

CAUZELE ERORILOR TEHNOLOGICE ÎN ADEZIUNEA METALO-CERAMICĂ

Autori:

Prof. Dr. Ion Pătrașcu*

Dr. Lucian Toma Ciocan*

Dr. Ing. Mihaela Banu**

* Catedra de Propedeutică și Materiale Dentare, Facultatea de Stomatologie, U.M.F. „Carol Davila”, București.

** Catedra de Tehnologie a Construcției de Mașini, Facultatea de Mecanică, Universitatea „Dunărea de Jos”, Galați.

Rezumat:

Premise. Succesul clinic pe termen lung al coroanelor și punților fixe metalo-ceramice depinde de fermitatea legăturii dintre componenta metalică și masa ceramică placată supraiacent.

Scopul cercetării. Autorii, pe baza datelor din literatura de specialitate și a cercetărilor personale, și-au propus să determine și să sistematizeze erorile tehnice responsabile de eșecul în obținerea adeziunii metalo-ceramice.

Material și metodă. Au fost luate în studiu un număr de 23 de piese protetice metalo-ceramice cu erori tehnologice, dintre care 7 au fost inițial acceptate și integrate clinic pentru o perioadă variabilă de timp, dar care au suferit diferite tipuri de fracturi ale componentei ceramice, iar celelalte 16 au constituit eșecuri tehnice încă de la început, nefiind acceptate clinic datorită defectelor de placare macroscopice evidente. Deoarece majoritatea eșecurilor tehnice (94%) au constat în fracturi adezive dintre cele două componente, autorii au încercat să utilizeze metoda elementelor finite pentru a evalua cantitativ gradul de adeziune dintre cele două componente ale coroanei mixte metalo-ceramice.

Rezultate. Testarea a pus în evidență modul de desprindere a părții ceramice de suprafața aliajului. Prin metoda descrisă se poate crea o imagine completă asupra modului de propagare a fisurii și a evoluției în dinamică a zonelor critice de tensiune de la nivelul legăturii metalo-ceramice.

Concluzii. Această cercetare a permis stabilirea factorilor majori implicați în obținerea unei adeziuni corespunzătoare din punct de vedere chimic dintre aliaj și materialul de placat, pentru a putea asigura succesul clinic pe termen lung protezelor fixe metalo-ceramice.

1. PREMISELE CERCETĂRII

Succesul clinic pe termen lung al coroanelor și punților fixe metalo-ceramice depinde de fermitatea legăturii dintre componenta metalică și masa ceramică supraiacentă. Pentru a putea aprecia natura acestei legături este necesar să luăm în considerare toate stadiile de aplicare și sinterizare a porțelanului pe aliaj. După John W. McLean, următoarea descriere, deși simplificată, poate clarifica într-o oarecare măsură fenomenele care au loc la nivelul zonei de interfață:

Stadiul I. Suprafața capei metalice sau a infrastructurii punții este condiționată prin sablare și pulverizare cu vapori sub presiune fiind aplicată, în final, într-o baie de curățire ultrasonică. Rugozitatea superficială produsă prin sablare mărește și favorizează udarea cu ușurință a suprafeței de contact și participă la micro-retenția mecanică a porțelanului.

Stadiul II. Componenta metalică este degazată prin încălzire la 1000°C sub vacuum pentru aproximativ 10 minute și apoi este răcită lent în prezența aerului în condiții de presiune atmosferică. Acest procedeu tehnic va degaza turnătura și va induce o durificare prin îmbătrânire a aliajului. În același timp, atomii metalului de bază vor difuza la suprafața turnăturii și vor forma un film oxidic (ionii de indiu, zinc, staniu) [6].

Stadiul III. Porțelanul opac este apoi aplicat pe suprafața turnăturii, în strat subțire. Aliajul și porțelanul opac supraiacent sunt apoi ușor încălzite, uscate, determinând o contracție a porțelanului opac pe suprafața metalului.

Stadiul IV. Acest sistem, alcătuit din componenta metalică placată cu porțelanul opac, este introdus în camera cuptorului, și prin creșterea temperaturii din incintă va avea loc o sinterizare primară a particulelor de masă ceramică. În acest stadiu, masa ceramică va începe să ude suprafața metalului și, în funcție de eficiența de udare, vor apărea efectele tensiunii superficiale. Termenul de legături „Van der Waals” sau de legături de udare este utilizat pentru a descrie aceste forțe adezive. Totuși, indiferent de natura acestei acțiuni de udare, principala forță de ghidare este tensiunea de suprafață. Se cunoaște faptul că tensiunea superficială a unei substanțe lichide este asociată cu tendința de a uda suprafața cu care aceasta este în contact. Unghiul dintre vectorii celor două substanțe, lichidă și respectiv solidă, determină gradul de udare, și cu cât acest unghi este mai mic, cu atât mai mult porțelanul topit va uda aliajul care se găsește în stare solidă. Dacă udarea este eficientă, porțelanul va intra în toate micile neregularități de pe suprafața aliajului și poate apărea o microretenție mecanică. Alături de acest fenomen, atomii de bază ai aliajului vor continua să difuzeze la suprafața acestuia și se va forma un film oxidic care va constitui substratul unei legături chimice cu masa ceramică placată.

Stadiul V. Porțelanul opac este apoi supus unui tratament termic până la temperatura de maturare respectiv cea de 930-960°C. În acest stadiu porțelanul va continua să se contracte prin sinterizare și datorită eliminării porilor. În timpul ciclului de ardere-sinterizare a porțelanului, acesta nu devine topit sau fluid, cu excepția unui film de glazură (25μm) care apare la suprafață la atingerea temperaturii de glazurare. În consecință, porțelanul exercită forțe restrictive în sens contrar expansiunii aliajului subiacent (*Vickery și Badinelli, 1968*). În timpul răcirii, aliajul va tinde să revină la forma inițială și datorită faptului că dilatarea este mai mare decât cea a porțelanului și contractia va fi mai rapidă decât a acestuia. Aliajul, prin tendința de a se contracta mai rapid decât porțelanul, va fi supus unor forțe de tensiune, în timp ce masa ceramică de placat va fi supusă unor forțe de compresiune.

Stadiul VI. În această fază masa ceramică pentru smalt și cea corespunzătoare dentinei este aplicată și sinterizată în condițiile unei densități maxime. Procesul va fi similar celui de sinterizare a masei ceramice opacifiante, dezvoltându-se aceleași forțe compresive și în timpul contractiei și răcirii masei ceramice de smalt. O dilatare termică graduală dinspre masa de glazură spre masa de opacifiant va durifica întregul corp ceramic [8].

Un studiu al tuturor fazelor de sinterizare a maselor ceramice pe infrastructura metalică indică un sistem complex de adeziune. Natura acestei legături metalo-ceramice poate fi divizată în mai multe componente (vezi figura 1):

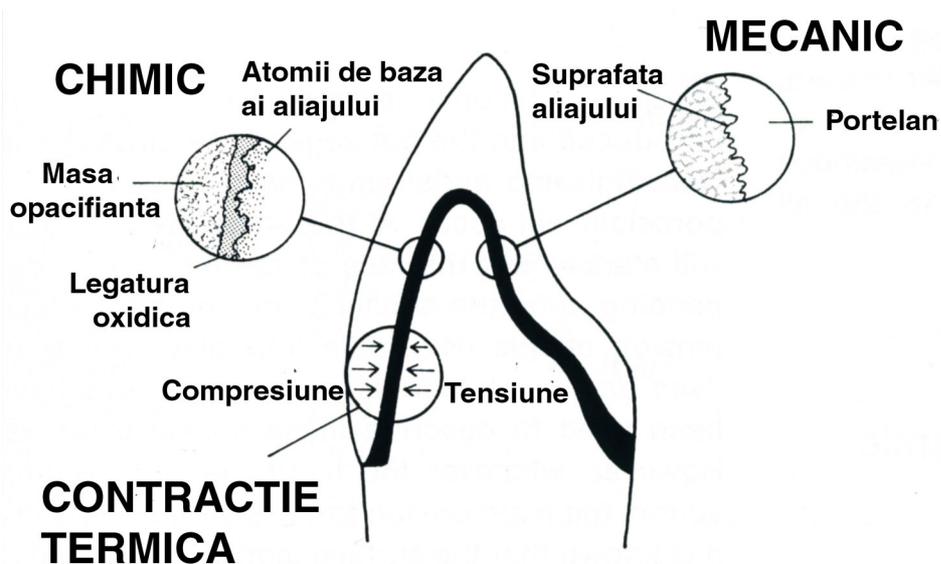


Figura 1: Componentele legăturii metalo-ceramice (John W. McLean)

- **Mecanic** - tensiunea de suprafață facilitează un contact intim între neregularitățile suprafeței metalice și porțelan (Stadiile IV și V);
- **Chimic** - difuziunea atomică a elementelor de bază din aliaj va produce un film oxidic pe suprafața acestuia, care va asigura o legătură cu elementele cristalizate ale masei ceramice (Stadiile IV și V);
- **Compresiunea** – contracția de sinterizare și contracția termică a masei ceramice de placat dezvoltă forțe compresive prin care porțelanul va fi legat ferm de infrastructura metalică (Stadiile V și VI).

2. SCOPUL LUCRĂRII

Autorii, pe baza datelor din literatura de specialitate și a cercetărilor personale, și-au propus să determine și să sistematizeze erorile tehnice responsabile de eșecul în obținerea adeziunii metalo-ceramice.

3. MATERIALE ȘI METODĂ

Au fost luate în studiu un număr de 23 de piese protetice metalo-ceramice cu erori tehnologice, dintre care 7 au fost inițial acceptate și integrate clinic pentru o perioadă variabilă de timp, dar care au suferit fracturi ale componentei ceramice, iar celelalte 16 au constituit eșecuri tehnice încă de la început, nefiind acceptate clinic datorită defectelor de placare macroscopice evidente. Deoarece majoritatea eșecurilor tehnice (94%) au constat în fracturi adezive dintre cele două componente, autorii au încercat să utilizeze metoda elementelor finite pentru a evalua cantitativ gradul de adeziune dintre cele două componente.

4. DISCUȚIE.

În cazul analizei macro și microscopice ale pieselor protetice luate în studiu au fost observate atât fracturi ale sistemului metalo-ceramic, de tipul 1, 2 și 5 după clasificarea O'Brien, cât și fisuri ale placajului ceramic.

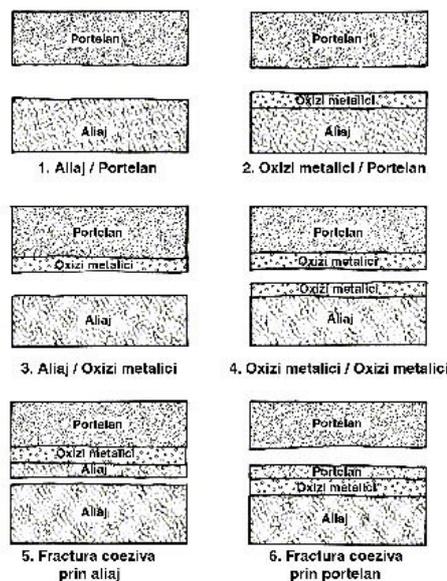


Figura 2: Clasificarea tipurilor de fractură ale sistemului metalo-ceramic (O'Brien)

Tipurile de fracturi ale sistemului metalo-ceramic

Clasificarea tipurilor de disjunții ale sistemelor metalo-ceramice a fost făcută de O'Brien [9] (vezi figura 2); acestea se clasifică astfel:

1. **Disjunția aliaj - porțelan.** Fractura are loc la nivelul interfeței, lăsând o suprafață netedă a aliajului. Acest tip de fractură se produce în cazul în care suprafața aliajului nu este oxidată înainte de sinterizarea masei ceramice sau în cazul în care oxizii care se formează nu sunt suficienți. Se mai poate datora și contaminării sau unei suprafețe metalice poroase; (în cercetarea noastră 5 cazuri – vezi figura 3).
2. **Disjunția oxizi metalici - porțelan.** Masa ceramică se fracturează în apropierea



Figura 3: Fractură adezivă prin jonțiunea metalo-ceramică

interfeței, lăsând oxizii metalici pe suprafața metalului. Acest tip de fractură este cel mai frecvent întâlnit la aliajele nenobile; (1 caz – vezi figura 4)

3. **Disjuncția aliaj – oxizi metalici.** Reprezintă o fractură la nivelul interfeței în care oxizii sunt desprinși de suprafața aliajului și rămân atașați la masa ceramică placată. Acest tip de disjuncție se produce în cazul aliajelor nenobile atunci când se formează oxizi de Ni și Cr în cantități excesive;

4. **Disjuncția oxizi metalici – oxizi metalici.** Acest tip de fractură are loc tot la nivelul interfeței fiind generată de efectul de „sandwich” pe care îl poate avea supraproducția de oxizi metalici (vezi figura 5);

5. **Fracturi coezive prin aliaj.** Nu reprezintă o fractură caracteristică pentru sistemul metalo-ceramic. Poate apare la nivelul zonelor de solidarizare a elementelor corpului de punte;

6. **Fracturi coezive prin porțelan.** Este tipul optim de fractură, care se produce prin masa ceramică. În acest caz rezistența legăturii o

depășește pe cea a porțelanului. Reprezintă o situație ideală în care filmul oxidic are o grosime de câțiva microni și formează o soluție solidă cu masa ceramică. Acest tip de fractură apare cel mai frecvent la aliajele nobile de aur, confirmând astfel succesul lor clinic constant [9].



Figura 4: Fracturi multiple: coezive (cervical) și adezive (proximal distal) ale piesei protetice metalo-ceramice



Figura 5: Componentă metalică supraoxidată.



Figura 6: Traiecte fisurale datorate suprasinterizării

Sinterizarea prelungită sau repetată a coroanei metalo-ceramice poate determina o solubilizare excesivă a stratului oxidic în masa ceramică supraiacentă. În acest caz, fractura sistemului poate apare tot la nivelul porțelanului și nu poate indica stresul rezidual de la interfață generat de diferența dintre coeficienții de dilatare termică a celor două componente (6 cazuri). Acest tip de fracturi pot apare în cazul aliajelor nenobile (vezi figura 6).

Din punct de vedere al formării oxizilor metalici la zona de interfață cu porțelanul, este evident faptul că orice aliaj care este conceput pentru tehnologia metalo-ceramică trebuie să conțină microprocente de aliaje nenobile, care să fie capabile să producă acești oxizi în următoarele condiții:

1. oxizii trebuie să se formeze doar într-un strat foarte subțire dar să permită ca aliajul să vină în contact atomic cu masa ceramică placată (vezi figura 7);
2. stratul oxidic să aibă o adeziune satisfăcătoare la suprafața aliajului;
3. stratul oxidic să reacționeze cu porțelanul dar să nu altereze caracteristicile necesare succesului clinic al piesei protetice finale, cum ar fi dilatarea termică, rezistența, culoarea și gradul de transluciditate.



Figura 7: Defect de turnare evidențiat macroscopic după sinterizarea stratului de masă ceramică opacă

Și oxizii de staniu și indiu care se formează în cazul aliajelor nobile se supun necesităților mai sus amintite. Oxidul de crom, care reprezintă produsul majoritar al oxidării aliajelor cu conținut crescut de Cr, restrânge indicațiile acestor aliaje în tehnologia metalo-ceramică. Totuși, microprocentele de crom din compoziția aliajelor nenobile moderne le conferă acestora un grad crescut de rezistență la coroziune [8].

Efectul gradului de oxidare și al vitezei de răcire asupra rezistenței legăturii metalo-ceramice

Nu există o corelație bine definită între gradul de pre-oxidare și rezistența legăturii dintre aliajele nenobile și masele ceramice sinterizate supraiacent. Totuși, se pare că preoxidarea mai intensă favorizează o

rezistență crescută a acestei legături (*McLean* și *Sced*). Împotriva acestei rezistențe mai crescute, fractura de interfață lasă, destul de frecvent, cantități semnificative de oxid cu tentă verzuie pe suprafața aliajului.

Și viteza de răcire influențează gradul de rezistență a legăturii metalo-ceramice. S-a observat că la o viteză de răcire crescută are loc o scădere semnificativă a rezistenței. Acest fapt ar putea fi o consecință a eliberării, prin fracturare, a forțelor reziduale în timpul sau imediat după răcire. Cu cât viteza de răcire este mai rapidă (He) cu atât fracturile se propagă și interesează o masă mai mare de porțelan. Aceste rezultate combat teoria de creștere a rezistenței prin inducerea artificială a forțelor reziduale în sistem. La o viteză de răcire de $2,1^{\circ}\text{C/s}$ se înregistrează un procent de 85% al frecvenței de apariție a fracturilor în comparație cu o răcire graduală mai lentă [8].

O viteză de răcire ideală este considerată cea în care sistemul metalo-ceramic este lăsat să se răcească lent în gura cuptorului de sinterizare, fiind contraindicată îndepărtarea lui precoce. [7]

Din punct de vedere clinic este mai importantă examinarea tipului de fractură dintr-un sistem metalo-ceramic, de exemplu la interfață sau în porțelan.

Compatibilitatea sistemelor metalo-ceramice depind de combinarea proprietăților aliajului și porțelanului. Succesul clinic și tehnologic al protezelor metalo-ceramice au drept condiție esențială compatibilitatea chimică, termo-mecanică și estetică dintre aliaj și porțelan.

Compatibilitatea chimică implică o legătură metalo-ceramică suficient de puternică, pentru a rezista șocurilor termice și mecanice care apar în condiții de funcționalitate clinică.

Arderea de oxidare (degazarea) produce stratul de oxizi necesari fuzionării chimice a celor două componente. Timpul de ardere și temperatura de oxidare indicate de fabricant vor fi respectate cu strictețe. Oxidarea excesivă produce un strat de oxizi neaderent și implicit o fuzionare slabă între metal și porțelan. Arderile succesive ale porțelanului nu trebuie să topească sau să deformeze componenta metalică.

Compatibilitatea termo-mecanică. Sistemele metalo-ceramice au fost evaluate termo-mecanic cu ajutorul testelor pe bază de șocuri termice. Rezistența la șocurile termice poate măsura rezistența la stresurile termice tranzitorii și identifică relativ sistemele incompatibile [3],[4].

Compatibilitatea termică dintre componente este complexă; sunt autori care susțin că masele ceramice de bază au coeficienți de dilatare (α) diferiți. Bertolotti și Shelby au demonstrat că temperatura de tranziție a

grundului este diferită de cea a stratului de bază (body porcelain), pentru anumite mase ceramice [8].

Protezele metalo-ceramice prezintă solicitări termice reziduale datorită neconcordanței coeficienților de dilatare din momentul arderii maselor ceramice. Stresurile termice reziduale se adăunează la solicitările care apar după aplicarea în cavitatea bucală [2].

Nu există coeficienți termici care să corespundă perfect întregului ciclu termic sau pentru toate sistemele metalo-ceramice dentare. Există un grad de compatibilitate ce se atribuie coeficienților de dilatare ai celor două componente, temperaturii de ardere a porțelanului, rezistenței metalului la temperaturi înalte, eliberării tensiunilor interne din metal și ceramică, proporției între grosimea metalului și a masei ceramice, și rezistenței legăturii dintre metal și porțelanul dentar.

5. REZULTATELE INVESTIGĂRII LEGĂTURII METALO-CERAMICE

Pentru testarea compatibilității chimice dintre cele două componente, cercetătorii utilizează curent următoarele teste:

1. măsurarea deformării capei metalice după sinterizarea porțelanului;
2. măsurarea rezistenței legăturii dintre cele două componente;
3. măsurarea stresului rezidual;
4. evaluarea neconcordanței dintre coeficienții de dilatare termică (α).

Pe baza testului de evaluare a rezistenței dintre cele două componente (punctul 2), Lavine and Custer [5] au descris metoda de solicitare prin îndoire a unei folii metalice cu ceramica sinterizată pe fața extensibilă. (vezi figura 8).

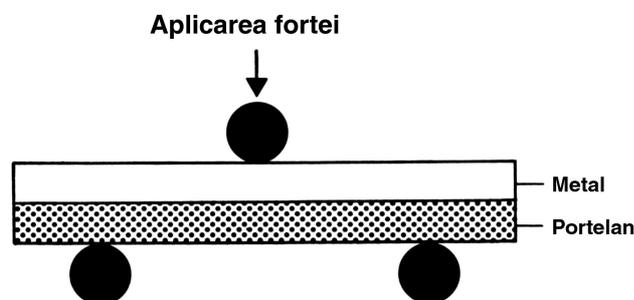


Figura 8: Secțiune transversală: diagrama unei piese testate la îndoire,

utilizată pentru a determina rezistența legăturii metalo-ceramice (M.H. Lavine, F. Custer).

Autorii au transpus această metodă de testare fizică (reală) într-un sistem virtual de analiză cu ajutorul metodei elementelor finite [1]. Scopul simulării numerice a acestui test este de a vizualiza modul de propagare a unei fisuri ce apare la interfața dintre aliaj și ceramică, atunci când compozitul este solicitat exterior. Deoarece este o solicitare perpendiculară pe axa probei, efectul îndoirii acestui compozit va fi delaminarea (desprinderea porțelanului de aliaj).

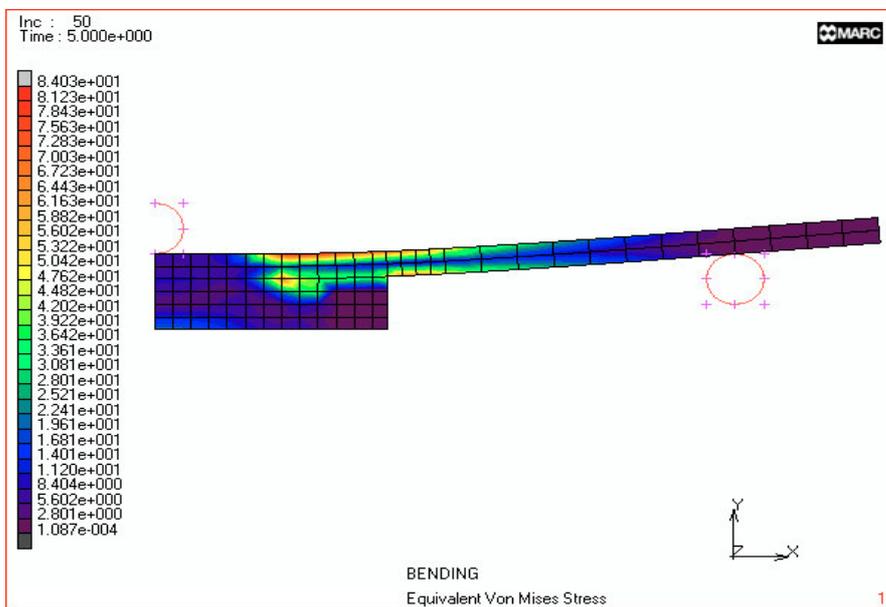


Figura 9.: Starea de tensiuni de forfecare în momentul începerii desprinderii

În figura 9 se poate observa că desprinderea placajului ceramic de componenta metalică se inițiază în momentul în care valorile deformațiilor cresc peste limita admisibilă. Deformația admisibilă se determină prin teste fizice simple de tracțiune aplicate materialelor, în mod independent, din care rezultă curbe tensiuni-deformații. Aceste curbe sunt asociate unui tip de comportare a materialului, și sunt determinate astfel valorile la care un metal devine plastic, apoi se rupe, și respectiv ceramica de placaj se fracturează.

Simularea numerică propusă de autori, spre deosebire de varianta fizică descrisă de McLean și Sced, a pus în evidență modul de desprindere a părții ceramice de suprafața aliajului. Prin metoda descrisă se poate crea o imagine completă asupra modului de propagare a fisurii și a evoluției în dinamică a zonelor critice de tensiune de la nivelul legăturii metalo-ceramice.

6. CONCLUZII

Calitatea adeziunii porțelanului la suprafața unui aliaj depinde de:

1. Adăugarea metalului oxidabil la aliajele de aur contribuie la procesul de adeziune prin formarea unui film oxidic la suprafață, care reacționează cu porțelanul și îl aduce în contact atomic cu metalul. Reacția de la acest nivel nu implică formarea unui component neidentificabil, ci dispariția interfeței prin interdifuziunea dintre oxid și porțelan. De aceea gravarea chimică a suprafeței aliajului înaintea aplicării masei ceramice este contraindicată.
2. Gradul de udare a metalului și implicit a oxidului metalic de către masa ceramică este esențială. În cazul aliajelor de aur, udarea de către porțelan este excelentă. Rugozitatea suprafeței va contribui la augmentarea rezistenței legăturii prin creșterea suprafeței de contact și posibil prin asigurarea unui efect mecanic de “cheie”, acesta rezistând tensiunilor de forfecare. Texturarea metalului se face prin sablare cu alumină 30microni pentru a asigura o suprafață optimă pentru retenția porțelanului. Rugozitatea excesivă de suprafață poate provoca tensiuni defavorabile concentrate la nivelul legăturii.
3. În sistemele experimentale, ușoara neconcordanță a expansiunilor termice dintre cele două componente poate genera apariția tensiunilor reziduale compresive în masa ceramică, cu apariția unei disjunctii înainte de a fi inițiată aplicarea forței de tracțiune; [8]
4. Din punct de vedere clinic, pare a fi mai importantă examinarea tipului de fractură, dacă acesta apare la nivelul interfeței sau se propagă prin masa ceramică. În condițiile unei tensiuni interne excesive ce apare în masa ceramică de placat nu se poate asigura succesul clinic al sistemului metalo-ceramic, deoarece nu se poate atinge o rezistență maximă a legăturii dintre cele două componente, rezistența, în acest caz, variind în funcție de condițiile clinico-tehnice de obținere a piesei protetice.

BIBLIOGRAFIE

- [1] *** *MARC - User's Guide*, MARC Analyses Research Corporation, 1996.
- [2] **Anusavice K. J., DeHoff P. H., Hojatie B., Gray A.** – *Influence of Tempering and Contraction Mismatch on Crack Development in Ceramic Surfaces*, J Dent Res, 68:1182, 1989;
- [3] **Dorsch P.** – *Thermal Compatibility of Materials for Porcelain Fused to Metal (PFM) Restorations*, Ceramic forum International, Ber Dt Keram Ges, 59:1, 1982;
- [4] **Fairhurst C. S., Anusavice K. J., Hashiger D. T., et al** – *Thermal Expansion of Dental Alloys and Porcelain*, J Biomed Mater Res, 14:435, 1980;
- [5] **Lavine, M. H., and Custer, F.** - *Variables Affecting the Strength of Bond between Porcelain and Gold*, J. Dent. Res. 45:32, 1969;
- [6] **Lienfelder et al.** – *Mechanical proprieties of High Fusing Gold Alloys used in Metal-Ceramic Techniques*, J Prosthet Dent, 21:523, 1969;
- [7] **McLean J. W., Sced I. R.** – *The Base Metal Alloy-Porcelain Bond*, Trans. Brit. Ceram. Soc., 5:235, 1973;
- [8] **McLean, John** – *The Science and Art of Dental Ceramics*, Quintessence Publ. Co., Chicago, vol I, 1979;
- [9] **O'Brien W. J.** – *Coesive Plateau Theory of Porcelain-Alloy Bonding*, Conference Proceeding, University of Sourthern California, 1977.
- [10] **Pătraşcu I. et colab.** – *Materiale Dentare – Lucrari Practice*, Ed. Horanda Press, Bucuresti 2002;
- [11] **Phillips R. W.** – *Scince of Dental Materials*, 9th edition, W. B. Saunders Co., 1991;