

[DOI]10.12016/j.issn.2096-1456.2019.01.004

· 基础研究 ·

构建方向对SLM钛合金卡环的显微结构及性能影响

谢文强^{1,2}, 王洁琪¹, 庄沛林¹, 李小宇³, 郑美华¹, 张雯⁴, 韦佩伶⁵

1. 中山大学孙逸仙纪念医院口腔科, 广东 广州(510120); 2. 广东省口腔医学重点实验室, 广东 广州(510080); 3. 广州医科大学附属口腔医院, 广东 广州(510000); 4. 广东省第二中医院口腔科, 广东 广州(510095); 5. 柳州市人民医院口腔科, 广西 柳州(545006)

【摘要】 目的 探讨不同构建方向对选择性激光熔融(selective laser melting, SLM)法打印Ti-6Al-4V卡环的物理性能的影响,为临床3D打印高精度及力学性能优良的卡环提供依据。**方法** 以SLM法分别按0度(SLM0组)、45度(SLM45组)、90度(SLM90组)3种不同构建方向打印Ti-6Al-4V卡环,每组12个;以铸造法铸造卡环12个为对照组;同时铸造4枚金属基牙随机作为上述4组卡环的基牙。用X射线探查各组卡环是否存在裂隙;以共聚焦显微镜检测各组卡环粗糙度、体式显微镜观测各组卡环与金属基牙的密合度;金相显微镜下观察各组样品的显微结构,评估各组试件的物理性能。**结果** 铸造组卡环存在0~8个肉眼可见的裂隙,而SLM组未见明显缺陷。4组中,表面粗糙度最大的是铸造组(18.102 ± 3.762) μm ($P < 0.05$),粗糙度最小的是SLM90组(5.942 ± 1.486) μm ($P < 0.05$),SLM0组(8.711 ± 2.378) μm 和SLM45组(8.513 ± 1.161) μm 间差异没有统计学意义($P > 0.05$)。密合度最差的是铸造组(68.445 ± 14.876) ($P < 0.05$),密合度最好的是SLM90组(33.417 ± 5.880) μm ($P < 0.05$),SLM0组(52.917 ± 12.102) μm 和SLM45组(50.889 ± 7.011) μm 之间差异没有统计学意义($P > 0.05$)。Ti-6Al-4V由 α + β 晶粒组成,其中 β 晶粒的生长方向大致平行于构建方向且位于 α 晶粒之间。SLM由细小的晶粒组成,而铸造组晶粒粗大。**结论** SLM试件具有更小的晶粒;SLM90组卡环具有较好的密合性和较光滑的内表面。

【关键词】 激光选区融化; Ti-6Al-4V卡环; 不同构建方向; 各向异性; 金相

【中图分类号】 R783 **【文献标志码】** A **【文章编号】** 2096-1456(2019)01-0017-06

【引用著录格式】 谢文强,王洁琪,庄沛林,等.构建方向对SLM钛合金卡环的显微结构及性能影响[J].口腔疾病防治,2019,27(1):17-22.

Effect of construction orientation on the microstructure and properties of SLM Ti alloy clasps XIE Wenqiang^{1,2}, WANG Jieqi¹, ZHUANG Peilin¹, LI Xiaoyu³, ZHENG Meihua¹, ZHANG Wen⁴, WEI Peiling⁵. 1. Department of Stomatology, Sun Yat-sen Memorial Hospital, Sun Yat-sen University, Guangzhou 510120, China; 2. Guangdong Provincial Key Laboratory of Stomatology, Guangzhou 510080, China; 3. Stomatology Hospital of Guangzhou Medical University, Guangzhou 510000, China; 4. Department of Stomatology, The Second Hospital of Traditional Chinese Medicine of Guangdong Province, Guangzhou, Guangzhou 510095, China; 5. Department of Stomatology, Liuzhou People's Hospital, Liuzhou 545006, China

Corresponding author: ZHENG Meihua, Email: gzzhengm@sina.com, Tel: 0086-20-81332579

【Abstract】 Objective To investigate the physical properties of Ti-6Al-4V clasps generated by selective laser melting (SLM) with different construction directions and to compare these clasps with cast clasps, which could provide a basis for fabricating SLM clasps with high precision and excellent mechanical properties. **Methods** Ti-6Al-4V clasps

【收稿日期】 2018-05-14; **【修回日期】** 2018-05-30

【基金项目】 广东省科技发展专项资金项目(2016A020215067);广东省公益研究与能力建设专项资金项目(2014A020212092)

【作者简介】 谢文强,在读硕士研究生, Email: 1822708250@qq.com

【通信作者】 郑美华,副教授,硕士, Email: gzzhengm@sina.com, Tel: 0086-20-81332579

were fabricated by SLM at 0 degrees (SLM0 group), 45 degrees (SLM45 group) and 90 degrees (SLM90 group) ($n = 12$). Twelve clasps were cast by the casting method as the control group. Meanwhile, four metal abutments were cast randomly as the abutments of the four groups. X-ray was used to detect cracks in the clasps of each group. The roughness of the clasps was measured by confocal microscopy, the fitness tests between clasps and abutment were processed by stereomicroscopy, and the microstructure of clasps in each group was observed under a metallographic microscope to evaluate the physical properties. **Results** There were 0-8 visible cracks in the casting group but no obvious defects in the SLM groups. The maximum surface roughness was observed in the cast group (18.102 ± 3.762) μm , while the minimum roughness was observed in the SLM90 group (5.942 ± 1.486) μm ($P < 0.05$). There was no statistically significant difference in surface roughness between the SLM0 group [(8.711 ± 2.378) μm] and the SLM45 group [(8.513 ± 1.161) μm]. Fitness was worst in the casting group [(68.445 ± 14.876) μm] and best in the SLM90 group [(33.417 ± 5.880) μm] ($P < 0.05$). There was no statistically significant difference in fitness between the SLM0 group [(52.917 ± 12.102) μm] and the SLM45 group [(50.889 ± 7.011) μm]. In addition, the growth direction of the β grains was roughly parallel to the build direction, and acicular α grains were present between β grains. SLM was composed of fine grains, while the cast group had large grains. **Conclusions** Specimens generated by SLM had finer grains than cast specimens. In addition, SLM90 clasps had the highest fitness and the lowest surface roughness.

【Key words】 Selective laser melting; Ti-6Al-4V clasps; Construction orientation; Anisotropy; Metallography

可摘局部义齿具有适应证广、价格低廉等优点,目前仍为牙列缺损患者运用最广泛的修复方式之一^[1]。卡环作为可摘局部义齿的薄弱环节,在临床使用过程中常常出现变形、固位力下降甚至折断等现象^[2]。Behr等^[3]进行25年的回顾性研究证实:卡环损坏的发生率居可摘局部义齿损坏率的首位。目前临床中应用最多的可摘局部义齿支架材料主要有钴铬合金、钴铬钼合金、纯钛、钛合金^[4]。钛合金具有重量轻、生物相容性好和耐腐蚀性等特点,在临床上得到广泛应用^[5]。然而传统的钛合金支架多为铸造加工,其运用仍然面临着许多问题,如较严重的磨损、复杂的制造工艺、较差的铸造性能、菌斑易于堆积、铸造不全、铸件变形、粘砂等^[6]。所以通过改变制造工艺来提升钛合金支架的性能显得十分必要。快速成型技术是一种增材制造技术,与切削技术相比,更加节省材料,并且可以制作各种复杂的铸件^[7]。快速成型技术方法多种多样,其中牙科合金的制造方法主要是激光选区融化法(selective laser melting, SLM)^[8]。

SLM制造组件的各向异性(亦称“非均质性”。物体的全部或部分物理、化学等性质随方向的不同而各自表现出一定的差异的特性。)已有报道^[2, 7, 9-10]。然而其各项异性是否影响可摘局部义齿支架的性能有待进一步研究。本实验研究不同构建方向SLM Ti-6Al-4V卡环的显微结构、表面粗糙度、密合性,并与铸造卡环进行比较。探究不同

构建方向是否通过影响晶体的取向从而改变SLM试件的物理性能。

1 材料和方法

1.1 试件制备

1.1.1 金属基牙制备 随机选取一个下颌第一磨牙的成品树脂牙作为基牙,并在其近中殆面上制备一长2.5 mm,宽2.5 mm,深1.5 mm的殆支托窝,在近中邻面和舌侧面制备导平面板以规定卡环就位方向。制备好的树脂牙用硅橡胶印模材料(Silagum Putty Soft, DMG, 德国)取模。用钴铬合金(Wirobond C, Bego, 德国)通过失蜡铸造法制作金属基牙。同样的方法制作四个金属基牙,依次标号1到4。

1.1.2 铸造卡环制备 将1号基牙翻制耐火代型,在代型上标记卡环位置(卡环臂长为12 mm,厚度为1.1 mm,卡环起始宽度为2.5 mm,卡环尖端为1.5 mm,颊侧卡环臂尖端1/3进入倒凹区,舌侧卡环臂位于倒凹上)。根据代型上卡环的标记,用成品蜡条(Art.Nr.1500-0021, Hekoform, 德国)制作三臂卡环12个,在卡环牙合支托位置放置一直径5 mm,长15 mm的蜡棒。将蜡型进行包埋,用Ti-6Al-4V锭(Neodent, Curitiba, 巴西)进行铸造。

1.1.3 SLM卡环制备 将2~4号金属基牙用光学扫描仪(D810, 3Shape, 丹麦)进行扫描形成数字化模型。利用CAD软件(3 shape dental system,

3Shape, 丹麦)在数字化模型上设计三臂卡环,保证卡环的形态和尺寸与铸造的相同。将CAD数据以stl格式保存转入Magics软件(Materialise, 比利时)使卡环臂长轴与构建方向分别成0度、45度和90度进行排版(图1)。使用平均粒径38 μm 钛合金粉末(Ti-6Al-4V, EOS Ti64, EOS, 德国)通过SLM机(M2, Conceptlaser, 德国)共打印36个卡环(图2), 工艺参数:层厚0.03 mm、光斑直径70 μm 、扫描速度225 mm/s、激光功率200 W, 扫描间距45 μm 。去除支撑结构,进行热处理,缓慢升温至800 $^{\circ}\text{C}$,保温2 h,氩气冷却。将所有卡环进行电解抛光,为保证卡环的密合性,卡环内表面不进行其他抛光处理,外表面常规抛光。卡环试件($n=12$), CAST: 铸造卡环; SLM0: 卡环臂与构建方向成0度的SLM卡环; SLM45: 卡环臂与构建方向成45度的SLM卡环; SLM90: 卡环臂与构建方向成90度的SLM卡环。

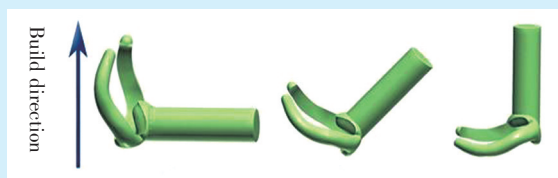


图1 不同构建方向的卡环

Figure 1 Clasps orientations on the base plate

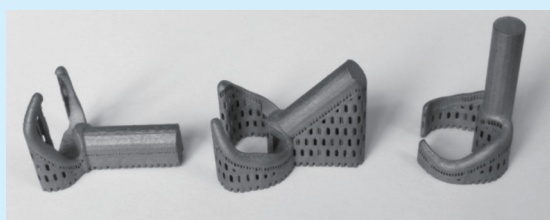


图2 未去除支撑物不同构建方向的卡环

Figure 2 Different orientations of SLM clasps before removing the supports

1.2 X线检查

用X线机(Philips Bucky Diagnost CS, Philips, 德国)对所有铸造和SLM卡环进行拍摄。曝光条件:管电压70 kV,管电流200 mA,曝光时间63 ms,照射距离约20 cm。肉眼观察X线片卡环内部是否有气孔、裂痕等缺陷,记录每个卡环内部缺陷的个数。

1.3 卡环内表面粗糙度

将卡环内表面置于材料学共聚焦显微镜(confocal laser scanning microscope, CLSM)下,得到其表面的三维图像,通过高斯运算得到其表面粗糙度(Ra)。

1.4 密合性检测

将卡环就位于相应的金属基牙上,然后用体式显微镜(M205A, Leica, 德国)放大30倍的情况下分别测量舌侧对抗臂尖端、中段、起始处与基牙的间隙(舌侧对抗臂位于倒凹之上,与基牙间隙易于测量),取平均值作为卡环与基牙密合性的指标。

1.5 显微结构观测

各组中随机选取一个卡环分别切取一部分试件用于显微结构观测,将试件在磨抛机(TegraMin-30, Struers, 丹麦)上抛光到2 000目后放入由50 mL H_2O_2 , 25 mL HNO_3 和5 mL HF组成的腐蚀液中腐蚀10 s,然后将腐蚀后的试件放入无水酒精中超声波清洗5 min^[11]。最后将处理好的试件置于金相显微镜(Axio Image M2m, Zeiss, 德国)下观察。

1.6 数据分析

本实验数据采用SPSS 20.0分析软件,分别运用单因素方差分析,Kruskal-Wallis检验等方法进行分析。检验水准 $\alpha=0.05$ 。

2 结果

2.1 X线图像

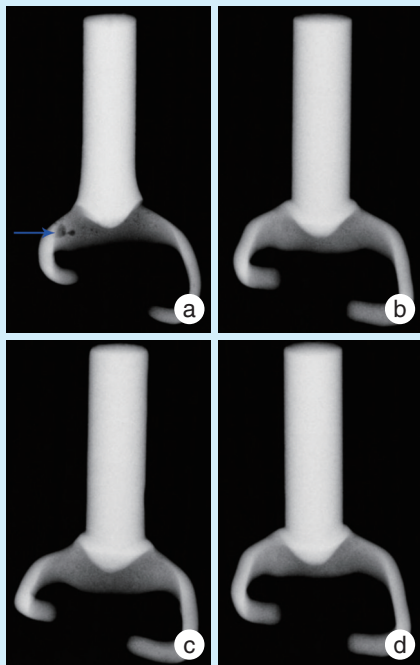
铸造钛合金卡环内部存在0~8个肉眼可见大小不一的气孔、缩孔等缺陷。3种不同构建方向的SLM钛合金卡环内部均匀,未见明显缺陷(图3)。

2.2 卡环内表面粗糙度

4组数据分别为CAST: $(18.102 \pm 3.762) \mu\text{m}$, SLM0: $(8.711 \pm 2.378) \mu\text{m}$, SLM45: $(8.513 \pm 1.161) \mu\text{m}$ 和SLM90: $(5.942 \pm 1.486) \mu\text{m}$ 。对数据进行方差齐性检验,发现不满足方差齐性条件,故选择Kruskal-Wallis检测方法($H=34.368$, $P<0.05$)。进一步进行两两比较发现:只有SLM0组和SLM45组粗糙度差异没有统计学差异($P>0.05$),其它组间比较均有统计学差异($P<0.05$),CAST组的表面粗糙度最大($P<0.05$),SLM90组的粗糙度最小($P<0.05$),见图4。

2.3 密合性检测

对数据进行检测,发现满足单因素方差分析



a: CAST组卡环, 箭头表示气孔和铸造缺陷; b: SLM0组卡环; c: SLM45组卡环; d: SLM90组卡环

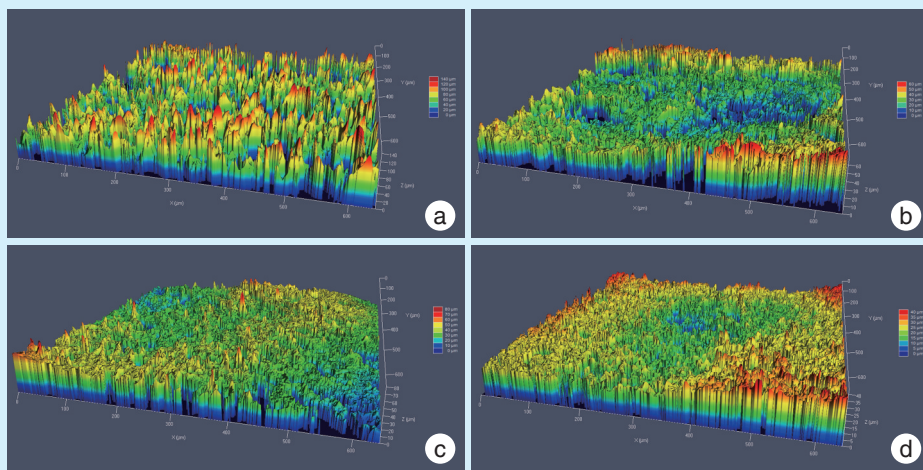
图3 卡环的X线图像

Figure 3 X-ray of clasps

的条件, 用 One-way ANOVA 进行检测得到 $F = 21.837, P < 0.05$ 。进一步用 Bonferroni 进行两两比较, 得出结果: SLM0 组 (52.917 ± 12.102) μm 和 SLM45 组 (50.889 ± 7.011) μm 之间没有统计学差异 ($P > 0.05$), 其它组间比较均有统计学差异 ($P < 0.05$), CAST 组 (68.445 ± 14.876) μm 间隙最大 ($P < 0.05$), SLM90 组 (33.417 ± 5.880) μm 间隙最小 ($P < 0.05$)。

2.4 显微结构观测

图5显示 Ti-6Al-4V 试件由 $\alpha + \beta$ 金相组成。 α 晶粒是密排六方结构晶粒, β 晶粒是体心立方结构晶粒, 晶粒结构的不同会对试件性能产生影响。同时可看出铸造试件由粗大枝状晶体组成, 而 SLM 试件则由细小晶粒组成。这是由于 SLM 试件在制作过程中快速冷却而造成的^[2, 12-13]。进一步观察发现 SLM0 试件由细小的细胞状晶粒组成, 而 SLM45 和 SLM90 试件由细小的长柱状晶粒组成。SLM0 试件中可以观察到 β 晶粒的横截面, 说明 β 晶粒方向与试件长轴一致, 而 SLM0 试件的构建方向与试件长轴平行, 可以表明 SLM0 试件中 β 晶粒长轴方向与构建方向平行。SLM90 中 β 晶粒生长方向与试件长轴垂直, 而 SLM45 试件则与长轴成



a: CAST组; b: SLM0组; c: SLM45组; d: SLM90组

图4 各组卡环粗糙度三维图

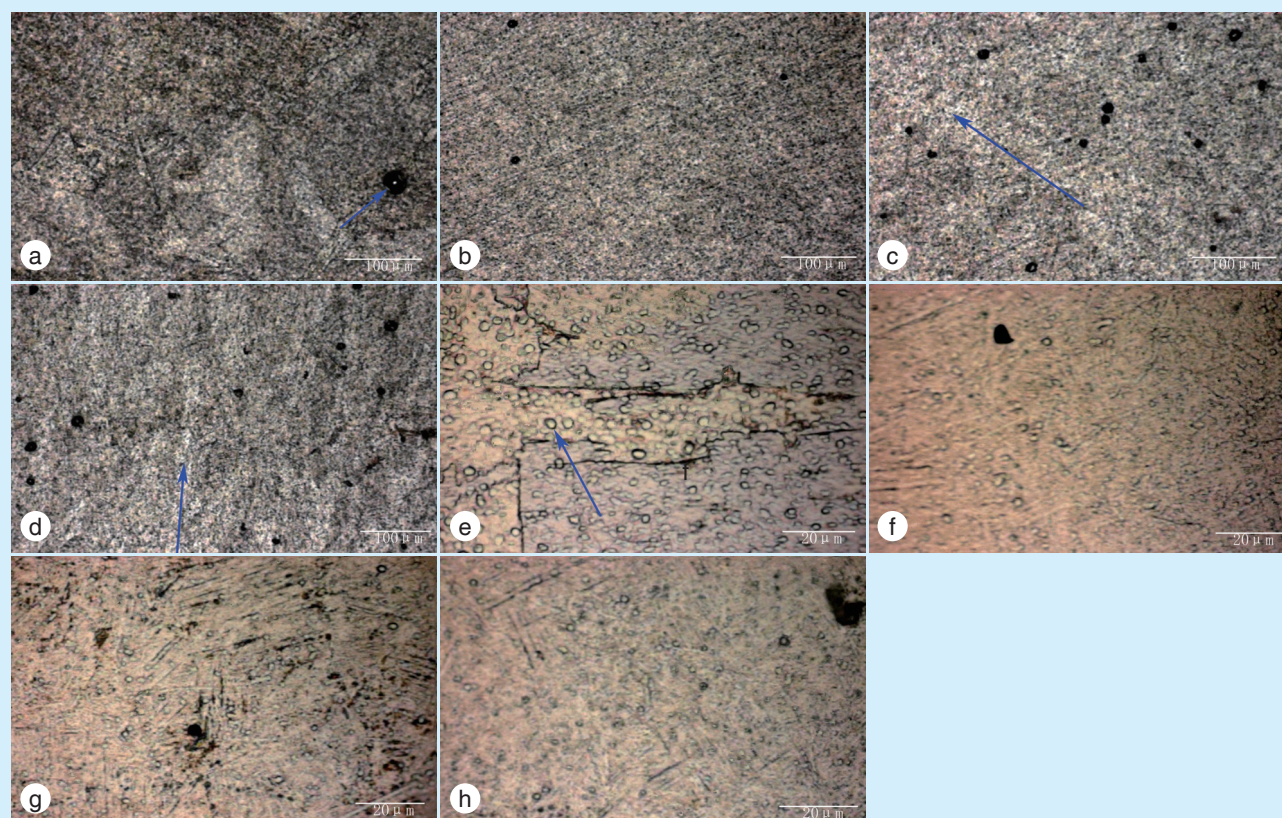
Figure 4 3D image of the surface

45度。也就是说 β 晶粒与试件构建方向几乎一致, 过往的文献也证实了这一点^[10, 12]。

3 讨论

SLM作为一种新技术, 在可摘局部义齿支架制

作过程中不仅能够节约材料, 节省成本, 还可以提高支架的性能, 这将会对可摘局部义齿支架的制作工艺产生巨大冲击^[14-16]。然而目前国内外关于构建方向对 SLM Ti-6Al-4V 试件性能影响的相关文献较少。



低倍率图像, a: CAST组, 图中箭头表示铸造缺陷; b: SLM0组; c: SLM45组, 箭头表示 β 晶粒生长方向; d: SLM90组, 箭头表示 β 晶粒生长方向。高倍率图像; e: CAST组, 图中箭头表示粗大枝状结晶体; f: SLM0组; g: SLM45组; h: SLM90组。

图5 SLM和铸造Ti-6Al-4V试件金相图

Figure 5 Metallographic microscope images of the SLM and cast specimens

过往的研究证实材料的显微结构特征,尤其是晶体结构特征,金相和孔隙率等对材料的机械性能有显著的影响^[10]。本研究发现铸造试件由许多粗大枝状结晶组成,而SLM试件则由许多具有一定方向的细小晶粒组成。细小晶粒结构可以通过阻止位错运动的发生来提高材料的性能^[2]。SLM试件的细小晶粒结构是由于材料融化后的快速冷却而形成的^[17-18]。本研究观察发现Ti-6Al-4V材料由 $\alpha+\beta$ 晶粒组成,同时 β 晶体的晶粒生长方向大致与构建方向平行,也就是说SLM0试件卡环臂中的 β 晶粒生长方向与卡环臂长轴平行;SLM90卡环臂中 β 晶粒生长方向与卡环臂长轴垂直;而SLM45试件则是倾斜关系。

SLM卡环的密合性和表面粗糙度与许多因素有关,包括卡环的成型参数和卡环的几何形状。不同构建方向的SLM卡环可以被视为不同几何形状的卡环。卡环由层层粉末堆积而形成,SLM0和

SLM45卡环臂是一个存在曲率的倾斜表面,层与层之间形成台阶,也就是所谓的阶梯效应^[19-20]。过往研究也表明试件表面曲率会引起阶梯效应^[21]。同时由于存在曲率,SLM0和SLM45卡环在制作过程中存在悬臂,悬臂的存在会使得试件出现变形精密密度下降。消除悬臂的方法是在卡环内表面设置支撑,但是制作完成后去除支撑的过程也会影响卡环的精密性。因此SLM0和SLM45卡环相较于SLM90卡环拥有更粗糙的内表面和更差的密合性。同时铸造Ti-6Al-4V卡环工序繁琐复杂,钛在高温熔融条件下极其活泼容易与包埋材料反应产生气体而导致试件存在气孔。SLM采用激光进行融化后层层堆积,试件较为致密。这点与本实验结果相一致。

本实验中SLM0和SLM45卡环臂可以当成“瘦高”形状试件,而SLM90则可以当成“矮胖”型,所以SLM0和SLM45试件由更多层粉末堆积而成,这

也就意味着 SLM0 和 SLM45 试件含有更多的熔池边界。Wen 等^[22]研究表明 SLM 试件的破损起始于熔池边界, 裂隙的延伸也是沿着熔池边界。因此构建方向也许可以通过改变 SLM 卡环熔池边界的数目和方向来影响试件的性能, 这有待后续实验进一步验证。

各向异性形成的原因可能是晶粒结构, 金相, 阶梯效应和残留应力, 然而导致 SLM 试件各向异性的主要因素还需要进一步的研究。并且构建方向是否影响 Ti-6Al-4V 卡环固位力有待后期实验证实。

参考文献

- [1] Lima JM, Anami LC, Araujo RM, et al. Removable partial dentures: use of rapid prototyping[J]. *J Prosthodont*, 2014, 23(7): 588-591.
- [2] Kajima Y, Takaichi A, Nakamoto T, et al. Fatigue strength of Co-Cr-Mo alloy clasps prepared by selective laser melting[J]. *J Mech Behav Biomed Mater*, 2016, 59(4): 446-458.
- [3] Behr M, Zeman F, Passauer T, et al. Clinical performance of cast clasp-retained removable partial dentures: a retrospective study[J]. *Int J Prosthodont*, 2012, 25(2): 138-144.
- [4] Sandu L, Faur N, Bortun C. Finite element stress analysis and fatigue behavior of cast circumferential clasps[J]. *J Prosthet Dent*, 2007, 97(1): 39-44.
- [5] Kanazawa M, Iwaki M, Minakuchi S, et al. Fabrication of Titanium alloy frameworks for complete dentures by selective laser melting [J]. *J Prosthet Dent*, 2014, 112(6): 1441-1447.
- [6] Ohkubo C, Hanatani S, Hosoi T. Present status of Titanium removable dentures--a review of the literature[J]. *J Oral Rehabil*, 2008, 35(9): 706-714.
- [7] Koutsoukis T, Zinelis S, Eliades G, et al. Selective laser melting technique of Co-Cr dental alloys: a review of structure and properties and comparative analysis with other available techniques[J]. *J Prosthodont*, 2015, 24(4): 303-312.
- [8] 黄宏, 张弓, 彭忠凯, 等. 下颌骨个性化手术钛板的设计与制造技术研究[J]. *口腔疾病防治*, 2016, 24(7): 402-406.
- [9] Takaichi A, Nakamoto T, Joko N, et al. Microstructures and mechanical properties of Co-29Cr-6Mo alloy fabricated by selective laser melting process for dental applications[J]. *J Mech Behav Biomed Mater*, 2013, 21(2): 67-76.
- [10] Simonelli M, Tse YY, Tuck C. Effect of the build orientation on the mechanical properties and fracture modes of SLM Ti-6Al-4V [J]. *Materials Science & Engineering A*, 2014, 616: 1-11.
- [11] Strantza M, Vafadari R, De Baere D, et al. Fatigue of Ti6Al4V structural health monitoring systems produced by selective laser melting[J]. *Materials (Basel)*, 2016, 9(2): 1-15.
- [12] Simonelli M, Tse YY, Tuck C. Fracture mechanisms in high-cycle fatigue of selective laser melted Ti-6Al-4V[J]. *Key Eng Mater.*, 2015, 627: 125-128.
- [13] Song B, Dong SJ, Deng SH, et al. Microstructure and tensile properties of Iron parts fabricated by selective laser melting[J]. *Opt Laser Technol*, 2014, 56(4): 451-460.
- [14] Beguma Z, Chhedat P. Rapid prototyping--when virtual meets reality[J]. *Int J Comput Dent*, 2014, 17(4): 297-306.
- [15] Costa Lima JM, Anami LC, Araujo RM, et al. Removable partial dentures: use of rapid prototyping[J]. *J Prosthodont*, 2014, 23(7): 588-591.
- [16] Alageel O, Abdallah MN, Alsheghri A, et al. Removable partial denture alloys processed by laser-sintering technique[J]. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, 2018, 106(3): 1174-1185.
- [17] Zheng DS, Chen RR, Ma TF, et al. Coupling effects of melt treatment and ultrasonic treatment on solidifying microstructure and mechanical performance of Ti44Al6Nb1Cr alloy[J]. *Metall Mater Trans*, 2018, 49(2): 537-549.
- [18] Paczkowska M, Makuch N, Kulka M. The influence of various cooling rates during laser alloying on noular Iron surface layer[J]. *Opt Laser Technol*, 2018, 102(3): 60-67.
- [19] Strano G, Hao L, Everson RM, et al. Surface roughness analysis, modelling and prediction in selective laser melting[J]. *J Mater Process Tech*, 2013, 213(4): 589-597.
- [20] Boschetto A, Giordano V, Veniali F. 3D roughness profile model in fused deposition modelling[J]. *Rapid Prototyp J*, 2013, 19(4): 240-252.
- [21] Boschetto A, Giordano V, Veniali F. Modelling micro geometrical profiles in fused deposition process[J]. *Int J Adv Manuf Technol*, 2012, 61(9/12): 945-956.
- [22] Wen SF, Li S, Wei QS, et al. Effect of molten pool boundaries on the mechanical properties of selective laser melting parts[J]. *J Mater Proc Tech*, 2014, 214(11): 2660-2667.

(编辑 罗燕鸿, 管东华)