltowego  
na charakter połączenia strukturalnego z ceramiką.**

ROZPRAWA NA STOPIEŃ DOKTORA

**Promotor:**

**Dr hab. n. med. Mariusz Pryliński**

**Zakład Techniki i Technologii Dentystycznych Uniwersytetu  
Medycznego w Poznaniu**

**- Poznań 2014 –**

Składam serdeczne podziękowania Promotorowi  
dr hab. n. med. Mariuszowi Prylińskiemu za  
pomoc, wsparcie i wyrozumiałość oraz cenne  
wskazówki w trakcie pisania niniejszej pracy.

Dziękuję Panu prof. dr hab. n. tech. Maciejowi  
Hajdudze za naukową inspirację oraz umożliwienie  
wykonania badań metalograficznych.

# SPIS TREŚCI

## WYKAZ SKRÓTÓW

<b>1. WSTĘP</b> .....	1
<b>2. PRZEGLĄD PIŚMIENNICTWA</b> .....	2
<b>3. CEL PRACY</b> .....	11
<b>4. MATERIAŁ I METODY</b> .....	12
4.1. Materiał.....	12
4.2. Metody wykonania próbek ze stopów metali .....	13
4.3. Metody przygotowania próbek do badań wytrzymałościowych.....	14
4.4. Metody przygotowania próbek do badań profilometrycznych oraz jakości połączenia metal-ceramika .....	18
4.5. Metody oceny wytrzymałości połączenia stop metalu - ceramika.....	21
4.6. Metody oceny stopnia rozwinięcia powierzchni stopów metali .....	22
4.7. Metody oceny mikrostruktury połączenia stop metalu - ceramika .....	24
4.8. Metody analizy statystycznej.....	25
<b>5. WYNIKI</b> .....	27
5.1. Wyniki badań porównawczych wpływu przygotowania powierzchni stopu chromowo - niklowego na wartość naprężenia stycznego z ceramiką dentystyczną - test na ścinanie .....	27
5.2. Wyniki badań porównawczych wpływu przygotowania powierzchni stopu chromowo - kobaltowego na wartość naprężenia stycznego z ceramiką dentystyczną - test na ścinanie.....	30

5.3. Analiza porównawcza wartości naprężenia stycznego połączenia ceramiki dentystycznej ze stopem chromowo – niklowym i chromowo – kobaltowym - test na ścinanie.....	33
5.4. Wyniki oceny stopnia rozwinięcia powierzchni stopów - badania profilometryczne .....	37
5.5. Wyniki oceny mikrostruktury połączenia ceramika - stop metalu .....	47
<b>6. OMÓWIENIE WYNIKÓW I DYSKUSJA .....</b>	<b>72</b>
<b>7. WNIOSKI.....</b>	<b>80</b>
<b>8. STRESZCZENIE .....</b>	<b>81</b>
<b>9. SUMMARY .....</b>	<b>83</b>
<b>10. PIŚMIENNICTWO.....</b>	<b>85</b>
<b>11. SPIS RYCIN.....</b>	<b>96</b>
<b>12. SPIS TABEL.....</b>	<b>102</b>

## WYKAZ SKRÓTÓW

**CB** - grupa eksperymentalna

**CV** - współczynnik zmienności

**EDS** - Energodispersyjne

**K** - grupa kontrolna

**MPa** – megapascal

**Max** – wartość maksymalna

**Me** – medianą

**Min** – wartość minimalna

**N** – Newton

**NIR** - najmniejszej istotnej różnicy

**p** - poziom intensywności

**Ra** - średni arytmetyczna wartości chropowatości (profilu)

**Rv** - głębokość najniższego wgłębienia profilu

**Rp** - wysokość najwyższego wzniesienia profilu

**Rt** - całkowita wysokość profilu

**Rq** - średnie kwadratowe odchylenie profilu chropowatości

**Rk** - wysokość chropowatości rdzenia

**SD** - odchylenie standardowe.

**SEM** - Skaningowy Mikroskop Elektronowy

**Śr** - średnia wartość naprężenia stycznego

**Q25 , Q75** - kwartyle

**XRF** - rentgenowska spektroskopia fluorescencyjna

## 1. WSTĘP

Celem rekonstrukcji protetycznej jest nie tylko odtworzenie prawidłowej funkcji żucia, artykulacji dźwięków mowy oraz właściwej estetyki uzębienia, lecz również oddziaływanie profilaktyczne wobec pozostałych elementów układu stomatognatycznego [1]. Zadania te są możliwe do spełnienia dzięki coraz większej dostępności nowoczesnych materiałów oraz właściwych technologii ich przetwarzania [2].

Materiały wykorzystywane do rekonstrukcji uszkodzonych lub utraconych zębów własnych narażone są na wpływ agresywnego środowiska jamy ustnej, stąd obok biogodności powinny charakteryzować się zadawalającymi właściwościami mechanicznymi, wytrzymałościowymi i estetycznymi, które pozwolą na długotrwałe użytkowanie wykonanych uzupełnień protetycznych [1, 2, 3, 4, 5, 6, 7].

Wprowadzenie na rynek w połowie ubiegłego wieku ceramiki napalanej na stopy metali, zapoczątkowało proces wykonania protez stałych o zadawalających walorach estetycznych oraz dobrych parametrach wytrzymałościowych [8, 9, 10]. Obecnie uzupełnienia tego typu są standardowymi konstrukcjami stosowanymi w protetyce stomatologicznej, a dostępne badania długoterminowe potwierdzają ich kliniczną przydatność [11, 12, 13, 14, 15, 16]. Zdarzają się jednak przypadki w których dochodzi do uszkodzenia ceramicznego olicowania. Przyczyny tych uszkodzeń mogą mieć swe źródło zarówno na etapie wykonawstwa laboratoryjnego, jak i postępowania klinicznego, a naprawa ich nie zawsze jest możliwa do wykonania [2, 13, 14, 17].

Dlatego też właściwa siła wiązania pomiędzy podbudową metalową a ceramiką dentystyczną jest niezwykle istotna z klinicznego punktu widzenia, stąd wydaje się uzasadnione określenie, który ze sposobów kondycjonowania powierzchni stopów metali zapewnia najkorzystniejsze połączenie pomiędzy tymi materiałami.

## 2. PRZEGLĄD PIŚMIENICTWA

Uzupełnienia ceramiczno - metalowe od wielu lat z powodzeniem są stosowane w uzupełnianiu braków zębowych. W praktyce klinicznej zdarzają się jednak przypadki, uszkodzenia olicowania ceramicznego, którego naprawa jest czasochłonna i kosztowna, a niekiedy wręcz niemożliwa do wykonania [18]. Odpryski ceramiki w przednim odcinku łuku zębowego stanowią poważny problem estetyczny, natomiast w bocznych jego odcinkach funkcjonalny.

Z analizy literatury przedmiotu wynika [2, 13, 14, 18, 19, 20, 21], że większość niepowodzeń nie jest związana z właściwościami ceramik dentystycznych, lecz niewłaściwym postępowaniem klinicznym i laboratoryjnym. Według Belli i wsp. [22] największy odsetek uszkodzeń uzupełnień jednolicie ceramicznych dotyczy protez stałych wykonanych w technologii In-Ceram Alumina na wielkość naprężenia stycznego, In-Ceram Spinell oraz systemie Dicor (ceramika szklana). W okresie pięcioletniej obserwacji uzupełnień jednolicie ceramicznych odsetek niepowodzeń w przypadku koron wynosił 3,6% - 7,0%, natomiast w przypadku mostów 5,6% - 13,6% [13]. W tym kontekście średnia ilość uszkodzeń uzupełnień ceramiczno – metalowych wynosząca w analogicznym okresie czasu od 2,3% do 8,0% wydaje się być satysfakcjonująca [13]. Dostępne są również badania w których po dziesięcioletnim okresie obserwacji klinicznej zarejestrowano jedynie 5,0% uszkodzeń olicowania ceramicznego [23].

Uważa się, że wpływają na stopień przetrwania w środowisku jamy ustnej protez stałych ceramiczno - metalowych takie czynniki jak błędy w postępowaniu laboratoryjnym i klinicznym, niezauważalne wady strukturalne zastosowanych materiałów oraz urazy [2, 13, 18]. Przyjmuje się, że w warunkach jakie panują w jamie ustnej, trwałość uzupełnień



ceramiczno - metalowych jest zadawalajaca wówczas, gdy wartosc naprężenia stycznego połączenia obu materialów, zgodnie z norma ISO 9693 jest wieksza niz 25 MPa [24].

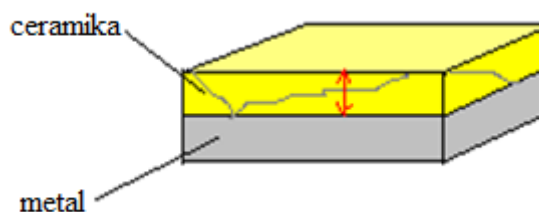
Na charakter połączenia ceramika - stop metalu bezposredni wpływ wywieraja takie czynniki jak: wytworzona na powierzchni stopu w procesie oksydacji warstwa tlenków, która zapewnia połączenie chemiczne, zagłębienia mikroretencyjne będa ce efektem obróbki strumieniowo - ścierniej, zapewniajace połączenie mechaniczne oraz odpowiednio dobrane współczynniki rozszerzalności cieplnej (WRC) obu materialów, które są odpowiedzialne za indukowanie naprężeń ściskajacych [2, 13, 25].

Grubość warstwy tlenków posiada znaczący wpływ na silę połączenia pomiędzy podbudowę metalowā a ceramikā dentystycznā, ponieważ jest ona odpowiedzialna za wzajemnā dyfuzję atomów pomiędzy obu substratami. Połączenie dyfuzyjne w porównaniu do pozostałych dwóch czynników wpływajacych na własciwe połączenie obu materialów odgrywa w tym przypadku rolę pierwszoplanowā. Jak wykazują badania [11] przeprowadzone za pomocā analizy rentgenowskiej na granicy ceramika – stop metalu, wytwarza się warstwa tlenków łączacych, które są efektem przejścia elektronów z podbudowy metalicznej do niezapełnionego całkowicie pasma walencyjnego pierwiastków wchodzących w skład materialu ceramicznego.

Wielkość wytworzonych w wyniku obróbki strumieniowo - ścierniej zagłębień mikroretencyjnych jest uzależniona od grubości użytego ścierniwa, ciśnienia oraz kąta pod jakim proces piaskowania jest wykonywany. Standardowo do tego celu stosuje się tlenek glinu o średnicy ziarna 110 μm pod ciśnieniem 2 - 3 barów oraz kąt padania piasku na powierzchnie stopu 45°. Obróbka strumieniowo – ścierna poprzez wytworzone zagłębienia mikroretencyjne zwiększa rzeczywistā powierzchnię kontaktu pomiędzy obydwoma materialami, a także zwiększa energie powierzchni, co z kolei poprawia zdolność

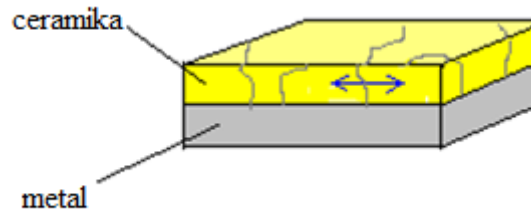
zwilżania, a tym samym stwarza korzystniejsze warunki dla uzyskania zadawalającej adhezji [13]. Potwierdzają to badania Henriques i wsp. [26], którzy oceniali wartość naprężenia stycznego połączenia ceramiki do napalania (Omega 900) i tłoczenia (Ceramco 3) ze stopem chromowo - niklowym (Nobil 400), którego powierzchnia została opracowana poprzez obróbkę strumieniowo - ścierną tlenkiem glinu o średnicy ziarna 110  $\mu\text{m}$  oraz polerowanie. Autorzy ci najwyższe wartości naprężenia stycznego uzyskali dla próbek piaskowanych w/w medium, które w przypadku łączenia z ceramiką tłoczoną osiągnęły wartość 141,2 MPa i napalaną 109,6 MPa. W przypadku próbek których powierzchnia została wypolerowana wartości naprężenia stycznego wynosiły odpowiednio 116,4 MPa dla ceramiki tłoczonej oraz 20,6 MPa dla ceramiki napalanej. Podobne zadawalające wyniki połączenia ceramiki ze stopem chromowo - niklowym i chromowo - kobaltowym kondycjonowanymi tlenkiem glinu o średnicy ziarna 110  $\mu\text{m}$  uzyskali Külünk i wsp. [27]. Uzyskane przez cytowanych autorów wartości naprężenia stycznego dla tlenku glinu o średnicy ziarna 110  $\mu\text{m}$  różniły się istotnie statystycznie od pozostałych rodzajów ścierniw którymi były: tlenek glinu o średnicy ziarna 50  $\mu\text{m}$ , tlenek glinu o średnicy ziarna 30 - 50  $\mu\text{m}$  oraz azotek boru o średnicy ziarna 60 - 80  $\mu\text{m}$ . Jak wykazują doniesienia z literatury, korzystny wpływ na wzrost wartości naprężenia stycznego połączenia ceramiki z podbudową metalową powoduje również dodatek do medium piaskującego dwutlenku krzemu [2, 13, 28, 29]. Jednak jak wykazują inne badania [18, 30, 31, 32], w wyniku omawianego procesu w wielu przypadkach dochodzi do wbijania drobnych ziaren tlenku glinu w powierzchnię metalowej podbudowy, co może osłabić jej połączenie z ceramiką [33]. Dlatego w celu wyeliminowania tego niekorzystnego zjawiska, zaleca się przed napaleniem ceramiki wykonać trawienie powierzchni metalu za pomocą 5% kwasu fluorowodorowego [34].

W procesie łączenia ceramiki dentystycznej ze stopami metali istotna jest również eliminacja naprężeń powstających pomiędzy obydwojoma materiałami. Przyjęto, że optymalne warunki istnieją wtedy, gdy współczynnik rozszerzalności cieplnej (WRC) ceramiki jest o  $0,5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  niższy od WRC stopu metalu na który jest ona napalana [1, 13, 35]. W takiej sytuacji podczas procesu stygnięcia stopu, ceramika kurczy się nieco słabiej, co powoduje wyzwolenie nieznacznych naprężeń ściskających (kompresji rezydualnej), skutkujących mniejszą jej podatnością na indukowane przez obciążenia mechaniczne naprężenia rozciągające [2, 13]. Jeżeli WRC metalowej podbudowy jest wyższe od WRC napalanej ceramiki, dochodzi do wzrostu stycznie powstających naprężeń ściskających i powstania mikropęknięć przebiegających na zewnątrz materiału ceramicznego (Ryc. 1).



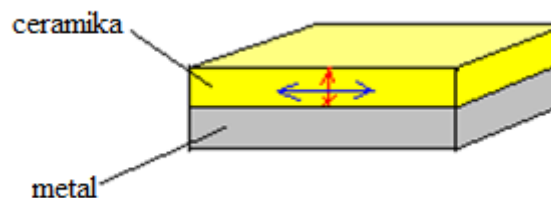
**Ryc. 1.** Schemat przekroju poziomego metal-ceramika, ilustrujący obecność naprężeń ściskających.

W przypadku gdy wartość WRC metalowej podbudowy będzie niższa od WRC napalanej na jej powierzchnię ceramiki, dochodzi do wzrostu naprężeń rozciągających i powstania mikropęknięć o przebiegu równoległym do powierzchni metalicznej (Ryc. 2). W obu opisanych przypadkach w efekcie końcowym dochodzi do odprysków olicowania ceramicznego.



**Ryc. 2.** Schemat przekroju poziomego metal-ceramika, obrazujący naprężenia rozciągające.

Jak już wspomniano najkorzystniejsze są zbliżone wartości WRC obydwu materiałów, nie przekraczające  $0,5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  co powoduje, że naprężenia ściskające oraz rozciągające się równoważą, a tym samym ryzyko pęknięcia olicowania ceramicznego jest zdecydowanie mniejsze (Ryc. 3). Należy jednak pamiętać, że zbyt gruba warstwa ceramiki ( $> 2,0 \text{ mm}$ ) oraz zbyt długie przetrzymywanie modelowanej protezy stałej w piecu w zakresie temperatur  $800\text{-}900^\circ \text{ C}$  prowadzi do niekontrolowanego wzrostu WRC ceramiki.



**Ryc. 3.** Schemat przekroju poziomego metal-ceramika, przedstawiający wyrównane naprężenia ściskające i rozciągające.

Zdarzają się jednak sytuacje, że pomimo przestrzegania rygorów procesu technologicznego wykonawstwa laboratoryjnego protez stałych, dochodzi do odprysków olicowania ceramicznego, stąd problem ten stanowi w dalszym ciągu przedmiot zainteresowań w kręgu zainteresowania wielu autorów [34, 35, 36, 37, 38, 39, 40, 41]. Sipahi i wsp. [37] oceniali w teście na ścinanie wartość naprężenia stycznego połączenia

stopów chromowo-niklowych i chromowo-kobaltowych z pięcioma rodzajami ceramiki dentystycznej (VMK 68, IPS d.Sign, Ceramko II, Matchmaker, Finesse). Uzyskane wyniki badań wykazały brak istotnej statystycznie różnicy pomiędzy poddanymi ocenie stopami, choć nieco wyższe wartości naprężenia stycznego zarejestrowano dla badanych ceramik napalanych na stop chromowo-niklowy. Do podobnych wniosków doszli również Melo i wsp. [38], którzy przy pomocy analogicznego testu badali wartość naprężenia stycznego połączenia pomiędzy ceramiką IPS d.Sign, a stopami chromowo-niklowymi (4 All, Wiron 99) i chromowo-kobaltowymi (IPS d.Sign 20, Algelay NP).

Przeprowadzone przez Morales i wsp. [39] badania wartości naprężenia stycznego połączenia ceramiki Vita Omega 900 z pięcioma różnymi pod względem składu chemicznego stopami chromowo-kobaltowymi (IPS d.Sign 20, IPS d.Sign 30, Remanium, Heranium, Wirabond) wykazały, że najwyższe wartości naprężenia stycznego zarejestrowano dla stopów IPS d.Sign 30 (96,8 MPa) oraz IPS d.Sign 20 (94,0 MPa) i różniły się one istotnie statystycznie od pozostałych poddanych ocenie materiałów. Autorzy ci zasugerowali również, że wartość naprężenia stycznego połączenia ceramiki dentystycznej z metalową podbudową zależy także od składu chemicznego zastosowanego do jej wykonania stopu metalu. W innych badaniach przeprowadzonych przez Prado i wsp. [40], oceniano laboratoryjnie wartość naprężenia stycznego połączenia trzech stopów chromowo-niklowych (Durabond, Verabond, Viron) z trzema rodzajami ceramiki dentystycznej (Duceram, Williams, Noritake). Najlepsze wyniki (32,9 MPa) zarejestrowali dla połączenia ceramiki Noritake ze stopem Wiron, a najgorsze (16,3 MPa) dla porcelany Duceram napalanej na stop Verabond, co zdaniem autorów potwierdza tezę o wpływie składu chemicznego na wartość naprężenia stycznego połączenia pomiędzy ocenianymi materiałami. Milczewsky i Scolaro [41] stosując kondycjonowanie powierzchni stopu srebro-palladowego Pors-on4 tlenkiem glinu o średnicy ziarna 50  $\mu\text{m}$ , napalali na jego

powierzchnię trzy różne rodzaje ceramiki dentystycznych (Ceramko, Noritake, Vita VMK 68). Wykonane badania wytrzymałościowe za pomocą testu na ścinanie wykazały brak statystycznie istotnych różnic pomiędzy badanymi grupami, co zdaniem autorów potwierdza przydatność ocenianego stopu dla wszystkich badanych ceramiki dentystycznych. Wyniki powyższych badań sugerują, że istnieje możliwość zastosowania dla określonej ceramiki dentystycznej alternatywnych rodzajów stopów względem tych, które zalecają producenci.

Niektóre z firm produkujących materiały dla techniki dentystycznej zezwalają na dodawanie do nowo odlewanych elementów metalowych, ściśle określonych ilości uprzednio przetopionych stopów metali, dlatego zagadnienie to było celem badań Ucar i wsp. [42]. Autorzy oceniali w teście na ścinanie oraz trzypunktowego zginania, wartość siły połączenia pomiędzy ceramiką dentystyczną Vita VMK 95 a stopem chromowo-niklowym Remanium CS. Grupę kontrolną stanowiły podbudowy odlewane z nieprzetapianego dotychczas stopu, grupę drugą próbki w których do 50% nowego stopu dodawano 50% metalu przetopionego z grupy kontrolnej, a grupę trzecią próbki w których do 50% nowego metalu dodawano 50% stopu uprzednio odlanego z grupy drugiej. Wyniki badań jednoznacznie wykazały, że zarówno wartości siły w teście na ścinanie jak i średniego obciążenia w próbie trzypunktowego zginania w grupie kontrolnej różniły się wysoce istotnie statystycznie od obydwu grup eksperymentalnych. Ponadto zanotowano także różnice pomiędzy eksperymentalną grupą drugą i trzecią, co świadczy o tym, że im częściej jest przetapiany stop metalu, tym w większym stopniu proces ten obniża siłę połączenia metalowej podbudowy z ceramiką dentystyczną.

W przypadkach wykonawstwa rozległych protez stałych – wieloczłonowych, często zachodzi konieczność łączenia poszczególnych elementów poprzez ich lutowanie, stąd Nikellis i wsp. [43] starali się dać odpowiedź na pytanie czy proces ten może mieć wpływ

na siłę połączenia metalicznej podbudowy z ceramiką dentystyczną. Badaniu zostały poddane próbki wykonane ze stopu chromowo-niklowego Wiron 99, z których połowa została pokryta warstwą lutowia Wiron Lot, natomiast druga połowa stanowiła grupę kontrolną. Na metalowe podbudowy napalono ceramikę dentystyczną Ceramco 3, a następnie próbki poddano badaniu chropowatości, twardości, sprężystości oraz wytrzymałości połączenia przy zastosowaniu testu trzypunktowego zginania. Wykonana analiza wykazała spadek twardości i wzrost modułu sprężystości próbek lutowanych, natomiast brak istotnych różnic statystycznych w przypadku oceny szorstkości powierzchni oraz wytrzymałości połączenia ceramika - stop metalu.

W literaturze pojawia się coraz większa ilość badań, które mają na celu udzielenie odpowiedzi na pytanie w jaki sposób można zwiększyć trwałość połączenia ceramiki dentystycznej z podbudową metalową [43, 44, 45, 46, 47, 48, 49, 50, 51]. Jednym z kierunków omawianych badań jest zastosowanie warstw pośrednich typu zol - żel [44, 45], a także technik aplikacji i grubości warstwy opakera [46, 47, 52, 53, 54, 55, 56, 57], w której dochodzi do wzajemnej dyfuzji tlenków z metalu do ceramiki oraz ceramiki do metalu. Badania przeprowadzone przez Amri i wsp. [58] dotyczyły wpływu zastosowania dwóch rodzajów opakera, z których jeden miał postać pasty, a drugi proszku, na wartość naprężenia stycznego ceramiki ze stopem metalu. Uzyskane wyniki wykazały, że opaker w paście wpływa istotnie na poprawę wartości naprężenia stycznego połączenia ceramiki ze stopem metalu, w porównaniu z opakerem konfekcjonowanym w formie proszku, który zarabia się specjalnym płynem lub wodą destylowaną. Zdaniem autorów wyniki przeprowadzonych badań mogą być związane z nieznacznie wyższą temperaturą wypalania opakera konfekcjonowanego w formie pasty, co potwierdzają również doniesienia Hammad i wsp. [59]. Wydaje się również, że przygotowana fabrycznie pasta

opakerowa zawiera właściwe proporcje poszczególnych składników, w porównaniu z przypadkowymi jak to ma miejsce podczas ręcznego zarabiania proszku z płynem.

Dostępne w literaturze badania wskazują również, że na jakość połączenia ceramiki dentystycznej ze stopami metali wpływa również temperatura wypalania kolejnych warstw ceramicznych oraz proces ich chłodzenia [59, 60, 61, 62, 63, 64]. Saini i wsp. [64] wykazali, że niższe temperatury wypalania ceramiki dentystycznej od zalecanych przez producentów powodują zwiększenie ilości artefaktów, w postaci drobnych porowatości oraz zmniejszenie mikrotwardości wypalanej porcelany. Natomiast badania przeprowadzone przez Guinn i wsp. [65] dowiodły, że powolne chłodzenie wypalanej ceramiki dentystycznej wpływa w istotny sposób na jej wartość naprężenia stycznego połączenia z podbudową metalową.



### **3. CEL PRACY**

**Celem przeprowadzonych badań laboratoryjnych było:**

1. Określenie, który ze sposobów przygotowania powierzchni stopu chromowo-niklowego i chromowo-kobaltowego wpływa najkorzystniej na wytrzymałość połączenia z ceramiką dentystyczną.
2. Ocena stopnia rozwinięcia powierzchni stopu chromowo-niklowego i chromowo-kobaltowego pod wpływem różnych rodzajów kondycjonowania ich powierzchni.
3. Analiza mikrostruktury oraz składu chemicznego połączenia ceramiki dentystycznej z metalową podbudową, w zależności od sposobu przygotowania powierzchni stopu.

## 4. MATERIAŁ I METODY

### 4.1. Materiał

Do badań użyto ceramikę fluorowo-apatytowo-leucytową IPS d.SIGN firmy Ivoclar – Vivadent (Liechtenstein). Ten rodzaj porcelany ze względu na stosunkowo wysoką ścieralność nie powoduje tak dużej abrazji zębów przeciwstawnych, jak inne rodzaje materiałów ceramicznych. Ceramika IPS d.SIGN może być stosowana do napalania na stopy metali wysoko szlachetnych, szlachetnych i nieszlachetnych o współczynniku rozszerzalności cieplnej  $12,6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  ( $25^\circ - 510^\circ \text{ C}$ ). Wytrzymałość na zginanie wynosi  $80 \pm 25 \text{ MPa}$ , natomiast twardość 520 - 599 HV w skali Vickersa.

W badaniach użyto również bonding Ceram-Bond (Bredent, Niemcy), który można stosować jako warstwę pośrednią pomiędzy metalem nieszlachetnym, a pierwszą warstwą ceramiki, w celu wyrównywania ewentualnych różnic we współczynnikach rozszerzalności cieplnej. Materiał ten aplikowano na warstwę metalu uprzednio wypiaszkowanego, oczyszczonego za pomocą ciśnieniowego urządzenia parowego oraz poddanemu procesowi oksydowania.

Do wykonania próbek, na które napalano ceramikę dentystyczną, użyto dwa stopy, chromowo - niklowego 4all® oraz stop chromowo - kobaltowego Colado CC, produkcji firmy Ivoclar - Vivadent (Liechtenstein). Stop 4all® posiada współczynnik rozszerzalności termicznej (WRC)  $13,8 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  ( $25^\circ - 500^\circ \text{ C}$ ), natomiast WRC stopu Colado CC wynosi  $14,2 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  ( $25^\circ - 500^\circ \text{ C}$ ). Stop Colado CC jest materiałem polecanym w przypadkach stwierdzonej alergii na nikiel.

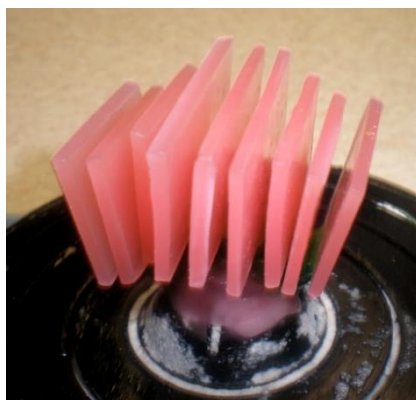
Materiałem użytym do obróbki strumieniowo-ściernej powierzchni stopów metali, był tlenek glinu Cobra (Renfert, Niemcy) o średnicy ziarna 250, 150, 125 i 110  $\mu\text{m}$  oraz system trybochemiczny Rocatec firmy 3M ESPE (Niemcy), który obok tlenku glinu o

średnicy ziarna 110  $\mu\text{m}$  zawiera dodatkowo cząsteczki dwutlenku krzemu wielkości 0,5 - 2,0  $\mu\text{m}$  [104].

## 4.2. Metody wykonania próbek ze stopów metali

Woskowe formy, z których metodą traconego wosku wykonano próbki odlewnicze przeznaczone do badań chropowatości powierzchni, oraz oceny mikrostruktury, zostały wykonane z płytek wosku odlewowego GEO, o grubości 0.6 mm. (Renfert, Niemcy).

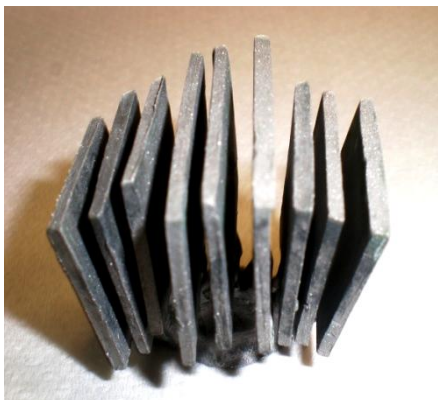
W celu wykonania próbek do badań wytrzymałościowych (test na ścinanie), trzy płytki woskowe łączono ze sobą, aby uzyskać formę odlewową o grubości 1,8 mm. Do tak przygotowanych płytek doklejano kanały odlewowe o grubość 3,5 mm i długości 10 mm. Długość kanałów spowodowała, że elementy odlewowe znajdowały się w  $\frac{1}{4}$  wysokości poniżej górnej granicy krawędzi formy i minimum 5 mm od ścianek wewnętrznych pierścienia (Ryc. 4).



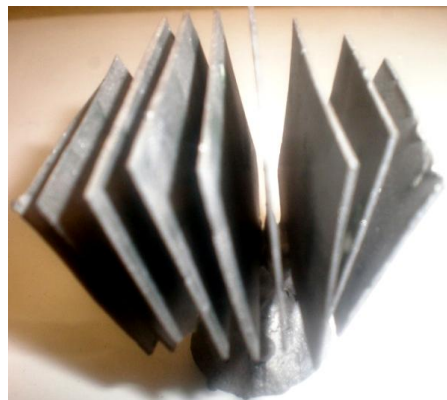
**Ryc. 4.** Płytki woskowe wraz z kanałami odlewniczymi, przymocowane do stożka odlewowego.

Po odtuszczeniu preparatem Aurofilm (Bego, Niemcy), płytki zatapiano w masie ogniotrwalej Dreibettmasse Klasse 4 (Dental GmbH, Niemcy), a następnie po wypaleniu wosku odlewano zgodnie z ogólnie przyjętymi zasadami, w urządzeniu odlewniczym

Ducatron (UGIN Dentale, Francja). Uwolnione z masy osłaniającej odlewy, piaskowano tlenkiem glinu o średnicy ziarna 110  $\mu\text{m}$ , przy użyciu piaskarki Basic Classic (Renfert, Niemcy - Ryc. 5 i 6).



**Ryc. 5.** Odlew o grubości 1,8 mm.



**Ryc. 6.** Odlew o grubości 0,6 mm.

Wszystkie wykonane odlewy poddano obróbce mechanicznej za pomocą kamieni karborundowych oraz frezów z węglików spiekanych.

### **4.3. Metody przygotowania próbek do badań wytrzymałościowych**

Dla oceny wytrzymałości połączenia ceramika – metal, przygotowano próbki ze stopów chromowo - niklowego i chromowo - kobaltowego w kształcie prostopadłościanów, o wymiarach 20 x 8 x 1,8 mm., w ilości 200 próbek, po 100 próbek do każdego rodzaju stopu, w tym po 10 dla każdego z dziesięciu sposobów kondycjonowania powierzchni metalu. Dokładny podział na poszczególne grupy badawcze przedstawia tabela I.

**Tabela I.** Grupy badawcze poddane testom na ścinanie w zależności od sposobu kondycjonowania powierzchni stopów

Rodzaj stopu	Sposób kondycjonowania	Symbol badanej grupy
<b>Grupy kontrolne (K)</b>		
stop Cr-Ni	tlenek glinu 250 $\mu\text{m}$	1a
stop Cr-Ni	tlenek glinu 150 $\mu\text{m}$	2a
stop Cr-Ni	tlenek glinu 125 $\mu\text{m}$	3a
stop Cr-Ni	tlenek glinu 110 $\mu\text{m}$	4a
stop Cr-Ni	system Rocatec	5a
stop Cr-Co	tlenek glinu 250 $\mu\text{m}$	Ia
stop Cr-Co	tlenek glinu 150 $\mu\text{m}$	IIa
stop Cr-Co	tlenek glinu 125 $\mu\text{m}$	IIIa
stop Cr-Co	tlenek glinu 110 $\mu\text{m}$	IVa
stop Cr-Co	system Rocatec	Va
<b>Grupy eksperymentalne (CB)</b>		
stop Cr-Ni	tlenek glinu 250 $\mu\text{m}$ + Ceram-Bond	1b
stop Cr-Ni	tlenek glinu 150 $\mu\text{m}$ + Ceram-Bond	2b
stop Cr-Ni	tlenek glinu 125 $\mu\text{m}$ + Ceram-Bond	3b
stop Cr-Ni	tlenek glinu 110 $\mu\text{m}$ + Ceram-Bond	4b
stop Cr-Ni	system Rocatec + Ceram-Bond	5b
stop Cr-Co	tlenek glinu 250 $\mu\text{m}$ + Ceram-Bond	Ib
stop Cr-Co	tlenek glinu 150 $\mu\text{m}$ + Ceram-Bond	IIb
stop Cr-Co	tlenek glinu 125 $\mu\text{m}$ + Ceram-Bond	IIIb
stop Cr-Co	tlenek glinu 110 $\mu\text{m}$ + Ceram-Bond	IVb
stop Cr-Co	system Rocatec + Ceram-Bond	Vb

Zarówno w grupach kontrolnych (K) jak i eksperymentalnych (CB), powierzchnie metalowych próbek na które miała być napalana ceramika, poddano kondycjonowaniu pięcioma różnymi sposobami.

W grupach 1a, Ia, 1b, Ib stosowano obróbkę strumieniowo - ścierną tlenkiem glinu Cobra (Renfert, Niemcy) o średnicy ziarna 250  $\mu\text{m}$  przy użyciu piaskarki piórowej Basic Classic (Renfert, Niemcy) przy ciśnieniu roboczym 3,0 barów, kierując strumień piasku pod kątem  $45^\circ$  z odległości 20 mm do powierzchni próbki przez 10 sekund.

W grupach 2a, IIa, 2b, IIb stosowano obróbkę strumieniowo - ścierną tlenkiem glinu Cobra (Renfert, Niemcy) o średnicy ziarna 150  $\mu\text{m}$  przy użyciu piaskarki piórowej Basic Classic (Renfert, Niemcy) stosując te same parametry jak dla poprzedniej gradacji tlenku glinu.

W grupach 3a, IIIa, 3b, IIIb próbki poddawano obróbce strumieniowo – ścierną tlenkiem glinu Cobra (Renfert, Niemcy) o średnicy ziarna 125  $\mu\text{m}$  przy użyciu piaskarki piórowej, Basic Classic (Renfert, Niemcy) przy zachowaniu takich samych parametrów jak dla tlenku glinu o średnicy ziarna 250 i 150  $\mu\text{m}$ .

W grupach 4a, IVa, 4b, IVb powierzchnię na którą miała być napalana ceramika, kondycjonowano stosując obróbkę strumieniowo – ścierną tlenkiem glinu Cobra (Renfert, Niemcy) o średnicy ziarna 110  $\mu\text{m}$ , przy użyciu piaskarki piórowej Basic Classic (Renfert, Niemcy), stosując te same parametry jak dla poprzednich gradacji tlenku glinu.

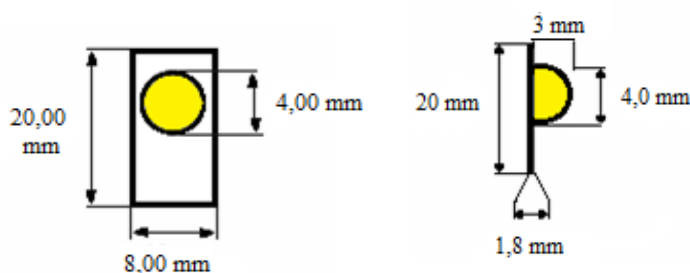
W grupach 5a, Va, 5b i Vb celem aktywacji powierzchni stopów zastosowano system trybochemiczny Rocatec, używając tlenku glinu o średnicy ziarna 110  $\mu\text{m}$  (Rocatec Pre) pod ciśnieniem 2,8 bara, kierując strumień piasku pod kątem  $45^\circ$  z odległości 20 mm, a następnie w drugim etapie zastosowano tlenek glinu o średnicy ziarna 110  $\mu\text{m}$  (Rocatec Plus), który zawiera dodatkowo cząsteczki dwutlenku krzemu o średnicy 0,5 - 2, 0  $\mu\text{m}$ . Strumień piasku był kierowany pod kątem  $90^\circ$  i z odległości 10 mm od powierzchni

próbki. W wyniku procesu silikatyacji na powierzchni stopów tworzy się warstwa ceramiczna bogatsza w krzem o czarno-matowym zabarwieniu.

Po procesie kondycjonowania próbki poddawano procesowi oksydacji w piecu do wypalania ceramiki Programat® P100 (Ivoclar-Vivadent, Liechtenstein) zgodnie z zaleceniami producenta.

W przypadku grup eksperymentalnych (CB) powierzchnie próbek, na które miała być napalana ceramika poddawano dodatkowemu procesowi kondycjonowania za pomocą bondingu Ceram-Bondu (Bredent, Niemcy). W tym celu powlekano metalowe próbki cienką warstwą bondingu i wypalano w przedziale temperatur 650° C - 980° C, przy wzroście temperatury o 55° C na minutę. Proces wypalania odbywał się w próżni i trwał 6 minut.

W następnych etapach wszystkie powierzchnie zarówno próbek grup kontrolnych jak i eksperymentalnych pokrywano dwoma warstwami opakera oraz masą zębinową i szkliczną, którą formowano zgodnie ze schematem przedstawionym na rycinie 7.



**Ryc. 7.** Schemat połączenia ceramiki z podbudowa metaliczną.

W celu otrzymania jednakowych wymiarów napalonych warstw ceramicznych na podbudowy metalowe, wykonano z pęsety i gilzy metalowej specjalną matrycę (Ryc. 8).



**Ryc. 8.** Matryca przeznaczona do formowania warstw ceramicznych.

Łącznie przygotowano 200 próbek, które przed wykonaniem badań wytrzymałościowych, umieszczano zgodnie z normą DIN ENIE ISO 6892-1 na okres 24 godzin w wodzie destylowanej w temperaturze 37° C.

#### **4.4. Metody przygotowania próbek do badań profilometrycznych oraz jakości połączenia metal-ceramika**

Do badań profilometrycznych przygotowano próbki w kształcie prostopadłościanów o wymiarach 15,0 x 6,0 x 0,6 mm, które odlano ze stopu chromowo - niklowego i chromowo - kobaltowego według procedury opisanej w rozdziale 4. 2. Próbki każdego ze stopów metali podzielono na pięć grup i kondycjonowano ich powierzchnie, tak jak dla badań wytrzymałościowych, przy użyciu:

- tlenku glinu o średnicy ziarna 250  $\mu\text{m}$  - grupy CN-250 i CC-250
- tlenku glinu o średnicy ziarna 150  $\mu\text{m}$  - grupy CN-150 i CC-150
- tlenku glinu o średnicy ziarna 125  $\mu\text{m}$  - grupy CN-125 i CC-125
- tlenku glinu o średnicy ziarna 110  $\mu\text{m}$  - grupy CN-110 i CC-110
- systemem trybochemicznym Rocatec - grupy CN-R i CC-R



Łącznie przygotowano 40 próbek, po 20 dla każdego rodzaju stopu, w tym po cztery dla każdego z pięciu sposobów przygotowania powierzchni stopów metali.

Do oceny charakteru połączenia ceramika - stop metalu wykonano 20 próbek ze stopu chromowo - niklowego i chromowo - kobaltowego, o wymiarach 15 x 6 x 0,6 mm. Powierzchnie próbek zostały przygotowane adhezyjnie według procedury opisanej w rozdziale 4. 3, a następnie zainkludowane w żywicy epoksydowej IzoFast (Struers, Dania). Ewentualne braki wymaganej objętości próbek na ich obrzeżach uzupełniano termoutwardzalną żywicą fenolową z wypełniaczem mineralnym MultiFast (Struers, Dania). Do zainkludowania próbek stosowano urządzenie CitoPress 1 (Struers, Dania - Ryc. 9).



**Ryc. 9.** Praska do inkludowania "na gorąco" CitoPress 1.

Do badań mikrostruktury z zastosowaniem mikroskopii optycznej i skaningowej, przygotowano zglądy metalograficzne poprzez szlifowanie (zastosowano papiery ściernie z nasypem o gradacji od 320 do 1200) oraz polerowanie (sukno i zawiesina proszku diamentowego o wielkości od 3 do 1 mikrometra), za pomocą szlifierko-polerki RotoPol21 (Struers, Dania - Ryc. 10). Przy każdej zmianie papieru o mniejszej wielkości ziarna, zmieniano kąt szlifowania o 90° .



**Ryc. 10.** Szlifierko-polerka RotoPol21.

Zainkludowane, przykładowe próbki, przeznaczone do oceny mikrostruktury przedstawia rycina 11.



**Ryc. 11.** Zainkludowane próbki przeznaczone do oceny mikrostruktury.

W przypadku próbek przeznaczonych do oceny mikrostruktury celem uzyskania właściwego przewodnictwa elektrycznego, niezbędnego do wykonania badań energodispersyjnych (EDS), na analizowane powierzchnie napyłono warstwę węgla o grubości 1  $\mu\text{m}$ , w napyłarce 108C Auto/SE Carbon Coater (Cressington Scientific Instruments, Wielka Brytania - Ryc. 12).



**Ryc. 12.** 108C Auto/SE Carbon Coater.

#### **4.5. Metody oceny wytrzymałości połączenia stop metalu - ceramika.**

Oceną wytrzymałości połączenia poddanych badaniu stopów chromowo-niklowego i chromowo-kobaltowego z ceramiką dentystyczna IPS d.SiGN, przeprowadzono przy pomocy uniwersalnego urządzenia testującego Hounsfield H5 KS (Wielka Brytania), stosując głowicę o sile 5.000 N oraz prędkość przesuwu noża ścinającego 2,0 mm/min (zgodnie z normą ISO/TS 11405:2003 - Ryc. 13). Przed umieszczeniem próbek w maszynie testującej, mierzono średnicę każdej z nich z dokładnością do 0,01 mm, przy pomocy elektronicznej suwmiarki Absolute Digimatic Caliper (Mitutoyo, Wielka Brytania - Ryc. 14), a odczytane wartości wprowadzano do komputera współpracującego z urządzeniem testującym. Powyższe pomiary miały na celu wyeliminowanie błędów wynikających z ewentualnych różnic w średnicy ceramicznych krążków. Próbki poddane testowi ścinającemu zostały ustawione w ten sposób, by punkt przyłożenia siły znajdował się jak najbliżej połączenia materiału ceramicznego z powierzchnią metaliczną.



**Ryc. 13.** Maszyna testująca Hounsfield H5 K.



**Ryc. 14.** Elektroniczna suwmiarka Absolute Digimatic Caliper.

#### **4.6. Metody oceny stopnia rozwinięcia powierzchni stopów metali**

Ocenę stopnia rozwinięcia powierzchni poddanych badaniu stopów, po zastosowaniu różnych metod adhezyjnego ich przygotowania, dokonano przeprowadzając analizę profilometryczną przy użyciu profilometru Mahr Concept (PGK, Niemcy), Zastosowano metodę pomiaru chropowatości - profilometrię stykową (pomiar

stereometrii). W urządzeniu tym głowica pomiarowa wyposażona w ostrze odwzorowujące, przesuwa się ze stałą prędkością, po powierzchni badanej próbki. Każda zmiana położenia ostrza względem głowicy jest zamieniana w przetworniku z sygnału mechanicznego na elektryczny. Zarejestrowany sygnał po wzmocnieniu i filtracji zostaje opracowany w celu wyznaczenia określonych parametrów powierzchni. Profilometr Mahr Concept przedstawia rycina 15.



**Ryc. 15.** Profilometr Mahr Concept, niemieckiej firmy PGK.

Analizowano profil chropowatości powierzchni R kondycjonowanych próbek stopów metali oraz określano następujące parametry:  $R_a$ ,  $R_v$ ,  $R_p$ ,  $R_t$ ,  $R_q$  i  $R_k$ , gdzie:

$R_a$  - jest średnią arytmetyczną wartości chropowatości (profilu)

$R_v$  - głębokość najniższego wgłębienia profilu

$R_p$  - wysokość najwyższego wzniesienia profilu

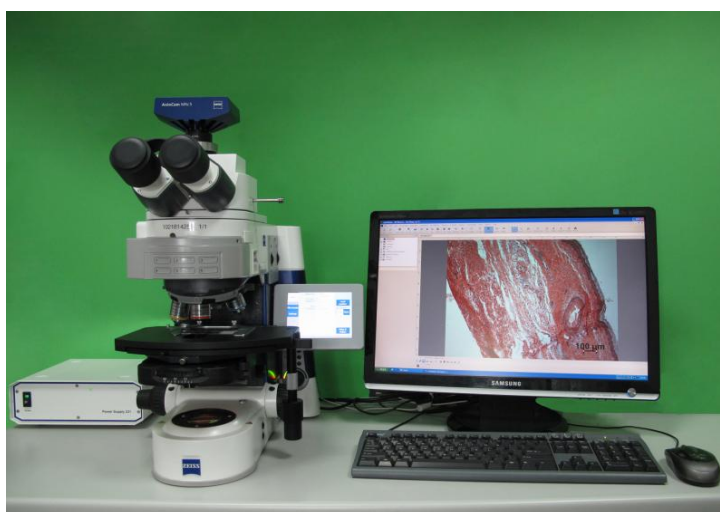
$R_t$  - całkowita wysokość profilu

$R_q$  - średnie kwadratowe odchylenie profilu chropowatości

$R_k$  - wysokość chropowatości rdzenia

#### **4.7. Metody oceny mikrostruktury połączenia stop metalu - ceramika**

Ocenę mikrostruktury połączenia stop metalu - ceramika wykonano za pomocą mikroskopu optycznego Axio Image M1m (Carl Zeiss, Niemcy - Ryc. 16). W badaniach skoncentrowano się na rozróżnieniu składników strukturalnych, ilości, określeniu ich morfologii, wymiarów, jak również identyfikacji połączenia ceramika - stop metalu przy powiększeniu dwustukrotnym.



**Ryc. 16.** Mikroskop optyczny Axio Imager firmy Zeiss.

Badania energodispersyjne zostały przeprowadzone przez jednego operatora, przy zastosowaniu Skaningowego Mikroskopu Elektronowego SU 8000 (Hitachi, Japonia), oraz sprzężonym z nim detektorem spektroskopii energodispersyjnej (EDS) firmy Thermo Noran, przy powiększeniu x1500 i x2500 (Ryc. 17). Mikroanaliza rentgenowska miała na celu wykonanie dokładnej analizy powierzchni oraz identyfikację i koncentracje oraz zmian stężenia poszczególnych pierwiastków, na granicy połączenia stop metalu - ceramika.



**Ryc. 17.** Mikroskop Skaningowy HITACHI SU 8000.

#### **4.8. Metody analizy statystycznej**

Uzyskane wartości pomiarów badań wytrzymałościowych poddano analizie statystycznej, której celem było porównanie wyników uzyskanych dla dwóch stopów metali w zależności od sposobu adhezyjnego przygotowania ich powierzchni.

W pierwszym etapie analizy wyniki badań zweryfikowano pod kątem zgodności z rozkładem normalnym za pomocą testu Shapiro - Wilka, który wykazał zgodność uzyskanych wyników z rozkładem Gaussa. Statystykę opisową przedstawiono w tabelach zawierających średnie wartości naprężenia stycznego ( $\bar{S}_r$ ), odchylenia standardowe (SD), współczynniki zmienności (CV), wartości minimalne i maksymalne, medianę (Me) oraz kwartyle Q25 oraz Q75. Celem wizualizacji otrzymanych wyników wykonano wykresy, które uwzględniają wartość średnią, błąd standardowy i odchylenie standardowe.

Wyniki badań w obrębie określonego stopu analizowano jednoczynnikową analizą wariancji ANOVA oraz testem post – hoc najmniejszej istotnej różnicy (NIR).

Zarejestrowane wyniki badań pomiędzy dwoma rodzajami stopów metali oraz pomiędzy grupami kontrolnymi i eksperymentalnymi przy takim samym sposobie kondycjonowania powierzchni, porównywano testem t-Studenta dla grup niezależnych. Wyniki przyjęto jako istotne statystycznie przy poziomie istotności  $p < 0,05$ .

Analizę statystyczną przeprowadzono za pomocą programu Statistica PL v. 10.0.



## 5. WYNIKI

### 5.1. Wyniki badań porównawczych wpływu przygotowania powierzchni stopu chromowo - niklowego na wartość naprężenia stycznego wiązania z ceramiką dentystyczną - test na ścinanie

Wyniki badań wytrzymałościowych przedstawiono w tabeli II, w której kolumny oznaczają kolejno: średnią wartość naprężenia stycznego w MPa z dziesięciu pomiarów ( $\bar{S}_r$ ), odchylenie standardowe (SD), współczynnik zmienności według Pearsona w procentach (CV), wartość maksymalną i minimalną naprężenia stycznego (Max., Min.), medianę (Me) oraz kwartyle Q25 i Q 75. Uzyskane wyniki zestawiono w postaci graficznej na rycinie 18.

Analiza średnich wielkości naprężenia stycznego oraz mediany wskazują, że najwyższe wartości otrzymano dla próbek, w których powierzchnię stopu chromowo - niklowego kondycjonowano tlenkiem glinu o średnicy ziarna 250  $\mu\text{m}$  (grupa 1a). Porównanie wyników uzyskanych w grupach kontrolnych wykazują, że są one wyższe o 22% - 38% od zarejestrowanych wyników dla grup eksperymentalnych. Wielkości odchylenia standardowego jak i współczynnika zmienności ( $< 15$ ) ocenianych grup badawczych świadczą o nieznacznym rozproszeniu danych pomiarowych wokół wartości przeciętnej.

Poziomy istotności obliczone na podstawie jednoczynnikowej analizy wariancji ANOVA oraz testu „post-hoc” najmniejszej istotnej różnicy (NIR) wykazały, że zarejestrowane wyniki dla grupy 1a różniły się istotnie statystycznie od wszystkich pozostałych grup (Tabela III). Podobne różnice występowały również pomiędzy wszystkimi grupami kontrolnymi i eksperymentalnymi. Nie zanotowano natomiast

istotnych statystycznie różnic pomiędzy grupami 1b i 2b, 1b i 3a, 1b i 3b, 1b i 4b, 1b i 5a, 1b i 5b, 2a i 4a, 2b i 3b, 2b i 4b, 2b i 5b, 3a i 4a, 3a i 5a, 3b i 4b, 3b i 5b, 4a i 5a, 4b i 5b.

**Tabela II.** Grupy badawcze Cr-Ni wraz ze średnimi wartościami naprężenia stycznego ( $\bar{S}_r$ ), odchyleniem standardowym (SD), współczynnikiem zmienności (CV), wartościami maksymalnymi i minimalnymi (Max., Min.), medianą (Me) oraz kwartylami Q25 i Q75

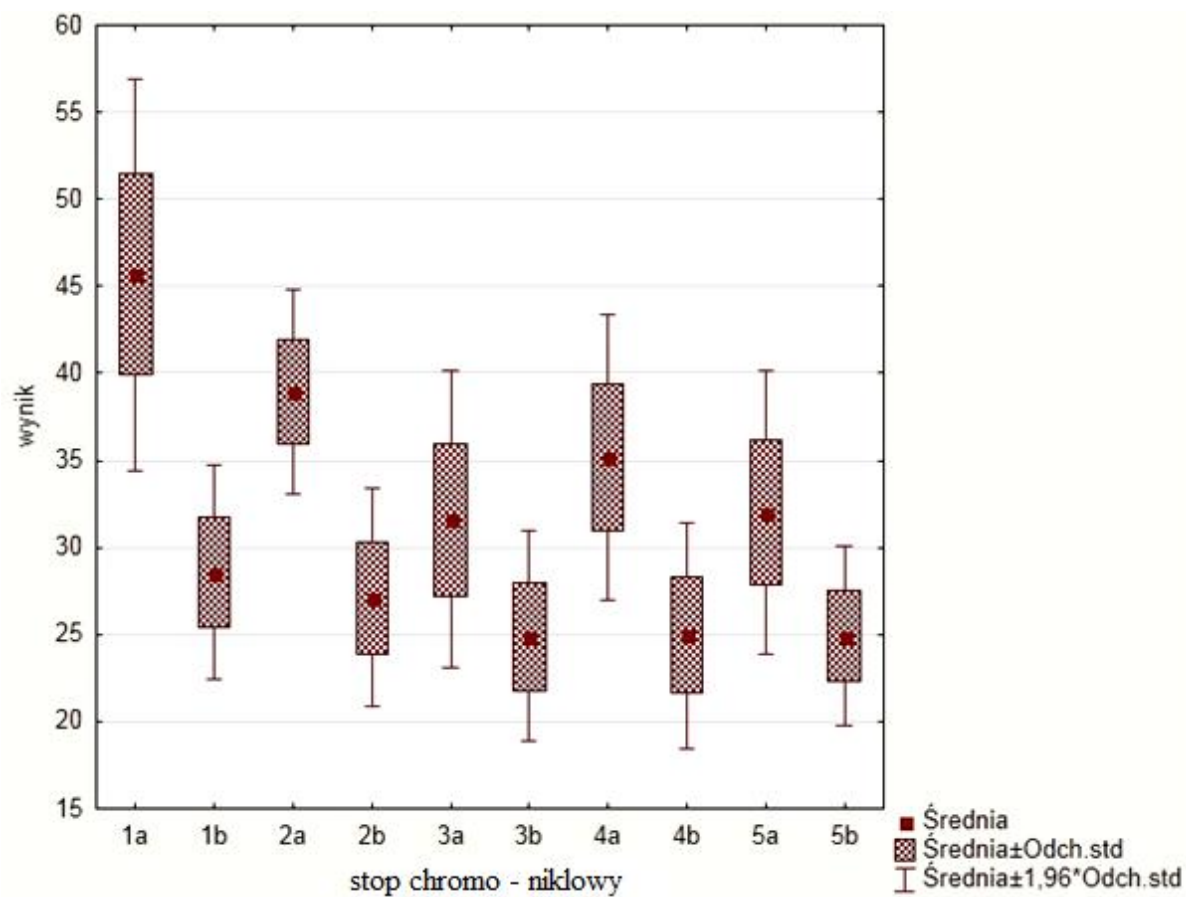
<b>Grupa badawcza</b>	<b><math>\bar{S}_r</math></b> [MPa]	<b>SD</b> [MPa]	<b>CV</b> [%]	<b>Max.</b> [MPa]	<b>Min.</b> [MPa]	<b>Q25</b>	<b>M</b> [MPa]	<b>Q75</b>
<b>1 a - 250</b>	45,66	5,76	12,61	54,90	40,03	40,91	44,40	49,88
<b>1 b - 250 CB</b>	28,58	3,14	10,98	33,72	25,37	26,31	27,03	31,44
<b>2 a - 150</b>	38,91	3,01	7,73	43,93	35,04	37,34	37,71	41,12
<b>2 b - 150 CB</b>	27,11	3,20	11,79	31,51	22,57	24,37	27,26	29,78
<b>3 a - 125</b>	31,60	4,34	13,75	36,62	24,43	28,58	33,58	33,70
<b>3 b - 125 CB</b>	24,89	3,08	12,37	31,08	20,42	23,81	24,27	25,73
<b>4 a - 110</b>	35,16	4,20	11,95	39,97	28,64	32,10	35,47	38,76
<b>4 b - 110 CB</b>	24,97	3,31	13,27	29,71	20,68	22,48	24,52	27,69
<b>5 a - Rocatec</b>	31,99	4,17	13,02	37,37	26,67	28,45	31,74	35,77
<b>5 b - Rocatec CB</b>	24,92	2,63	10,54	30,46	22,12	23,31	24,17	25,92

Objaśnienia:

\* 250, 150, 125, 110  $\mu\text{m}$  - średnica ziarna tlenku glinu  $\text{Al}_2\text{O}_3$  użytego do kondycjonowania powierzchni metalu.

\*\* CB – Ceram-Bond.

\*\*\* Rocatec – system trybochemiczny Rocatec.



**Ryc. 18.** Graficzna prezentacja wartości naprężenia stycznego [MPa] dla próbek, w których powierzchnie stopu chromowo - niklowego przygotowano dziesięcioma różnymi sposobami.

**Tabela III.** Porównanie wartości naprężenia stycznego dla dziesięciu różnych metod przygotowania powierzchni stopu chromowo - niklowego na siłę wiązania z ceramiką dentystyczną

Cr-Ni	1a {1}	1b {2}	2a {3}	2b {4}	3a {5}	3b {6}	4a {7}	4b {8}	5a {9}	5b {10}
1a {1}		0	0,0007	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001
1b {2}	<0,0001		<0,0001	0,4407	0,1159	0,0552	0,0009	0,0606	0,0758	0,0573
2a {3}	0,0007	<0,0001		<0,0001	0,0002	<0,0001	0,0513	<0,0001	0,0005	<0,0001
2b {4}	<0,0001	0,4407	<0,0001		0,0207	0,2443	0,0001	0,2616	0,0121	0,2510
3a {5}	<0,0001	0,1159	0,0002	0,0207		0,0007	0,0641	0,0008	0,8339	0,0008
3b {6}	<0,0001	0,0552	<0,0001	0,2443	0,0007		0,0000	0,9664	0,0004	0,9869
4a {7}	<0,0001	0,0009	0,0513	0,0001	0,0641	0,0000		0,0000	0,0993	0,0000
4b {8}	<0,0001	0,0606	<0,0001	0,2616	0,0008	0,9664	0,0000		0,0004	0,9795
5a {9}	<0,0001	0,0758	0,0005	0,0121	0,8339	0,0004	0,0993	0,0004		0,0004
5b {10}	<0,0001	0,0573	<0,0001	0,2510	0,0008	0,9869	0,0000	0,9795	0,0004	

## 5.2. Wyniki badań porównawczych wpływu przygotowania powierzchni stopu chromowo - kobaltowego na wartość naprężenia stycznego z ceramiką dentystyczną - test na ścinanie

Z danych liczbowych przedstawionych w tabeli IV i ryciny 19 wynika, że najwyższe wartości naprężenia stycznego zarejestrowano dla grupy eksperymentalnej (CB) Ib i różniły się one w sposób istotny statystycznie od pozostałych grup poddanych ocenie (Tabela V). Istotne różnice odnotowano również pomiędzy grupami eksperymentalnymi (CB) i kontrolnymi (K) z wyjątkiem grup IVa vs IV b i Va vs V b. Istotne różnice

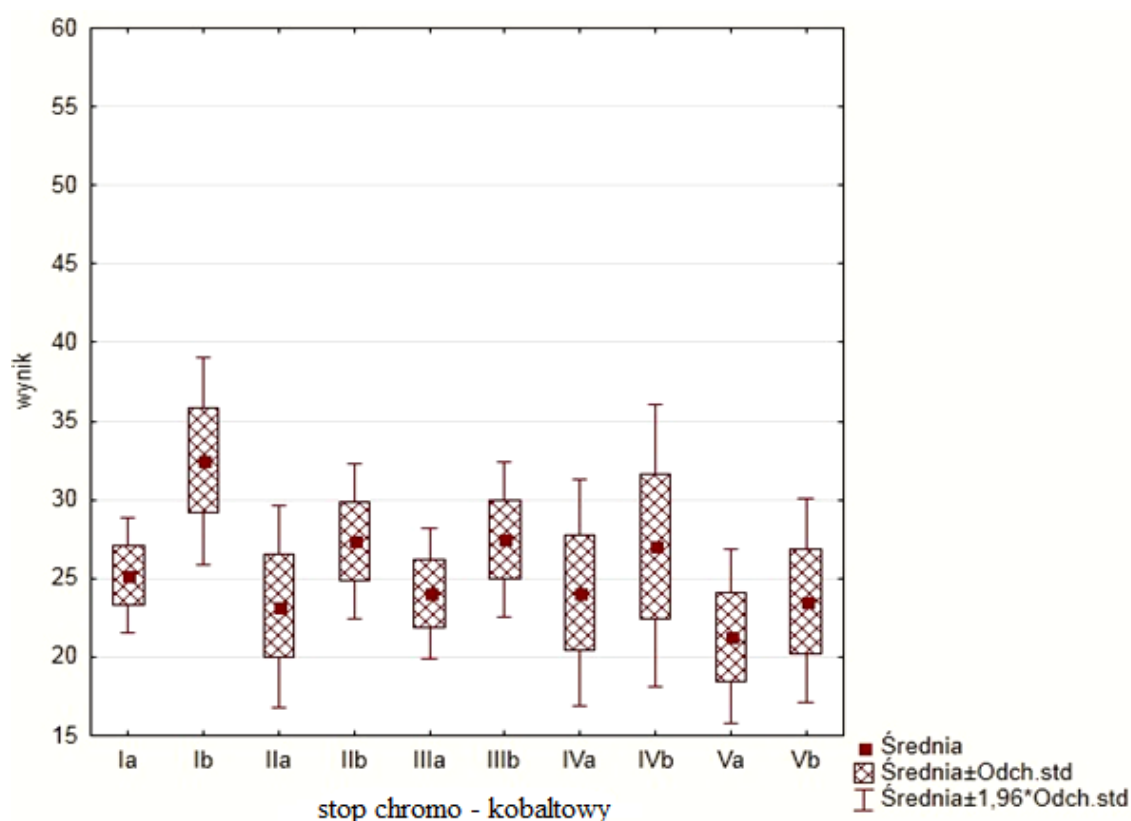
statystyczne wystąpiły również pomiędzy grupami Ia vs Ib i Va, IIa vs Ib, IIb, IIIb i IVb, IIb vs Ib, IIa, IIIa, IVa, Va i Vb, IIIa vs Ib, IIb i IIIb, IIIb vs Ib, IIa, IIIa, IVa, Va i Vb, IVa vs Ib, IIa, Va i Vb oraz Vb vs Ib, IIb, IIIb i IVb. Wielkości charakteryzujące odchylenie standardowe z wyjątkiem grup IV a i IV b uwidaczniają, że rozrzut wartości pomiarowych wokół wartości przeciętnej jest niewielki. Pojawiające się w grupach IV a i IV b wysokie wartości ( $> 15\%$ ) współczynnika zmienności, są spowodowane wysokim poziomem odchylenia standardowego i wskazują na duży rozrzut uzyskanych wyników badań.

**Tabela IV.** Grupy badawcze Cr-Co wraz ze średnimi wartościami naprężenia stycznego ( $\bar{S}$ ), odchyleniem standardowym (SD), współczynnikiem zmienności (CV), wartościami maksymalnymi i minimalnymi (Max., Min.), medianą (Me) oraz kwartylami Q25 i Q75

<b>Grupa badawcza</b>	<b>Śr.</b> [MPa]	<b>SD</b> [MPa]	<b>CV</b> [%]	<b>Max.</b> [MPa]	<b>Min.</b> [MPa]	<b>Q25</b>	<b>Me</b> [MPa]	<b>Q75</b>
<b>I a – 250</b>	25,19	1,86	7,40	28,88	23,22	24,06	24,62	26,05
<b>I b – 250 CB</b>	32,50	3,36	10,35	37,97	27,70	30,24	32,65	34,29
<b>II a – 150</b>	23,22	3,27	14,07	28,64	20,70	20,94	21,37	25,90
<b>II b – 150 CB</b>	27,38	2,51	9,16	31,04	24,13	25,64	27,11	29,19
<b>III a – 125</b>	24,04	2,12	8,84	27,77	21,39	22,45	23,89	25,24
<b>III b – 125 CB</b>	27,51	2,51	9,12	30,96	23,82	25,93	26,89	29,84
<b>IV a – 110</b>	24,09	3,68	15,26	30,27	20,18	21,24	22,74	27,16
<b>IV b – 110 CB</b>	27,04	4,59	16,96	35,32	22,64	23,07	26,05	30,08
<b>V a – Rocatec</b>	21,29	2,83	13,30	26,13	18,78	19,31	19,70	23,70
<b>V b – Rocatec CB</b>	23,56	3,32	14,08	28,71	19,54	21,07	22,59	26,48

- objaśnienia jak w tabeli II

Istotne różnice odnotowano również pomiędzy grupami eksperymentalnymi (CB) i kontrolnymi (K) z wyjątkiem grup IVa vs IV b i Va vs V b. Istotne różnice statystyczne wystąpiły również pomiędzy grupami Ia vs Ib i Va, IIa vs Ib, IIb, IIIb i IVb, IIb vs Ib, IIa, IIIa, IVa, Va i Vb, IIIa vs Ib, IIb i IIIb, IIIb vs Ib, IIa, IIIa, IVa, Va i Vb, IVa vs Ib, IIa, Va i Vb oraz Vb vs Ib, IIb, IIIb i IVb. Wielkości charakteryzujące odchylenie standardowe z wyjątkiem grup IV a i IV b uwidaczniają, że rozrzut wartości pomiarowych wokół wartości przeciętnej jest niewielki. Pojawiające się w grupach IVa i IVb wysokie wartości (> 15%) współczynnika zmienności, są spowodowane wysokim poziomem odchylenia standardowego i wskazują na duży rozrzut uzyskanych wyników badań.



**Ryc. 19.** Graficzna prezentacja wartości naprężenia stycznego [MPa] dla próbek, w których powierzchnie stopu chromowo-kobaltowego przygotowano dziesięcioma różnymi sposobami.

**Tabela V.** Porównanie wartości naprężenia stycznego dla dziesięciu różnych metod przygotowania powierzchni stopu chromowo - kobaltowego na siłę wiązania z ceramiką dentystyczną

Cr-Co	Ia {1}	Ib {2}	IIa {3}	IIb {4}	IIIa {5}	IIIb {6}	IVa {7}	IVb {8}	Va {9}	Vb {10}
Ia {1}		<0,0001	0,2072	0,1629	0,4587	0,1392	0,4793	0,2371	0,0141	0,2970
Ib {2}	<0,0001		<0,0001	0,0015	<0,0001	0,0019	<0,0001	0,0008	0,0000	0,0000
IIa {3}	0,2072	<0,0001		0,0091	0,5991	0,0072	0,5759	0,0161	0,2176	0,8245
IIb {4}	0,1629	0,001499	0,0091		0,0346	0,9321	0,0374	0,8283	0,0002	0,0163
IIIa {5}	0,4587	<0,0001	0,5991	0,0346		0,0282	0,9731	0,0567	0,0807	0,7608
IIIb {6}	0,1392	0,0019	0,0072	0,9321	0,0282		0,0306	0,7627	0,0001	0,0131
IVa {7}	0,4793	<0,0001	0,5759	0,0374	0,9731	0,0306		0,0611	0,0752	0,7353
IVb {8}	0,2371	0,0008	0,0161	0,8283	0,0567	0,7627	0,0611		0,0004	0,0281
Va {9}	0,0141	<0,0001	0,2176	0,0002	0,0807	0,0001	0,0752	0,0004		0,1469
Vb {10}	0,2970	<0,0001	0,8245	0,0163	0,7608	0,0131	0,7353	0,0281	0,1469	

### 5.3. Analiza porównawcza wartości naprężenia stycznego ceramiki dentystycznej ze stopem chromowo – niklowym i chromowo – kobaltowym - test na ścinanie

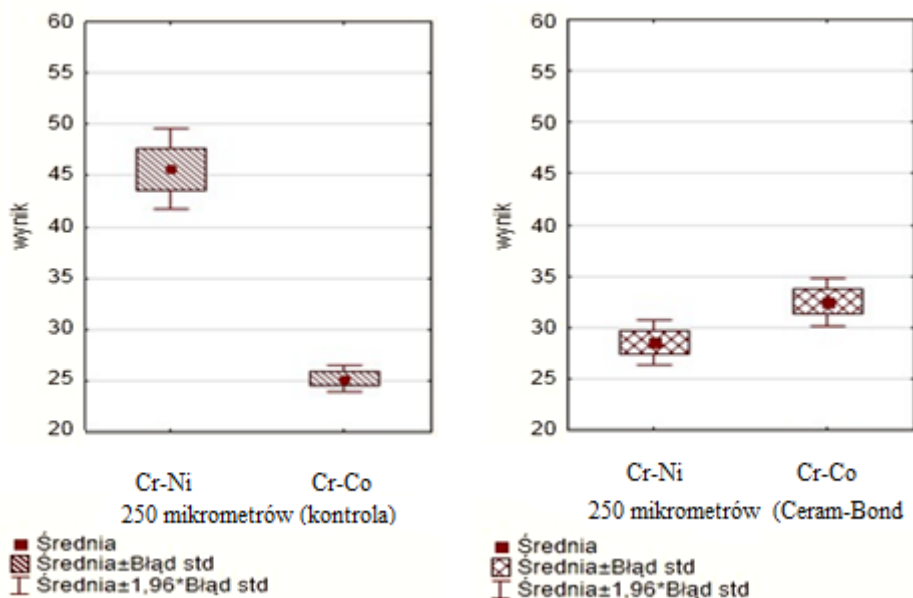
Na podstawie przeprowadzonej analizy porównawczej stwierdzono (tabela VI, Ryc. 20 - 24), że w przypadku grup kontrolnych (K) (1a vs Ia, 2a vs IIa, 3a vs IIIa, 4a vs IVa, 5a vs Va), niezależnie od sposobu przygotowania powierzchni stopów występują pomiędzy nimi istotne różnice statystyczne. W przypadku próbek eksperymentalnych (CB), poddanych dodatkowemu procesowi kondycjonowania bondingiem Ceram-Bond, nie stwierdzono statystycznie istotnych różnic pomiędzy poddanymi ocenie stopami metali, z

wyjątkiem próbek piaskowanych tlenkiem glinu o średnicy ziarna 250  $\mu\text{m}$  - grupy 1b vs Ib ( $p < 0,0302$ ).

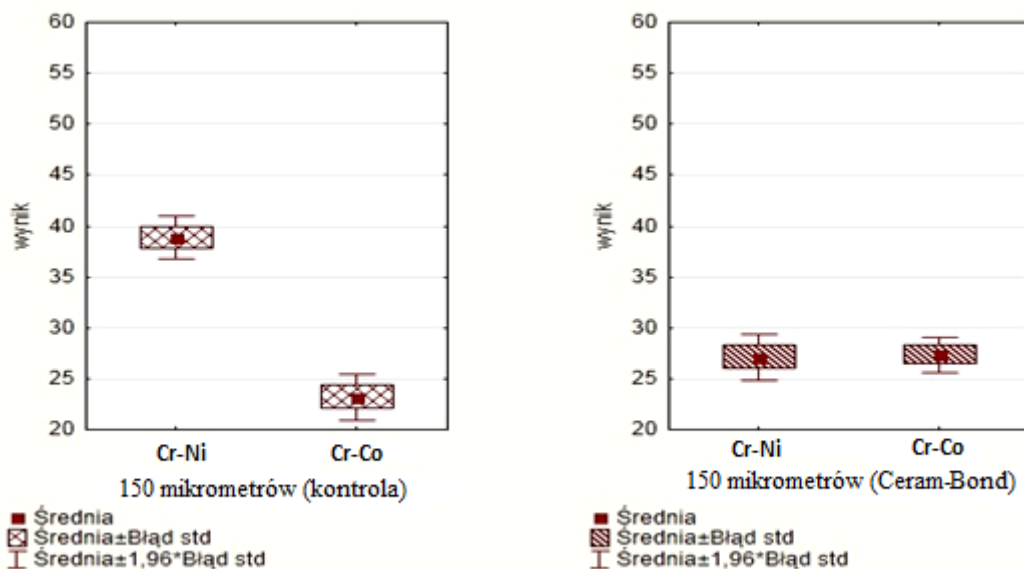
**Tabela VI.** Porównanie wpływu różnych sposobów przygotowania powierzchni stopu chromowo - niklowego i chromowo - kobaltowego na wielkość naprężenia stycznego połączenia z ceramiką dentystyczną, test t-Studenta dla grup niezależnych

Badane grupy	Stop Cr-Ni		Stop Cr-Co		Poziom istotności
	Średnia	SD	Średnia	SD	
1a vs Ia	45,66	5,76	25,19	1,86	<0,0001
1b vs Ib	28,58	3,14	32,50	3,36	<0,0302
2a vs IIa	38,91	3,01	23,22	3,27	<0,0001
2b vs IIb	27,11	3,20	27,38	2,51	0,8549
3a vs IIIa	31,60	4,34	24,04	2,12	<0,0006
3b vs IIIb	24,89	3,08	27,51	2,51	0,0827
4a vs IVa	35,16	4,20	24,09	3,68	<0,0001
4b vs IVb	24,97	3,31	27,04	4,59	0,3174
5a vs Va	31,99	4,17	21,29	2,83	<0,0001
5b vs Vb	24,92	2,63	25,58	3,32	0,3805

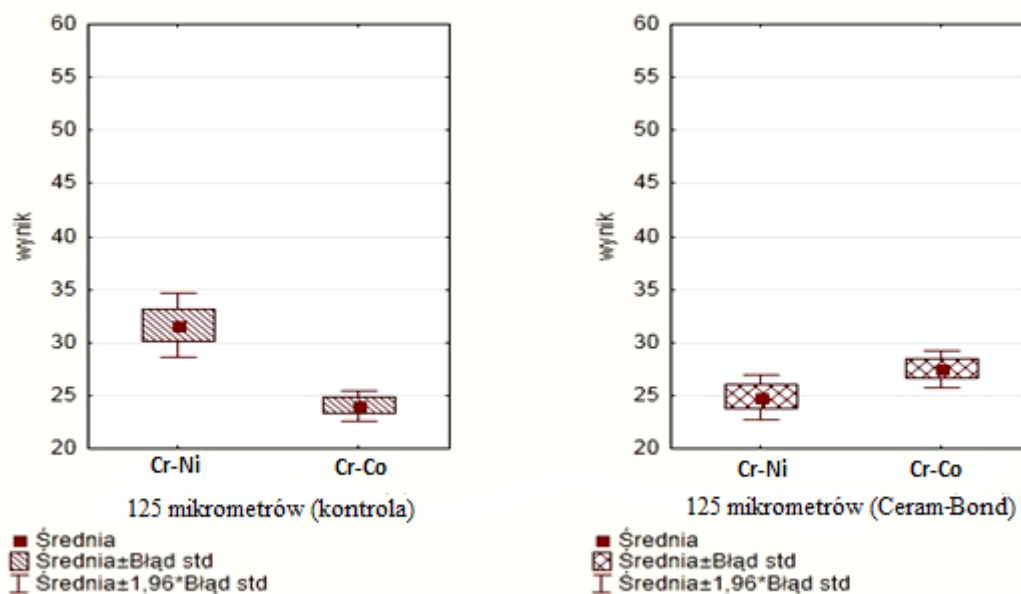




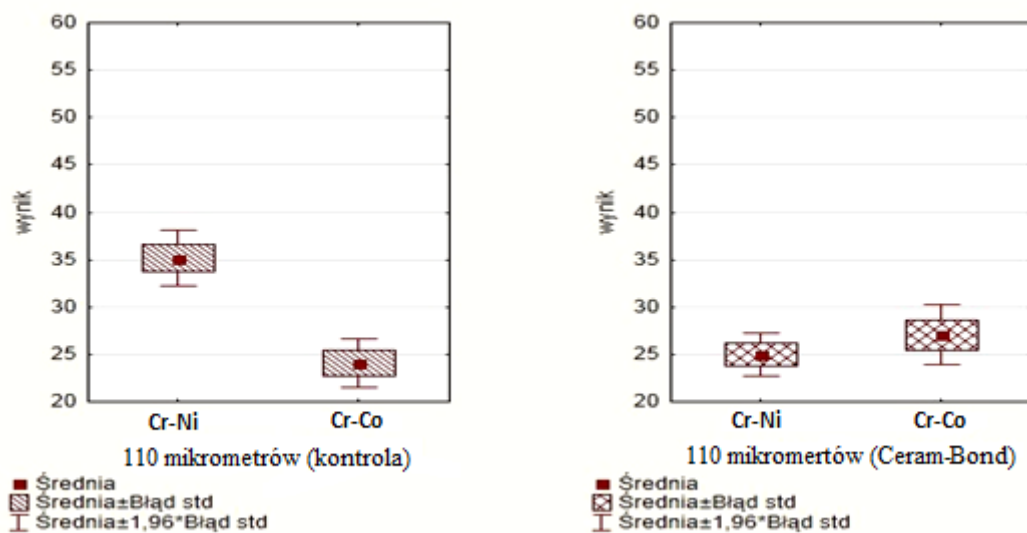
**Ryc. 20.** Porównanie wartości naprężenia stycznego [MPa] dla próbek grup kontrolnych (K) i eksperymentalnych (CB), w których powierzchnie stopu chromowo - niklowego i chromowo - kobaltowego były przygotowane tlenkiem glinu  $Al_2O_3$  o średnicy ziarna 250  $\mu m$ .



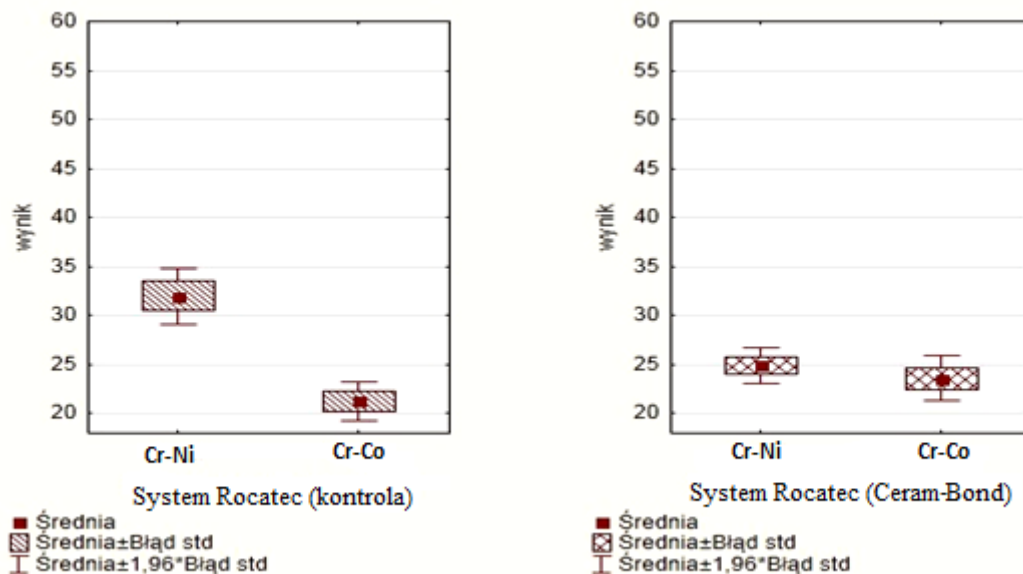
**Ryc. 21.** Porównanie wartości naprężenia stycznego [MPa] dla próbek grup kontrolnych (K) i eksperymentalnych (CB), w których powierzchnie stopu chromowo - niklowego i chromowo - kobaltowego były przygotowane tlenkiem glinu  $Al_2O_3$  o średnicy ziarna 150  $\mu m$ .



**Ryc. 22.** Porównanie wartości naprężenia stycznego [MPa] dla próbek grup kontrolnych (K) i eksperymentalnych (CB), w których powierzchnie stopu chromowo - niklowego i chromowo - kobaltowego były przygotowane tlenkiem glinu  $Al_2O_3$  o średnicy ziarna 125  $\mu m$ .



**Ryc. 23.** Porównanie wartości naprężenia stycznego [MPa] dla próbek grup kontrolnych (K) i eksperymentalnych (CB), w których powierzchnie stopu chromowo - niklowego i chromowo - kobaltowego były przygotowane tlenkiem glinu  $Al_2O_3$  o średnicy ziarna 110  $\mu m$ .

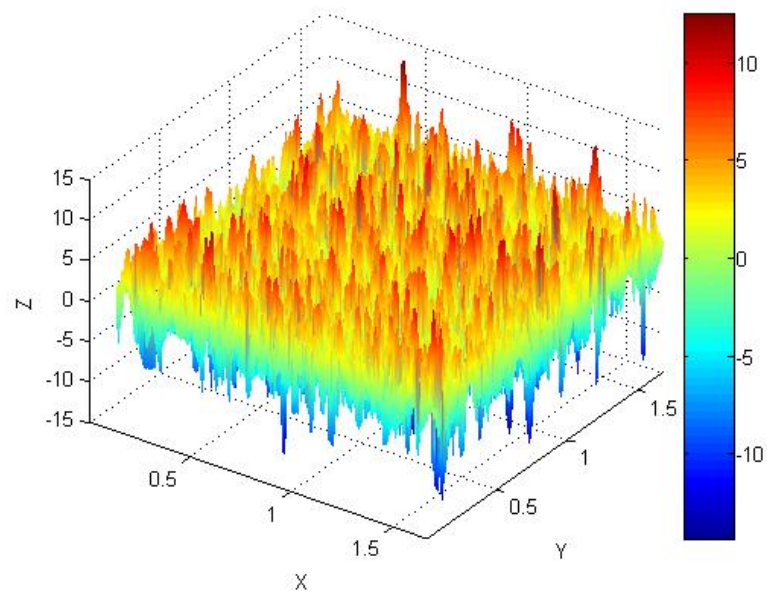


**Ryc. 24.** Porównanie wartości naprężenia stycznego [MPa] dla próbek grup kontrolnych (K) i eksperymentalnych (CB), w których powierzchnie stopu chromowo - niklowego i chromowo - kobaltowego były przygotowane systemem trybochemicznym Rocatec, bez i z warstwą Ceram-Bond.

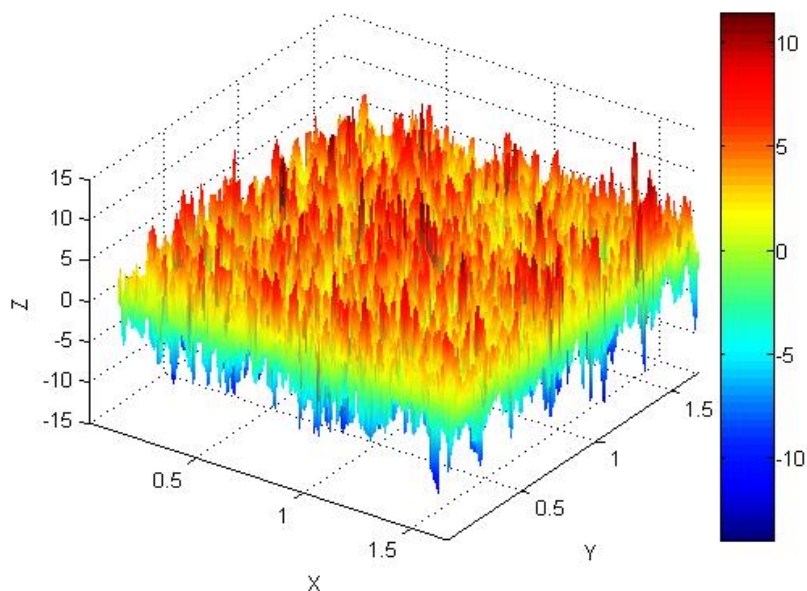
#### 5.4. Wyniki oceny stopnia rozwinięcia powierzchni stopów - badania profilometryczne

Poniżej przedstawiono trójwymiarowe profilogramy badanych stopów, po kondycjonowaniu ich powierzchni tlenkiem glinu  $Al_2O_3$  o średnicy ziaren 250, 150, 125, 110  $\mu m$  oraz systemem trybochemicznym Rocatec, otrzymane w badaniu chropowatości powierzchni profilometrem Mahr Concept. Parametry chropowatości najwyższych wysokości profili, zostały oznaczone kolorem czerwonym, poziom zerowy kolorem zielonym, natomiast najniższe profile kolorem niebieskim. Skala intensywności barw odzwierciedla głębokość, nierówności na powierzchni badanego stopu i ułatwia jej ocenę. Dla każdej próbki stopu metalu poddanego ocenie w danej grupie badawczej, wykonano czterokrotnie analizę profilu chropowatości, a następnie obliczono wartość średnią.

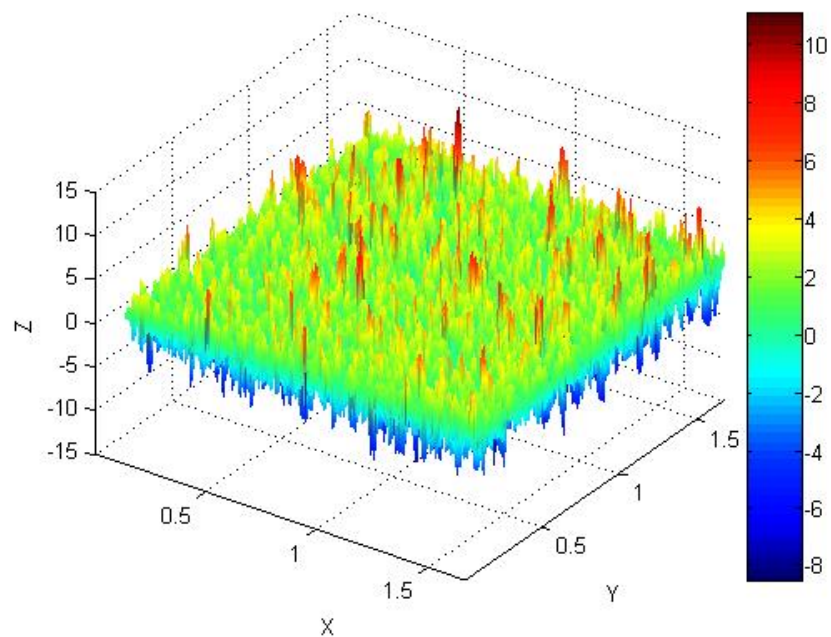
Trójwymiarową topografię powierzchni dla wszystkich wariantów piaskowania, przedstawiają ryciny 25 ÷ 34.



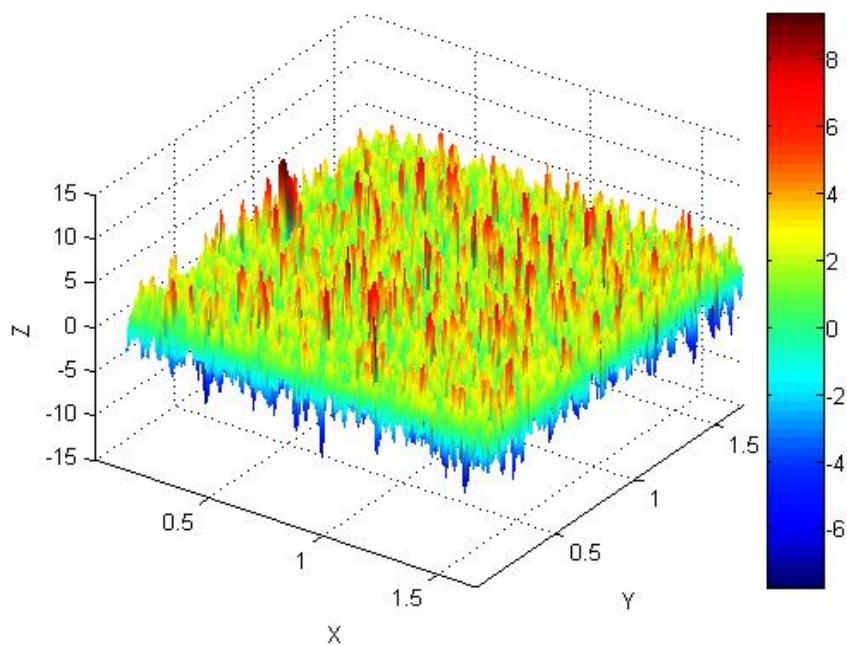
**Ryc. 25.** Trójwymiarowa topografia powierzchni stopu chromowo - niklowego kondycjonowanego tlenkiem glinu o średnicy ziarna 250 µm.



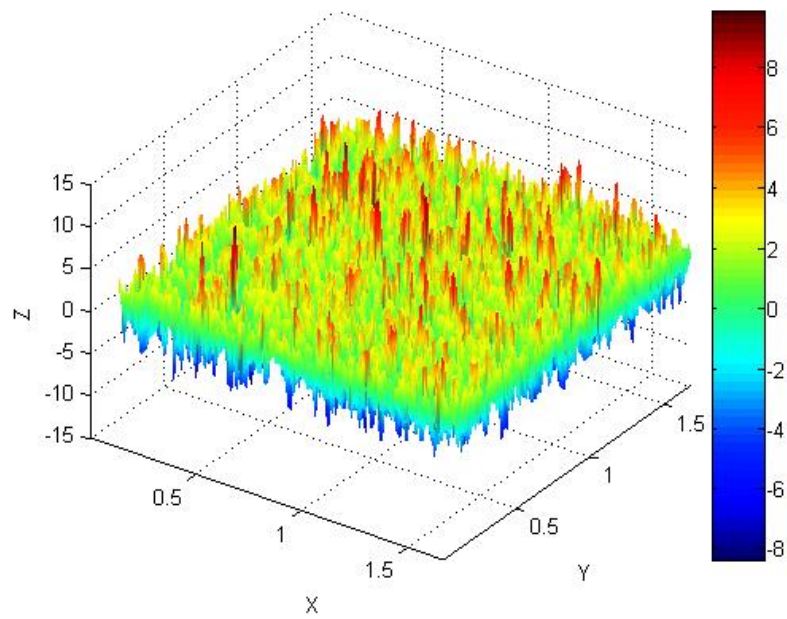
**Ryc. 26.** Trójwymiarowa topografia powierzchni stopu chromowo - kobaltowego kondycjonowanego tlenkiem glinu o średnicy ziarna 250 µm.



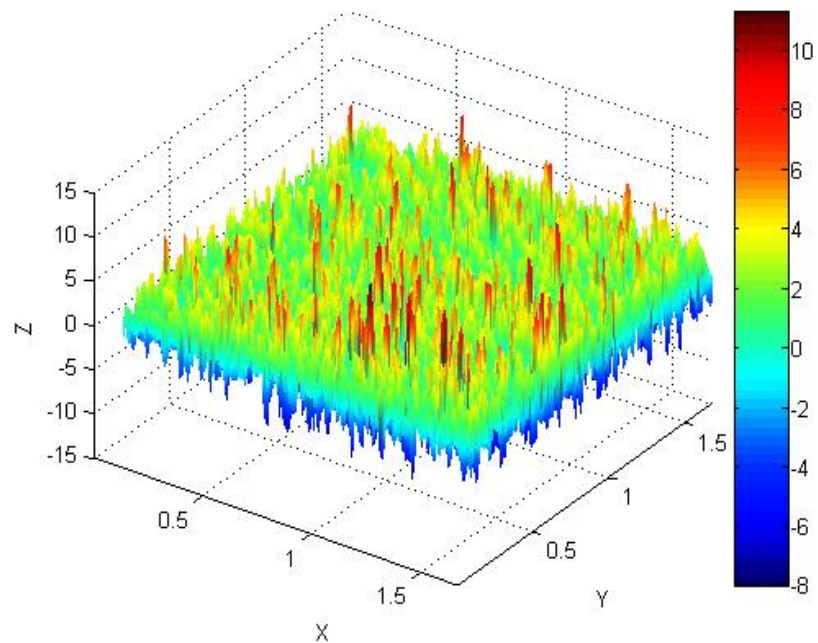
**Ryc. 27.** Trójwymiarowa topografia powierzchni stopu chromowo - niklowego kondycjonowanego tlenkiem glinu o średnicy ziarna  $150\ \mu\text{m}$ .



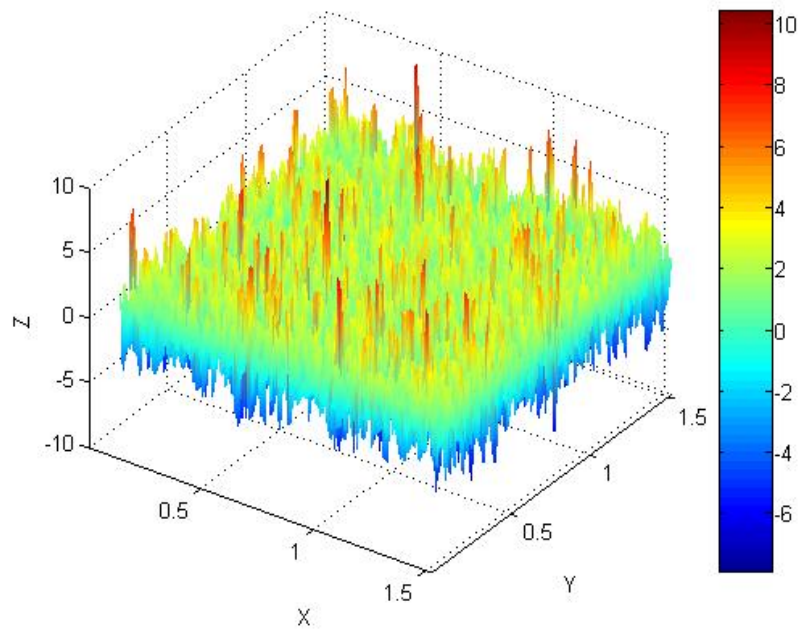
**Ryc. 28.** Trójwymiarowa topografia powierzchni stopu chromowo - kobaltowego kondycjonowanego tlenkiem glinu o średnicy ziarna  $150\ \mu\text{m}$ .



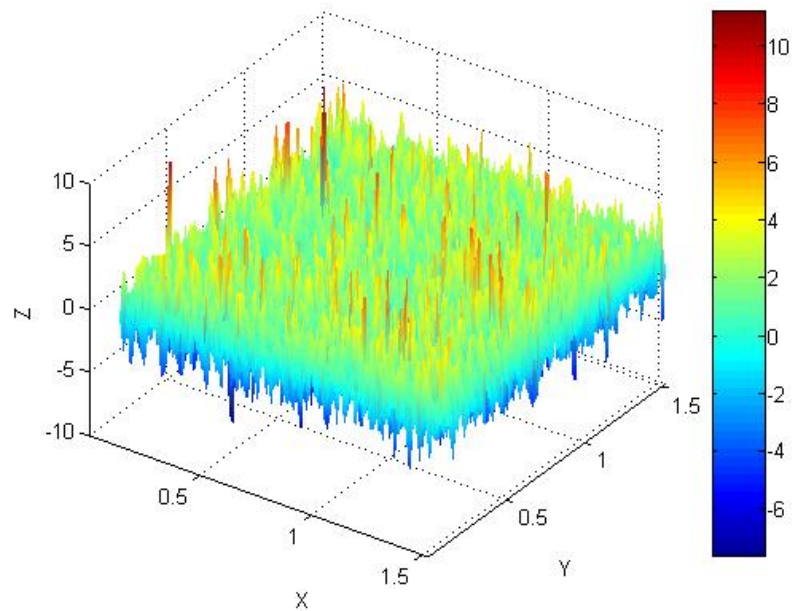
**Ryc. 29.** Trójwymiarowa topografia powierzchni stopu chromowo - niklowego kondycjonowanego tlenkiem glinu o średnicy ziarna 125 μm.



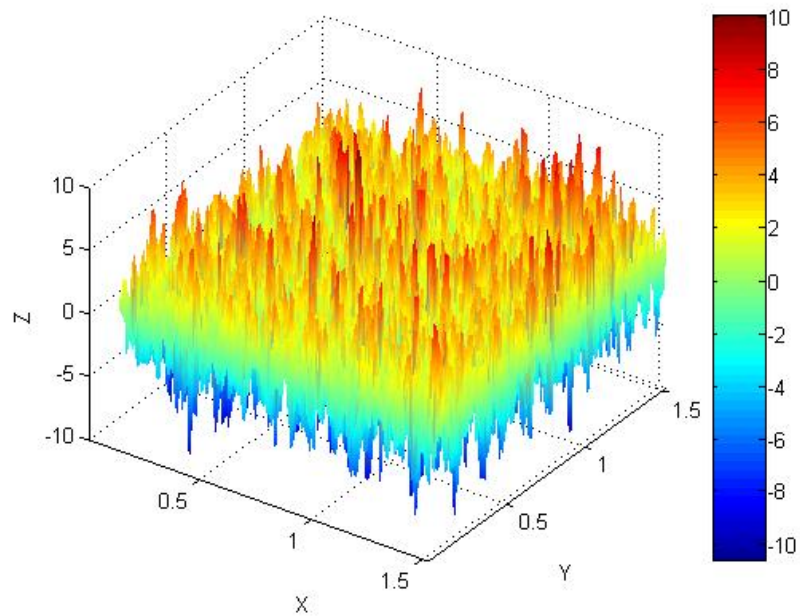
**Ryc. 30.** Trójwymiarowa topografia powierzchni stopu chromowo - kobaltowego kondycjonowanego tlenkiem glinu o średnicy ziarna 125 μm.



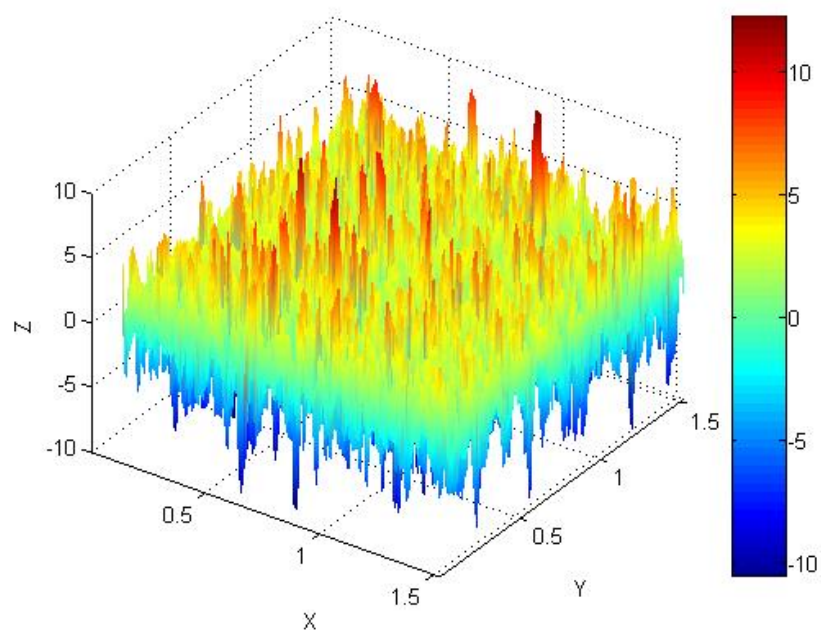
**Ryc. 31.** Trójwymiarowa topografia powierzchni stopu chromowo - niklowego kondycjonowanego tlenkiem glinu o średnicy ziarna 110  $\mu\text{m}$ .



**Ryc. 32.** Trójwymiarowa topografia powierzchni stopu chromowo - kobaltowego kondycjonowanego tlenkiem glinu o średnicy ziarna 110  $\mu\text{m}$ .



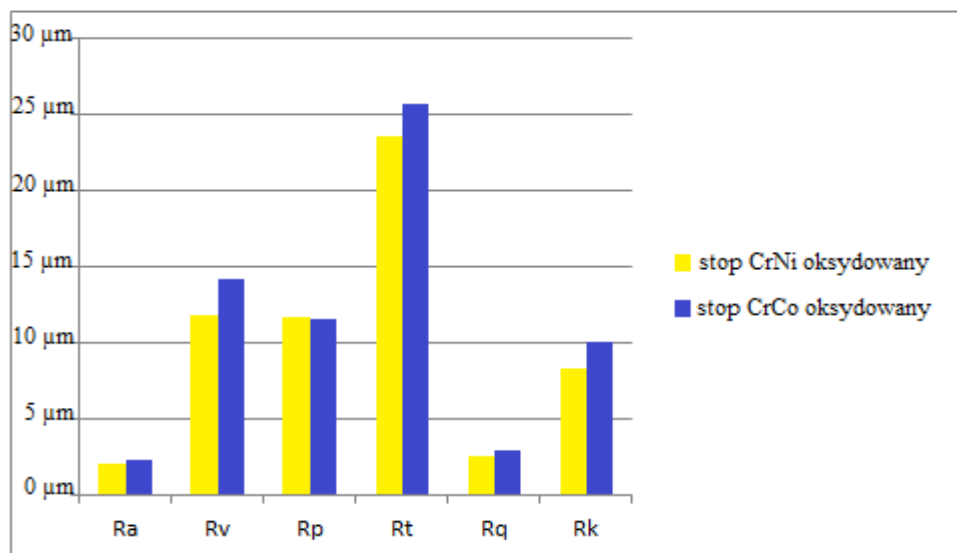
**Ryc. 33.** Trójwymiarowa topografia powierzchni stopu chromowo - niklowego, kondycjonowanego systemem trybochemicznym Rocatec.



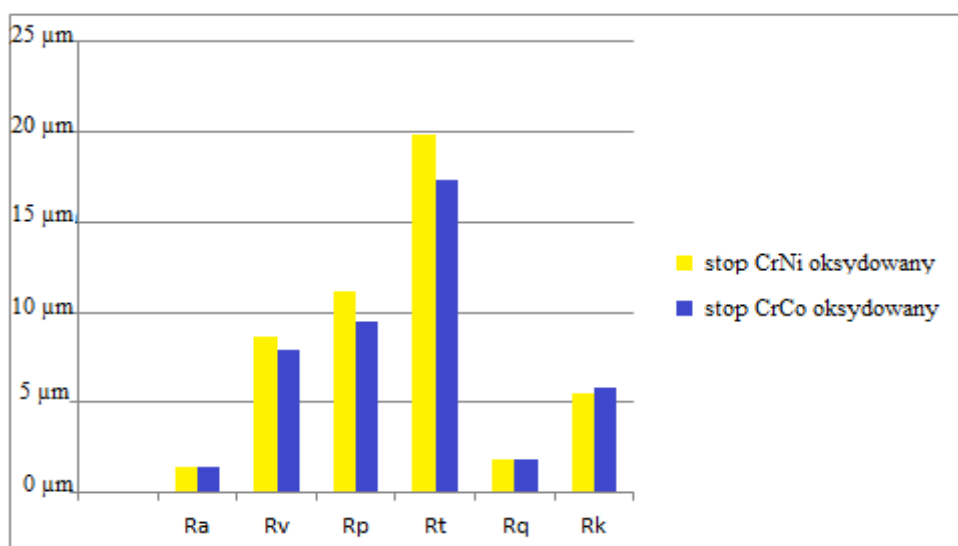
**Ryc. 34.** Trójwymiarowa topografia powierzchni stopu chromowo - kobaltowego, kondycjonowanego systemem trybochemicznym Rocatec.



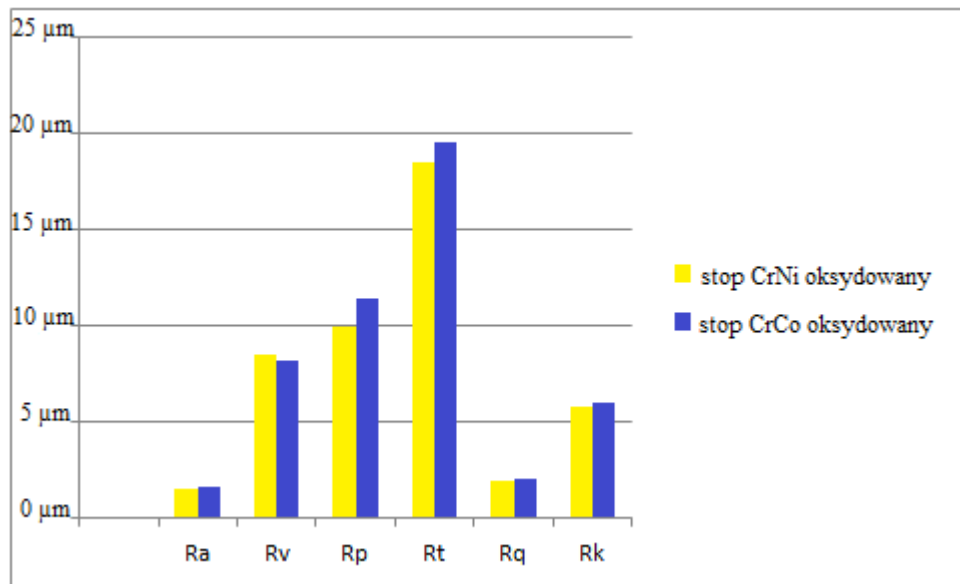
Średnie wartości parametrów profilu chropowości R dla badanych stopów metali, przeprowadzonych przy użyciu profilometru stykowego, kondycjonowanych różnymi mediami, w tym kolejno: piasek  $\text{Al}_2\text{O}_3$  o gradacji 250, 150, 125, 110  $\mu\text{m}$  i system Rocatec po procesie oksydowania, przedstawiono na rycinach 35 ÷ 39.



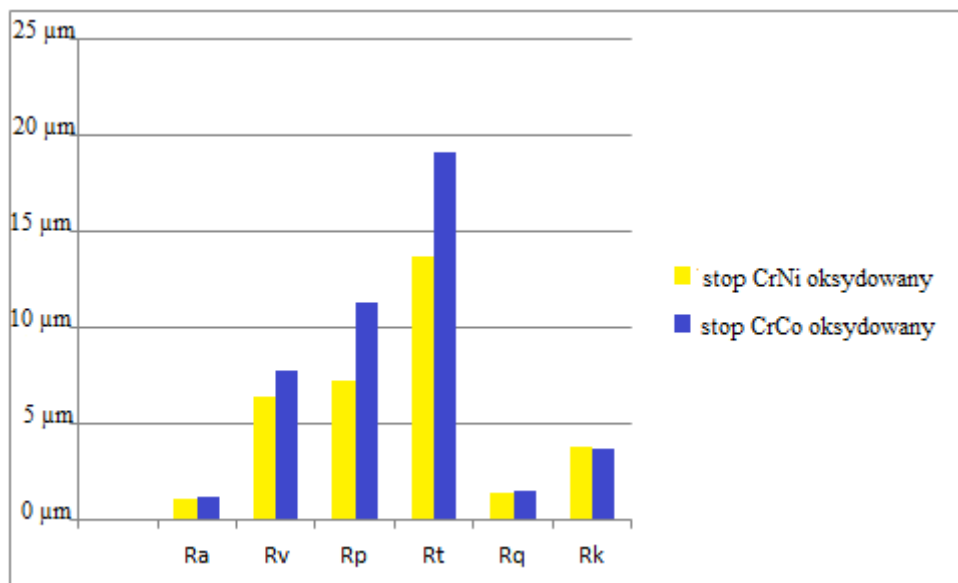
**Ryc. 35.** Średnie parametry chropowości powierzchni metalicznej, wypiaskowanych piaskiem  $\text{Al}_2\text{O}_3$  o gradacji 250  $\mu\text{m}$  i poddanych procesowi oksydacji.



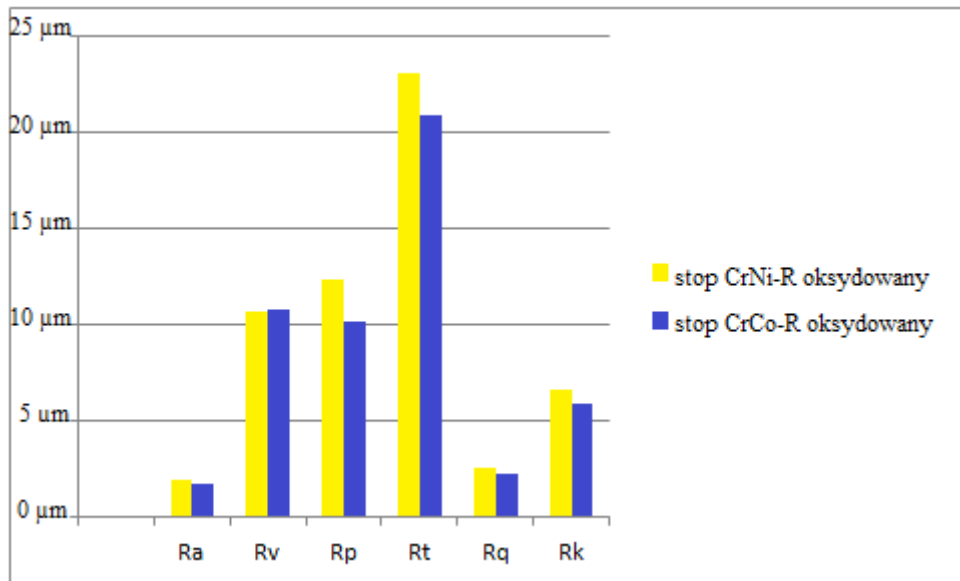
**Ryc. 36.** Średnie parametry chropowości powierzchni metalicznej, wypiaskowanych piaskiem  $\text{Al}_2\text{O}_3$  o gradacji 150  $\mu\text{m}$  i poddanych procesowi oksydacji.



**Ryc. 37.** Średnie parametry chropowatości powierzchni metalicznej, wypiskowanych piaskiem  $Al_2O_3$  o gradacji  $125\ \mu m$  i poddanych procesowi oksydacji.



**Ryc. 38.** Średnie parametry chropowatości powierzchni metalicznej, wypiskowanych piaskiem  $Al_2O_3$  o gradacji  $110\ \mu m$  i poddanych procesowi oksydacji.



**Ryc. 39.** Średnie parametry chropowatości powierzchni metalicznej, kondycjonowanych systemem trybochemicznym Rocatec i poddanych procesowi oksydacji.

W tabeli VII zestawiono średnie uzyskane z czterech pomiarów, wartości parametrów profilu chropowatości R dla poddanych ocenie stopów oraz wybranych sposobów kondycjonowania ich powierzchni. Najwyższe wartości parametrów profilu chropowatości R zarejestrowano dla obu badanych stopów poddanych działaniu tlenku glinu o średnicy ziaren 250 μm oraz systemu trybochemicznego Rocatec. Z kolei najniższe wartości parametrów profilu chropowatości R uzyskano dla obu stopów w przypadku, gdy ich powierzchnie piaskowano tlenkiem glinu o średnicy ziarna 110 μm. W przypadku pozostałych sposobów kondycjonowania powierzchni stopów, zarejestrowane wartości były podobne i nie różniły się od siebie w sposób istotny statystycznie.

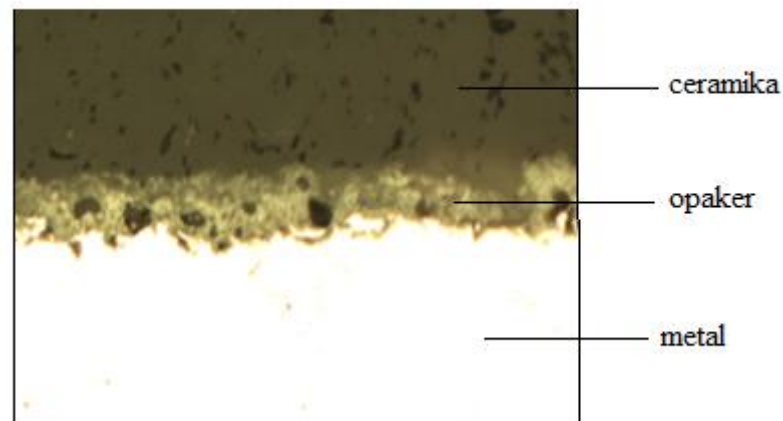
**Tabela VII.** Średnie wartości parametrów profilu chropowatości R dla badanych stopów metali oraz kondycjonowania ich powierzchni, przy użyciu profilometru

Rodzaj próbki	Parametry chropowatości					
	Ra [ $\mu\text{m}$ ]	Rv [ $\mu\text{m}$ ]	Rp [ $\mu\text{m}$ ]	Rt [ $\mu\text{m}$ ]	Rq [ $\mu\text{m}$ ]	Rk [ $\mu\text{m}$ ]
Cr-Ni 250 $\mu\text{m}$	2,04	11,85	11,77	23,62	2,61	8,35
Cr-Co 250 $\mu\text{m}$	2,33	14,19	11,57	25,77	2,98	10,09
Cr-Ni 150 $\mu\text{m}$	1,44	8,67	11,19	19,86	1,85	5,51
Cr-Co 150 $\mu\text{m}$	1,44	7,93	9,45	17,38	1,85	5,80
Cr-Ni 125 $\mu\text{m}$	1,50	8,53	9,98	18,51	1,92	5,84
Cr-Co 125 $\mu\text{m}$	1,58	8,16	11,41	19,57	2,04	6,04
Cr-Ni 110 $\mu\text{m}$	1,14	6,40	7,29	13,69	1,46	3,85
Cr-Co 110 $\mu\text{m}$	1,19	7,80	11,30	19,13	1,54	3,75
Cr-Ni Rocatec	1,98	10,70	12,38	23,09	2,52	6,68
Cr-Co Rocatec	1,76	10,76	10,17	20,93	2,26	5,92

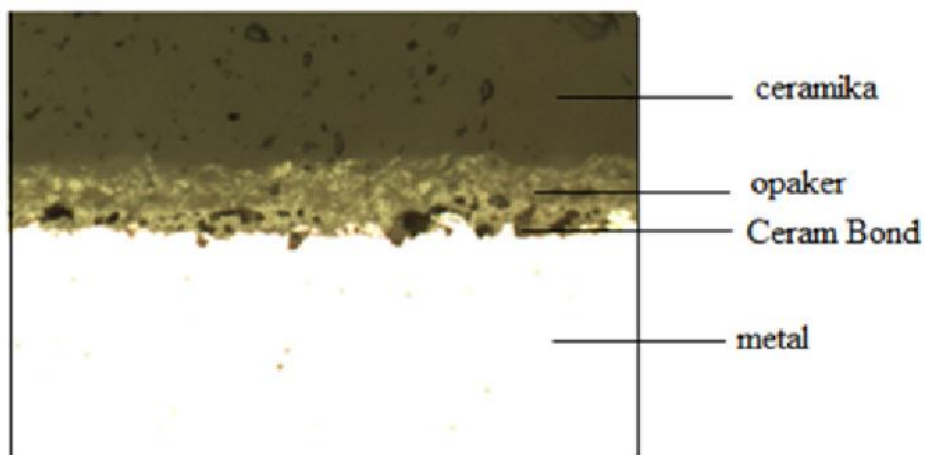
## 5.5. Wyniki oceny mikrostruktury połączenia ceramika - stop metalu

Badania mikrostruktury przy pomocy mikroskopu optycznego, zostały przeprowadzone na dwudziestu próbkach ze stopu nieszlachetnego chromowo - niklowego 4all® i chromowo - kobaltowego Colado CC, kondycjonowanego tlenkiem glinu o gradacji i 250, 150, 125, 110  $\mu\text{m}$  i systemem trybochemicznym Rocatec, poddanych procesowi oksydowania, na które zostały napalone warstwy ceramiki IPS d. SIGN.

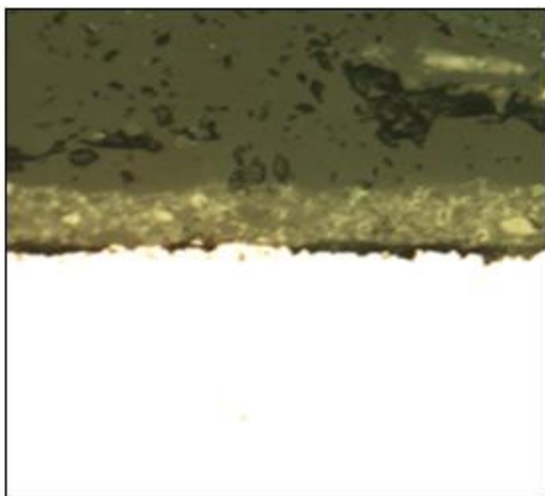
Mikrostrukturę połączenia ceramiki i stopu z uwidocznionymi warstwami opakera i Ceram Bondu, wypalanej na podbudowie metalowej Cr-Ni i Cr-Co w zależności od gradacji zastosowanego tlenku glinu, przedstawiają ryciny 40 ÷ 55. Na rycinach 56 ÷ 59, przedstawiono mikrostrukturę połączenia metal - ceramika po kondycjonowaniu powierzchni systemem Rocatec.



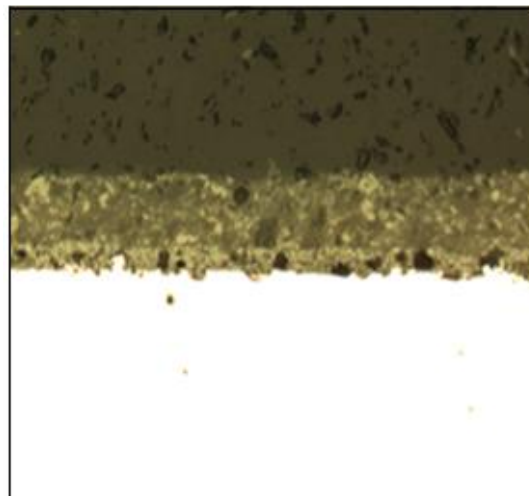
**Ryc. 40.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Ni. Gradacji piasku 250  $\mu\text{m}$  + opaker. Powiększenie x200.



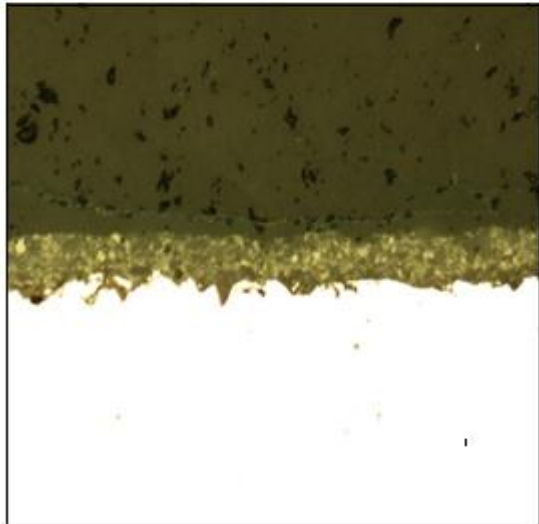
**Ryc. 41.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Ni. Gradacji piasku 250  $\mu\text{m}$  + Ceram Bond + opaker. Powiększenie x200.



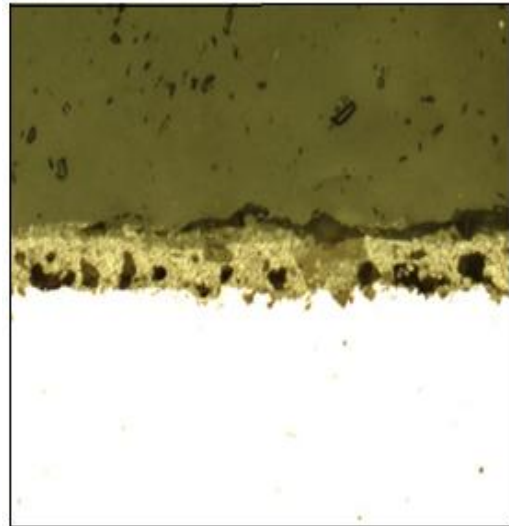
**Ryc. 42.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Co. Gradacji piasku 250  $\mu\text{m}$  + opaker. Powiększenie x200.



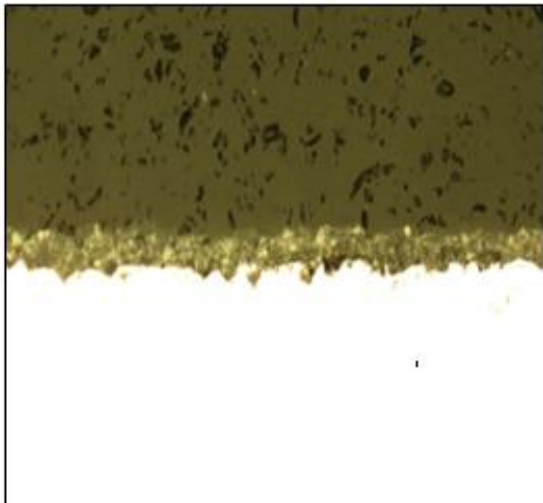
**Ryc. 43.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Co. Gradacji piasku 250  $\mu\text{m}$  + Ceram Bond + opaker. Powiększenie x200.



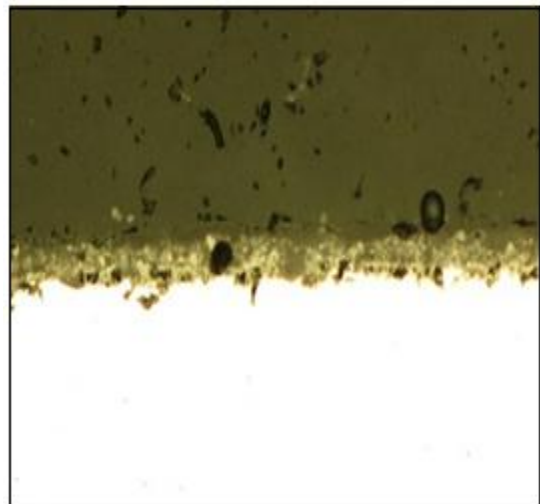
**Ryc. 44.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Ni. Gradacji piasku 150  $\mu\text{m}$  + opaker. Powiększenie x200.



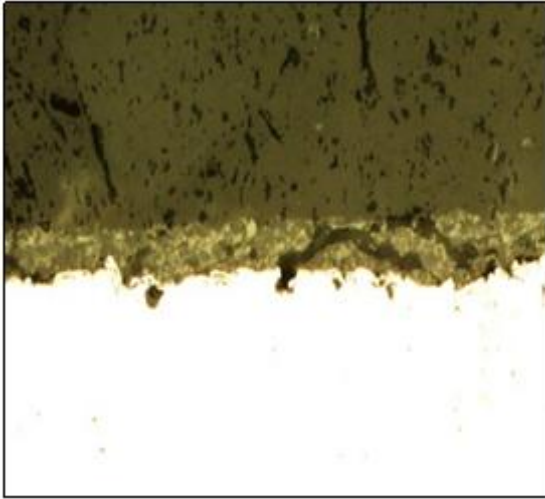
**Ryc. 45.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Ni. Gradacji piasku 150  $\mu\text{m}$  + Ceram Bond + opaker. Powiększenie x200.



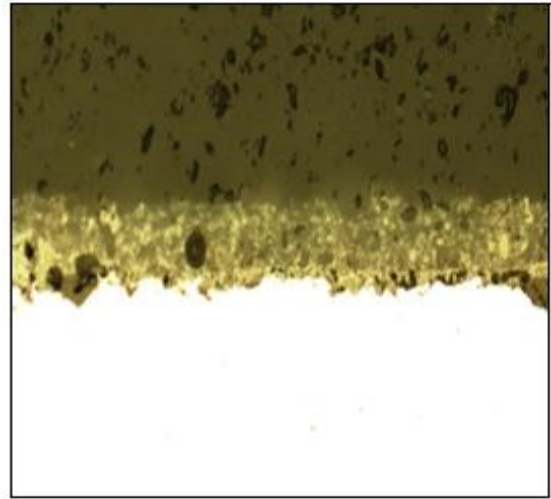
**Ryc. 46.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Co. Gradacji piasku 150  $\mu\text{m}$  + opaker. Powiększenie x200.



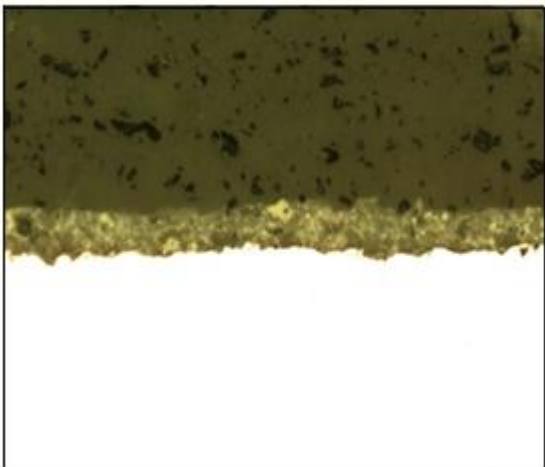
**Ryc. 47.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Co. Gradacji piasku 150  $\mu\text{m}$  + Ceram Bond + opaker. Powiększenie x200.



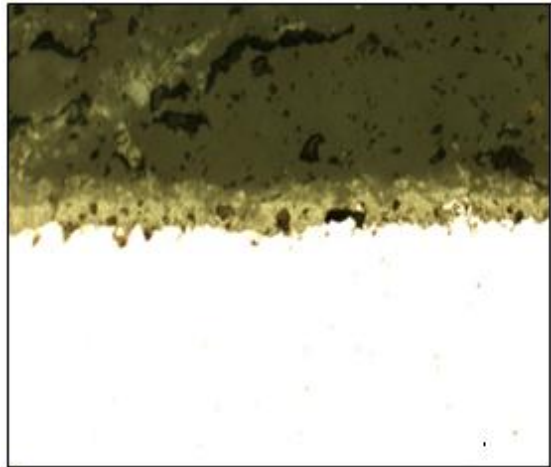
**Ryc. 48.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Ni. Gradacji piasku 125  $\mu\text{m}$  + opaker. Powiększenie x200.



**Ryc. 49.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Ni. Gradacji piasku 125  $\mu\text{m}$  + Ceram Bond + opaker. Powiększenie x200.

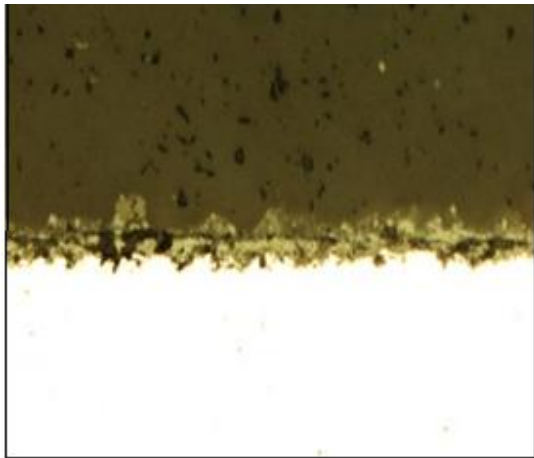


**Ryc. 50.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Co. Gradacji piasku 125  $\mu\text{m}$  + Ceram Bond. Powiększenie x200.

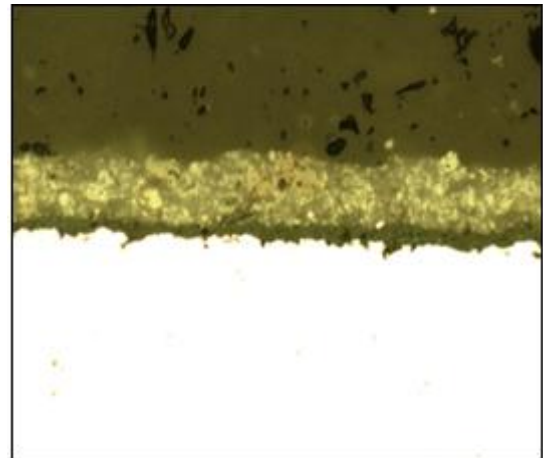


**Ryc. 51.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Co. Gradacji piasku 125  $\mu\text{m}$  + Ceram Bond + opaker. Powiększenie x200.

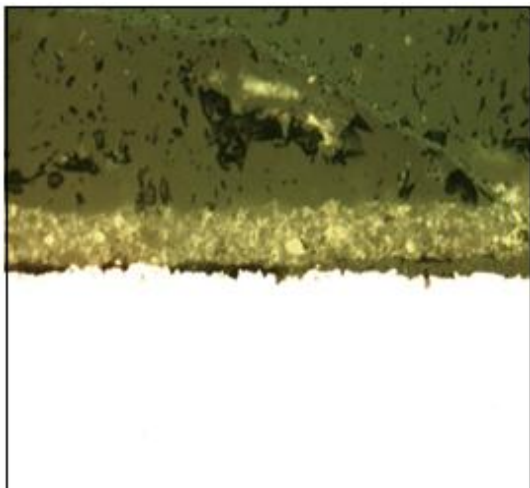




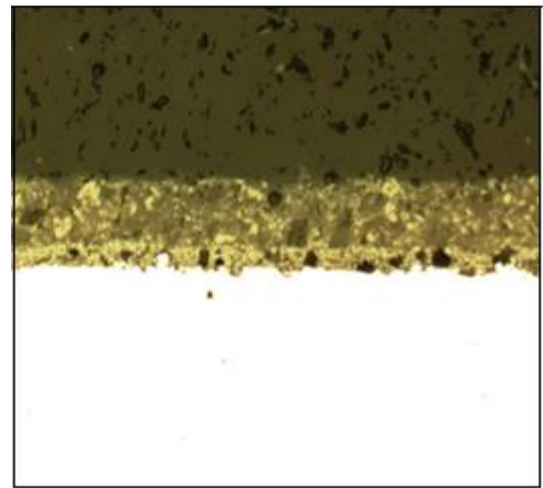
**Ryc. 52.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Ni. Gradacji piasku 110  $\mu\text{m}$  + opaker. Powiększenie x200.



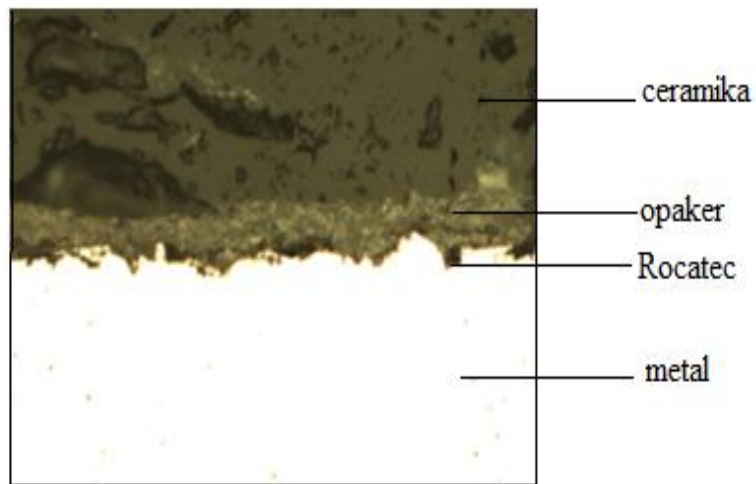
**Ryc. 53.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Ni. Gradacji piasku 110  $\mu\text{m}$  + Ceram Bond + opaker. Powiększenie x200.



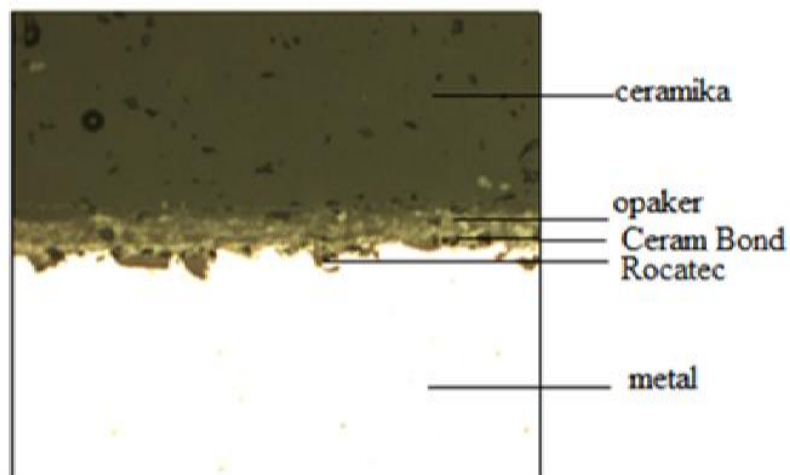
**Ryc. 54.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Co. Gradacji piasku 110  $\mu\text{m}$  + opaker. Powiększenie x200.



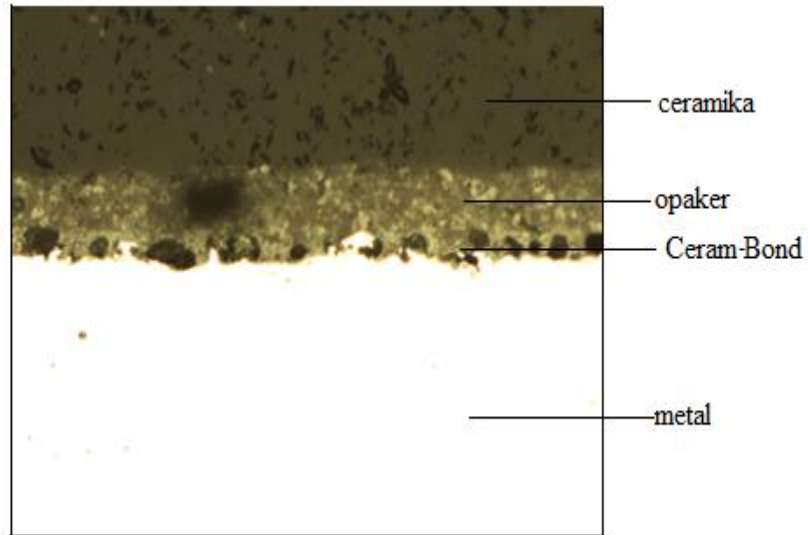
**Ryc. 55.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Co. Gradacji piasku 110  $\mu\text{m}$  + Ceram Bond + opaker. Powiększenie x200.



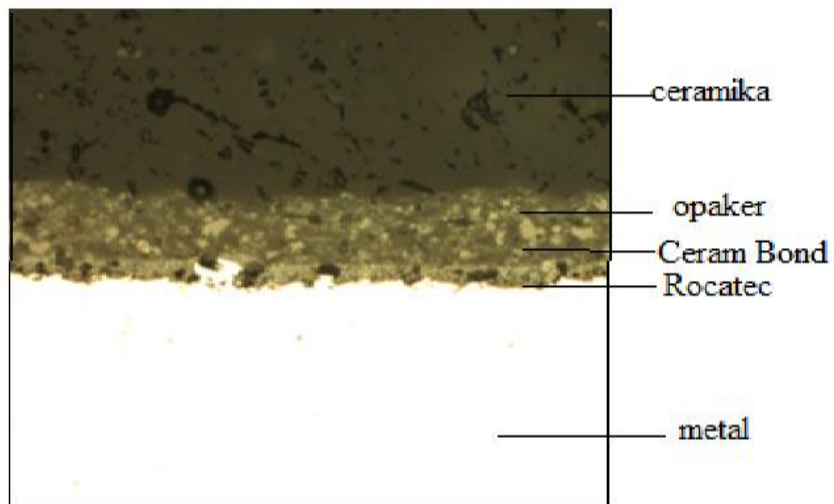
**Ryc. 52.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Ni. System Rocatec + opaker. Powiększenie x200.



**Ryc. 53.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Ni. System Rocatec + Ceram Bond + opaker. Powiększenie x200.



**Ryc. 54.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Co. System Rocatec + opaker. Powiększenie x200.

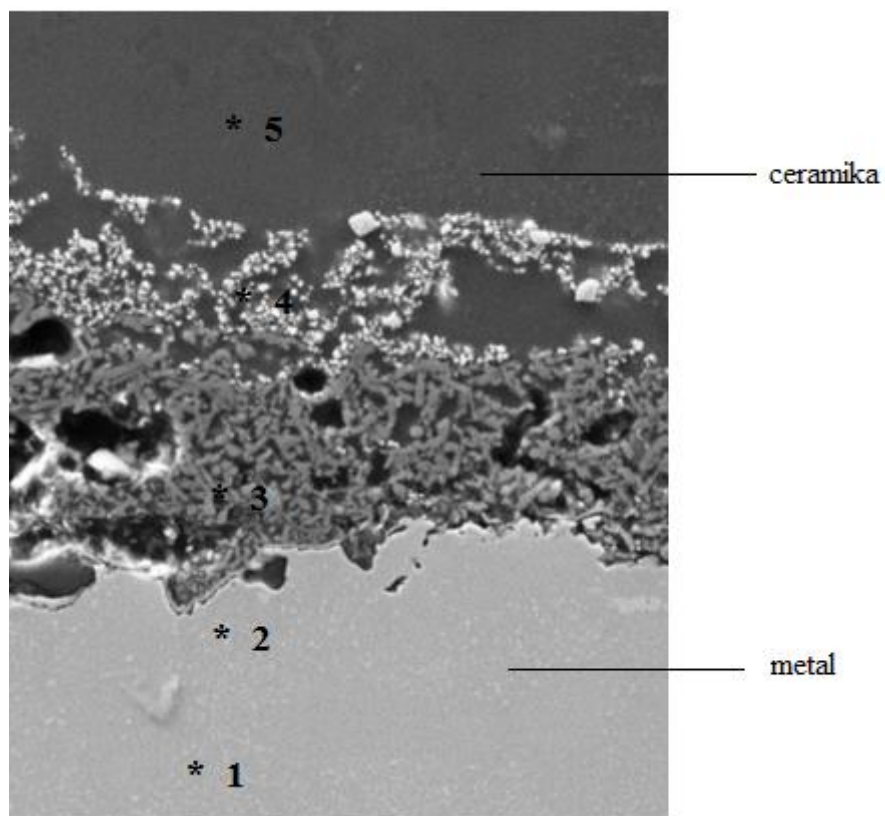


**Ryc. 55.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Co. System Rocatec + Ceram Bond + opaker. Powiększenie x200.

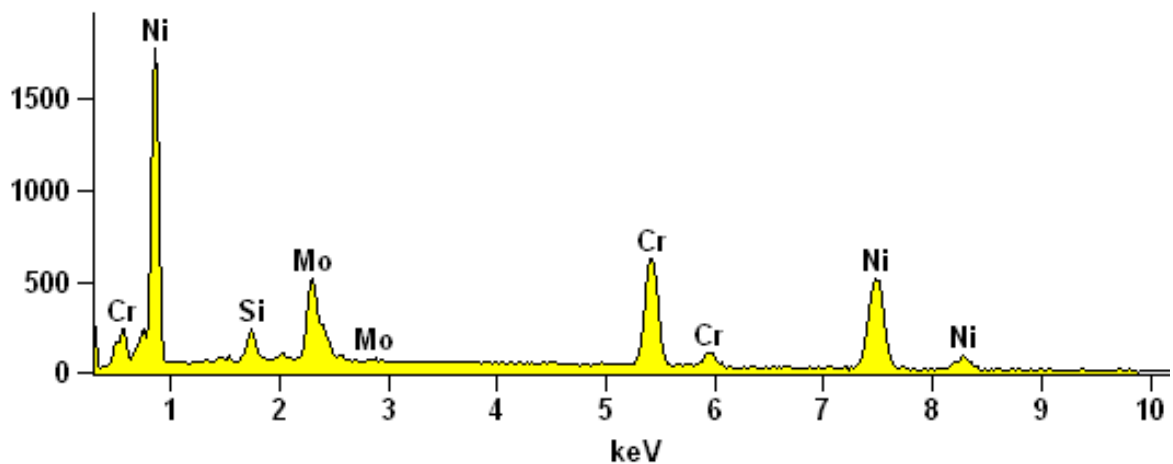
Mikroanaliza rentgenowska została przeprowadzona na dwóch próbkach odlanych ze stopu chromowo - niklowego (4 all) i dwóch próbkach odlanych ze stopu chromowo - kobaltowego (Colado CC), poddanych obróbce trybochemicznej systemem Rocatec. W przypadku próbek I i IV, przed napaleniem ceramiki naniesiono warstwę pośrednią, którą stanowił bonding Ceram-Bond.

### **Próbka I – stop Cr-Ni - system Rocatec - oksydacja - warstwy ceramiczne**

Przekrój powierzchni stop chromowo-niklowy i ceramika (próbka I) poddanej obróbce systemem trybochemicznym Rocatec, z naniesioną warstwą opakera przedstawiono na rycinie 60.

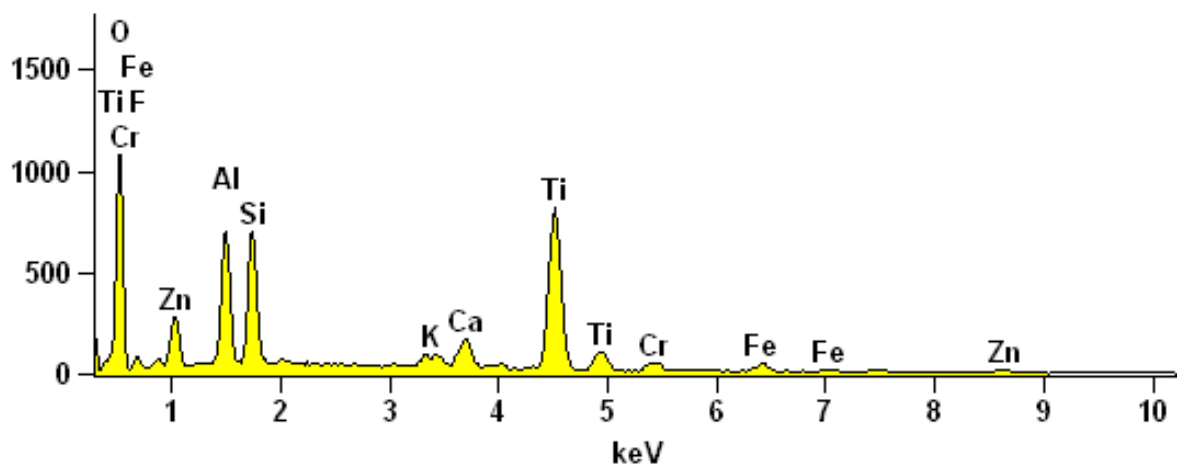


**Ryc. 56.** Próbka I. Mikrostruktura granicy połączenia stop chromowo - niklowy i ceramika. Elektrony wtórne pow. x1500. Zaznaczone punkty pomiarowe od 1 do 5. Widma EDS próbki I, wykonane w punktach 2, 3, 4, 5, przedstawiają ryciny 61 ÷ 64.



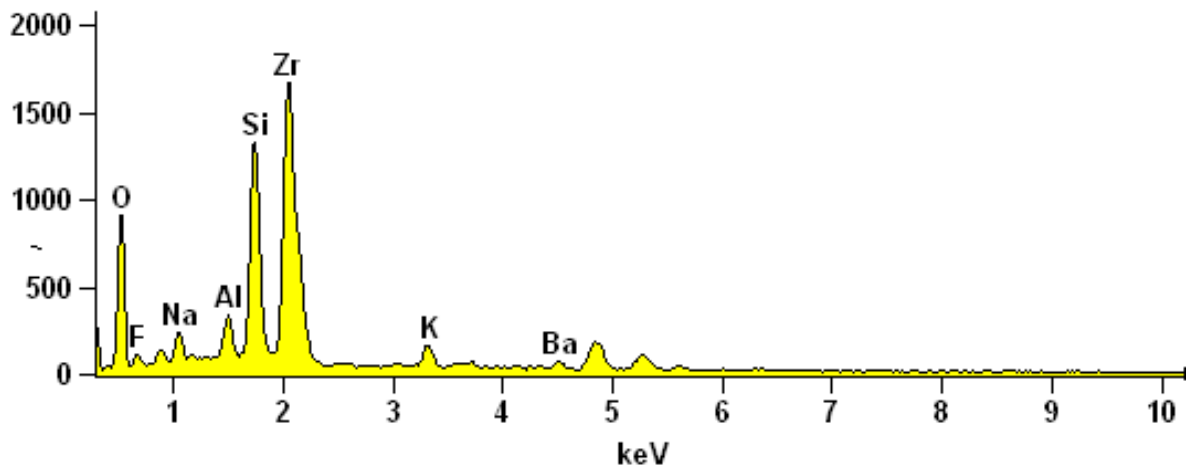
Ryc. 57. Widmo EDS próbki I dla punktu 2.

Widmo EDS próbki I w punkcie 2, znajdującym się w warstwie stopu chromowo - niklowego, składa się głównie z takich pierwiastków jak nikiel, chrom oraz molibden i krzem.



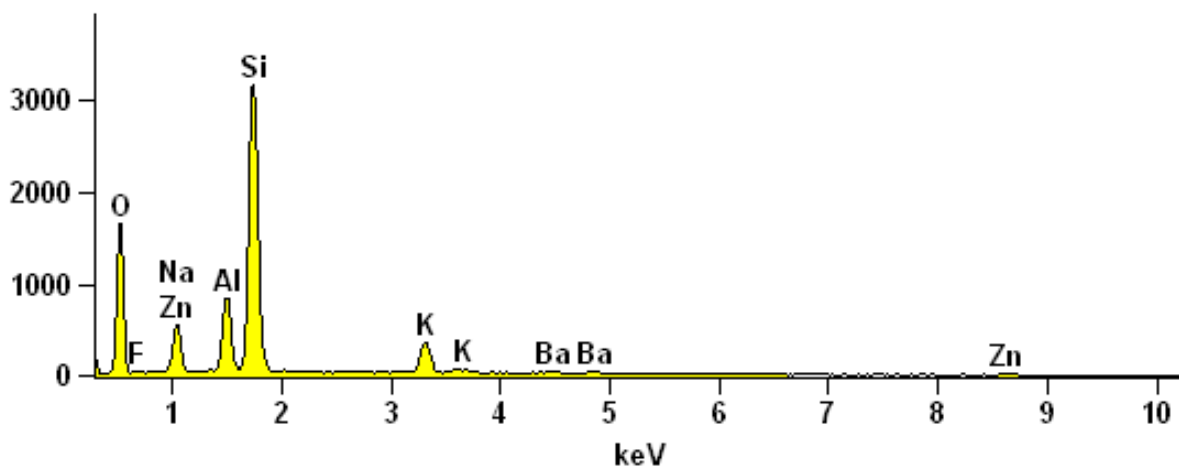
Ryc. 58. Widmo EDS próbki I dla punktu 3.

Widmo EDS próbki I w punkcie 3 znajdującym się w warstwie Ceram Bond, wykazuje obecność tytanu, chromu, glinu, cynku oraz krzemu.



**Ryc. 59.** Widmo EDS próbki 1 dla punktu 4.

Widmo EDS próbki I w punkcie 4 znajdującym się na granicy warstwy ceramiki opakerowej i dentynowej, składa się głównie z takich pierwiastków jak cyrkon, krzem oraz glin.



**Ryc. 60.** Widmo EDS próbki I dla punktu 5.

Widmo EDS próbki I w punkcie 5 znajdującego się w warstwie ceramiki dentynowej, wykazuje głównie obecność takich pierwiastków jak krzem, glin, cynk oraz potas.

Udział procentowy pierwiastków występujący na granicy rozdziału próbki 1, przedstawia tabela VIII.

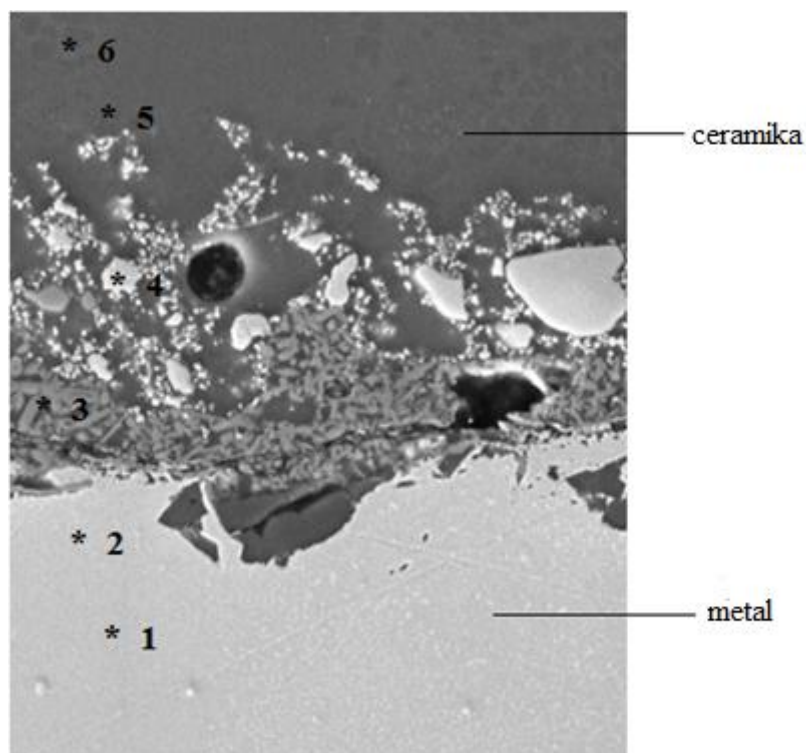
**Tabela VIII.** Skład procentowy pierwiastków w warstwie ceramiki próbki I w punktach

2 ÷ 5

Warstwa metalowa			Warstwy ceramiczne						
Analiz. pierw.	Punkty pomiarowe		Analiz. pierw.	Punkty pomiarowe					
	2			3 Ceram-Bond		4 Opaker		5 Dentyna	
	Zawartość			Zawartość					
	% atom.	% mas.		% atom.	% mas.	% atom.	% mas.	% atom.	% mas.
<b>Cr</b>	29,79	24,98	<b>O</b>	60,98	39,46	56,30	26,40	53,28	37,31
<b>Mo</b>	7,53	12,38	<b>Na</b>	-	-	1,38	0,93	5,84	5,88
<b>Ni</b>	60,44	60,75	<b>Al</b>	6,34	6,91	2,55	2,01	6,50	7,68
<b>Si</b>	3,69	1,90	<b>Si</b>	6,23	7,08	13,34	10,97	27,95	34,97
-	-	-	<b>Ti</b>	14,26	27,63	-	-	-	-
-	-	-	<b>Cr</b>	1,21	2,55	-	-	-	-
-	-	-	<b>Zn</b>	1,95	5,15	-	-	1,26	3,60
-	-	-	<b>Zr</b>	-	-	16,67	4,55	-	-
-	-	-	<b>K</b>	0,60	0,95	2,20	2,53	4,37	7,47
-	-	-	<b>F</b>	5,35	4,11	5,10	2,84	0,21	0,18

**Próbka II – stop Cr-Ni - system Rocatec - oksydacja - Ceram Bond - warstwy ceramiczne**

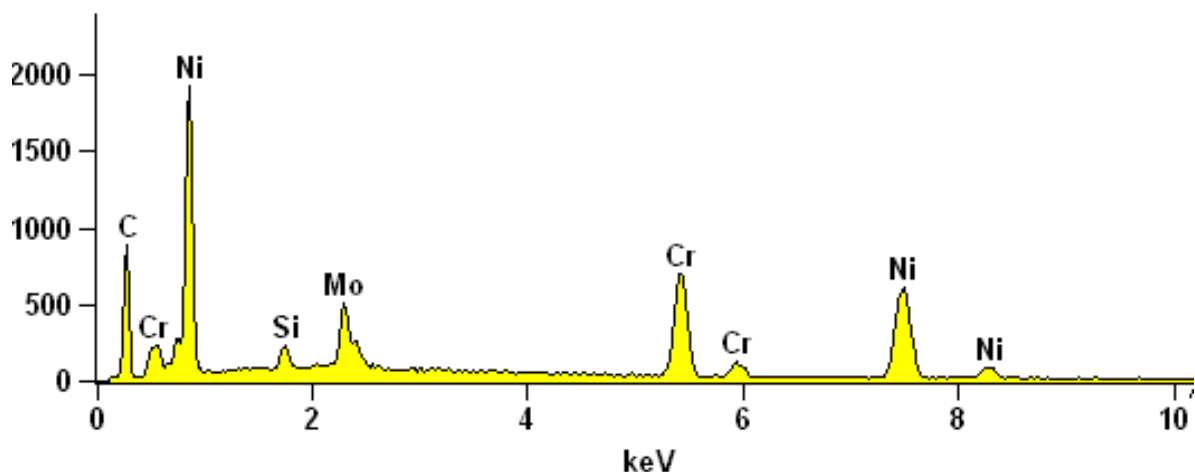
Rozkład pierwiastków występujących na granicy stopu chromowo - niklowego i ceramiki dentystycznej (próbka II), poddanej obróbce trybochemicznej systemem Rocatec wraz z dodatkowym kondycjonowaniem powierzchni stopu, bondingiem Ceram-Bond, przedstawia rycina 65.



**Ryc. 61.** Próbka II. Obraz mikrostruktury granicy połączenia stop chromowo - niklowy i ceramika. Elektrony wtórne pow. x1500. Zaznaczone punkty pomiarowe od 1 do 6.

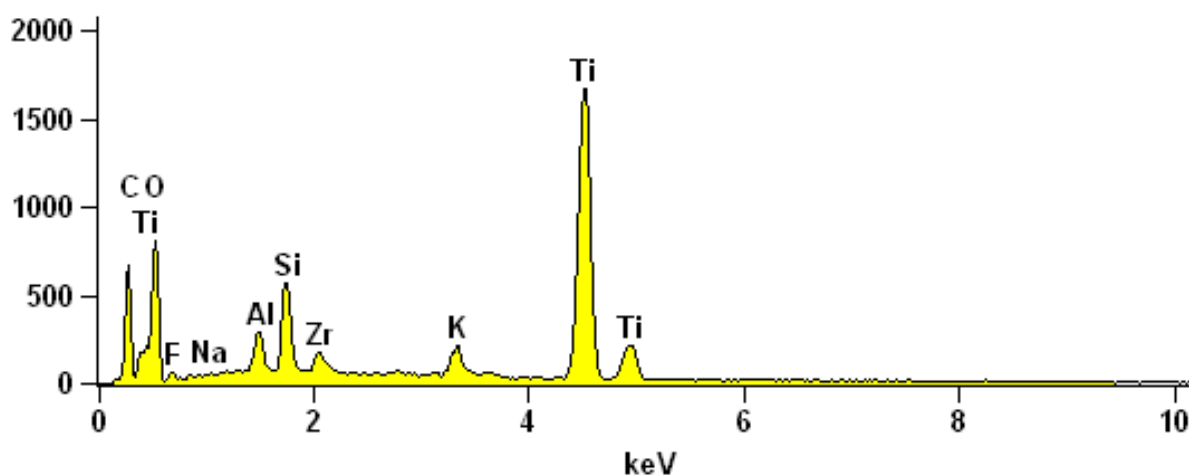
Widma EDS (Energodispersyjne) próbki II, wykonane w punktach 2, 3, 4, 5, przedstawiają ryciny 66 ÷ 69.





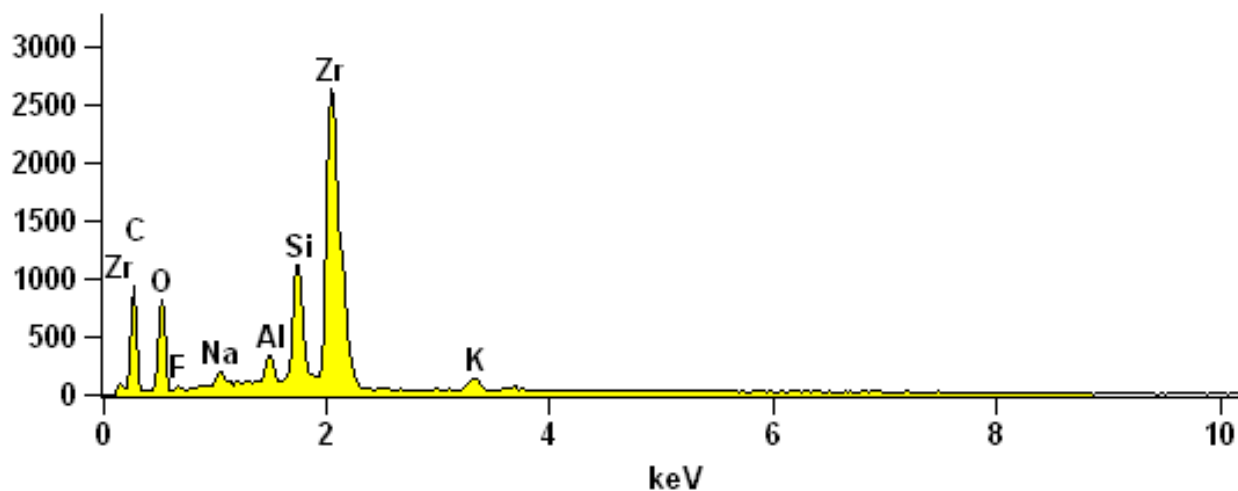
**Ryc. 62.** Widmo EDS próbki II dla punktu 2.

Widmo EDS próbki II w punkcie 2 znajdującym się w warstwie stopu chromowo - niklowego, składa się głównie z takich pierwiastków jak: nikiel (Ni), chrom (Cr) oraz molibden (Mo) i krzem (Si) jako dodatki stopowe. Widoczne atomy krzemu (Si), zostały wbite w strukturę stopu podczas obróbki trybochemicznej systemem Rocatec zawierającym w swoim składzie, duże ziarna tlenku glinu ( $Al_2O_3$ ) oraz mniejszy udział drobniejszych cząstek dwutlenku krzemu ( $SiO_2$ ).



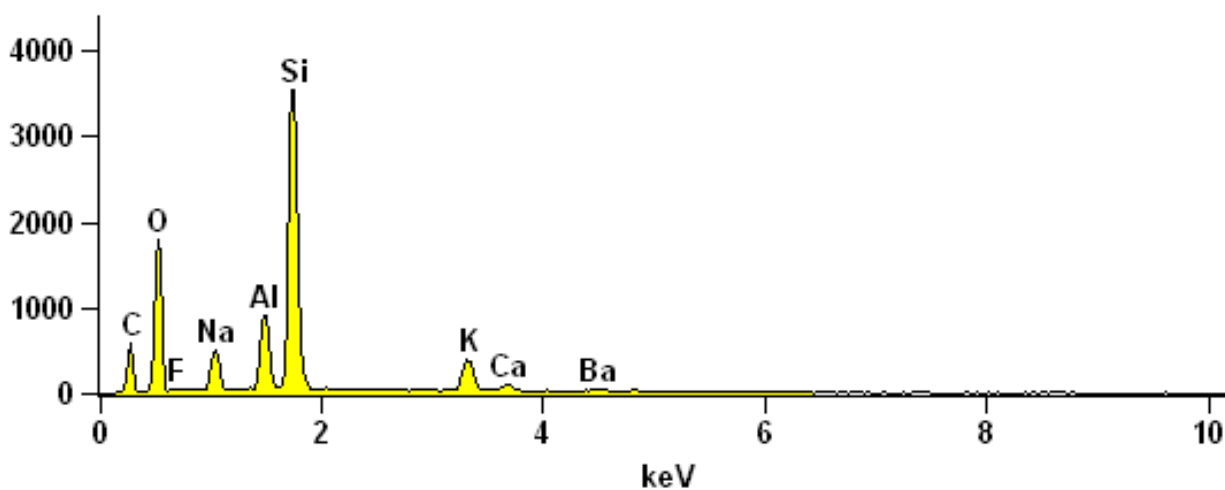
**Ryc. 63.** Widmo EDS próbki II dla punktu 3.

Widmo energodispersyjne próbki II w punkcie 3 znajdującym się w warstwie bondingu Ceram Bond, w przeważającej większości wykazuje obecność takich pierwiastków jak: tytan, krzem oraz glin, potas oraz cyrkon.



Ryc. 64. Widmo EDS próbki II dla punktu 4.

Widmo EDS próbki II w punkcie 4 znajdującym się w warstwie ceramiki opakerowej, wykazuje obecność takich pierwiastków jak cyrkon, krzem i glin.



Ryc. 65. Widmo EDS próbki II dla punktu 5.

Widmo energodispersyjne próbki II w punkcie 5 zlokalizowanym w warstwie ceramiki dentynowej, wykazuje obecność: krzemu, glinu oraz sodu.

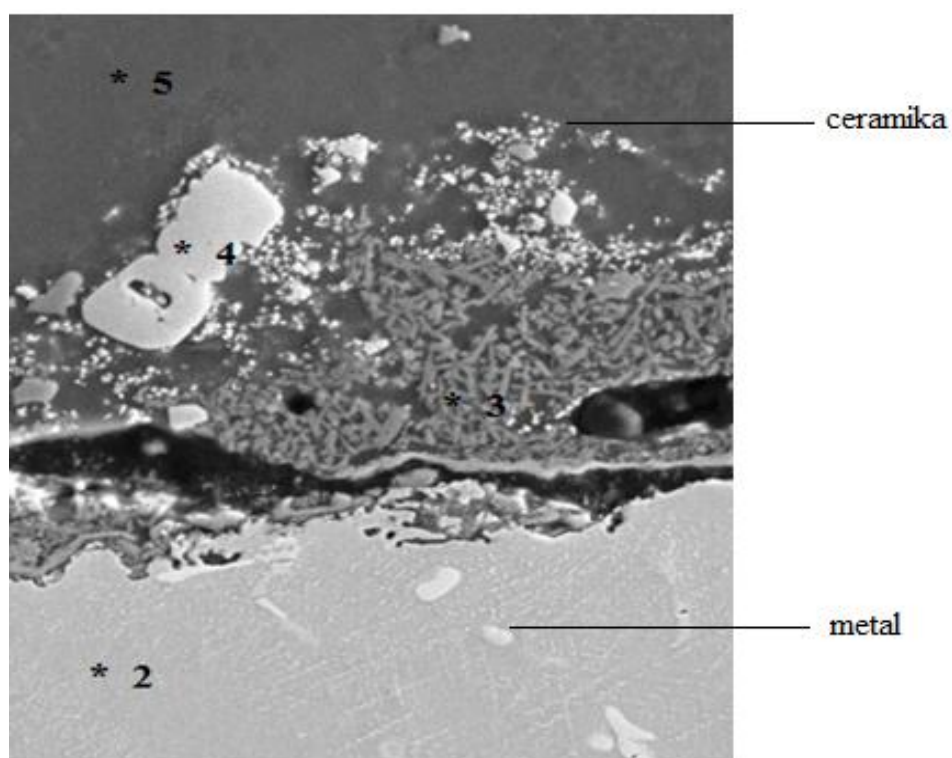
Udział procentowy pierwiastków występujący na granicy rozdziału próbki 1 przedstawia tabela IX.

**Tabela IX.** Skład procentowy pierwiastków w warstwie ceramiki próbki II w punktach 1 ÷ 5

Warstwa metalowa					Warstwy ceramiczne						
Analiz. pierw.	Punkty pomiarowe				Analiz. pierw.	Punkty pomiarowe					
	1		2			3		4		5	
	Ceram-Bond		Opaker			Dentyna					
	Zawartość					Zawartość					
% atom.	% mas.	% atom.	% mas.		% atom.	% mas.	% atom.	% mas.	% atom.	% mas.	
<b>Cr</b>	29,04	26,06	29,16	26,18	<b>O</b>	55,37	31,21	58,98	26,01	54,91	39,47
<b>Ni</b>	61,28	62,10	62,05	62,91	<b>Na</b>	0,22	0,18	1,59	1,01	5,48	5,66
<b>Si</b>	3,57	1,73	3,12	1,51	<b>Si</b>	4,97	4,92	9,72	7,53	27,03	34,11
-	-				<b>K</b>	1,82	2,50	2,15	2,31	3,98	6,99
-	-				<b>Ti</b>	32,30	54,54	-	-	-	-
-	-				<b>Zr</b>	0,97	3,10	24,24	60,95	-	-
-	-				<b>Ba</b>	-	-	-	-	0,62	3,80
-	-				<b>Al</b>	2,28	2,17	2,08	1,54	5,95	9,55

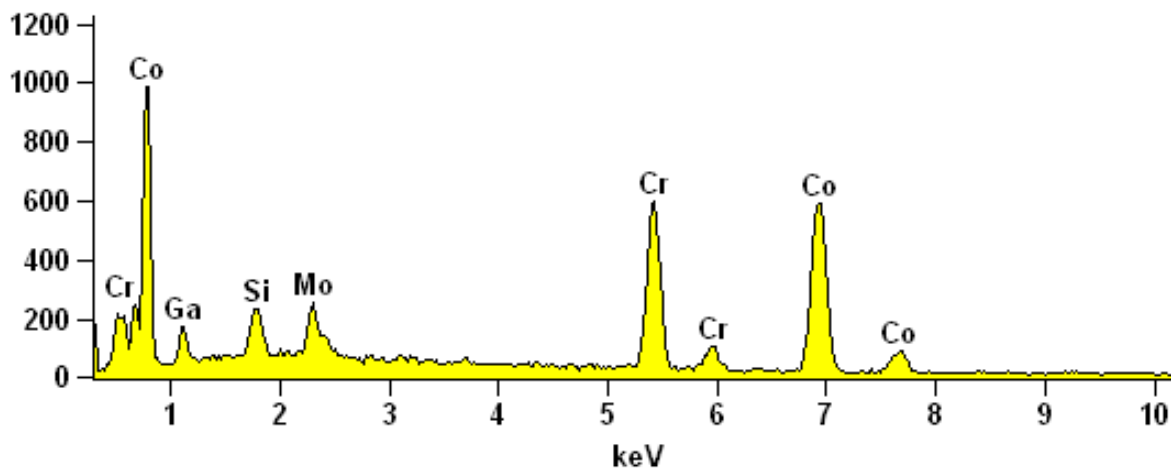
### Próbka III – stop Cr-Co - system Rocatec - oksydacja - warstwy ceramiczne

Rozkład poszczególnych pierwiastków występujących w warstwie stop chromowo - kobaltowy i ceramika dentystyczna dla próbki III poddanej kondycjonowaniu systemem trybochemicznym Rocatec wraz z warstwami opakera przedstawia rycina 70.



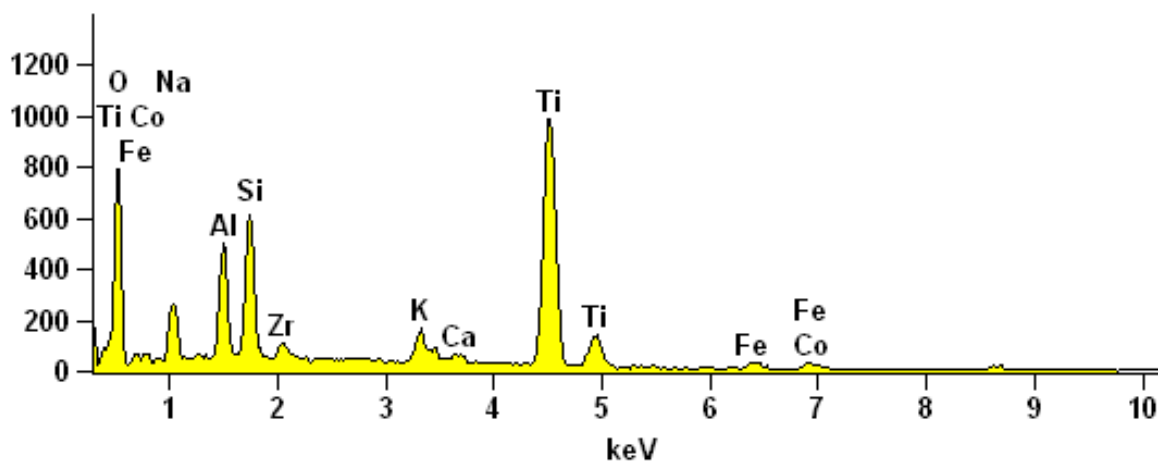
**Ryc. 66.** Próbka III. Mikrostruktura granicy połączenia stop chromowo - kobaltowy i ceramika. Elektryony wtórne pow. x1500. Zaznaczone punkty pomiarowe od 2 do 5.

Widma EDS próbki III, wykonane w punktach 2, 3, 4, 5, przedstawiają ryciny 71 ÷ 74.



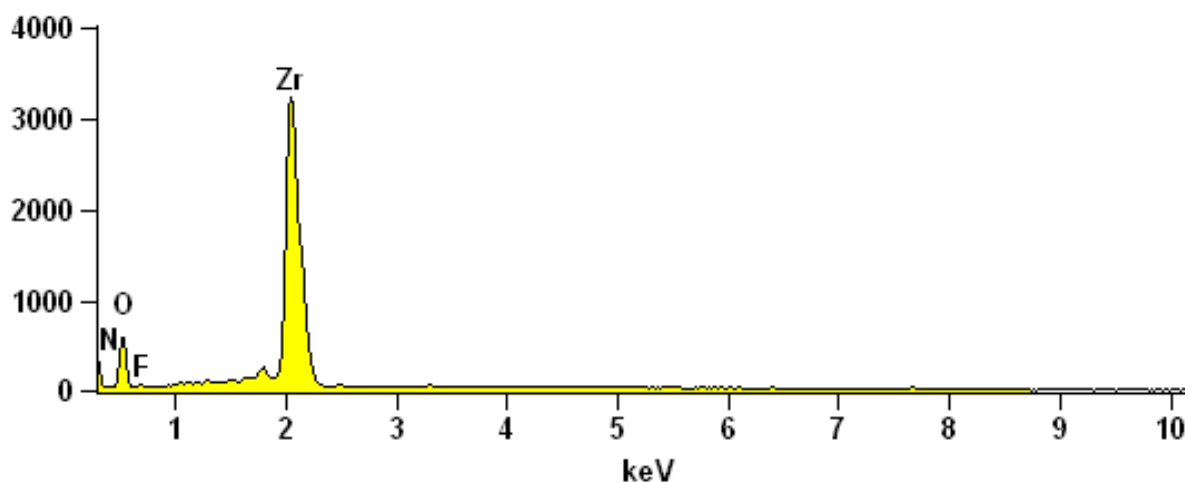
Ryc. 67. Widmo EDS próbki III dla punktu 2.

Widmo EDS próbki III, dla punktu 2, znajduje się w warstwie stopu Cr-Co i obrazuje skład chemiczny, który składa się głównie z pierwiastków kobalt, chrom, molibden oraz krzem.



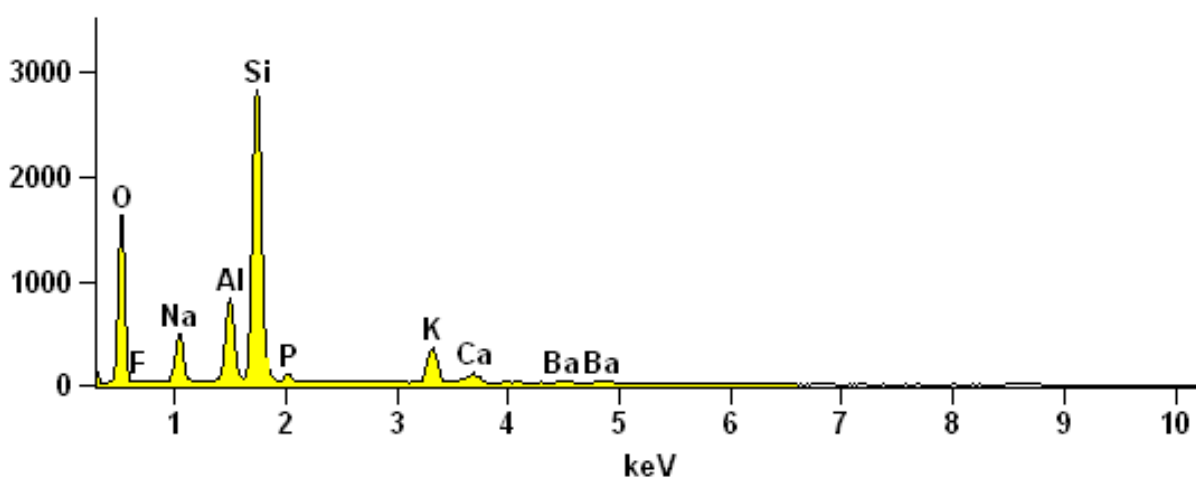
Ryc. 68. Widmo EDS próbki III dla punktu 3.

Widmo EDS próbki III w punkcie 3 znajdującym się w warstwie ceramiki opakerowej, składa się głównie z takich pierwiastków jak: tytan, krzem, glin, sód, potas i wapń.



Ryc. 69. Widmo EDS próbki III dla punktu 4.

Widmo EDS próbki III w punkcie 4 znajdującym się w warstwie ceramiki opakerowej, wykazuje w przeważającej większości obecność cyrkonu.



Ryc. 70. Widmo EDS próbki III dla punktu 5.

Widmo EDS próbki III w punkcie 5 znajdującym się w warstwie ceramiki dentynowej, wykazuje w przeważającej większości obecność takich pierwiastków jak krzem, glin, sód i potas.

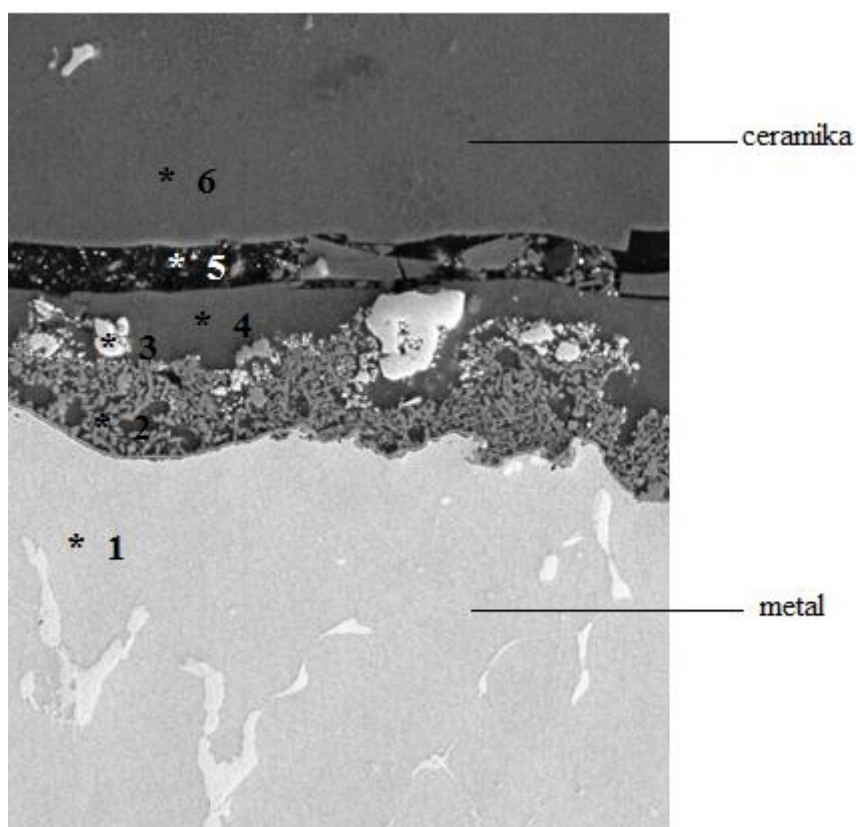
Udział procentowy pierwiastków występujący na granicy rozdziału próbki III, przedstawia Tabela X.

**Tabela X.** Skład procentowy pierwiastków w warstwie ceramiki próbki III w punktach 2 ÷ 5

Warstwa metalowa			Warstwy ceramiczne						
Analiz. pierw.	Punkty pomiarowe		Analiz. pierw.	Punkty pomiarowe					
	2			3	4	5			
	Zawartość			Ceram-Bond	Opaker	Dentyna			
	% atom.	% mas.		% atom.	% mas.	% atom.	% mas.		
<b>Cr</b>	29,42	26,92	<b>O</b>	57,42	35,09	54,88	22,27	55,72	40,61
<b>Co</b>	57,38	59,51	<b>Na</b>	5,83	512	-	-	5,62	1,21
<b>Mo</b>	3,65	6,15	<b>Al</b>	4,72	4,86	-	-	6,18	7,60
<b>Si</b>	5,88	2,29	<b>Si</b>	6,35	6,81	-	-	24,54	31,40
-	-	-	<b>Ti</b>	20,95	38,33	-	-	-	-
-	-	-	<b>Co</b>	1,18	2,65	-	-	-	-
-	-	-	<b>Zr</b>	0,55	1,93	31,34	72,52	-	-
-	-	-	<b>K</b>	1,37	2,04	-	-	4,16	7,40
-	-	-	<b>F</b>	-	-	2,39	1,15	1,40	1,21
-	-	-	<b>Fe</b>	1,14	2,43	-	-	-	-

**Próbka IV – stop Cr-Co - system Rocatec - oksydacja - Ceram-Bond - warstwy ceramiczne**

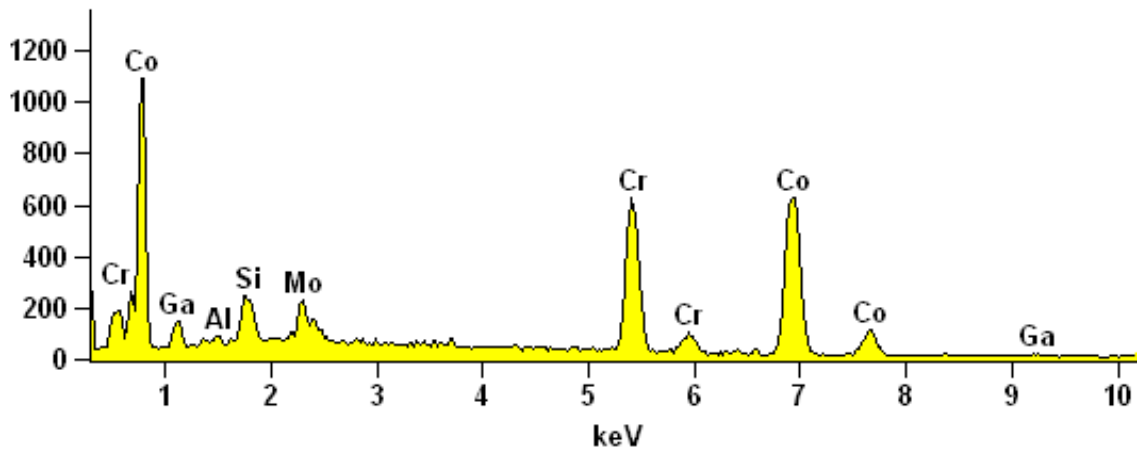
Rozkład poszczególnych pierwiastków występujących na granicy połączenia stop chromowo - kobaltowy i ceramika (Próbka IV), kondycjonowanej systemem trybochemicznym Rocatec, z naniesioną warstwą opakera i bondingu Ceram-Bond, przedstawia rycina 75.



**Ryc. 71.** Próbka IV. Mikrostruktura na granicy połączenia stop chromowo - kobaltowy i ceramika. Elektryony wtórne pow. x2500. Zaznaczone punkty pomiarowe od 1 do 6.

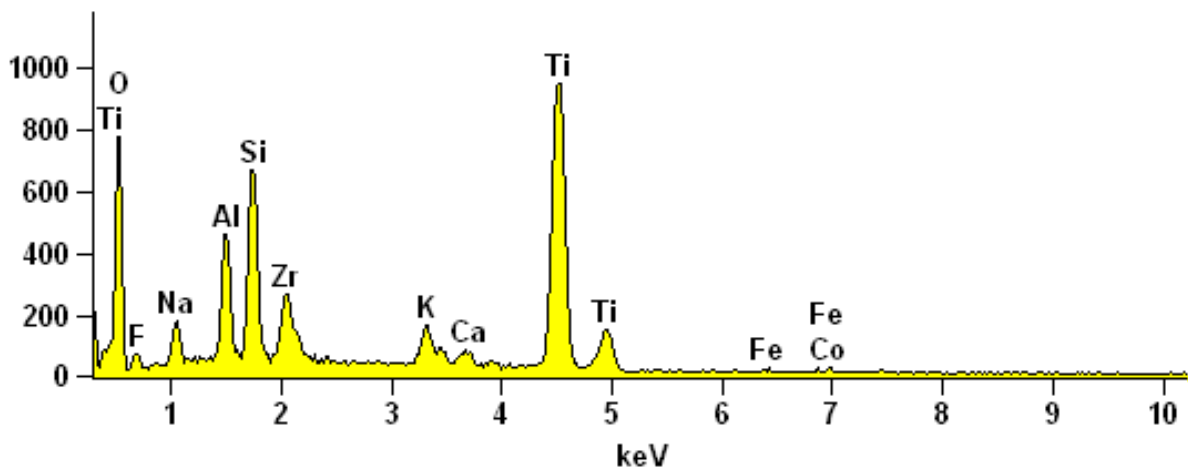


Widma EDS dla próbki IV, wykonane w punktach 1, 2, 3, 4, 5, 6, przedstawiają ryciny 76 ÷ 81.



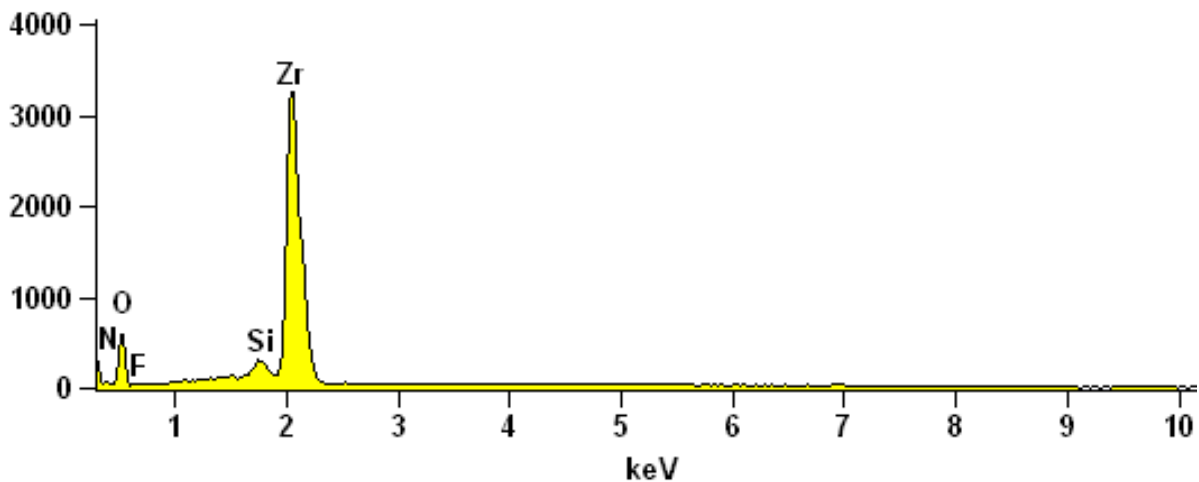
Ryc. 72. Widmo EDS próbki IV dla punktu 1.

Widmo EDS próbki IV w punkcie 1 znajdującym się w warstwie stopu chromowo - kobaltowego, składa się głównie z takich pierwiastków jak: kobalt, chrom, molibden oraz krzem.



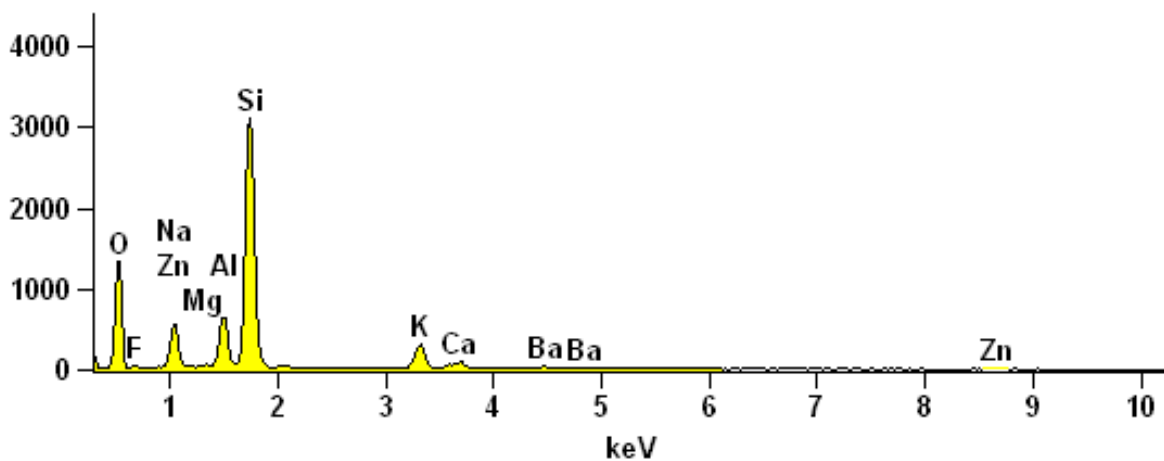
Ryc. 73. Widmo EDS próbki IV dla punktu 2.

Widmo EDS próbki IV w punkcie 2 znajdującym się w warstwie bondingu Ceram Bond, składa się głównie z tytanu, krzemu i glinu.



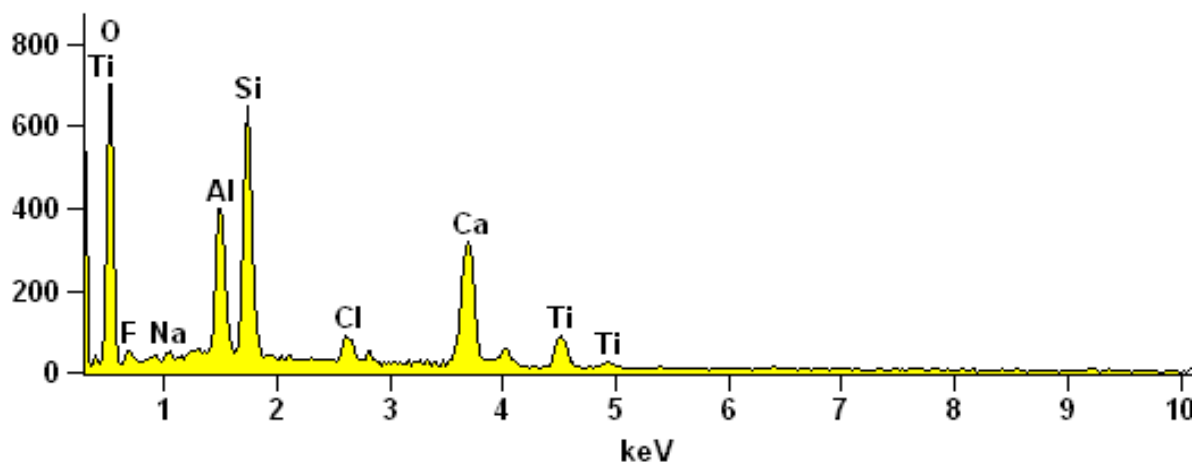
**Ryc. 74.** Widmo EDS próbki IV dla punktu 3.

Widmo EDS próbki IV w punkcie 3 znajdującym się w warstwie ceramiki opakerowej, składa się głównie z takich pierwiastków jak: cyrkon i krzem.



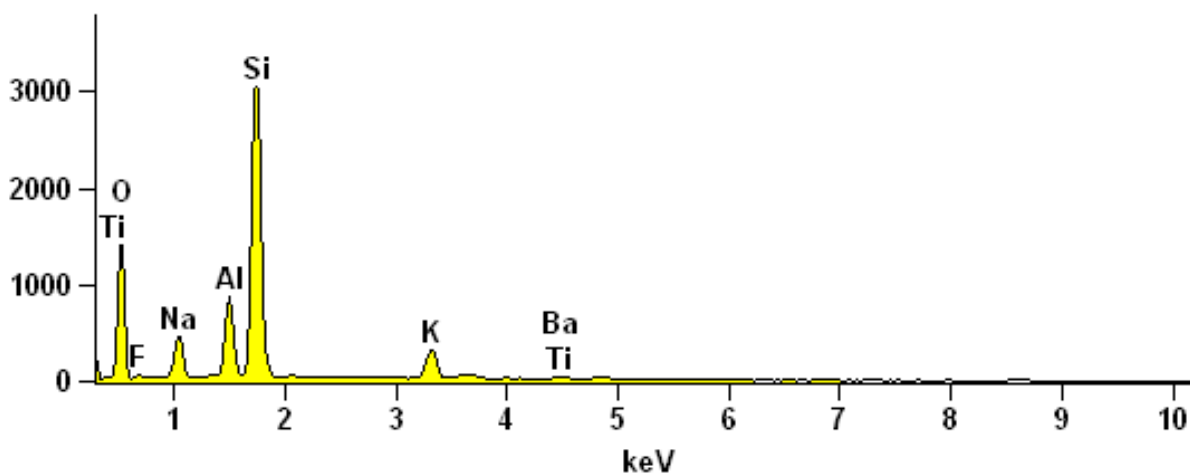
**Ryc. 75.** Widmo EDS próbki IV dla punktu 4.

Widmo EDS próbki IV w punkcie 4 znajdującym się w warstwie ceramiki dentynowej, składa się głównie z takich pierwiastków jak: krzem, sód, cynk, glin oraz magnez.



**Ryc. 76.** Widmo EDS próbki IV dla punktu 5.

Widmo EDS próbki IV w punkcie 5 znajdującym się w warstwie ceramiki, zawiera takie pierwiastków jak: tytan, krzem, glin oraz wapń.



**Ryc. 77.** Widmo EDS próbki IV dla punktu 6.

Widmo EDS próbki IV w punkcie 6 znajdującym się w warstwie ceramiki dentynowej, składa się głównie z takich pierwiastków jak: krzem, tytan, glin i sód.

Udział procentowy pierwiastków występujący na granicy rozdziału próbki IV, przedstawia tabela XI.

**Tabela XI.** Skład procentowy pierwiastków w warstwie ceramiki próbki IV w punktach 1÷

6

Warstwa metalowa			Warstwy ceramiczne										
Analiz. pierw.	Punkty pomiarowe		Punkty pomiarowe										
	1		2		3		4		5		6		
			Ceram-Bond		Opaker		Dentyna				Dentyna		
	Zawartość		Analiz. pierw.	Zawartość									
% atom.	% mas.	% atom.		% mas.	% atom.	% mas.	% atom.	% mas.	% atom.	% mas.	% atom.	% mas.	
Al	0,42	0,20	O	54,77	32,55	50,81	21,28	51,02	35,24	63,20	46,47	51,50	36,68
Cr	27,84	25,61	F	4,31	3,04	2,50	1,24	0,56	0,46	5,05	4,41	1,52	1,28
Co	60,21	62,80	Na	2,97	2,54	-	-	6,15	6,10	0,25	0,27	6,21	6,35
Ga	3,77	4,65	Al	4,32	4,33	-	-	5,47	6,37	6,88	8,53	6,54	7,86
Mo	2,40	4,07	K	1,70	2,47	-	-	3,79	6,40	-	-	4,44	7,73
Si	5,36	2,67	Si	6,92	7,20	1,48	1,09	29,93	36,28	10,69	13,80	29,01	36,27
-	-	-	Co	0,48	1,06	-	-	-	-	-	-	-	-
-	-	-	Zn	-	-	-	-	1,27	3,59	-	-	-	-
-	-	-	Zr	2,00	6,78	29,59	70,66	-	-	-	-	-	-
-	-	-	Ti	21,42	38,12	-	-	-	-	3,24	7,14	0,24	0,52
			Ca	0,69	1,03	-	-	1,03	1,78	9,28	17,11	-	-

Analizując obrazy widm energodispersyjnych w poszczególnych punktach znajdujących się na granicy połączenia stopów metali z ceramiką dentystyczną można zaobserwować zmiany składu chemicznego w zależności od analizowanych punktów. Analiza składu chemicznego podłoża metalowego chromowo-niklowego (Ryc. 61, Tab. VIII i Ryc. 66, Tab. IX) ujawniła zawartość niklu na poziomie 60% oraz chromu 29% jako głównych składników wykorzystanego stopu, jak również dodatków stopowych: molibdenu ok. 7% i krzemu 2.5%. Różnice procentowe zawartości krzemu podane przez producenta będące na poziomie 1,5% w stosunku do otrzymanych (2,5%), mogą wskazywać na oddziaływanie systemu trybochemicznego Rocatec, w wyniku którego w czasie obróbki powierzchniowej, krzem został wbity w powierzchnię stopu.

Z kolei dla podłoża chromowo - kobaltowego analiza składu ujawniła zawartość kobaltu na poziomie 60% i chromu 28% oraz dodatków stopowych w postaci: krzemu (~6%), galu (~4%) i molibdenu (~2%).

Wyniki analizy SEM/EDS zastosowanego jako dodatkowe źródło kondycjonowania bondingu Ceram Bond wykazała zawartość głównie tlenków tytanu (~21%), krzemu (~7%) oraz w mniejszych ilościach tlenki glinu (~4%), fluor (~4%), sodu (~3%) i cyrkonu (~2%).

Warstwa opakera składał się głównie z tlenków cyrkonu (~30%), krzemu (~10%), fluoru (~5%). Natomiast dentyna składa się głównie z tlenku krzemu (~30%), glinu (~7%), potasu (~5%), oraz sodu (~6%).

## 6. OMÓWIENIE WYNIKÓW I DYSKUSJA

Jakość połączenia ceramiki dentystycznej z metalową podbudową zależy w znacznym stopniu od sposobu adhezyjnego przygotowania powierzchni stopu metalu przed procedurą napalenia warstw ceramicznych [2, 11, 12, 13, 18, 66, 67, 68, 69, 70, 71, 72, 73, 74]. Przeprowadzone w tej rozprawie badania dotyczące porównania dwóch rodzajów stopów dentystycznych oraz dziesięciu sposobów przygotowania ich powierzchni miały dać odpowiedź na pytanie, który ze stopów oraz sposobów kondycjonowania pozwala na uzyskanie najwyższej wartości naprężenia stycznego połączenia z ceramiką dentystyczną.

Wykonane badania wytrzymałościowe wykazały, że niezależnie od rodzaju zastosowanej obróbki strumieniowo - ścierniej najwyższe wartości naprężenia stycznego połączenia ceramika - metal zarejestrowano dla stopu chromowo - niklowego 4All i przewyższały one od 24,00% do 44,80% analogiczne wartości uzyskane dla stopu chromowo - kobaltowego Colado CC. Podobną zależność stwierdzili Sipahi i Özcan [37], którzy badali siłę połączenia pięciu różnych ceramik dentystycznych ze stopami chromowo - niklowym i chromowo - kobaltowym, natomiast De Melo i wsp. [38] oraz Külünk i wsp. [27] w analogicznych obserwacjach nie stwierdzili statystycznie istotnej różnicy pomiędzy wartościami naprężenia stycznego połączenia ceramiki dentystycznej z omawianymi stopami.

W przypadku stopu chromowo - niklowego 4All najwyższe wartości naprężenia stycznego uzyskano gdy powierzchnię stopu kondycjonowano tlenkiem glinu o średnicy ziarna 250  $\mu\text{m}$  ( Grupa 1a - 45,66 MPa) i różniły się one istotnie statystycznie od pozostałych grup poddanych ocenie to jest: tlenku glinu o średnicy ziarna 150  $\mu\text{m}$  (Grupa 2a - 38,91 MPa), tlenku glinu o średnicy ziarna 125  $\mu\text{m}$  (Grupa 3a - 31,60 MPa), tlenku glinu o średnicy 110  $\mu\text{m}$  (Grupa 4a - 35,16 MPa) oraz systemu trybochemicznego Rocatec (Grupa 5a - 31,99 MPa). Nie stwierdzono natomiast istotnych różnic pomiędzy wartościami naprężenia

stycznego zarejestrowanego dla grup 2a i 4a oraz 3a, 4a i 5a. Na dobre właściwości adhezyjne stopów metali nieszlachetnych poddanych obróbce strumieniowo - ścierniej tlenkiem glinu o średnicy ziarna 250  $\mu\text{m}$  zwrócili wcześniej uwagę Marx i Schwickerath [75], Peutzfeld i Asmussen [76], Pfeiffer i Schwickerath [77], Pryliński [28] oraz Rappel [78]. Ż Stwierdzono również, że tego typu przygotowanie powierzchni stopów metali prowadzi do większego ubytku stopu metalu, a tym samym do zmniejszenia grubości konstrukcji protetycznej, w porównaniu do procesu piaskowania tlenkiem glinu o mniejszej gradacji ziarna.

Dostępne w literaturze badania [12, 27, 67, 79, 80, 81, 82] obejmujące adhezyjne przygotowanie powierzchni stopów metali przed napaleniem ceramiki, dotyczą głównie zastosowanie odróbki strumieniowo - ścierniej tlenkiem glinu o średnicy ziarna 50  $\mu\text{m}$ , 100  $\mu\text{m}$  lub 110  $\mu\text{m}$ , stąd porównanie wartości zarejestrowanych dla połączenia ceramiki ze stopem chromowo - niklowym kondycjonowanym tlenkiem glinu o średnicy ziarna 250  $\mu\text{m}$  okazały się trudnym zadaniem. Wartości naprężenia stycznego zarejestrowane dla grupy 4a (tlenek glinu o średnicy ziarna 110  $\mu\text{m}$ ) wynoszące 35,16 MPa, są ponad dwukrotnie wyższe w porównaniu z wartościami otrzymanymi przez Prado i wsp. [40] dla połączenia stopu Verabond z ceramiką Duceram (16,31 MPa), oraz o jedną trzecią wyższe od zarejestrowanych przez Hamouda i wsp. [83] dla połączenia stopu Ceraplus z ceramiką Vita VMK N 90. Natomiast zbliżone wartości przedstawił Almilhatti i wsp. [84] dla stopu Wiron i ceramiki IPS d.SIGN (42,90 MPa). Wyższe wartości od zarejestrowanych przez autora rozprawy uzyskali natomiast Melo i wsp. [38] dla stopów Wiron (63,00 MPa) i 4All (54,00 MPa) na które napalano ceramikę IPS d.SIGN. Jednak w tym przypadku występujące różnice w wartościach naprężenia stycznego mogły wynikać z nieco odmiennej metodyki przeprowadzonych badań, a zwłaszcza szybszego przemieszczania belki ścinającej. Najniższe wartości naprężenia stycznego uzyskano wówczas gdy powierzchnię dentystycznego stopu

chromowo – niklowego 4All poddano piaskowaniu tlenkiem glinu o średnicy ziarna 125  $\mu\text{m}$  oraz systemem trybochemicznym Rocatec i wynosiły one odpowiednio 31,60 MPa i 31,99 MPa. Uzyskane w tym przypadku wartości siły połączenia stop metalu - ceramika dentystyczna są podobne do tych, które w swych badaniach przedstawili Prado i wsp. [40] dla stopu Wiron i ceramiki Noritake (32,93 MPa). Uzyskane przez autora rozprawy wartości naprężenia stycznego połączenia stop chromowo - niklowy 4All z ceramiką IPS d.SIGN, były bez względu na sposób przygotowania powierzchni stopu, znacząco wyższe od uzyskanych przez Milczewsky i wsp. [41] dla stopu srebro - palladowego Pers-on 4 i ceramik: Ceramco (28,21 MPa), Noritake (28,96 MPa) i Vita VMK-68 (24,11 MPa). Powyższe wyniki sugerują, że wartość naprężenia stycznego połączenia określonego rodzaju ceramiki ze stopem metalu może być uzależniona od jego składu chemicznego, co potwierdzają również badania innych autorów [60, 80, 85, 86, 87, 88, 89].

W porównaniu do grup kontrolnych (K) (1a, 2a, 3a, 4a, 5a) wartości naprężenia stycznego zarejestrowane w grupach eksperymentalnych (CB) (Ia, IIa, IIIa, IVa, Va), w których powierzchnię stopu 4All po obróbce strumieniowo - ścierniej poddano dodatkowemu procesowi kondycjonowania bondingiem Ceram Bond, były niższe od 21,2% do 37,4%. Odmienna sytuacja miała miejsce w przypadku stopu chromowo - kobaltowego Colado CC. W tym przypadku proces dodatkowego kondycjonowania bondingiem Ceram Bond zwiększył wartość naprężenia stycznego połączenia ceramiki dentystycznej IPS d.SIGN z metalową podbudową w zależności od rodzaju zastosowanej obróbki strumieniowo – ścierniej od 10,9% do 22,5%. Jednak najwyższy wzrost wartości naprężenia stycznego nastąpił w grupie Ib, w której powierzchnia stopu chromowo – kobaltowego Colado CC została poddana obróbce strumieniowo - ścierniej przy użyciu tlenku glinu o średnicy ziarna 250  $\mu\text{m}$ , co spowodowało wzrost naprężenia stycznego z 25,19 MPa do 32,50 MPa. Różnica ta była istotna statystycznie w porównaniu z pozostałymi grupami poddanymi ocenie. W reszcie pozostałych grup



eksperymentalnych, wzrost wartości naprężenia stycznego wyniósł odpowiednio: grupie IIb (tlenek glinu o średnicy ziarna 150  $\mu\text{m}$ ) z 23,22 MPa do 27,38 MPa, grupie IIIb (tlenek glinu o średnicy ziarna 125  $\mu\text{m}$ ) z 24,04 MPa do 27,51 MPa, grupie IVb (tlenek glinu o średnicy ziarna 110  $\mu\text{m}$ ) z 24,09 MPa do 27,04 MPa i grupie Vb (system trybo chemiczny Rocatec) z 21,29 MPa do 23,56 MPa. Prezentowane wartości naprężenia stycznego bez względu na sposób kondycjonowania powierzchni stopu Colado CC są zdecydowanie wyższe od uzyskanych przez Sipahi i Özcan [36] dla połączenia stopu chromowo – kobaltowego Triloy i ceramik: Vita VMK-68 (18,00 MPa), Ceramco II (19,00 MPa), IPS d.SIGN (13,30 MPa), Matchmaker (14,80 MPa) oraz Finese (18,30 MPa). Wyższe wartości od zarejestrowanych przez autora rozprawy uzyskali natomiast Henrigues i wsp. [26], Melo i wsp. [38], Morales i wsp. [39] oraz Külünk i wsp. [27].

Uzyskane w badaniach wytrzymałościowych wartości naprężenia stycznego dla dentystycznego stopu chromowo - niklowego 4All przewyższają bez względu na sposób zastosowanej obróbki strumieniowo - ścierniej jego powierzchni wartości które w literaturze są przyjęte za wystarczające ( $> 25$  MPa - norma ISO 9693) [24]) dla uzyskania trwałego w warunkach klinicznych połączenia fizyko - chemicznego ceramiki dentystycznej ze stopem metalu [48]. W przypadku dentystycznego stopu chromowo – kobaltowego Colado CC, zarejestrowane wartości naprężenia stycznego w grupach kontrolnych były za wyjątkiem grupy Ia poddanej obróbce strumieniowo - ścierniej tlenkiem glinu o średnicy ziarna 250  $\mu\text{m}$  niższe od 25 MPa. Jednak zastosowany proces dodatkowego kondycjonowania bondingiem Ceram-Bond, skutkowało wzrostem wartości siły połączenia ponad przyjętą w literaturze wartość krytyczną, z wyjątkiem grupy Vb.

Zastosowany w prezentowanych badaniach preparat Ceram-Bond jest materiałem ceramicznym przeznaczonym do wyrównywania różnicy współczynników rozszerzalności

cieplnej (WRC) pomiędzy stopem metalu, a ceramiką dentystyczną i aplikują się go bezpośrednio na powierzchnię uprzednio wypłaskowanego i oksydowanego stopu metalu przed naniesieniem pierwszej warstwy opakera [28, 90, 91]. Jak wykazują dostępne w literaturze badania [28], bonding Ceram Bond wpływa nie tylko na wyrównanie współczynników rozszerzalności cieplnej pomiędzy stopami metali nieszlachetnych a ceramiką dentystyczną, lecz również powoduje wzrost wartości zarówno sił, jak naprężeń ścinająco - zrywających pomiędzy mostami adhezyjnymi a zębami filarowymi.

Jak już wspomniano w rozdziale drugim najkorzystniejsza sytuacja ma miejsce wówczas, gdy WRC napalanej ceramiki jest niższy o  $0,5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  od WRC stopu metalu. W takiej sytuacji podczas procesu stygnięcia metalowa podbudowa kurczy się nieznacznie silniej od napalanej ceramiki, która pod wpływem wyzwolanych naprężeń ściskających silniej przylega do powierzchni stopu [2, 13]. W omawianym przypadku WRC stopu chromowo - niklowego 4All wynosi  $13,8 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , stopu chromowo – kobaltowego Colado CC  $14,2 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , natomiast ceramiki IPS d.SIGN  $12,6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , tak więc różnica WRC pomiędzy stopami a ceramiką wynosi odpowiednio 1,2 i 1,6. Uzyskane wyniki badań wytrzymałościowych mogą sugerować, że wzrost siły połączenia ceramiki IPS d.SIGN ze stopem chromowo - kobaltowym Colado CC mógł nastąpić pod wpływem bondingu Ceram-Bond, który wyrównał WRC obu materiałów do wartości optymalnej, to jest  $0,5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ . Natomiast w przypadku stopu chromowo - niklowego 4All ze względu na mniejszą różnicę (WRC) współczynnik rozszerzalności cieplnej uległ najprawdopodobniej obniżeniu poniżej wartości optymalnej, co skutkowało gorszym połączeniem obu materiałów i spadkiem siły wiązania pomiędzy nimi.

Stopień rozwinięcia powierzchni stopów metali po przygotowaniu ich powierzchni obróbką strumieniowo - ścierną można ocenić przy pomocy analizy profilometrycznej [95].

W piśmiennictwie najczęstszym ze wskaźników służącym do oceny rozwinięcia powierzchni jest wskaźnik „Ra”, który określa średnią arytmetyczną wartości profilu chropowatości.

W przypadku stopów metali na wartość omawianego wskaźnika mają wpływ takie czynniki jak: ciśnienie piaskowania, odległość od próbki, średnica ziaren tlenku glinu, czas procesu piaskowania oraz kąt pod jakim padają na kondycjonowaną powierzchnię ziarna tlenku glinu. Jednak jak sugerują Ayad i wsp. [92, 93] w wielu przypadkach parametr „Ra” może być niewystarczający w celu właściwej oceny topografii analizowanej powierzchni. Dlatego też celem uzyskania pełnej oceny profilu chropowatości należy również dokonać analizy takich parametrów jak: „Rv”, „Rp”, „Rt”, „Rq” i „Rk”. Wskaźnik „Rv” określa głębokość najniższego zagłębienia profilu, „Rp” wysokość najwyższego wzniesienia profilu, „Rt” całkowitą wysokość profilu chropowatości, „Rq” średnią geometryczną zagłębień chropowatości (średnia kwadratowa wartości chropowatości), natomiast parametr „Rk” wysokość chropowatości rdzenia.

Analizując wyniki badań profilometrycznych wykonanych przy pomocy profilometru Mahr Concept, można stwierdzić, że otrzymane wartości parametrów profili chropowatości dla próbek stopów chromowo - niklowego i chromowo - kobaltowego kondycjonowanych tlenkiem glinu o średnicy ziarna 150  $\mu\text{m}$ , 125  $\mu\text{m}$  i 110  $\mu\text{m}$  były porównywalne.

W przypadku stopów chromowo - niklowego i chromowo - kobaltowego piaskowanych tlenkiem glinu o średnicy ziarna 250  $\mu\text{m}$  zaobserwowano wzrost wartości parametrów profili chropowatości ocenianych powierzchni względem pozostałych grup poddanych badaniu.

W przypadku powierzchni stopów chromowo - niklowego i chromowo - kobaltowego kondycjonowanych systemem trybochemicznym Rocatec zaobserwowano, że parametry profili „Rq” i „Rt” są zbliżone do wartości jakie zarejestrowano gdy powierzchnie omawianych stopów poddano obróbce strumieniowo – ścierniej tlenkiem glinu o średnicy

ziarna 250  $\mu\text{m}$ . Wyniki te potwierdzają badania własne i wsp. [104], w których przeprowadzono ocenę charakteru fizyko-chemicznego systemu łączącego Rocatec <sup>TM</sup>. Otrzymane wyniki wielkości gradacji piasku Rocatec Plus wykonane analizą sitową proszku, ujawniły faktyczną gradację piasku wynoszącą w 80% - 150  $\mu\text{m}$ , a nie jak podaje producent 110  $\mu\text{m}$ .

Obserwowana mikrostruktura połączenia ceramiki - metalu wykonana za pomocą mikroskopu optycznego Axio Image M1m, odpowiada opisowi literaturowemu dla połączeń ceramiczno-metalowych [94, 95], w których mikrostruktura warstwy ceramicznej zawiera artefakty organiczne i nieorganiczne oraz mikropęcherze powietrza. W badaniach skoncentrowano się na rozróżnieniu składników strukturalnych i nieciągłości poszczególnych warstw ceramiki (Ceram-Bondu, ceramiki opakerowej, dentykowej i szklawej).

Badania za pomocą Skaningowego Mikroskopu Elektronowego firmy HITACHI SU8000, wyposażonego w detektor spektroskopii energodispersyjnej (EDS) firmy Thermo Noran, pozwoliły zarejestrować skład chemiczny i zmianę stężeń pierwiastków na granicy połączenia metal-ceramika.

Analizując skład chemiczny poszczególnych punktów w strukturze stopu chromo-kobaltowego Colado CC, potwierdzono podstawowy skład chemiczny charakterystyczny dla stopów na bazie kobaltu do zastosowań stomatologicznych, tj. zawartość kobaltu ok. 60% i chromu < 30% przedstawiony przez Augustyn-Pieniążek i wsp. [96]. Podobne wyniki uzyskano dla stopu niklowo-chromowego, gdzie zawartość podstawowych pierwiastków mieściła się w granicach określonych dla stopów Ni-Cr według danych producenta [97, 98].

Ponadto wyniki analizy SEM/EDS zastosowanego jako dodatkowe źródło kondycjonowania bondingu Ceram-Bond ujawniły zawartość tlenków: tytanu, krzemu, glinu, cyrkonu oraz fluoru i sodu. Opaker składał się głównie z tlenków cyrkonu, krzemu oraz fluoru. Natomiast

dentyna składała się głównie z tlenku krzemu (około 30%), glinu (około 7%), potasu (około 5%), oraz sodu (około 6%). Ponadto opaker i dentyna dla podłoża Cr-Ni zawierały dodatkowo tlenek cynku, który podobnie jak tlenek cyrkonu i tytanu (proszki ceramiki na stopy Cr-Co) są tlenkami zmętniającymi, nadające warstwom ceramiki nieprzezierność (warstwy kryjące metal). Analizując skład poszczególnych warstw ceramiki można stwierdzić, że bazują one na glino-krzemianach potasowo-sodowych. Uzyskane wyniki badań obserwacji mikroskopowych wraz z analizą składu poszczególnych stref połączeń, wskazały na dyfuzyjny charakter tego połączenia, który w dużym stopniu wpływa na siłę połączenia materiału metalicznego i ceramicznego [99, 100, 101, 102, 103, 105, 106].

## 7. WNIOSKI

Na podstawie przeprowadzonych badań można wyciągnąć następujące wnioski:

1. Przygotowanie powierzchni stopu chromowo - niklowego obróbką strumieniowo - ścierną tlenkiem glinu o średnicy ziarna 250  $\mu\text{m}$  umożliwia lepsze połączenie z ceramiką dentystyczną, niż piaskowanie tlenkiem glinu o średnicy ziarna 150  $\mu\text{m}$ , 125  $\mu\text{m}$ , 110  $\mu\text{m}$  i systemem Rocatec.
2. Wytrzymałość połączenia ceramiki dentystycznej ze stopem chromowo – niklowym jest istotnie wyższa, aniżeli ze stopem chromowo - kobaltowym niezależnie od rodzaju zastosowanej obróbki strumieniowo - ścierniej.
3. Wykonanie dodatkowego procesu kondycjonowania powierzchni stopu chromowo - kobaltowego systemem łączącym Ceram Bond powoduje wzrost naprężeń stycznych, a w rezultacie lepsze połączenie z ceramiką dentystyczną, natomiast w przypadku stopu chromowo - niklowego obniża siłę połączenia obu materiałów.
4. Struktura i stopień rozwinięcia powierzchni stopów chromowo - niklowego i chromowo - kobaltowego zależą od zastosowanej obróbki strumieniowo - ścierniej.
5. Najwyższe wartości chropowatości uzyskano kondycjonując powierzchnie stopów tlenkiem glinu o średnicy ziarna 250  $\mu\text{m}$ .
6. Analiza mikrostruktury wykazała ciągłość napalonych na powierzchnię stopów warstw ceramiki dentystycznej.
7. Zarejestrowana na granicy połączenia ceramika dentystyczna - stop metalu zmiana stężenia pierwiastków, wskazuje na dyfuzyjny charakter połączenia obu materiałów.

## 8. STRESZCZENIE

Uzyskanie zadawalajacego polaczenia pomiedzy ceramika dentystyczna i podbudowa metalowa uzaleznione jest od takich czynnikow jak: warstwa tlenkow, odpowiednio dobrane wspolczynniki rozszerzalnosci cieplnej obu materialow oraz zaglabienia mikroretencyjne. W piśmiennictwie podawane sa rózne metody adhezyjnego przygotowania powierzchni stopow metali, jednak brak jest zgodnosci, co do wyboru odpowiedniej metody rozwinięcia powierzchni metalu, która gwarantowalaby najlepsza wytrzymałosć polaczenia pomiedzy obu materialami.

Podjete badania miały na celu opracowanie optymalnych warunkow przygotowania powierzchni stopow chromowo - niklowego i chromowo - kobaltowego, dla uzyskania najkorzystniejszego polaczenia z ceramika dentystyczna.

Do badan wykorzystano ceramike fluoro-apatytowo-leucytowa IPS d.SIGN oraz stop chromowo - niklowy 4all i chromowo - kobaltowy Colado CC.

Oceniano nastepujace metody przygotowania powierzchni stopow: obróbka strumieniowo – ścierna tlenkiem glinu o srednicy ziarna 250  $\mu\text{m}$ , 150  $\mu\text{m}$ , 125  $\mu\text{m}$ , 110  $\mu\text{m}$ , system trybochemiczny Rocatec oraz dodatkowy proces kondycjonowania bondingiem Ceram-Bond.

Wytrzymałosć polaczenia ceramiki dentystycznej ze stopami metali oceniano w teście ścinania, który wykonano w uniwersalnym urzadzeniu testujacym Hounsfield H5 KS, stosujac glowice o sile 5000 N oraz szybkość przesuwu belki ścinajacej 2,0 mm/ min, zgodnie z norma ISO/TS 11405, 2003. Stopień rozwinięcia powierzchni badanych stopow oceniano na podstawie analizy profilometrycznej obrazow powierzchni wykonanej profilometrem Mahr Concept. Wyznaczano i analizowano wartosci parametrów profilu Ra, Rv, Rp, Rt, Rq i Rk. Ocene mikrostruktury powierzchni badanych stopow metali po zastosowaniu dziesięciu

metod kondycjonowania, przeprowadzano za pomocą mikroskopu optycznego Axio Image M1m, natomiast ocenę zmian składu chemicznego wykonano przy użyciu elektronowego mikroskopu skaningowego SU 8000, wraz ze sprzężonym z nim detektorem spektroskopii energodispersyjnej (EDS).

Przeprowadzone badania wytrzymałościowe wykazały, że najkorzystniejsze wartości naprężenia stycznego połączenia ceramika - stop metalu uzyskano dla stopu chromowo - niklowego, bez względu na sposób zastosowanej obróbki strumieniowo - ścierniej.

W przypadku omawianego stopu proces dodatkowego kondycjonowania bondingiem Ceram Bond obniżył siłę połączenia z ceramiką, w zależności od średnicy użytego tlenku glinu od 22% do 37%. Natomiast zastosowanie dodatkowego kondycjonowania bondingiem Ceram-Bond powierzchni stopu chromowo - kobaltowego wpływa na wzrost wartości naprężenia stycznego w zakresie od 11% do 29%, a tym samym zapewnia lepsze połączenie z ceramiką dentystyczną.

Oceniając strukturę i stopień rozwinięcia powierzchni poddanych badaniu stopów chromowo - niklowego i chromowo - kobaltowego nastąpił wówczas, gdy ich powierzchnie kondycjonowano tlenkiem glinu o średnicy ziarna 250  $\mu\text{m}$  oraz systemem trybochemicznym Rocatec.

Wyniki badań mikrostruktury wykazały ciągłość napalonych warstw ceramiki na podbudowy metaliczne chromowo - niklowe i chromowo - kobaltowe.

Obserwacje zmian składu chemicznego wykazały zmiany stężeń pierwiastków na granicy połączenia stopów metali i ceramiki dentystycznej, co wskazuje na dyfuzyjny charakter tego połączenia.



## 9. SUMMARY

The ability to achieve a proper bond between dental ceramics and metallic substructures is often dependent on factors such as the: oxide layer, thermal expansion properties of both materials as well as micro-mechanical retention.

There is plenty of available information which illustrates the proper preparation techniques of metallic substructures for ceramic bonding, allowing for proper adhesion, however there is insufficient information available related to the increase in adhesive surface by means of sandblasting which greatly improves the bonding properties between metal - ceramic materials.

The aims of this study was to do a comparison between different surface preparation methods thus allowing to achieve optimal bond characteristics between dental ceramics and Cr-Ni, Cr-Co based alloys.

The laboratory experiments consisted of test samples composed of SiO<sub>2</sub> based IPS d.SIGN ceramic as well as Cr-Ni (4all) and Cr-Co (Colado CC) based alloys.

The following methods of surface preparation methods were studied: sandblasting with 250 µm, 150 µm, 125 µm, 110 µm grit Rocatec aluminum oxide in conjunction with the application of the Ceram Bond bonding material.

The bond durability between the dental ceramic material and the alloys was determined with the use of a Hounsfield H5 KS universal testing machine equipped with a crosshead of 5000 N and a crosshead speed of 2,0 mm/min. The shear strength tests were performed according to ISO/TS 11405, 2003 specifications. The increase in adhesive surface volume was determined by carrying out a profilometric analysis. Images obtained by the Mahr Concept profilometer

were analyzed and the following values were obtained: Ra, Rv, Rp, Rt, Rq and Rk.

After studying different sandblasting methods an Axio Image M1m optical microscope was used to examine the microstructure of the alloy surface. The microstructure analysis was carried out with the use of a SU 8000 electron scanning microscope equipped with a EDS module.

The shear strength test results have shown that the best results were yielded for the Cr-Ni test group regardless of the abrasive material used. It was concluded that the additional Ceram Bond material was responsible for a decrease in bond strength between the ceramic and Cr-Ni alloy from 22% to 37%. In comparison with the Cr-Co alloy the use of the Ceram Bond material provided significantly better results showing an increase from 11% to 29% in bond strength between the alloy and ceramic material.

A significant gain in adhesive surface volume was seen in the Cr-Ni and Cr-Co test groups when the 250  $\mu\text{m}$  Rocatec aluminum oxide abrasive was used.

The microstructure of the test samples exhibited consistent results for both the Cr-Ni and Cr-Co test groups. A decrease in elemental concentrations was observed on the metal ceramic interface which suggests the bond is of a diffusive nature.

## 10. PIŚMIENNICTWO

1. Majewski S.: Podstawy protetyki w praktyce lekarskiej i technice dentystycznej. SZS-W, Kraków 2000.
2. Majewski S., Pryliński M.: Materiały i technologie współczesnej protetyki stomatologicznej, Czelej, Lublin 2013.
3. Schmidseider J.: Stomatologia estetyczna, Czelej 2011.
4. Marciniak J.: Biocybernetyka i inżynieria biomedyczna 2000, tom 4 Biomateriały, rozdział 2 Biomateriały metaliczne, PAN, Warszawa 2003, 62-74.
5. Atwood R., C., Lee P., D., Curtis R., V.: Modeling the surface contamination of dental titanium investment castings, Dent. Mater 2005, 21, 178-186.
6. Marti A.: Cobalt-base alloys used in bone surgery. Injury, 2000, 31, 18-21.
7. Dąbrowa T., Panek H.: Galwanoforowanie w protetyce stomatologicznej, Dent. Med. Probl., 2004, 41, 527-530.
8. Rosenstiel S., F., Land M., F., Fujimoto J.: Współczesne protezy stałe. Wydawnictwo Czelej, Lublin 2008.
9. Dobrzański L. A.: Podstawy nauki o materiałach i metaloznawstwo. WNT, Warszawa 2003.
10. McLean J., W.: Evolution of dental ceramics in the twentieth century. J. Prosthet. Dent., 2001, 85, 61-66.
11. Brix O.: Abecadło porcelany napalanej na metal, Dent. Lab., 2000, 3, 15-17.
12. Duarte S.: Passion, innovation and excellence. Quintessence D. T. 2013, 36, 236.
13. Pryliński M.: Estetyka biała i czerwona. Elamed, Katowice 2011.
14. Piotrowski P., Krysiński Z., Rzątownski S. Bezpośrednia i pośrednia metoda wewnątrzustnej naprawy stałych uzupełnień metalowo-ceramicznych. Prot. Stom.,

2005, 55, 380-385.

15. Craig R., G., Powers J., M., Wataha J., C.: Materiały stomatologiczne. Wydawnictwo Medyczne Urban & Partner, Wrocław 2000.
16. Hajduga M., Partyka P.: Badania strukturalne wybranych stopów protetycznych. TPS, 2009, 1, 75-78.
17. Pryliński M., Piotrowski P.: Badanie siły wiązania wewnątrzustnych systemów do naprawy uzupełnień ceramiczno-metalowych. Dent. Forum, 2008, 36, 23-26.
18. Özcan M.: Review fracture reasons in ceramic-fused to metal restoration. J. Oral. Rehabil., 2003, 30, 265-269.
19. Prylińska-Czyżewska A.: Wpływ sposobów przygotowania powierzchni podbudowy cyrkonowej na siłę wiązania ze szkliwem i zębina przy zastosowaniu różnych cementów. Rozprawa doktorska, Poznań 2011.
20. Majewski S.: Nowoczesne technologie wytwarzania stałych uzupełnień zębowych: galwano forming, technologia CAD-CAM, obróbka tytanu i współczesne systemy ceramiczne, Prot. Stom., 2007, 57, 124-131.
21. Prylińska-Czyżewska A., Pryliński M.: Najczęstsze przyczyny uszkodzeń uzupełnień metalowo-ceramicznych. N.T.D., 2011, 4, 54-56.
22. Belli R., Guimaraes J., C., Lohbauer U., Baratieri N.: O kruchości ceramiki: dlaczego ulega uszkodzeniom. Quintessence D. T, 2010, 60-72.
23. Coornaet J., Adriaens P., De Boerer J.: Long – term clinical study of porcelain - fused to gold restorations. J. Prosthet. Dent., 1984, 51, 338-342.
24. International Standardization Organization. 9693:1999/Amd.1, 2005. Metal-ceramic dental restorative systems. 2<sup>nd</sup> ed. Geneve, ISO, 1999/2005.
25. Lee H., K., Moon H., M., Seol H., J., Lee J., E., Kim H., I.: Age hardening by dendrite growth in a low-gold dental casting alloy, Biomaterials, 2004, 25, 3869-3875.

26. Henriques B., Soares D., Silva F. S.: Optimization of bond strength between gold alloy and porcelain through a composite interlayer obtained by powder metallurgy. *Mater. Sci. Eng.*, 2011, 528, 1415-1420.
27. Külünk T., Kurt M., Ural C., Külünk S., Baba S.: Effect of different air-abrasion particles on metal-ceramic bond strength. *J. Dent. Sciences*, 2011, 6, 140-146.
28. Pryliński M.: Wpływ sposobów kondycjonowania powierzchni chromowo-niklowego stopu dentystycznego na siłę połączenia ze szkliwem i zębina. *Badania kliniczne i laboratoryjne*. Wydawnictwo Naukowe Akademii Medycznej im. K. Marcinkowskiego w Poznaniu, Poznań 2005.
29. Schmage P., Nergiz I., Herrmann W., Özcan M.: Influence of various surface-conditioning methods on the bond strength of metal brackets to ceramic surfaces. *Am. J. Orthodon. Dentofacial Orthop.*, 2003, 123, 540-546.
30. Bezzon O., L., Mattos M., G, Ribeiro R., F., Rollo J., M.: Effect of beryllium on the castability and resistance of ceramometal bonds in nickel–chromium alloys. *J. Prosthet Dent.*, 1998, 80, 570-574.
31. Stannard J., G, Marks L., Kanchanatawewat K.: Effect of multiple firing on the bond strength of selected matched porcelain-fused-to-metal combinations. *J. Prosthet. Dent.* 1990, 63, 627- 629.
32. Prylińska-Czyżewska A., Pryliński M.; Najczęstsze przyczyny uszkodzeń uzupełnień metalowo-ceramicznych. *N.T.D.*, 2011, 4, 54-56.
33. Van Niekerk A., J., Seip J., Ciaputa T.: Nowoczesne uzupełnienia protetyczne, *N.T.D* 2005, 3, 14-19.
34. Zarone F., Sorrentino R., Vaccaro F.: Acid etching surface treatment of feldspathic, alumina and zirconia ceramics, a micro morphological SEM analysis. *Int. Dent.* 2006, 8, 20-26.

35. Elsaka S., E, Hamouda I., M, Elewady Y., A, Abouelatta O., B, Swain M.,V.: Effect of chromium interlayer on the shear bond strength between porcelain and pure titanium. *Dent. Mater*, 2010, 26, 793-798.
36. Gonczy S., T., Randall N.: An ASTM standard for quantitative scratch adhesion testing of thin, hard ceramic coatings. *Int. J. Appl. Ceram. Technol.*, 2005, 2, 422-428.
37. Sipahi C., Özcan M.: Interfacial shear bond strength between different base metal alloys and five low fusing feldspathic ceramic systems. *Dent. Mater.*, 2012, 31, 333-337.
38. Melo R., Travassos C., Piero M.: Shear bond strengths of a ceramic system to alternative metal alloys. *J. Prosthet. Dent.*, 2005, 93, 64-69.
39. Morales R., Tango R. N., Junho de Araujo J. E. , Junho de Araujo M. A.: Shear bond strength of a ceramic to Co-Cr alloys, *J. Prosthet. Dent.*, 2008, 99, 54-59.
40. Prado R., Panzeri H., Neto A., J., F., Neves F., D., Silva M., R., Mendonça G.: Shear Bond Strength of Dental Porcelains to Nickel-Chromium. Alloys. *Braz. Dent. J.*, 2005, 16, 202-206.
41. Milczewsky J., Scolaro.: Bonding ceramic to metal: a comparison using shear tests, *Rev. Fac. Odontol. Bauru.*, 2002, 10, 57- 62.
42. Ucar Y., Aksahin Z., Kurtoglu C.: Metal ceramic bond after multiple castings of base metal alloy. *J. Prosthet. Dent.*, 2009, 37, 776-780.
43. Nikellis I., Levi A., Zinelis S.: Effect of soldering on the metal-ceramic bond strength of an Ni-Cr base alloy. *J. Prosthet. Dent.*, 2005, 94, 435-439.
44. Chęćmanowski J., G., Głuszek J., Masalski J., Krysztafkiewicz A.: Rola nanokrzemionki w preparatyce powłok SiO<sub>2</sub> otrzymywanych metodą zol-żel, *Inżynieria Materiałowa*, 2002, 5, 359-363.

45. Głuszek J.: Perspektywy zastosowań metody zol-żel w zakresie wytwarzania powłok ochronnych, *Inżynieria Materiałowa*, 2002, 5, 351-354.
46. Hajduga M., Zdziech T.: Charakter połączenia strukturalnego ceramika-metal. Część III. Badanie sił połączenia metal-ceramika. *N.T.D.*, 2009, 5, 26-27.
47. Hajduga M., Zdziech T.: Wpływ warstwy złota na charakter połączenia metal – ceramika. *Aktualne Problemy Biomechaniki*, Katedra Mechaniki Stosowanej, Politechnika Śląska, 2011, 5, 45-47.
48. Jorn D., Waddell J., N, Swain M., V.: The influence of opaque application methods on the bond strength and final shade of PFM restorations. *J. Dent.*, 2010, 38, 143-149.
49. Shimoe S., Tanoue N., Yanagida H., Atsuta M., Koizumi H., Matsumura H.: Comparative strength of metal-ceramic and metal-composite bonds after extended thermocycling. *J. Oral. Rehabil.*, 2004, 31, 689-694.
50. Wood M., C., Thompson G., A., Agar J., R.: A comparison of debonding strengths of four metal-ceramic systems with and without opaque porcelain. *J. Prosthet. Dent*, 2007, 97, 141-149.
51. Hajduga M., Danel D.: Charakter połączenia faz metal-ceramika w obecności opakera. *Aktualne Problemy Biomechaniki*. Katedra Mechaniki Stosowanej, Politechnika Śląska, 2010, 4, 59-63.
52. Hajduga M., Zdziech T.: Wpływ środowiska jamy ustnej na uzupełnienie protetyczne metalowo-ceramiczne. *Mechanika w Medycynie*, Politechnika Rzeszowska, 2010, 10, 71-78.
53. Hajduga M., Zdziech T.: Wpływ powłoki szklawej na strukturę warstw ceramicznych w uzupełnieniu protetycznym metalowo-ceramicznym – cz. I. *N.T.D.*, 2012, 1, 62-65.
54. Culha O., Zorb M., Gungor M., A., Arman Y., Toparli M.: Evaluating the bond strength of opaque material on porcelain fused to metal restorations (PFM) alloys by

scratch test method. *Materials & Design*, 2009, 30, 3225-3228.

55. Wood M., C., Thompson G., A., Agar J., R.: A comparison of debonding strengths of four metal-ceramic systems with and without opaque porcelain. *J. Prosthet. Dent.* 2007, 97, 141-149.
56. Jochen D., G, Caputo A., A., Matyas J.: Effect of opaque porcelain application on strength of bond to silver-palladium alloys. *J. Prosthet. Dent.* 1990, 63, 414-418.
57. Hajduga M., Zdziech T.: Charakter połączenia strukturalnego ceramika-metal. Część II. Analiza wypiskowanej powierzchni metalu poddanej procesowi oksydacyjnemu. *N.T.D.*, 2009, 4, 40-42.
58. Amri M, D., Hammad I., A.: Shear bond strength of two forms of opaque porcelain to the metal substructure. *King Saud University J. Dent. Sci*, 2012, 3, 41-48.
59. Hammad I., A., Stein R., S.: A qualitative study for the bond and color of ceramometals. Part I. *J. Prosthet. Dent.*, 1990, 63, 643-653.
60. Papazoglou E., Brantley W., Johnston W., Carr A.: Effects of dental laboratory processing variables and in vitro testing medium on the porcelain adherence of high-palladium casting alloys. *J. Prosthet. Dent.*, 1998, 79, 514-519.
61. Denry I. L., Holloway J. A.: Effect of heat pressing on the mechanical properties of mica-based glass-ceramic. *J. Biomed. Mater. Res.*, 2004, 70, 37-42.
62. Vasconcellos L., G, Buso L., Lombardo G., H., Souza R., O., Nogueira J., L., Bottino M., A.: Opaque layer firing temperature and aging effect on the flexural strength of ceramic fused to cobalt-chromium alloy. *J. Prosthodont.*, 2010, 19, 471-477.
63. Troia M., G., Henriques G., E, Nobilo M., A., Mesquita M., F.: The effect of thermal cycling on the bond strength of low-fusing porcelain to commercially pure titanium and titanium–aluminium–vanadium alloy. *Dent. Mater.*, 2003, 19, 790-796.
64. Saini M., Singh Y, Tripathi A., V. Singh S. V, Basu B., Chandra S.: Effect of firing



temperatures on interface of porcelain fused to metal restorations: an in vitro study. Indian J. Stomatol., 2011, 2, 222-226.

65. Guinn J., W., Griswold W., H., Vermilyea S., G.: The effect of cooling rate on the apparent bond strength of porcelain-metal couples. J. Prosthet. Dent. 1982, 48, 551-554.
66. Long M., Rack H., J.: Friction and surface behavior of selected titanium alloys during reciprocating-sliding motion. Wear, 2001, 249, 158-167.
67. Łapińska B., Szyrkowska I., M., Sokołowski J. Ocena struktury ceramiki krzemionkowej wykonanej metodą tłoczenia przy zastosowaniu różnych sposobów przygotowania powierzchni. Dent. Forum, 2009, 37, 27-34.
68. Pretti M, Hilgert E, Bottino M., A., Avelar R., P.: Evaluation of the shear bond strength of the union between two CoCr-alloys and a dental ceramic. J. Appl. Oral. Sci., 2004, 12, 280-284.
69. Özcan M.: Fracture reasons in ceramic-fused-to-metal restorations. J. Oral. Rehabil., 2003, 30, 265-269.
70. Hajduga M., Zdziech T.: Charakter połączenia strukturalnego ceramika-metal w ocenie badań metalograficznych, Sztuka i rzemiosło część II. Wydawnictwo Elamed. Katowice 2010, 301-311.
71. Mehulić K., Laus-Sosić M.: Metal-ceramic bond: how to improve? Minerva Stomatol, 2009, 58, 367-373.
72. Knap F., J., Ryge G.: Study of bond strength of dental porcelain fused to metal J. Dent. Res., 1966, 45, 1047-1051.
73. Hajduga M., Zdziech T.: Wpływ Ceram Bondu na charakter połączenia metal ceramika, Aktualne Problemy Biomechaniki, Katedra Mechaniki Stosowanej, Politechnika Śląska, 2010, 4, 71-78.

- 74.** Hammad I., A, Talic Y., F.: Designs of bond strength tests for metal-ceramic complexes. *J. Prosthet. Dent.*, 1996, 75, 344-345.
- 75.** Marx R., Schwickerath H.: Bewertung der Oberflächen-beschaffenheit von Metallegierungen für Klebebrücken. *Dtsch. Zahnärztl. Z.* 1985, 40, 347-350.
- 76.** Peutzfeld A., Asmussen E.: Silicoating: evaluation of a new method of bonding composite resin to metal. *J. Dent. Res.*, 1988, 96, 171-176.
- 77.** Pfeiffer P., Schwickerath H.: Verbundfestigkeit nach unterschiedlicher Metalloberflächenbehandlung bei Klebebrücken. *ZWR*, 1985, 94, 328-329.
- 78.** Reppel P., D.: Werkstoffkundliche Untersuchung eines Klebebrücken systems. *Dtsch. Zahnärztl. Z.*, 1984, 39, 839-843.
- 79.** Piotrowski P., Krysiński Z., Rzątownski S.: Współczesne możliwości obróbki strumieniowo-ściernej (piaskowania) w postępowaniu laboratoryjnym i klinicznym, *Mag. Stom.*, 2003, 13, 20-23.
- 80.** Papazoglou E., Brantney W., Johnston W., Carr A.: Effects of dental laboratory processing variables and in vitro testing medium on the porcelain adherence of high-palladium casting alloys. *J. Prosthet. Dent.*, 1998, 79, 514-519.
- 81.** Spiechowicz E.: *Protetyka stomatologiczna*. PZWL, Warszawa 2009.
- 82.** Anusavice K., J.: Bonding mechanism evidence in a ceramic-nonprecious alloy system. *J. Biomed. Mater. Res.* 1977, 11, 701-709.
- 83.** Hamounda I., M., El- Waseffy N., A., Hasan A., M., El-Falal A., A.: Evaluation of an experimental dental porcelain *J. Mech. Beha. Biomed. Mat*, 2010, 8, 610-618.
- 84.** Almilhatti H., J., Giampaolo E., T., Vergani C., E., Machado A., L., Pavarina A., C.: Shear bond strength of aesthetic materials bonded to Ni-Cr alloy. *J. Dent.* 2003, 31, 205-211.
- 85.** Hussaini I., Wazzan K., A.: Effect of surface treatment on bond strength of low-fusing

- porcelain to commercially pure titanium. *J. Prosthet. Dent.*, 2005, 94, 350-356.
- 86.** Taira Y., Matsumura H., Yoshida K., Tanaka T., Atsuta M.: Influence of surface oxidation of titanium on adhesion. *J. Prosthet. Dent.*, 1998, 26, 69-73.
- 87.** He M., Y., Evans G.: The strength and fracture of metal/ceramic bonds. *Acta Metallurgica et Materialia* 1991, 39, 1587-1593.
- 88.** Schweitzer D., M., Goldstein G., R., Ricci J., L., Silva N., R., Hittelman E., L.: Comparison of bond strength of a pressed ceramic fused to metal versus feldspathic porcelain fused to metal. *J. Prosthodont* 2005, 14, 239-247.
- 89.** Vaidya N., A., Parkhedkar R., D.: The effect of three methods of surface treatments on flexural bond strength of nonprecious alloy-ceramic; evaluated by four point bend test and scanning electron microscopic analysis, *JIDA*, 2010, 11, 387-393.
- 90.** Hajduga M., Zdziech T.: Analiza połączenia warstw ceramicznych z podbudowa metalową wykonaną ze stali chromowo nikielowej. *N.T.D.*, 2011, 1, 41-44.
- 91.** Zdziech T., Lubas M., Pryliński M.: Zastosowanie i charakter fizyko-chemicznego systemu łączącego Rocatec™. *N.T.D.*, 2013, 1, 64-66.
- 92.** Ayad M., F., Rosenstiel S., F., Hassan M., M.: Surface roughness of dentine after tooth preparation with different rotary instrumentation. *J. Prosthet. Dent.*, 1996, 75, 122-128.
- 93.** Ayad M., F., Fahmy N., Z., Resenstiel S., F.: Effect of surface treatment on roughness and bond strength of a heat-pressed ceramic. *J. Prosthet. Dent.* 2008, 99, 123-130.
- 94.** Surowska B.: *Biomateriały metalowe oraz połączenia metal-ceramika w zastosowaniach stomatologicznych.* Wydawnictwo Uczelniane Lublin 2009.
- 95.** Augusty-Pieniążek J., Stopka J., Ciaputa K.: Wpływ technologii wykonywania koron metalowo-ceramicznych na mikrostrukturę i właściwości ceramiczne materiałów protetycznych. *N.T.D.*, 2013, 3, 40-44.

- 96.** Augustyn-Pieniążek J., Wikosz K., Ciaputa T.: Wady strukturalne metalicznych uzupełnień protetycznych. N.T.D., 2013, 2, 30-36.
- 97.** Hajduga M., Zdziech T.: Charakter połączenia strukturalnego ceramika-metal. Ocena badań metalograficznych i mechanicznych Cz. I- pseudodyfuzja. N.T.D., 2009, 3, 32-36.
- 98.** Hajduga M., Zdziech T.: Wpływ powłoki szklawej na strukturę warstw ceramicznych w uzupełnieniu protetycznym metalowo-ceramicznym – cz. II. N.T.D., 2012, 2, 56-58.
- 99.** Hajduga M., Zdziech T.: Charakter połączenia strukturalnego ceramika - metal w ocenie badań metalograficznych i mechanicznych, *Mechanika w Medycynie*, Politechnika Rzeszowska, 2008, 9, 95-102.
- 100.** Hajduga M., Zdziech T.: Analiza połączenia protetycznego metal-ceramika, Politechnika Śląska, Katedra Mechaniki Stosowanej, *Aktualne Problemy Biomechaniki*, 2008, 2, 71-78.
- 101.** Hajduga M., Zdziech T.: Wpływ współczynnika rozszerzalności cieplnej na połączenie metal-ceramika. N.T.D., 2009, 6, 38-41.
- 102.** Walczak M., Surowska B., Bieniaś J.: Próba podwyższenia trwałości połączenia układu metal-ceramika do zastosowań w protetyce stomatologicznej. *Eksploatacja i Niezawodność*, 2005, 2, 67-71.
- 103.** Surowska B., Bieniaś J., Walczak M., Sangwal K., Stoch A.: Microstructure and mechanical properties of ceramic coatings on Ti and Ti - based alloy. *Appl. Surf. Sci.*, 2004, 238, 288-294.
- 104.** Rocatec Bonding, Scientific Product Profile, Scientific Affairs, 2001, 12, 1-27.
- 105.** Iijima D., Yoneyama T., Doi H., Hamanaka H., Kurosaki N.: Wear properties of Ti and Ti-6Al-7Nb castings for dental prostheses, *Biomaterials* 2003, 24, 1519-1524.
- 106.** Grajek A., Lubas M., Tokarski T., Wieczorek P., Jasiński J.: Stan powierzchni

i jakość połączenia metal-ceramika po piaskowaniu wstępnym, Inżynieria  
Materiałowa, 2008, 29, 1082-1085.

## **11. SPIS RYCIN**

- Ryc. 1.** Schemat przekroju poziomego metal-ceramika, ilustrujący obecność naprężeń ściskających.
- Ryc. 2.** Schemat przekroju poziomego metal-ceramika, obrazujący naprężenia rozciągające.
- Ryc. 3.** Schemat przekroju poziomego metal-ceramika, przedstawiający wyrównane naprężenia ściskające i rozciągające.
- Ryc. 4.** Płytki woskowe wraz z kanałami odlewniczymi, przymocowane do stożka odlewowego.
- Ryc. 5.** Odlew o grubości 1,8 mm.
- Ryc. 6.** Odlew o grubości 0,6 mm.
- Ryc. 7.** Schemat połączenia ceramiki z podbudowa metaliczną.
- Ryc. 8.** Matryca przeznaczona do formowania warstw ceramicznych.
- Ryc. 9.** Praska do inkludowania "na gorąco" CitoPress 1.
- Ryc. 10.** Szlifierko-polerka RotoPol21.
- Ryc. 11.** Zainkludowane próbki przeznaczone do oceny mikrostruktury.
- Ryc. 12.** 108C Auto/SE Carbon Coater.
- Ryc. 13.** Maszyna testująca Hounsfield H5 K.
- Ryc. 14.** Elektroniczna suwmiarka Absolute Digimatic Caliper.
- Ryc. 15.** Profilometr Mahr Concept, niemieckiej firmy PGK.
- Ryc. 16.** Mikroskop optyczny Axio Imager firmy Zeiss.
- Ryc. 17.** Mikroskop Skaningowy HITACHI SU 8000.
- Ryc. 18.** Graficzna prezentacja wartości naprężenia stycznego [MPa] dla próbek, w których powierzchnie stopu chromowo-niklowego przygotowano dziesięcioma różnymi sposobami.
- Ryc. 19.** Graficzna prezentacja wartości naprężenia stycznego [MPa] dla próbek, w których

powierzchnie stopu chromowo-kobaltowego przygotowano dziesięcioma różnymi sposobami.

**Ryc. 20.** Porównanie wartości naprężenia stycznego [MPa] dla próbek grup kontrolnych i eksperymentalnych, w których powierzchnie stopu chromowo-niklowego i chromowo-kobaltowego były przygotowane tlenkiem glinu  $Al_2O_3$  o średnicy ziarna  $250\ \mu m$ .

**Ryc. 21.** Porównanie wartości naprężenia stycznego [MPa] dla próbek grup kontrolnych i eksperymentalnych, w których powierzchnie stopu chromowo-niklowego i chromowo-kobaltowego były przygotowane tlenkiem glinu  $Al_2O_3$  o średnicy ziarna  $150\ \mu m$ .

**Ryc. 22.** Porównanie wartości naprężenia stycznego [MPa] dla próbek grup kontrolnych i eksperymentalnych, w których powierzchnie stopu chromowo-niklowego i chromowo-kobaltowego były przygotowane tlenkiem glinu  $Al_2O_3$  o średnicy ziarna  $125\ \mu m$ .

**Ryc. 23.** Porównanie wartości naprężenia stycznego [MPa] dla próbek grup kontrolnych i eksperymentalnych, w których powierzchnie stopu chromowo-niklowego i chromowo-kobaltowego były przygotowane tlenkiem glinu  $Al_2O_3$  o średnicy ziarna  $110\ \mu m$ .

**Ryc. 24.** Porównanie wartości naprężenia stycznego [MPa] dla próbek grup kontrolnych i eksperymentalnych, w których powierzchnie stopu chromowo-niklowego i chromowo-kobaltowego były przygotowane systemem trybochemicznym Rocatec, bez i z warstwą Ceram-Bond.

**Ryc. 25.** Trójwymiarowa topografia powierzchni stopu chromowo-niklowego kondycjonowanego tlenkiem glinu o średnicy ziarna  $250\ \mu m$ .

**Ryc. 26.** Trójwymiarowa topografia powierzchni stopu chromowo-kobaltowego

kondycjonowanego tlenkiem glinu o średnicy ziarna 250  $\mu\text{m}$ .

**Ryc. 27.** Trójwymiarowa topografia powierzchni stopu chromowo-niklowego kondycjonowanego tlenkiem glinu o średnicy ziarna 150  $\mu\text{m}$ .

**Ryc. 28.** Trójwymiarowa topografia powierzchni stopu chromowo-kobaltowego kondycjonowanego tlenkiem glinu o średnicy ziarna 150  $\mu\text{m}$ .

**Ryc. 29.** Trójwymiarowa topografia powierzchni stopu chromowo-niklowego kondycjonowanego tlenkiem glinu o średnicy ziarna 125  $\mu\text{m}$ .

**Ryc. 30.** Trójwymiarowa topografia powierzchni stopu chromowo-kobaltowego kondycjonowanego tlenkiem glinu o średnicy ziarna 125  $\mu\text{m}$ .

**Ryc. 31.** Trójwymiarowa topografia powierzchni stopu chromowo-niklowego kondycjonowanego tlenkiem glinu o średnicy ziarna 110  $\mu\text{m}$ .

**Ryc. 32.** Trójwymiarowa topografia powierzchni stopu chromowo-kobaltowego kondycjonowanego tlenkiem glinu o średnicy ziarna 110  $\mu\text{m}$ .

**Ryc. 33.** Trójwymiarowa topografia powierzchni stopu chromowo-niklowego, kondycjonowanego systemem trybochemicznym Rocatec.

**Ryc. 34.** Trójwymiarowa topografia powierzchni stopu chromowo-kobaltowego, kondycjonowanego systemem trybochemicznym Rocatec.

**Ryc. 35.** Średnie parametry chropowatości powierzchni metalicznej, wypiaskowanych piaskiem  $\text{Al}_2\text{O}_3$  o gradacji 250  $\mu\text{m}$ .

**Ryc. 36.** Średnie parametry chropowatości powierzchni metalicznej, wypiaskowanych piaskiem  $\text{Al}_2\text{O}_3$  o gradacji 150  $\mu\text{m}$ .

**Ryc. 37.** Średnie parametry chropowatości powierzchni metalicznej, wypiaskowanych piaskiem  $\text{Al}_2\text{O}_3$  o gradacji 125  $\mu\text{m}$ .

**Ryc. 38.** Średnie parametry chropowatości powierzchni metalicznej, wypiaskowanych piaskiem  $\text{Al}_2\text{O}_3$  o gradacji 110  $\mu\text{m}$ .



- Ryc. 39.** Średnie parametry chropowatości powierzchni metalicznej, kondycjonowanych systemem trybochemicznym Rocatec.
- Ryc. 40.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Ni. Gradacji piasku 250  $\mu\text{m}$  + opaker. Powiększenie x200.
- Ryc. 41.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Ni. Gradacji piasku 250  $\mu\text{m}$  + Ceram-Bond + opaker. Powiększenie x200.
- Ryc. 42.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Co. Gradacji piasku 250  $\mu\text{m}$  + opaker. Powiększenie x200.
- Ryc. 43.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Co. Gradacji piasku 250  $\mu\text{m}$  + Ceram-Bond + opaker. Powiększenie x200.
- Ryc. 44.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Ni. Gradacji piasku 150  $\mu\text{m}$  + opaker. Powiększenie x200.
- Ryc. 45.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Ni. Gradacji piasku 150  $\mu\text{m}$  + Ceram-Bond + opaker. Powiększenie x200.
- Ryc. 46.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Co. Gradacji piasku 150  $\mu\text{m}$  + opaker. Powiększenie x200.
- Ryc. 47.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Co. Gradacji piasku 150  $\mu\text{m}$  + Ceram-Bond + opaker. Powiększenie x200.
- Ryc. 48.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Ni. Gradacji piasku 125  $\mu\text{m}$  + opaker. Powiększenie x200.
- Ryc. 49.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Ni. Gradacji piasku 125  $\mu\text{m}$  + Ceram-Bond + opaker. Powiększenie x200.
- Ryc. 50.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Co. Gradacji piasku 125  $\mu\text{m}$  + Ceram Bond. Powiększenie x200.
- Ryc. 51.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Co. Gradacji piasku 125  $\mu\text{m}$

+ Ceram-Bond + opaker. Powiększenie x200.

**Ryc. 52.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Ni. Gradacji piasku 110  $\mu\text{m}$   
+ opaker. Powiększenie x200.

**Ryc. 53.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Ni. Gradacji piasku 110  $\mu\text{m}$   
+ Ceram-Bond + opaker. Powiększenie x200.

**Ryc. 54.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Co. Gradacji piasku 110  $\mu\text{m}$  +  
opaker. Powiększenie x200.

**Ryc. 55.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Co. Gradacji piasku 110  $\mu\text{m}$   
+ Ceram-Bond + opaker. Powiększenie x200.

**Ryc. 56.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Ni. System Rocatec + opaker.  
Powiększenie x200.

**Ryc. 57.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Ni. System Rocatec + Ceram-Bond  
+ opaker. Powiększenie x200.

**Ryc. 58.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Co. System Rocatec + opaker.  
Powiększenie x200.

**Ryc. 59.** Mikrostruktura połączenia ceramiki i stopu Cr-Co. System Rocatec + Ceram-Bond  
+ opaker. Powiększenie x200.

**Ryc. 60.** Próbką I. Mikrostruktura granicy połączenia stop chromowo - niklowy i ceramika.  
Elektrony wtórne pow. x1500. Zaznaczone punkty pomiarowe od 1 do 5.

**Ryc. 61.** Widmo EDS próbki I dla punktu 2.

**Ryc. 62.** Widmo EDS próbki I dla punktu 3.

**Ryc. 63.** Widmo EDS próbki I dla punktu 4.

**Ryc. 64.** Widmo EDS próbki I dla punktu 5.

**Ryc. 65.** Próbką II. Obraz mikrostruktury granicy połączenia stop chromowo - niklowy  
i ceramika. Elektrony wtórne pow. x1500. Zaznaczone punkty pomiarowe od 1 do

6.

**Ryc. 66.** Widmo EDS próbki II dla punktu 2.

**Ryc. 67.** Widmo EDS próbki II dla punktu 3.

**Ryc. 68.** Widmo EDS próbki II dla punktu 4.

**Ryc. 69.** Widmo EDS próbki II dla punktu 5.

**Ryc. 70.** Próbka III. Mikrostruktura granicy połączenia stop chromowo - kobaltowy i ceramika. Elektryony wtórne pow. x1500. Zaznaczone punkty pomiarowe od 2 do 5.

**Ryc. 71.** Widmo EDS próbki III dla punktu 2.

**Ryc. 72.** Widmo EDS próbki III dla punktu 3.

**Ryc. 73.** Widmo EDS próbki III dla punktu 4.

**Ryc. 74.** Widmo EDS próbki III dla punktu 5.

**Ryc. 75.** Próbka IV. Mikrostruktura na granicy połączenia stop chromowo - kobaltowy i ceramika. Elektryony wtórne pow. x2500. Zaznaczone punkty pomiarowe od 1 do 6.

**Ryc. 76.** Widmo EDS próbki IV dla punktu 1.

**Ryc. 77.** Widmo EDS próbki IV dla punktu 2.

**Ryc. 78.** Widmo EDS próbki IV dla punktu 3.

**Ryc. 79.** Widmo EDS próbki IV dla punktu 4.

**Ryc. 80.** Widmo EDS próbki IV dla punktu 5.

**Ryc. 81.** Widmo EDS próbki IV dla punktu 6.

## 12. SPIS TABEL

**Tabela I.** Grupy badawcze poddane testom na ścinanie w zależności od sposobu kondycjonowania powierzchni stopów.

**Tabela II.** Grupy badawcze wraz ze średnimi wartościami naprężenia stycznego ( $\bar{S}_r$ ), odchyleniem standardowym (SD), współczynnikiem zmienności CV), wartościami maksymalnymi i minimalnymi (Max., Min.), medianą (Me) oraz kwartylami Q25 i Q75.

**Tabela III.** Porównanie wartości naprężenia stycznego dla dziesięciu różnych metod przygotowania powierzchni stopu chromowo - niklowego na siłę wiązania z ceramiką dentystyczną.

**Tabela IV.** Grupy badawcze wraz ze średnimi wartościami naprężenia stycznego ( $\bar{S}_r$ ), odchyleniem standardowym (SD), współczynnikiem zmienności CV), wartościami maksymalnymi i minimalnymi (Max., Min.), medianą (Me) oraz kwartylami Q25 i Q75.

**Tabela V.** Porównanie wartości naprężenia stycznego dla dziesięciu różnych metod przygotowania powierzchni stopu chromowo - kobaltowego na siłę wiązania z ceramiką dentystyczną.

**Tabela VI.** Porównanie wpływu różnych sposobów przygotowania powierzchni stopów chromowo-niklowego i chromowo-kobaltowego na wielkość naprężenia stycznego połączenia z ceramiką dentystyczną test t-Studenta dla grup niezależnych.

**Tabela VII.** Średnie wartości parametrów profilu chropowatości R dla badanych stopów metali oraz kondycjonowania ich powierzchni, przy użyciu profilometru.

**Tabela VIII.** Skład procentowy pierwiastków w warstwie ceramiki próbki I w punktach 2 - 5.

**Tabela IX.** Skład procentowy pierwiastków w warstwie ceramiki próbki II w punktach 1 - 5.

**Tabela X.** Skład procentowy pierwiastków w warstwie ceramiki próbki III w punktach 2 -

5.

**Tabela XI.** Skład procentowy pierwiastków w warstwie ceramiki próbki IV w punktach 1 - 6.

