

[文章编号] 1000-1182(2011)05-0534-03

成型压力和预烧结温度对氧化锆陶瓷可加工性能的影响

黄慧¹ 李静¹ 张富强¹ 孙静² 高濂²(1.上海交通大学医学院附属第九人民医院 口腔修复科, 上海市口腔医学重点实验室, 上海 200011;
2.中国科学院上海硅酸盐研究所, 上海 200050)

[摘要] 目的 研究预烧结温度和成型压力对预烧结氧化锆陶瓷可加工性能的影响。方法 首先将纳米氧化锆粉体在不同的等静压力下成型, 并烧结到不同的温度。然后采用精密线切割机进行切削, 在体视显微镜下观察切削面的形貌。结果 初烧结温度对3摩尔氧化钇稳定氧化锆陶瓷(3Y-TZP)影响较大, 初烧结温度在800~900℃之间时, 切削件的表面光滑、边缘完整性好。成型压力对3Y-TZP预烧结瓷坯可切削性能的影响较小, 但过高的成型压力并不利于切削, 可导致切削面的质量下降。结论 初烧结温度在800~900℃、成型压力在200~300 MPa之间时, 预烧结氧化锆瓷坯的可加工性能良好。

[关键词] 氧化锆; 成型压力; 预烧结温度

[中图分类号] R 783.1 **[文献标志码]** A **[doi]** 10.3969/j.issn.1000-1182.2011.05.022

Influence of compaction pressure and pre-sintering temperature on the machinability of zirconia ceramic
Huang Hui¹, Li Jing¹, Zhang Fuqiang¹, Sun Jing², Gao Lian². (1. Dept. of Prosthodontics, The Ninth People's Hospital, Shanghai Jiao Tong University School of Medicine, Shanghai Key Laboratory of Stomatology, Shanghai 200011, China; 2. Shanghai Institute of Ceramics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 200050, China)

[Abstract] **Objective** In order to make certain the compaction pressure as well as pre-sintering temperature on the machinability of the zirconia ceramic. **Methods** 3 mol nano-size 3 mol yttria partially stabilized zirconia(3Y-TZP) powder were compacted at different isostatic pressure and sintered at different temperature. The cylindrical surface was traversed using a hard metal tool. Surface and edge quality were checked visually using light stereo microscopy. **Results** Pre-sintering temperature had the obviously influence on the machinability of 3Y-TZP. The cutting surface was smooth, and the integrality of edge was better when the pre-sintering temperature was chosen between 800℃ to 900℃. Compaction pressure showed only a weak influence on machinability of 3Y-TZP blanks, but the higher compaction pressure result in the poor surface quality. **Conclusion** The best machinability of pre-sintered zirconia body was found for 800~900℃ pre-sintering temperature, and 200~300 MPa compaction pressure.

[Key words] zirconia; compaction pressure; pre-sintering temperature

氧化锆最早在20世纪90年代用于口腔修复领域, 采用的是致密烧结的氧化锆通过计算机辅助设计与制造(computer-aided design/computer-aided manufacturing, CAD/CAM)加工成型。由于烧结致密的氧化锆硬度大、强度高, 造成加工困难, 需金刚石刀具, 刀具磨耗大, 加工一个修复体的时间也较长。切

削成本占整个陶瓷制作成本的80%。很快, 采用两步烧结法的可切削系统问世, 以其经济、快速和精确的优势, 迅速取代了致密烧结切削系统。其切削速度较致密切削快1 000倍, 且用于金属切削的刀具和技术均可使用^[1]。

影响预烧结氧化锆多孔瓷坯可切削性能的因素很多, 主要有预烧结的温度、成型压力、刀具的转速、刀具的种类等。关于这方面的研究尚不多见, 本文对不同的预烧结温度、不同的成型压力对预烧结3摩尔氧化钇稳定氧化锆陶瓷(3 mol yttria partially stabilized zirconia, 3Y-TZP)可加工性能的影响进行初步的探索。

[收稿日期] 2010-08-23; [修回日期] 2011-05-21

[基金项目] 上海市重点学科建设基金资助项目(S30206); 上海市科委生药重点基金资助项目(09411954600)

[作者简介] 黄慧(1968—), 女, 湖北人, 副主任医师, 博士

[通讯作者] 张富强, Tel: 021-63138341-5276

1 材料和方法

1.1 实验材料

纳米氧化锆粉体(等级: TZ-3Y-E, 批号: Z30-1058P, Tosoh公司, 日本), 主要成分为: 质量百分比为5.24%的 Y_2O_3 , 质量百分比为0.25%的 Al_2O_3 , 质量百分比为0.007% SiO_2 , 质量百分比为0.002% Fe_2O_3 , 质量百分比为0.024% Na_2O , 其余为 ZrO_2 和少于质量百分比为3%的 HfO_2 , 粉体粒径为27 nm。

1.2 试件成型

在粉末压片机(769-YT-24B, 天津市科器高新技术公司)上以6~8 MPa压力制备长方形试件(35 mm×30 mm×7 mm)11片, 每个试件20 g。将制备好的试件用塑料薄膜严密包裹后放入冷等静压机(WEBER-PRESSEN-KIP-100E, Paul-Otto公司, 德国)中, 于不同的压力等静压成型。

1.3 试件分组及烧结

随机选取试件6片, 每个压力组1片试件, 成型压力分别为: 50、100、150、200、300、400 MPa。以上试件在高温烧结炉(SX-8-16型, 上海实验电炉厂)中烧结到900℃, 升温速率每小时150℃, 保温时间2 h。

制备300 MPa冷等静压成型试件5个, 随机分成5组, 分别烧结到800、900、1 000、1 100和1 200℃, 升温速率每小时150℃, 保温时间2 h。

1.4 性能测试

在精密线切割机(Iromet 5000, Buehler公司,

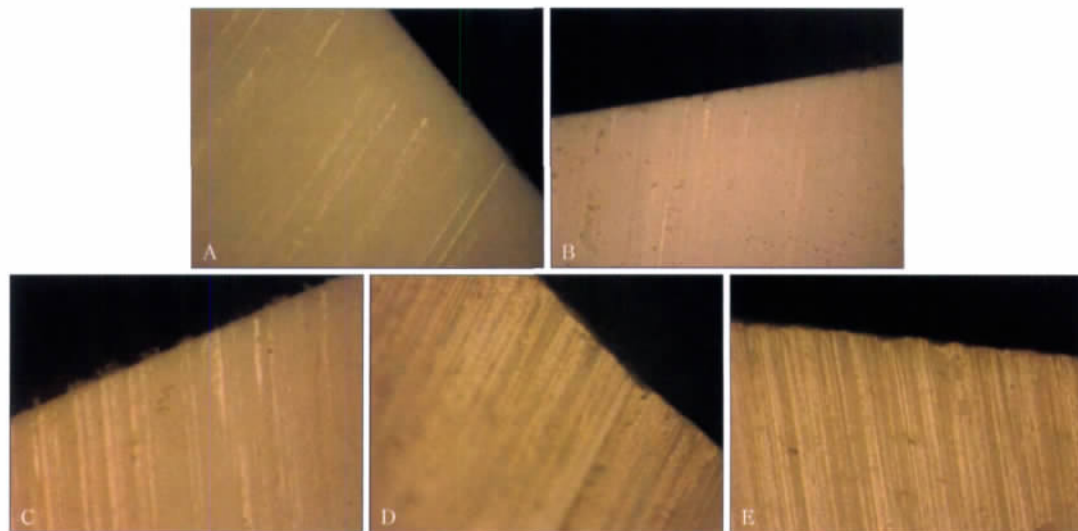
美国)上, 设定转速为: $1\,000\text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$, 进刀速度为 $19\text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$ 。将试件固定在夹具上, 切割时不用冷却水, 切割厚度为2 mm, 刀片为金刚石刀具。切割后的试件放在体视显微镜(OLS3000型, Olympus公司, 日本)下观察切剖面的形貌及边缘形态, 并拍摄照片。

900℃/300 MPa试件的切剖面经过喷金处理后, 采用场发射扫描电镜(field-emission scanning electron microscope, FE-SEM)(JSM-6700F型, JEOL公司, 日本)观测预烧结体的断裂面形貌, 包括晶粒形状和大小、孔隙分布及是否存在裂纹。

2 结果

2.1 不同预烧结温度对3Y-TZP陶瓷可切削性能的影响

从相同的成型压力、不同的初烧结温度下3Y-TZP瓷坯切剖面的体视显微镜图上可见, 随着初烧结温度的升高, 切剖面的粗糙度增加, 见到明显的划痕, 边缘完整性下降。初烧结温度在800和900℃时, 切削容易, 碎屑为粉末状。瓷坯的切剖面很光滑, 无明显的划痕, 边缘完整无缺陷。初烧结温度为1 000℃时, 切削面光滑但有少许的划痕, 边缘完整性尚可。当初烧结温度在1 100℃以上时, 瓷坯已经很难切削成型, 呈片状剥脱, 切削时有火花出现。切剖面有明显的划痕, 边缘完整性下降, 有小缺陷(图1)。



A: 800℃; B: 900℃; C: 1000℃; D: 1100℃; E: 1200℃。

图1 在300 MPa成型压力、不同烧结温度下3Y-TZP陶瓷切剖面的照片 体视显微镜 ×20

Fig 1 The micrograph of 3Y-TZP ceramic under constant compaction pressure(300 MPa) and different sintering temperatures optical microscope ×20

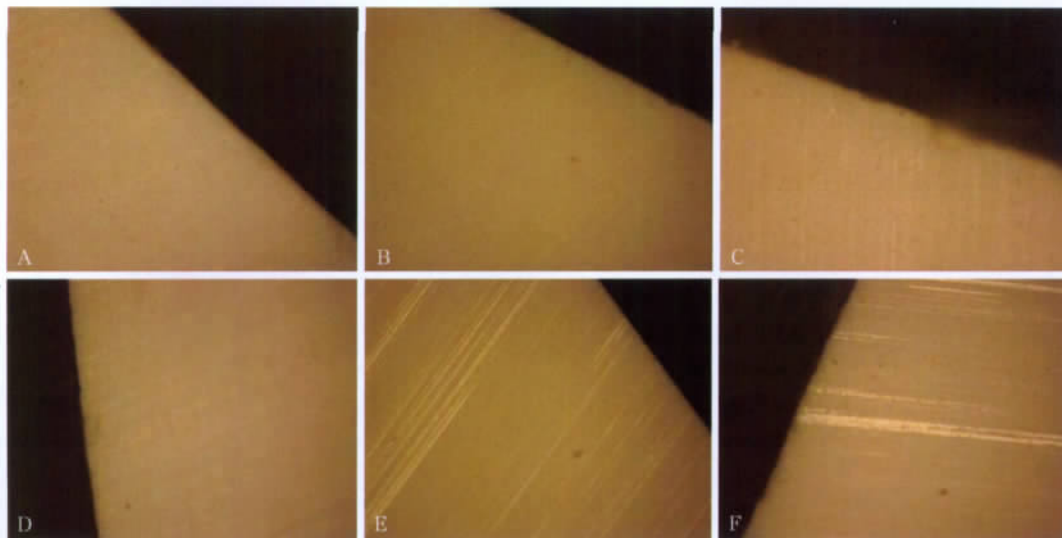
2.2 不同成型压力对3Y-TZP陶瓷可切削性能的影响

从不同成型压力下3Y-TZP预烧结瓷坯切剖面的

体视显微镜图可见, 成型压力对切剖面的影响没有预烧结温度明显。在相同的预烧结温度下(900℃),

随着成型压力的增高,切削表面粗糙度略有增加。50、100、150和200 MPa成型压力组的瓷坯切削面光滑、平整,边缘完整无缺陷。而在300和400 MPa成型压力组,瓷坯切削面上有少许的划痕,但切削

面仍平整光滑,边缘完整性尚好。所有成型压力组900℃预烧结试件切削时均较容易,碎屑呈粉末状脱落(图2)。



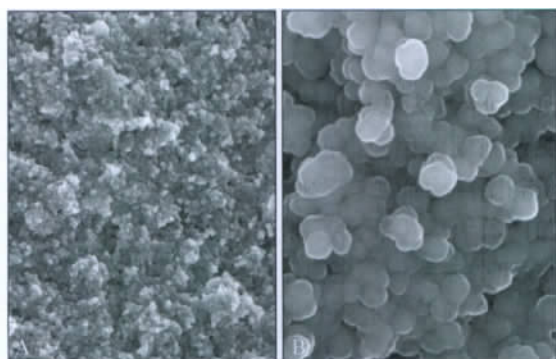
A: 50 MPa; B: 100 MPa; C: 150 MPa; D: 200 MPa; E: 300 MPa; F: 400 MPa。

图2 在不同成型压力、900℃预烧结温度下3Y-TZP陶瓷切削面的照片 体视显微镜 ×20

Fig 2 The micrograph of 3Y-TZP ceramic under different compaction pressure and constant sintering temperature (900℃) optical micro-scope ×20

2.3 预烧结瓷坯断裂面的显微结构

从3Y-TZP陶瓷在900℃初烧结后的断裂面扫描电镜图上,可见坯体未完全致密,但坯体均匀,无裂纹;孔隙很多且均匀分布于晶体之间,晶体大小均匀,晶界清晰。晶粒大小与粉体相比已经明显长大,大约是粉体粒径的3倍,晶粒尺寸在100 nm左右(图3)。



A: SEM ×30 000; B: SEM ×50 000。

图3 3Y-TZP陶瓷在900℃初烧结温度下的断裂面

Fig 3 The fracture face of 3Y-TZP ceramic under 900℃ pre-sintering temperature

3 讨论

常用材料切削的速度、刀具的磨耗和加工件表面质量来评价金属和玻璃陶瓷的可加工性能,其中材料的硬度和韧性是主要的指标。而对于生坯切削,上述指标均不适用,最好的标准是切削样本的质量,

但质量又是很难评价的。Desfontaines等^[2]对生坯切削的研究较为深入,确定了一个综合评价的标准。认为可加工性能好与下面因素相关:坯体的均一性好、气孔多且均匀、更高的弯曲强度及韧性者,在弯曲实验中表现为突然断裂、切削模式为脆性模式、切削中产生的小薄片数量少。在本实验中即采用了切削面的质量评价方法,控制3Y-TZP预烧结多孔瓷坯切削实验的条件:统一的刀具和进刀速度,切削后的表面形貌在体视显微镜下观察并分析。

Scheller^[3]研究了不同成型压力下,多孔氧化锆瓷坯的可切削性能。该作者认为生坯切削时产生的薄片数量可用来评价切削质量,因为薄片的产生常导致坯体的破损。另外一个评价指标是边缘完整性, Song等^[4]和Birkby等^[5]认为低强度和晶间断裂样本的边缘完整性好于穿晶断裂模式。边缘质量的好坏是由初期临界缺陷尺寸决定的,因此,高的成型压力由于降低了临界缺陷尺寸,从而降低了边缘完整性。本实验的结果与上述作者的研究有相似之处,发现过高的成型压力并不利于切削,切削面的质量较差。但这一结论又与高的成型压力试件具有更好的烧结性能相矛盾。因而如何平衡这两者之间的关系,是否需要在成型压力提高的同时,降低预烧结的温度,关于这方面尚需要进一步的研究。本实验综合考虑3Y-TZP陶瓷的烧结性能和可切削性能,推荐其适宜

[参考文献]

- [1] Maciejewski A, Szymczyk C. Fibula free flap for mandible reconstruction : Analysis of 30 consecutive cases and quality of life evaluation[J]. J Reconstr Microsurg, 2007, 23(1) :1-10.
- [2] Maranzano M, Freschi G, Atzei A, et al. Use of vascularized iliac crest with internal oblique muscle flap for mandible reconstruction [J]. Microsurgery, 2005, 25(4) 299-304.
- [3] Jeng SF, Kuo YR, Wei FC, et al. Reconstruction of extensive composite mandibular defects with large lip involvement by using double free flaps and fascia lata grafts for oral sphincters[J]. Plast Reconstr Surg, 2005, 115(7) :1830-1836.
- [4] Tanaka N, Yamaguchi A, Ogi K, et al. Sternocleidomastoid myocutaneous flap for intraoral reconstruction after resection of oral squamous cell carcinoma[J]. J Oral Maxillofac Surg, 2003, 61(10) : 1179-1183.
- [5] Denewer AD, Setit AE, Hussein OA, et al. Functional and aesthetic outcome of reconstruction of large oro-facial defects involving the lip after tumor resection[J]. J Egypt Natl Canc Inst, 2006, 18(1) : 61-66.
- [6] Kierner AC, Aigner M, Zelenka I, et al. The blood supply of the sternocleidomastoid muscle and its clinical implications[J]. Arch Surg, 1999, 134(2) :144-147.
- [7] Sebastian P, Cherian T, Ahamed MI, et al. The sternomastoid island myocutaneous flap for oral cancer reconstruction[J]. Arch Otolaryngol Head Neck Surg, 1994, 120(6) :629-632.
- [8] 许本柯, 舒先涛, 罗刚, 等. 胸锁乳突肌锁骨头锁骨瓣修复下颌骨缺损的应用解剖[J]. 解剖与临床, 2006, 11(2) :81-83.
- Xu Benke, Shu Xiantao, Luo Gang, et al. Applied anatomy of the partial clavicular bone flap pedicled with sternocleidomastoid muscle for repairing mandibular defect[J]. Anatomy Clinics, 2006, 11 (2) :81-83.

- [9] Kierner AC, Zelenka I, Gstoettner W. The sternocleidomastoid flap—its indications and limitations[J]. Laryngoscope, 2001, 111 (12) :2201-2204.
- [10] Ledger M, Leeks N, Ackland T, et al. Short malunions of the clavicle : An anatomic and functional study[J]. J Shoulder Elbow Surg, 2005, 14(4) :349-354.
- [11] Green RM, Waldman D, Ouriel K, et al. Claviclectomy for subclavian venous repair : Long-term functional results[J]. J Vasc Surg, 2000, 32(2) :315-321.
- [12] Kalbermatten DF, Haug M, Schaefer DJ, et al. Computer aided designed neo-clavicle out of osteotomized free fibula : Case report [J]. Br J Plast Surg, 2004, 57(7) :668-672.
- [13] Vartanian SM, Colaco S, Orloff LE, et al. Oklahoma prosthesis : Resection of tumor of clavicle and chest wall reconstructed with a custom composite graft[J]. Ann Thorac Surg, 2006, 82(1) :332-334.
- [14] Foster RD, Anthony JP, Sharma A, et al. Vascularized bone flaps versus nonvascularized bone grafts for mandibular reconstruction : An outcome analysis of primary bony union and endosseous implant success[J]. Head Neck, 1999, 21(1) :66-71.
- [15] Gbara A, Darwich K, Li L, et al. Long-term results of jaw reconstruction with microsurgical fibula grafts and dental implants[J]. J Oral Maxillofac Surg, 2007, 65(5) :1005-1009.
- [16] 王慧明, 刘治慧, 吴慧玲, 等. 自体髂骨游离移植加同期种植修复牙槽缺损初步观察[J]. 中国口腔种植学杂志, 2004, 9(1) :15-18.
- Wang Huiming, Liu Zhihui, Wu Huiling, et al. The clinical study of repairing alveolar bonedefects with autogenous nonvascular iliac bonegraft and implant simultaneously[J]. Chin J Oral Implant, 2004, 9(1) :15-18.

(本文编辑 汤亚玲)

(上接第536页)

的成型压力为200~300 MPa。

在预烧结温度对3Y-TZP陶瓷可加工性能的影响上, 本实验的结果与Song等^[4]的研究结果存在差异。Song等^[4]分析了2种氧化锆陶瓷在不同成型压力和不同预烧结温度下的可加工性能, 发现预烧结温度高于1 000 ℃不会损害试件的边缘质量, 但是该研究中氧化锆陶瓷的边缘完整性都较差。而在本实验中发现: 随着预烧结温度的升高, 3Y-TZP陶瓷的可切削性能下降, 1 100 ℃以上已经很难切削, 试件呈片状脱落, 难以成型。随着预烧结温度的升高, 瓷坯切削面的粗糙度增大, 表面有大量的划痕, 边缘完整性下降, 存在小的缺陷。因而适宜的预烧结温度应为800~900 ℃。

[参考文献]

- [1] Sheppard LM. Green machining—tools and considerations for machining unfired ceramic parts[J]. Ceram Ind, 1999, 19(1) :65-76.
- [2] Desfontaines M, Jorand Y, Gonon M, et al. Characterisation of the green machinability of AlN powder compacts[J]. J Eur Ceram Soc, 2005, 25(7) :781-791.
- [3] Scheller WL. Conventional machining of green aluminum/aluminum nitride ceramics[J]. Ohio J Sci, 1994, 94(5) :151-154.
- [4] Song JH, Evans JRG. On the machinability of ceramic compacts [J]. J Eur Ceram Soc, 1997, 17(8) :1665-1673.
- [5] Birkby I, Dransfield GP, McColgan P. Factors affecting the machinability of fine ceramic powder compacts[J]. Br Ceram Trans, 1994, 93(5) :183-186.

(本文编辑 汤亚玲)