



Badanie własności fizykochemicznych wszczepu filarowego stosowanego w protetyce stomatologicznej

M. Paprotny ^a, A. Ziębowicz ^b

^a Student Politechniki Śląskiej, Wydział Mechaniczny Technologiczny
e-mail: mpaprotny@o2.pl

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny
Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Zakład Inżynierii Materiałów
Biomedycznych
e-mail: anna.ziebowicz@polsl.pl

Streszczenie: Tytanowe wszczepy są doskonale tolerowane przez organizm. Aby jednak pełniły one dobrze swoją rolę muszą być mocno i trwale połączone z podłożem, którym jest kość. O tym, jak trwale będzie to połączenie w znaczący sposób decyduje m.in. stopień rozwinięcia powierzchni metalu. Z tego względu przy projektowaniu konstrukcji protetycznych należy brać pod uwagę własności fizykochemiczne stosowanych tworzyw. Praca obejmuje charakterystykę własności elementów wewnątrzkościowych implantów tytanowych firmy Astra Tech.

Abstract: Osseointegrated titanium dental implants are used to replace missing teeth. Interface reactions between metallic endosteal dental implants and the surrounding tissues play a crucial role in the success of osseointegration. The physiological phenomenon of osseointegration, the direct contact between the bone tissue and the surface of the implant has been demonstrated by numerous investigations to be the desirable mode of healing. As far as the surface characteristics of the implants are concerned, two main features may influence the establishment of the osseointegration: the physico-chemical properties and the micromorphology.

Słowa kluczowe: biomateriały, implanty, tytan

1. WPROWADZENIE

Uzębienie dorosłego człowieka składa się z dwóch łuków zębowych – górnego (szczęki) i dolnego (żuchwy), dzięki którym można miażdżyć pokarmy. Ludziom od zawsze towarzyszyła utrata zębów. Dlatego też próby zastąpienia braków zębowych elementami

sztucznymi sięgają czasów starożytnych. Ciało obce „wszczepione” w obszarze jamy ustnej i spełniające funkcję filaru protetycznego nosi nazwę wszczepu (substytutu korzenia brakującego zęba). Aby taki wszczep dobrze pełnił swoją rolę musi być mocno i trwale połączony z podłożem, którym jest kość. Poza tym nie może szkodliwie oddziaływać zarówno miejscowo, jak i ogólnie na organizm człowieka. Z tego względu przy projektowaniu konstrukcji protetycznych wykorzystuje się zalecenia wynikające zarówno z biomechaniki, jak również bierze się pod uwagę własności fizykochemiczne stosowanych tworzyw [1÷3].

Proces osteointegracji zachodzi w tkance kostnej po wprowadzeniu wszczepu – następuje wtedy połączenie struktur powierzchniowych tytanu (tlenku tytanu) z żywą tkanką kostną. W celu określenia, czy zjawisko to będzie przebiegało pomyślnie, obserwacjom poddano powierzchnie obydwóch badanych wszczepów w skaningowym mikroskopie elektronowym. Dodatkowo przeprowadzono także pomiary chropowatości wytypowanych obszarów. Jakościowa rentgenowska analiza fazowa oraz badania metalograficzne mikroskopowe pozwoliły na zidentyfikowanie struktury wszczepów filarowych. Natomiast dla określenia własności mechanicznych implantów wykonano pomiary mikrotwardości metodą Vickersa.

2. MATERIAŁ ORAZ METODY

Do badań wykorzystano dwa wszczepy filarowe firmy Astra Tech. Są to implanty produkowane z wysokiej czystości tytanu (poziom IV wg międzynarodowej normy ISO) [4] z powierzchnią modyfikowaną tlenem (TiO_2). Szorstka powierzchnia stymuluje wczesną fazę gojenia się kości oraz przyspiesza cały proces osteointegracji. Dzięki pokryciu powierzchni napyłoną plazmą tytanową zwiększeniu ulega tworzenie się tkanki kostnej oraz silniejsze połączenie kość-implant. Szyjki implantów wykonano z zastosowaniem technologii MicroThread, która zapewnia ogromny potencjał odbudowy kości, umożliwiając tym samym bardziej niezawodne i skuteczne leczenie. Drobnutki gwint optymalizuje rozłożone obciążenia i zmniejsza naprężenia.

Implanty zostały dostarczone jako nie sterylizowane o przeznaczeniu do badań oraz szkoleń, w odpowiednim opakowaniu zgodnie z wymogami normy PN- EN 1642 [5].

W celu oceny topografii powierzchni oraz pomiaru grubości warstwy zewnętrznej implantu przeprowadzono obserwacje ich powierzchni przy użyciu skaningowego mikroskopu elektronowego Supra 35. Natomiast dzięki zintegrowaniu mikroskopu z przystawką EDS dokonano także analizy elementarnej - punktowej - składu chemicznego obserwowanych wszczepów.

Pomiar chropowatości został przeprowadzony za pomocą profilografometru Surtronic 3+ firmy Taylor-Hobson na płaskich powierzchniach implantów na odcinku pomiarowym 3 mm z dokładnością 0,25 μm za pomocą tego samego profilu. Dla każdego implantu wykonano 3 próby.

Badanie odporności korozyjnej przeprowadzono na 3 próbkach implantu o średnicy 5,0 mm, pociętego elektroiskrowo. Powierzchnie próbek poddane badaniu korozyjnemu zostały wstępnie wygładzone poprzez szlifowanie na papierze o gramaturze ziarna 1200. Następnie próbki zostały wyczyszczone w płucze ultradźwiękowej przez 6 minut. Roztworem imitującym naturalne środowisko płynów fizjologicznych był roztwór Tyrode'a (tablica 1), a badanie przeprowadzono w temperaturze 37 °C przy użyciu zestawu do badań elektrochemicznych VoltaLab PGP201. Elektrode odniesienia stanowiła elektroda

kalomelowa (NEK) a elektrodę pomocniczą – elektroda platynowa (Pt). Badanie w pierwszej kolejności polegało na ustaleniu potencjałów stacjonarnych dla poszczególnych próbek w warunkach bezprądowych. Wartości potencjałów korozyjnych zostały ustalone w czasie 30 minut. Następnie zostały wykreślone krzywe polaryzacji anodowych, które pozwoliły na wyznaczenie potencjału repasywacji E_{cp} , oporu polaryzacyjnego R_p oraz wartości gęstości prądu i_{kor} i szybkości korozji v_{kor} .

Tablica 1.

Skład chemiczny roztworu Tyrode'a

Składnik	NaCl	CaCl ₂	KCl	NaHCO ₃	NaH ₂ PO ₄	MgCl ₂ ·6H ₂ O	pH
Stężenie, g/l	8,00	0,20	0,20	1,00	0,05	0,10	6,9

W celu ustalenia składu fazowego badanych wszczepów przeprowadzono rentgenowską analizę fazową jakościową próbki implantu o średnicy 5,0 mm metodą dyfrakcji promieni rentgenowskich. Ocenę składu fazowego analizowanych materiałów wykonano przy użyciu dyfraktometru rentgenowskiego XPertPRO firmy PANalytical, stosując filtrowanie lampy kobaltowej przy napięciu 40 kV i prądzie żarzenia wynoszącym 30 mA z wykorzystaniem detektora paskowego. Pomiaru wykonano w zakresie kątowym od 30 do 120 stopni (krok goniometru 0,05 czas zliczania impulsów 10 s).

W celu potwierdzenia składu fazowego próbki poddano badaniom metalograficznym mikroskopowym. Do badania próbki zostały zainkludowane w termoutwardzalnej żywicy fenolowej z wypełniaczem z mączki drzewnej MultiFast Green. Tak przygotowane zgłady poddano szlifowaniu automatycznemu oraz polerowaniu chemiczno-mechanicznemu. W celu ujawnienia struktury zgłady poddano trawieniu w roztworze Krolla (tablica 2). Temperatura trawienia wynosiła 20 °C a czas wahał się od 4 do 5 sekund. Obserwacje prowadzono na mikroskopie metalograficznym świetlnym MEFCA firmy LEICA.

Tablica 2.

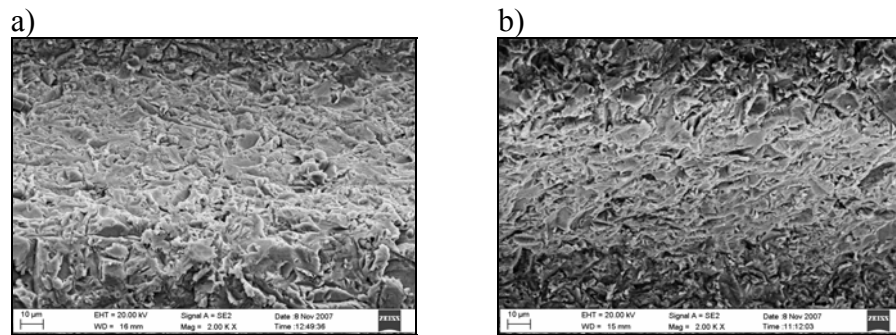
Skład chemiczny roztworu Krolla

Składnik	HF, 40%	HNO ₃ , 65%	Gliceryna
Stężenie, ml	20	10	20

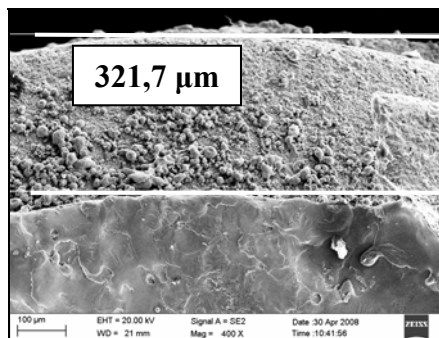
Badanie pomiaru mikrotwardości zostało przeprowadzone przy zastosowaniu metody Vickersa za pomocą układu automatycznego Zwick ZHR z wykorzystaniem programu FM-ARS 9000 zgodnym z wymogami dotyczącymi twardościomierzy wg. normy PN-EN ISO 6507-2 [6]. Badaniu poddano 2 próbki po uprzednim wytrawieniu w roztworze Krolla. Dla każdej próbki wykonano 9 pomiarów mikrotwardości, na podstawie których obliczono średnią arytmetyczną.

3. WYNIKI BADAŃ

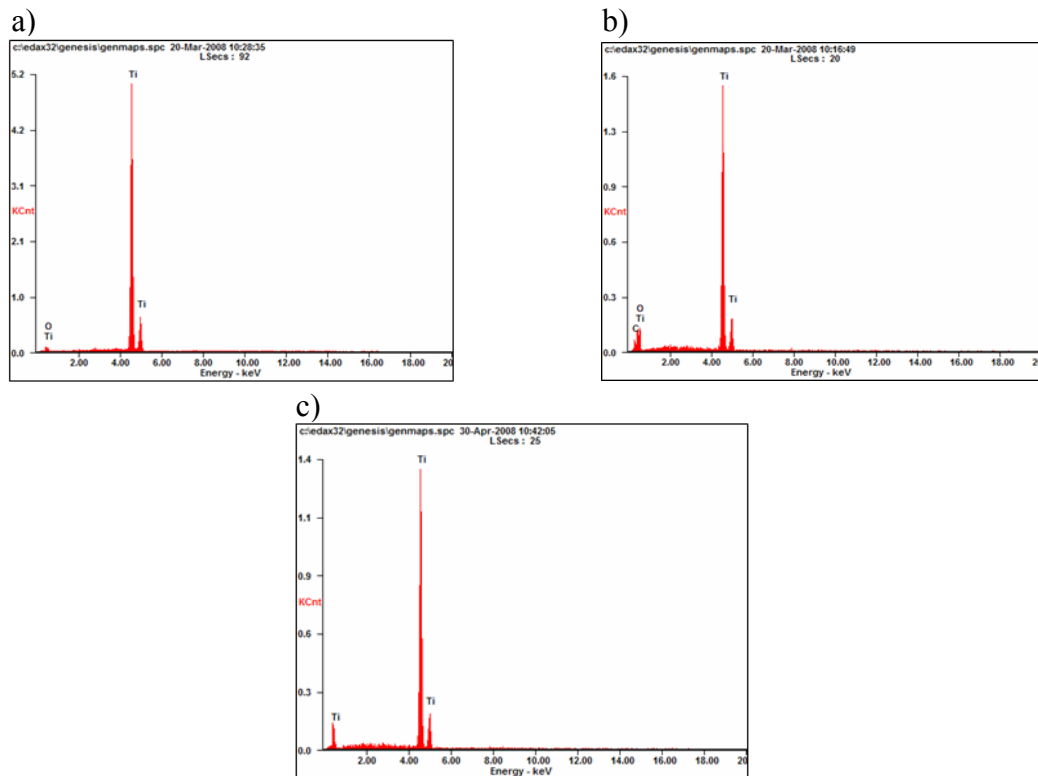
Obserwacje SEM ujawniły bardzo dobrze rozwiniętą topografię powierzchni implantów tytanowych (rys. 1) oraz pozwoliły na pomiar grubości warstwy zewnętrznej implantu 4,0 – wynoszącą 321,7 μm (rys. 2). Rysunek 3 przedstawia ujawniony skład chemiczny wytypowanych implantów.



Rys. 1. Powierzchnia implantu: a) 4,0, b) 5,0; SEM, powiększenie 200x



Rys. 2. Przybliżona wartość grubości warstwy zewnętrznej implantu 4,0 mm; SEM, powiększenie 400x



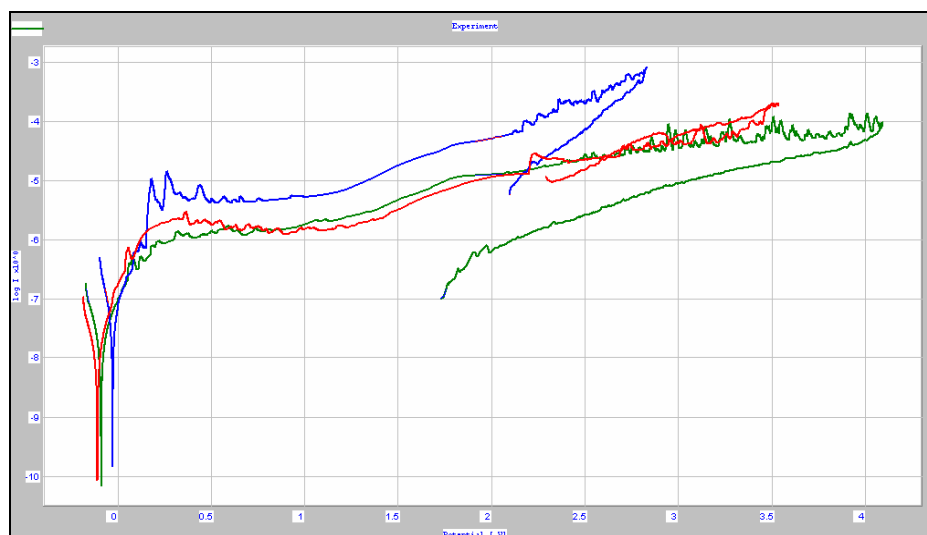
Rys. 3. Analiza punktowa dla implantu: a) 4,0, b) 5,0, c) 4,0 – wewnętrzna

Wyniki pomiaru chropowatości implantów firmy Astra Tech przedstawia rysunek 4.

Rodzaj implantu	Chropowatość Ra, μm			Wartość średnia
	1 pomiar	2 pomiar	3 pomiar	
4.0 mm	1,06	0,60	0,68	0,78
5.0 mm	0,82	0,96	0,92	0,90

Rys. 4. Wyniki pomiaru chropowatości

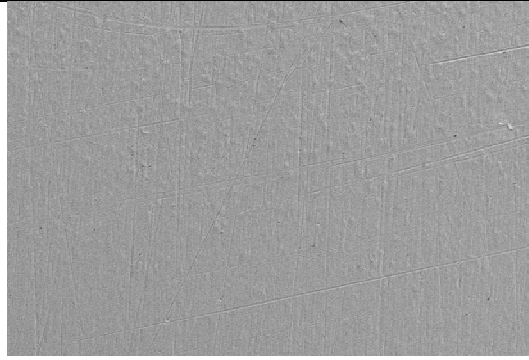
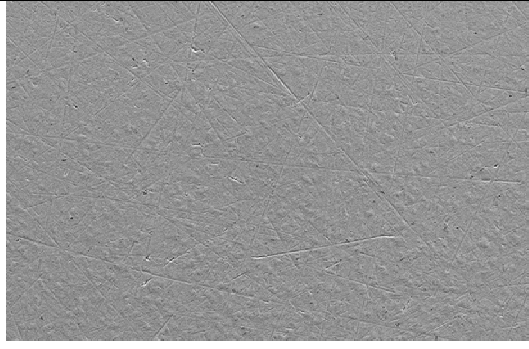
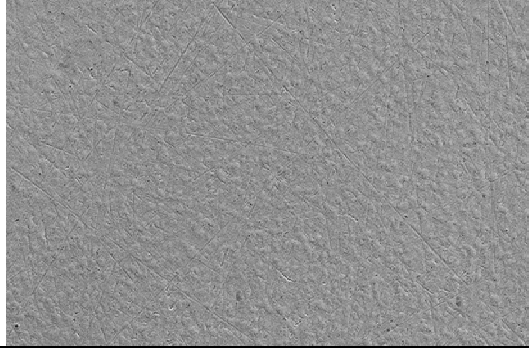
Analiza krzywych polaryzacji anodowych (rys. 5) wykazała, iż próbki nie uległy korozji wżerowej. Poniżej przedstawiono szczegółowe wyniki przeprowadzonych badań wraz ze zdjęciami próbek po badaniu korozyjnym (tablica 3).

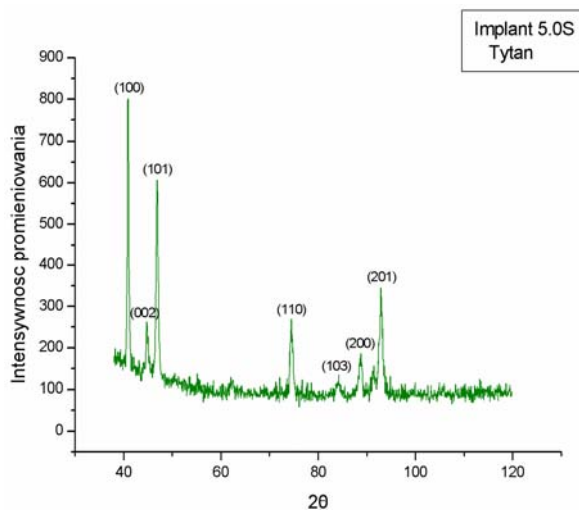


Rys. 5. Przebieg zmian wartości gęstości prądu w funkcji potencjału dla próbek: **5.0_1** – wykres najwyższy, **5.0_2** – wykres środkowy, **5.0_3** – wykres najniższy; postać logarymiczna

Rentgenowska analiza fazowa ilościowa ujawniła tytan jednofazowy α . Dyfraktogram rentgenowski przedstawia rys. 6.

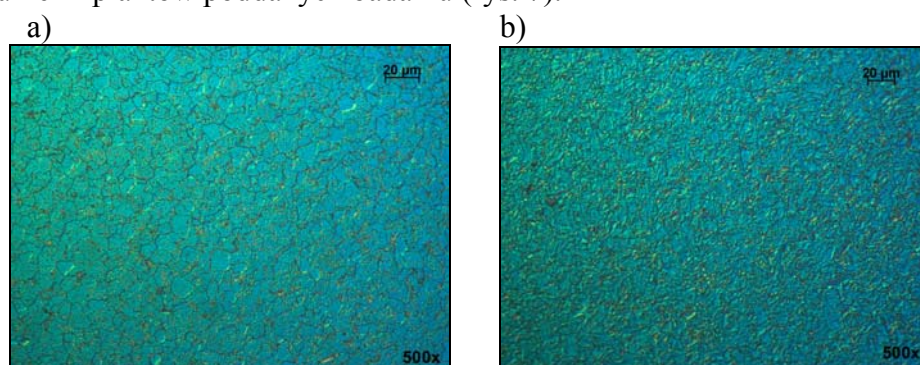
Tablica 3.
Wyniki badań odporności na korozję wżerową

	Numer próbki	5.0_1
	E_{kor} , mV	-29,1
	E_{np} , mV	2430
	R_p , $k\Omega cm^2$	413,2
	i_{kor} , nA	62,9
	v_{kor} , $\mu m/rok$	0,03
	Numer próbki	5.0_2
	E_{kor} , mV	-110,1
	E_{np} , mV	2110
	R_p , $k\Omega cm^2$	1560
	i_{kor} , nA	16,6
	v_{kor} , $\mu m/rok$	0,02
	Numer próbki	5.0_3
	E_{kor} , mV	-90,6
	E_{np} , mV	2600
	R_p , $k\Omega cm^2$	1110
	i_{kor} , nA	23,4
	v_{kor} , $\mu m/rok$	0,004



Rys. 6. Dyfraktogram rentgenowski dla próbki implantu o średnicy 5,0 mm

Badania metalograficzne mikroskopowe potwierdziły obecność tytanu jednofazowego α w strukturze implantów poddanych badaniu (rys. 7).



Rys. 7. Obserwacje na mikroskopie świetlnym próbek trawionych: a) próbka o średnicy 4,0 mm, b) próbka o średnicy 5,0 mm; SEM, powiększenie 500x

Badanie własności mechanicznych – pomiar mikrotwardości wykazało, iż próbka implantu o średnicy 4,0 mm posiada twardość 227,83 HV, natomiast próbka implantu o średnicy 5,0 mm - 280,85 HV. Zatem implant o większej średnicy wykazał się nieco wyższą twardością niż implant o mniejszej średnicy. Wyniki pomiarów przedstawiono w tabelicy 4.

Tablica 4.

Wyniki pomiaru mikrotwardości implantów

Pomiar	Implant 4.0	Implant 5.0
1	225 HV	285 HV
2	219 HV	287 HV
3	235 HV	277 HV
4	221 HV	285 HV
5	234 HV	279 HV
6	225 HV	291 HV
7	238 HV	289 HV
8	226 HV	273 HV
9	223 HV	277 HV
10	228 HV	262 HV
Wartość średnia	219 HV	280 HV

4. PODSUMOWANIE

Obserwacje na skaningowym mikroskopie elektronowym ujawniły bardzo dobrze rozwiniętą zewnętrzną powierzchnię implantów dzięki modyfikacji tlenkami, co wiąże się z tworzeniem silniejszego i bardziej trwałego połączenia na granicy kość-implant (osteointegracja). Zapewnia to również przyspieszenie procesu gojenia się. Dzięki obserwacjom SEM można było zobaczyć granicę pomiędzy warstwą wewnętrzną (czysty tytan) a zewnętrzną (napyłona plazma tytanowa). Grubość warstwy zewnętrznej orientacyjnie wynosiła 321,7 μm (rys. 2). Ponadto dzięki zintegrowaniu mikroskopu z przystawką EDS został określony skład chemiczny zarówno warstwy powierzchniowej, jak i wewnętrznej wszczepów (rys. 3).

Zakres badań obejmował także pomiar chropowatości badanych implantów. Implant 4,0 mm wykazał się chropowatością rzędu 0,78 μm , natomiast implant 5,0 mm rzędu 0,90 μm (rys. 4). Uzyskane wyniki wskazują na wysoką porowatość powierzchni, a co się z tym ściśle wiąże – dogodne warunki do wzrostu kości na tych powierzchniach i znaczną poprawę procesu osteointegracji.

Następnie trzy próbki implantu o średnicy 5,0 mm poddane zostały badaniom odporności korozyjnej w środowisku sztucznej krwi. Wykazały się one bardzo dobrą odpornością na korozję wżerową. Świadczą o tym uzyskane potencjały przebicia E_{np} , które mieściły się w zakresie 2110÷2600 mV. Natomiast potencjały korozyjne E_{kor} mieściły się w zakresie -110÷-29 mV (tablica 3). Ich bardzo dobra odporność korozyjna zapewne wiąże się z biokompatybilnością, prawidłowo wykonaną obróbką cieplną, jak również dobrze dobranym składem chemicznym oraz prawidłową strukturą, co zostało już niejednokrotnie potwierdzone badaniami laboratoryjnymi i klinicznymi [7, 8]. Tytan bowiem został uznany za najwłaściwszy materiał podstawowy do wykonywania implantów dentystycznych.

Tytan, jako materiał odznaczający się najwyższą biokompatybilnością wśród materiałów metalowych przeznaczonych na implanty stomatologiczne może charakteryzować się zarówno odmianą alotropową tytanu α (Ti_{α}), jak i tytanu β (Ti_{β}). Dlatego w celu identyfikacji składu fazowego badanych wszczepów została przeprowadzona jakościowa rentgenowska analiza fazowa. Wykazała ona obecność fazy α (rys. 6). Występowanie tej struktury potwierdziły badania metalograficzne mikroskopowe (rys. 7). Struktura również ma wpływ na odporność korozyjną implantów i ich biokompatybilność w środowisku płynów fizjologicznych [9, 10].

Badania własności mechanicznych zrealizowane za pomocą pomiaru mikrotwardości wykazały, iż twardość implantów mieści się w zakresie 219÷280 HV (tablica 4). Takie parametry mają znaczący wpływ na dobrą optymalizację rozłożonych obciążeń i zmniejszenie naprężeń w trakcie procesu implantacji. Rozwiązanie takie zapewnia ochronę kości otaczającej implant.

Przeprowadzone badania pozwalają na stwierdzenie, iż implanty zostały wykonane prawidłowo zapewniając możliwość długotrwałego ich użytkowania w jamie ustnej człowieka, bez obaw przed niepożądanymi zjawiskami szkodzącymi organizmowi ludzkiemu [1, 2].

LITERATURA

1. P. Worthington, B.R. Lang, W.E. LaVelle, Osseointegracja w stomatologii, Wydawnictwo Kwintesencja, 1997.
2. E. Jundziłł-Bieniek, I. Maciejewska, Implantologia – od starożytności do współczesności. Pismo Ogólne Stowarzyszenia Implantologii Stomatologicznej: Implantoprotetyka VII/1 (2006) 35-40.
3. E. Spiechowicz, Protetyka stomatologiczna, Wydawnictwo Lekarskie PZWL, Warszawa, 2004.
4. PN-EN ISO 5832/2 Implants for surgery – Metallic materials – Part II: Unalloyed titanium.
5. PN-EN 1642 Stomatologia - Wyroby medyczne dla stomatologii - Implanty dentystyczne.
6. PN-EN ISO 6507-2 Metale. Pomiar twardości sposobem Vickersa. Sprawdzanie i wzorowanie twardościomierzy.
7. B. Walkowiak, Biomedical effect of tissue contact with an implant, Engineering of Biomaterials 38-43 (2004) 200-205.
8. B. Świczko-Żurek, The biological reactions on the implant – organism border, Engineering of Biomaterials 63-64 (2007) 43-44.
9. M. Nałęcz, Biocybernetyka i inżynieria biomedyczna 2000, Tom 4: Biomateriały, Akademicka Oficyna Wydawnicza Exit, Warszawa, 2003.
10. J.R. Davis, Corrosion: Understanding the Basics, ASM International, 2000.