



CNA Padova, Settore medicale

Webinar 28.03.2022



# “Trattamento delle strutture metalliche e gestione della ceramizzazione ”

*Dipl. Ing. (FH) Christine Langenohl*

## RICERCA & SVILUPPO A VILAFRANCA D'ASTI



VICKERS



UNIVERSAL TESTING MACHINE



CORROSION



XRF



PARTICLE SIZER

IL LABORATORIO DI RICERCA E SVILUPPO PIU' ATTREZZATO NEL SETTORE DENTALE ITALIANO



DTA



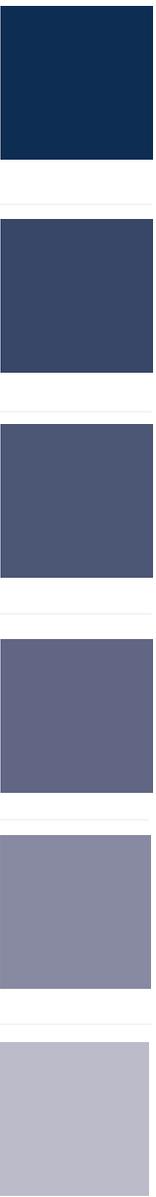
DILATOMETER



SEM & EDX

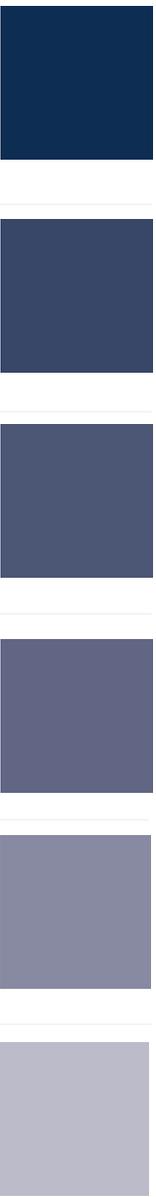


IPC



## IL SISTEMA METALLO CERAMICA

**LASER**  
*melting*

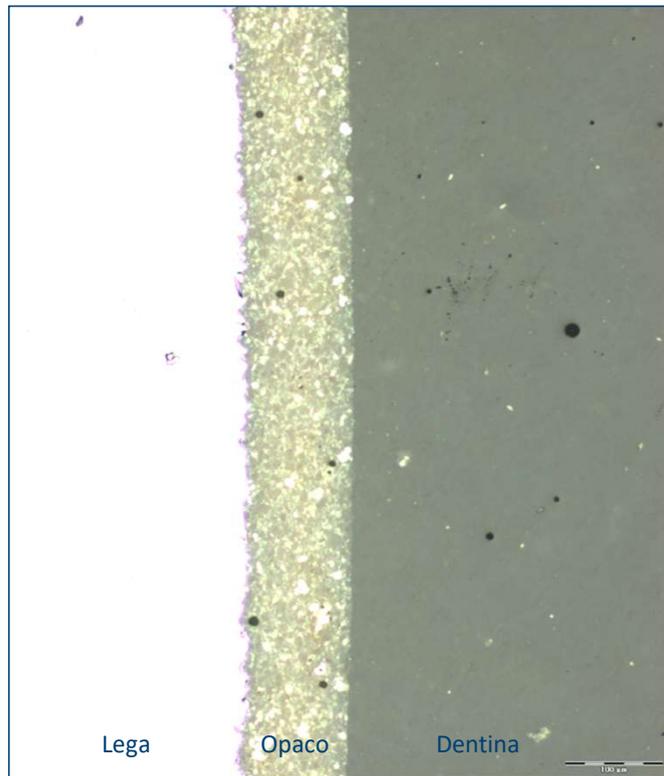


## KERAMIT NP – FUSO & FRESATO & LASER MELTING

DATI TECNICI					
Colore			Bianco		
Densità			g/cm <sup>3</sup>	8,3	
Intervallo di Fusione			°C	1305-1370	
Coefficiente di espansione termica		25 – 500°C	10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup>	13,9	
		25 – 600°C	10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup>	14,0	
Modulo elastico			GPa	210	
Limite Elastico			MPa	490	
Allungamento			%	10	
Adesione Schwickerath			MPa	> 40	
Durezza Vickers			HV10/30	285	
Resistenza alla Corrosione		E <sub>ocp</sub>		I <sub>300</sub>	I <sub>p</sub>
		-128 mV		649 mV	4,34 µAcm <sup>-2</sup>
Co	Cr	W	Mo	Si	Nb
63%	24%	8%	3%	1%	1%

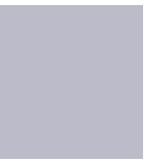


## MECCANISMO DI ADESIONE



### Lega non preziosa

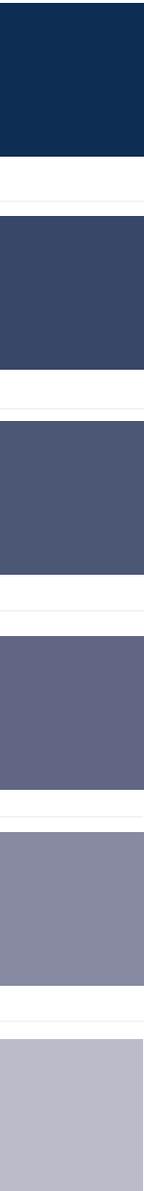
1. Forze di Van-der-Waals → determinante per la bagnabilità della superficie
2. Sollecitazione di pressione della ceramica → CET della struttura più elevato
3. Adesione meccanica mediante la micro ritenzione
4. ~~Ossidi di adesione → legami Si-O-Me~~



## PROTOCOLLO APPROVATO

### RIFINITURA

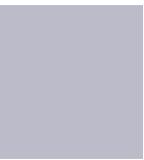
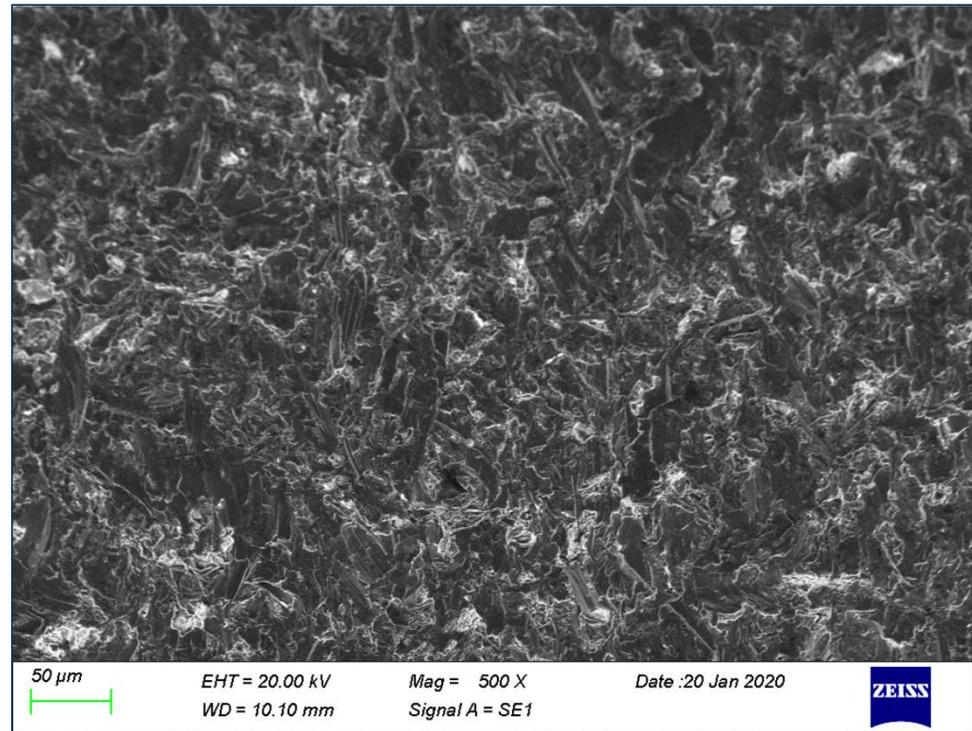
Frese carburo di tungsteno



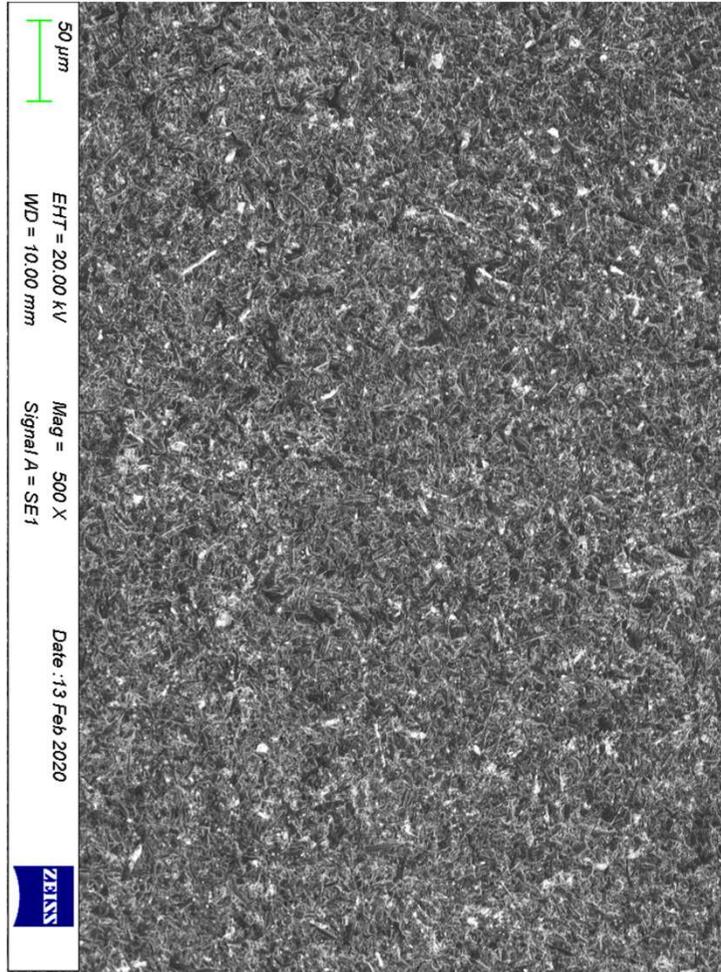
## PROTOCOLLO APPROVATO

### SABBIATURA

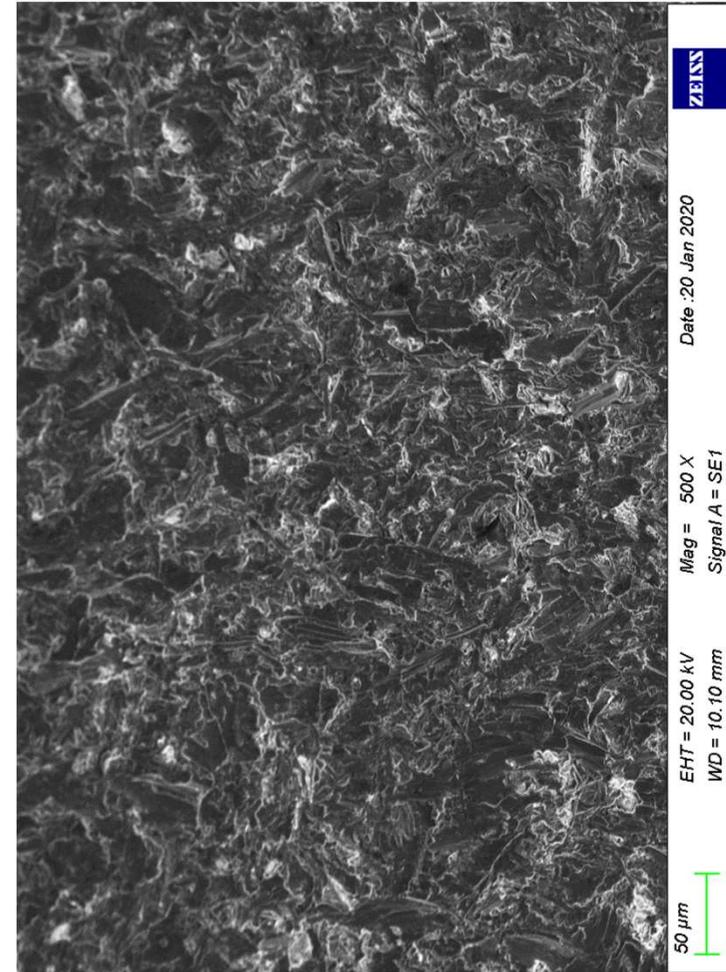
250  $\mu\text{m}$   $\text{Al}_2\text{O}_3$  e circa 3,5 bar



## PROTOCOLLO APPROVATO



90 µm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e circa 1 bar



250 µm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e circa 3,5 bar



## PROTOCOLLO APPROVATO

### TRATTAMENTO TERMICO – KERAMIT NP FUSO

650°C; 50°C/min; 960 - 980°C; 5 -10 min; con vuoto



by Ignazio Stassi

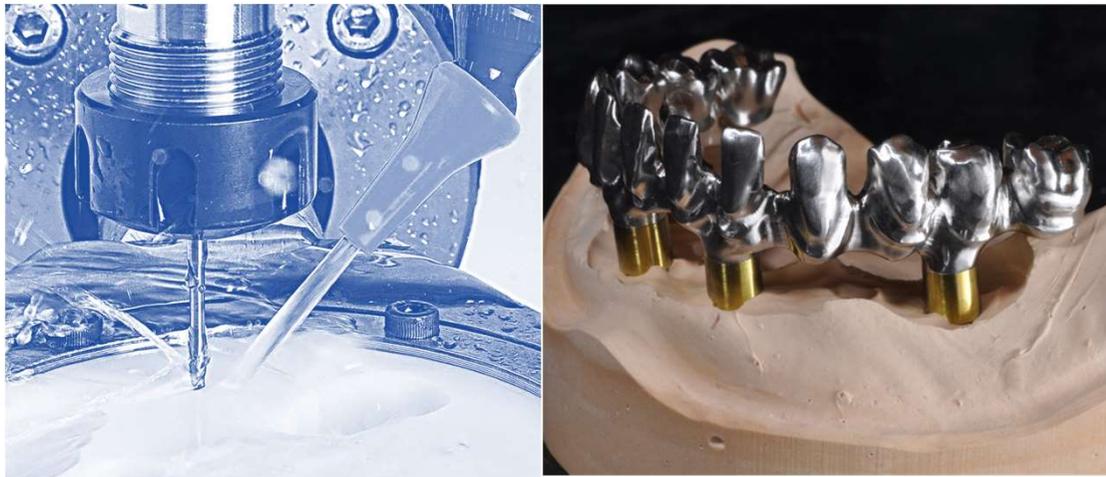
Per controllare la qualità della fusione e per diminuire eventuali tensioni, soprattutto in strutture complesse, si consiglia di effettuare il trattamento termico.



## PROTOCOLLO APPROVATO

### TRATTAMENTO TERMICO – SINERGIA DISK KERAMIT NP FRESATO

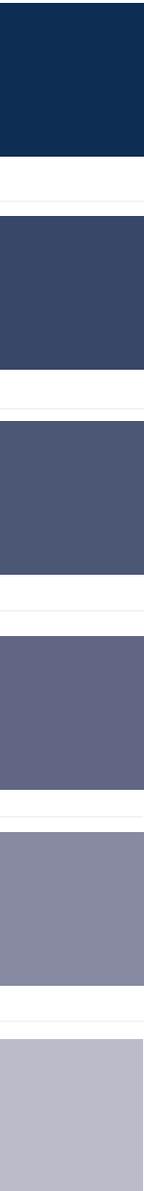
650°C; 50°C/min; 960 - 980°C; 5 -10 min; con vuoto



by Giuseppe Emanuele

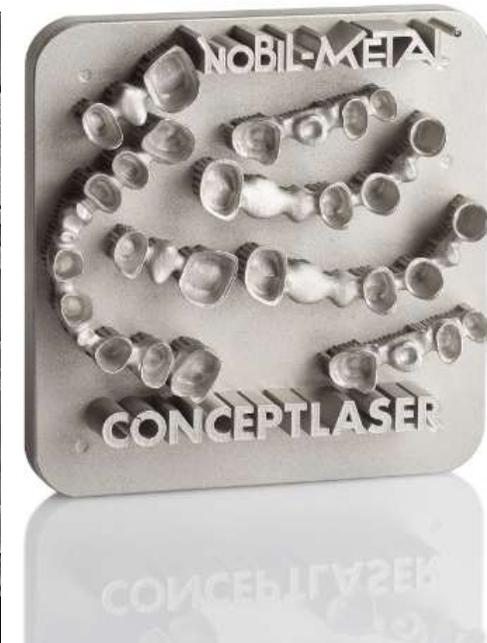
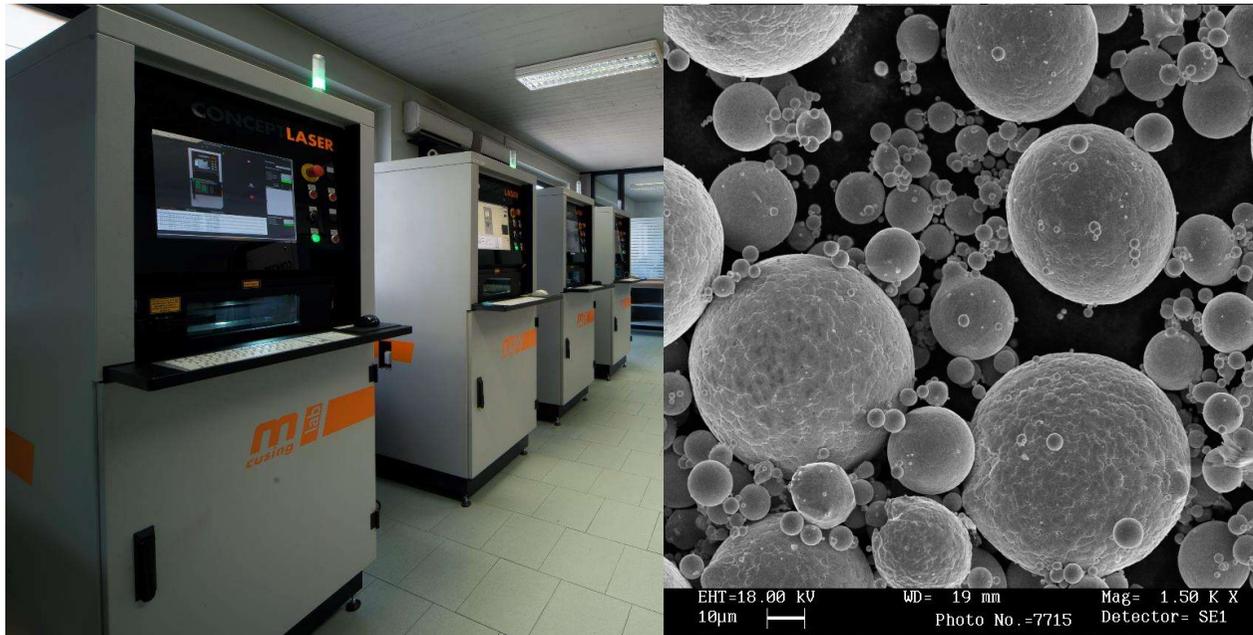


Per pulire la superficie da eventuali tracce di liquido di lubrificazione si consiglia di effettuare il trattamento termico delle strutture fresate in **SINERGIA DISK KERAMIT NP**.



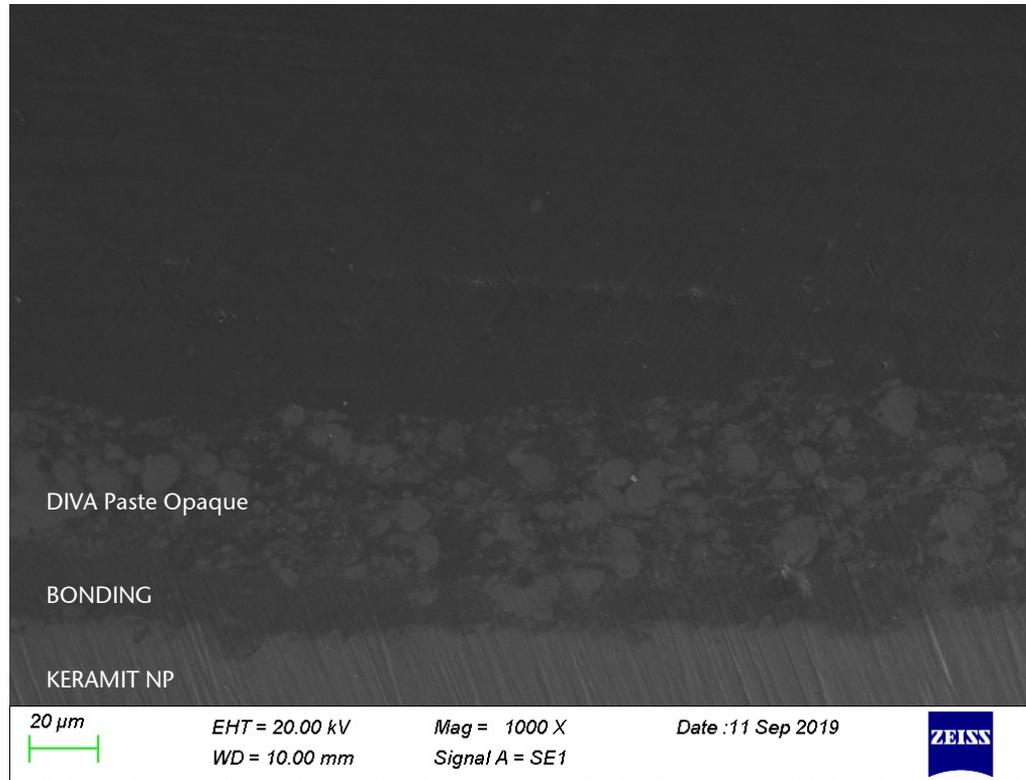
## PROTOCOLLO APPROVATO

### TRATTAMENTO TERMICO



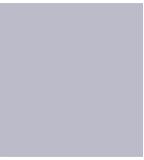
Non è necessario di effettuare un trattamento termico in laboratorio perché le strutture realizzate in slm verranno trattate già nel processo di produzione presso il reparto SINERGIA

## PROTOCOLLO APPROVATO



Microscopio SEM, ingrandimento 1000x

NM BONDING inibisce un'eccessiva ossidazione della struttura base del cobalto, con il risultato di una ceramizzazione senza problemi.



## LA STORIA DELLA PORCELLANA DENTALE

### 2.4.3.1 Feinkeramische Massen\*

$\alpha$  mittlerer linearer Ausdehnungskoeffizient,  $\lambda$  mittlere Wärmeleitfähigkeit

	Dichte g cm <sup>-3</sup>	offene Porosität Vol.-%	Biegefestigkeit		E-Modul GPa	$\alpha_{(20-100)^{\circ}\text{C}}$ 10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup>	$\lambda_{(20-100)^{\circ}\text{C}}$ Wm <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup>
			glasiert MPa	unglasiert MPa			
1. Hartporzellan (C-110)	2,3–2,4	0	60	50	70	3–6	1–2,5
2. Preßporzellan (C-111)	2,2–2,3	0–3		40	50	3–5	1–2,5
3. Cristobalitporzellan (C-112)	2,3–2,35	0	100	80	70	6–8	1,4–2,5
4. Tonerdeporzellan (C-120)	2,3–2,8	0	110	90	80–100	3–6	1,2–2,6
5. Tonerdeporzellan mit hoher Festigkeit (C-130)	2,6–3,3	0	160	140	100–180	4–7	1,5–4,0
6. Zirkonporzellan	3,4–3,8	0–1		200	140	3,5–5,5 <sup>1</sup>	
7. Steatit (C-220)	2,6–2,65	0		120	80	7–9	2–3
8. Cordierit (C-410)	2,2–2,5	0–1		60	70–100	1–3	1,5–2,5
9. Lithiumkeramik	2,4	0–3		50		0,06–0,85 <sup>2</sup>	

<sup>1</sup>  $\alpha_{(20-700)^{\circ}\text{C}}$     <sup>2</sup>  $\alpha_{(20-500)^{\circ}\text{C}}$



All'inizio il problema fondamentale della porcellana come rivestimento per strutture in metallo era il CET ( $\alpha$ ) troppo basso.

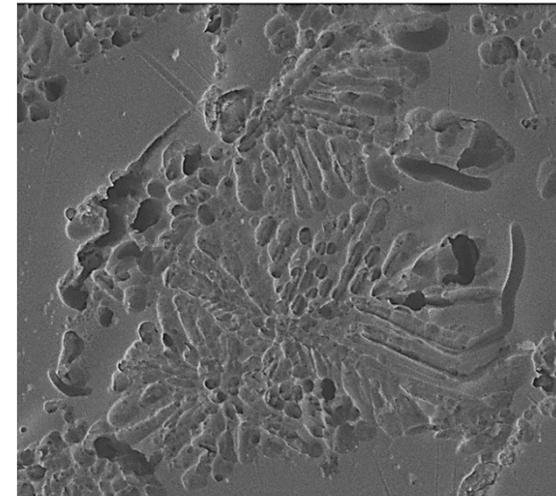
Per questo motivo la porcellana si crepava o addirittura si staccava dalla struttura dopo la cottura.

[1] D'Ans, Lax: Taschenbuch für Chemiker und Physiker; Band III S. 982. Springer Verlag; [2] Brevier technische Keramik - Porzellane

## LA STORIA DELLA PORCELLANA DENTALE



LEUCITE  $\text{K}[\text{AlSi}_2\text{O}_6]$

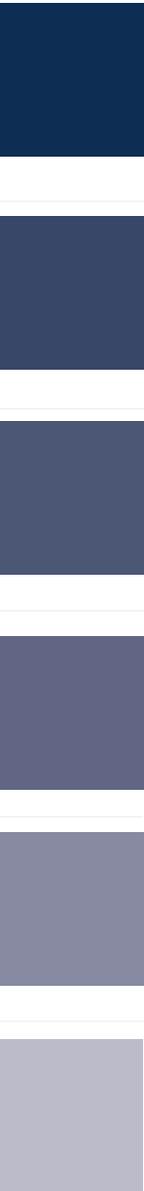


DIVA SEM, ingrandimento 5000x

Nel corso degli anni 50 Weinstein ha trovato una soluzione, descritta nel suo brevetto [1], che è la base di tutte le ceramiche da rivestimento moderne.

Per aumentare il CET della ceramica ha aggiunto una quantità importante di ossido di potassio, che risulta nella formazione di leucite. Tramite la quantità di leucite è possibile di regolare il CET in modo di arrivare ad una situazione ideale.

[1] Weinstein, A.B., Katz, S.: Fused Porcelain-to-Metal Teeth. U.S. Patent No. 3052982 (1962).



## CERAMICA SINTETICA vs. FELDSPATICA



QUARZO  $\text{SiO}_2$



CAOLINO  $\text{Al}_2\text{O}_3$



OSSIDO DI POTASSIO  $\text{K}_2\text{O}$

VS



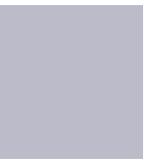
FELDSPATO  $\text{K}[\text{AlSi}_3\text{O}_8]$

$T_{\text{fusione}} \sim 1150^\circ\text{C}$

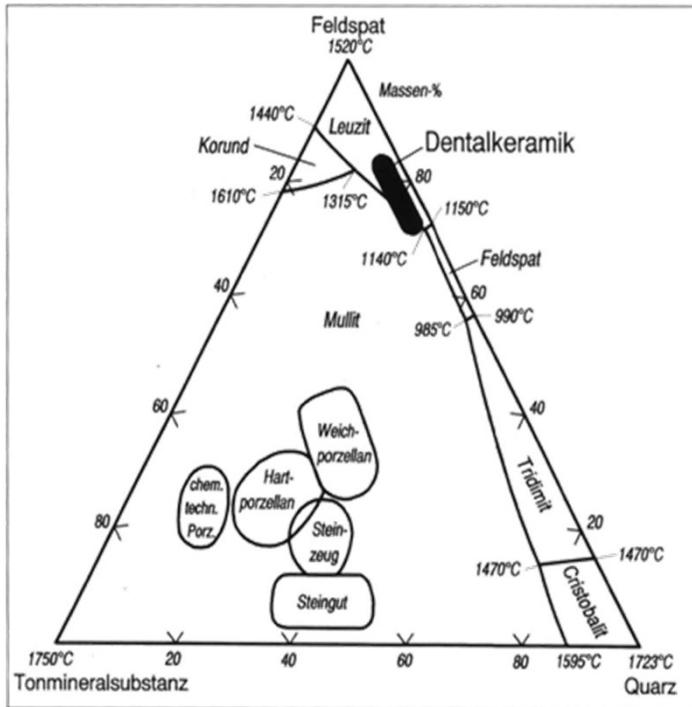
Sinterizzazione in fase solida  $\sim 0,8$

Quando come materia prima è possibile e si utilizzano tutti i componenti singolarmente =  
ceramica sintetica

Quando si utilizza il feldspato si parla di una ceramica feldspatica.



## CERAMICA SILICIO

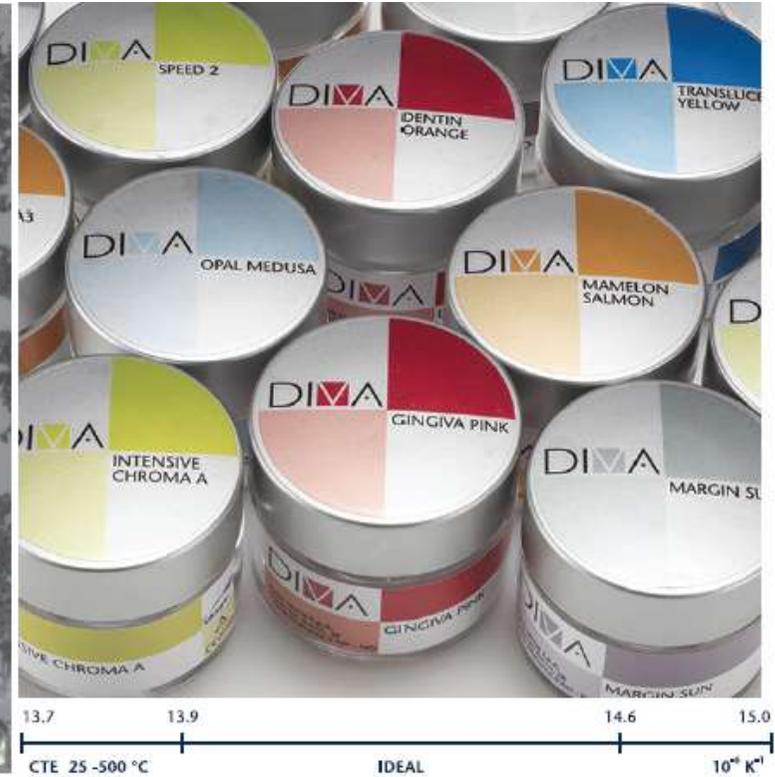
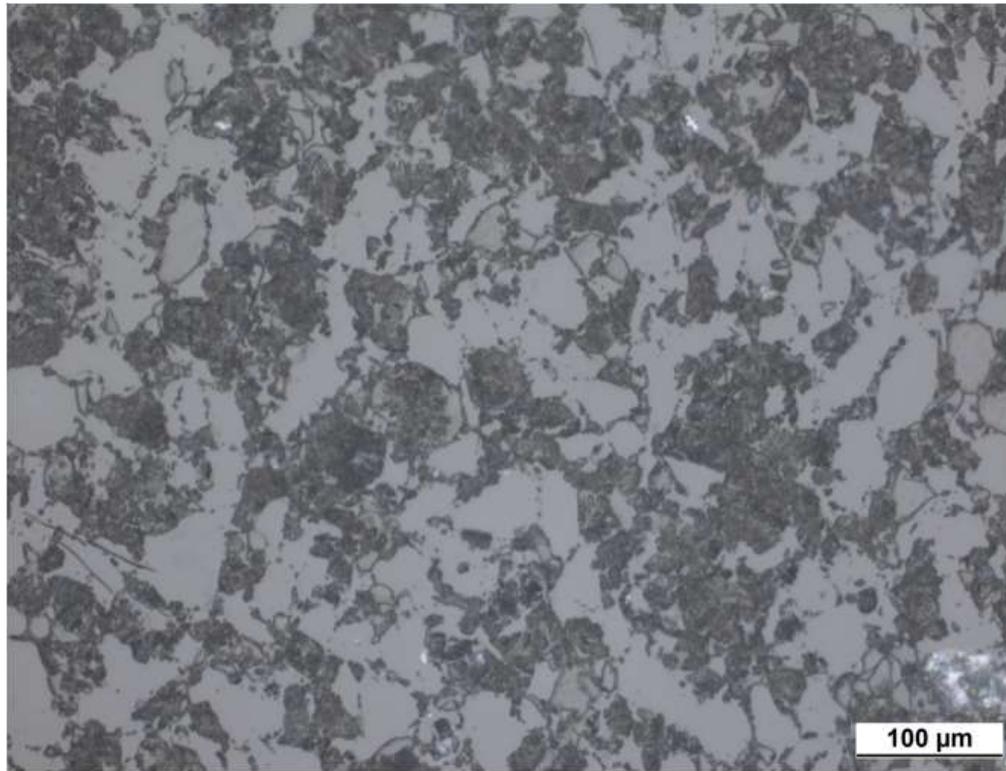


COMPOSIZIONE	[%]
SiO <sub>2</sub> (ossido di silicio/quarzo)	60-70
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (ossido di alluminio)	10-15
K <sub>2</sub> O (ossido di potassio)	11-16
Na <sub>2</sub> O (ossido di sodio)	4-8
CaO (ossido di calcio)	X
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (anidride borica)	X

Con una composizione che entra nel range tipico si può ottenere sia un vetro puro, con un  $CET_{25-500^{\circ}C}$  tra  $0-10 \times 10^{-6}K^{-1}$  che una vetro-ceramica con un  $CET_{25-500^{\circ}C}$  elevato fino a  $20 \times 10^{-6}K^{-1}$   
La componente principale è sempre ossido di silicio, da quale deriva il nome «ceramica silicio»

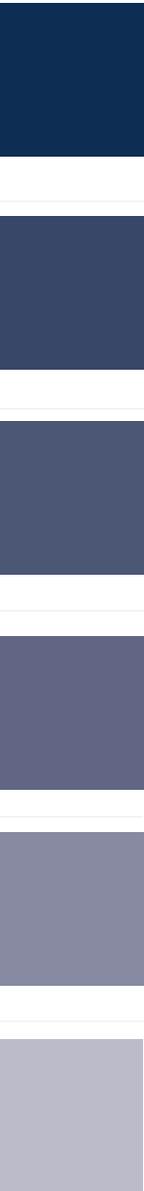
[1] Lage der dentalkeramischen Massen im Dreistoffsystem K<sub>2</sub>O- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>- SiO<sub>2</sub> (nach Salmang und Scholze, 1968)

## DIVA AL MICROSCOPIO OTTICO 500x

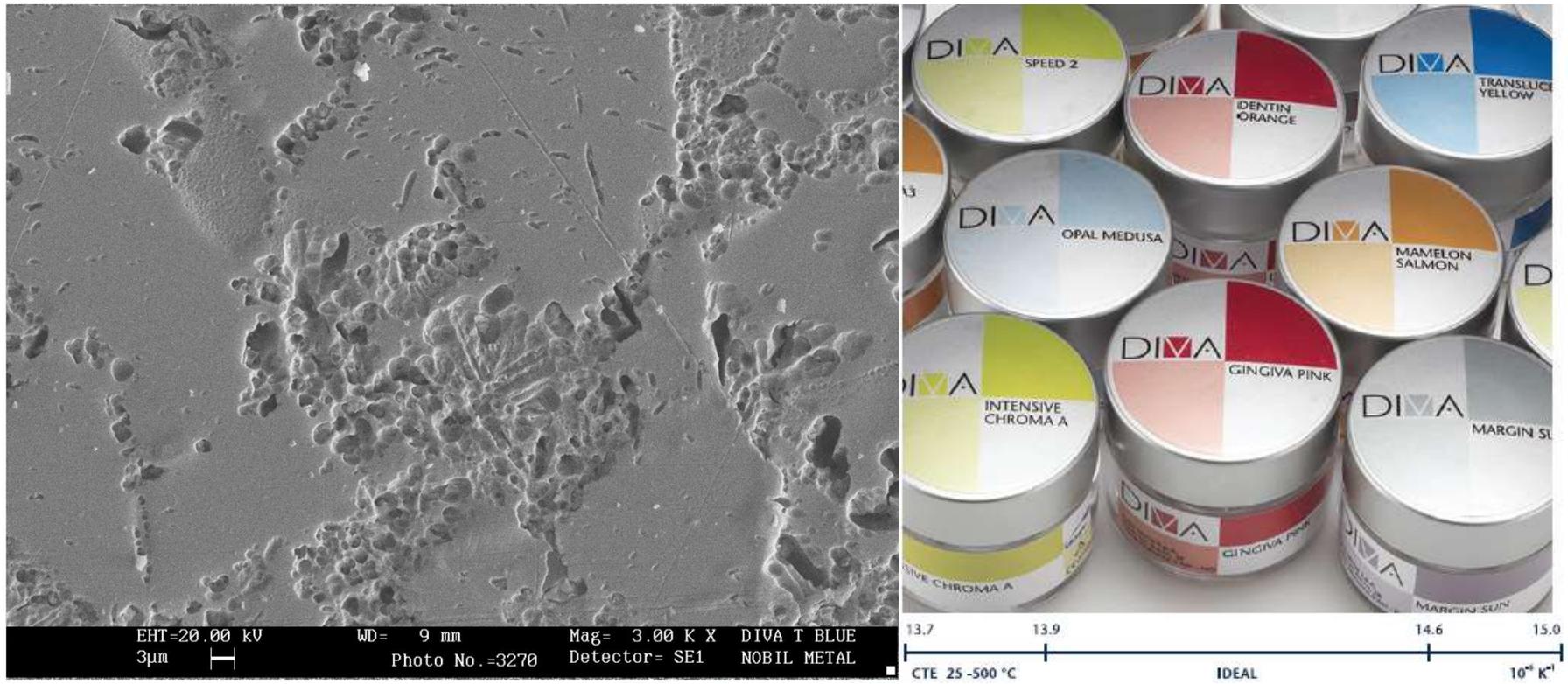


Secondo Lenz [1] si ottiene una distribuzione positiva delle tensioni se il CET della ceramica di rivestimento è di 1-2 punti inferiore a quello della struttura.

[1] J. Lenz: Zur Abstimmung der Wärmedehnkoeffizienten von Legierung, Dentin und Opaker. dental-labor, XLVI, Heft 11/98

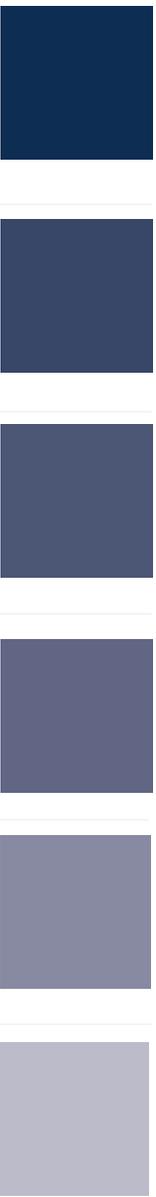


## DIVA AL MICROSCOPIO OTTICO 1000x

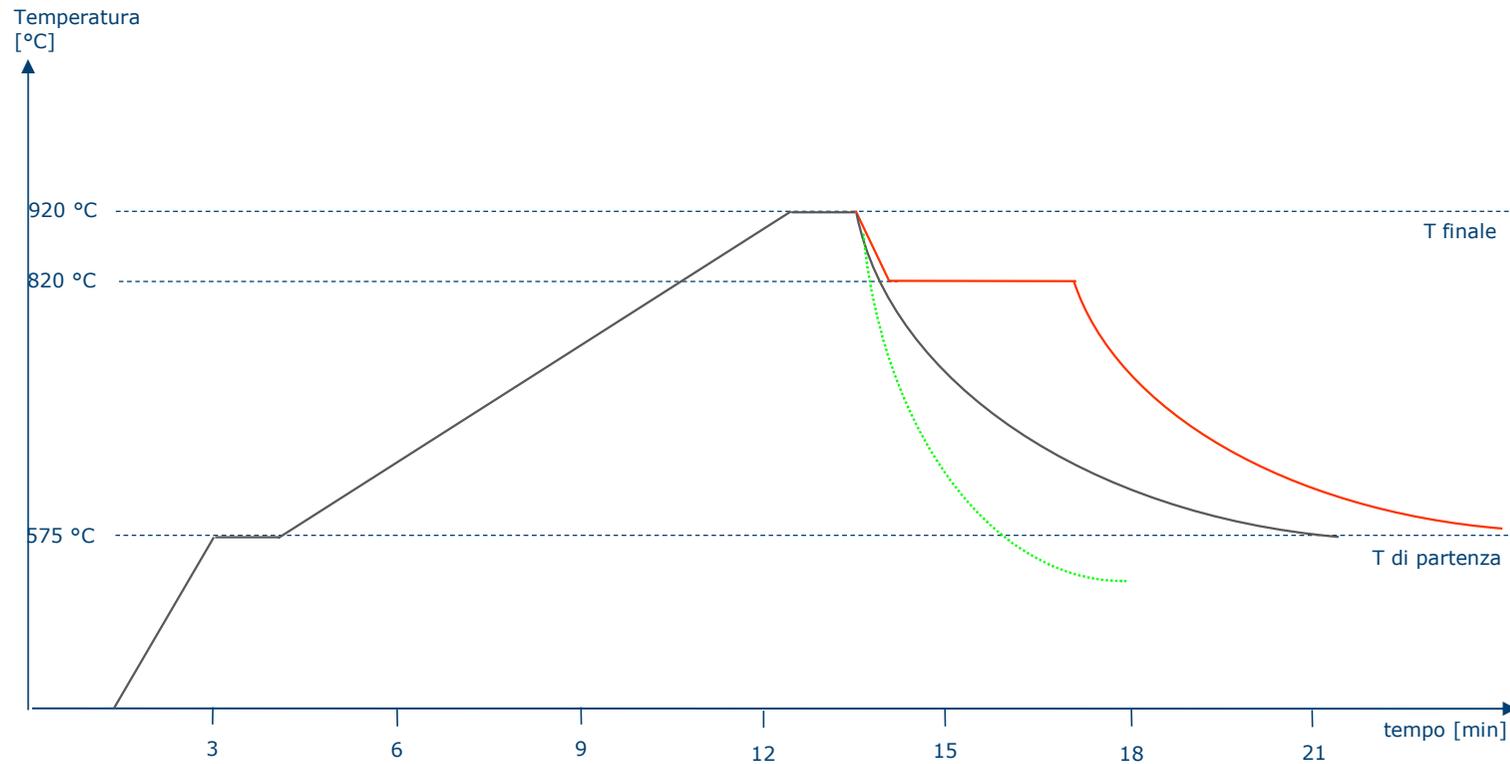


La caratteristica delle vetro ceramiche di rivestimento sono i cristalli di leucite che servono per regolare il CET.

[1] J. Lenz: Zur Abstimmung der Wärmedehnkoeffizienten von Legierung, Dentin und Opaker. dental-labor, XLVI, Heft 11/98



## LA COTTURA IN LABORATORIO



- ..... = cottura rapida
- = raffreddamento normale
- = raffreddamento lento / tempera

Oltre alla composizione Hahn [1] descrive il processo di cottura come fattore importante per la formazione di leucite.

[1] Hahn, C. Teuchert, K.: Bedeutung des glaskeramischen Systems K<sub>2</sub>O-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> in der dentalen Aufbrenntechnik. Ber.Dt. Keram.Ges. 57 (1980) Nr.9-10



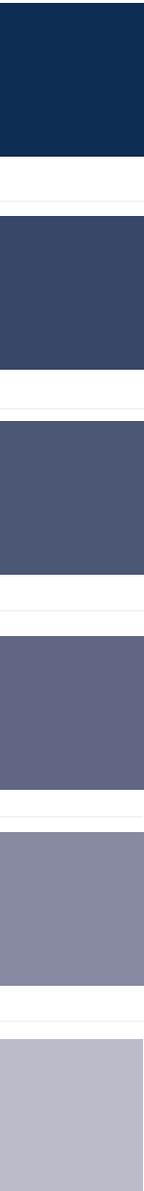
## LEGHE A BASE DI COBALTO

Più è bassa la conducibilità termica della struttura e più sono grandi le tensioni termiche della ceramica.

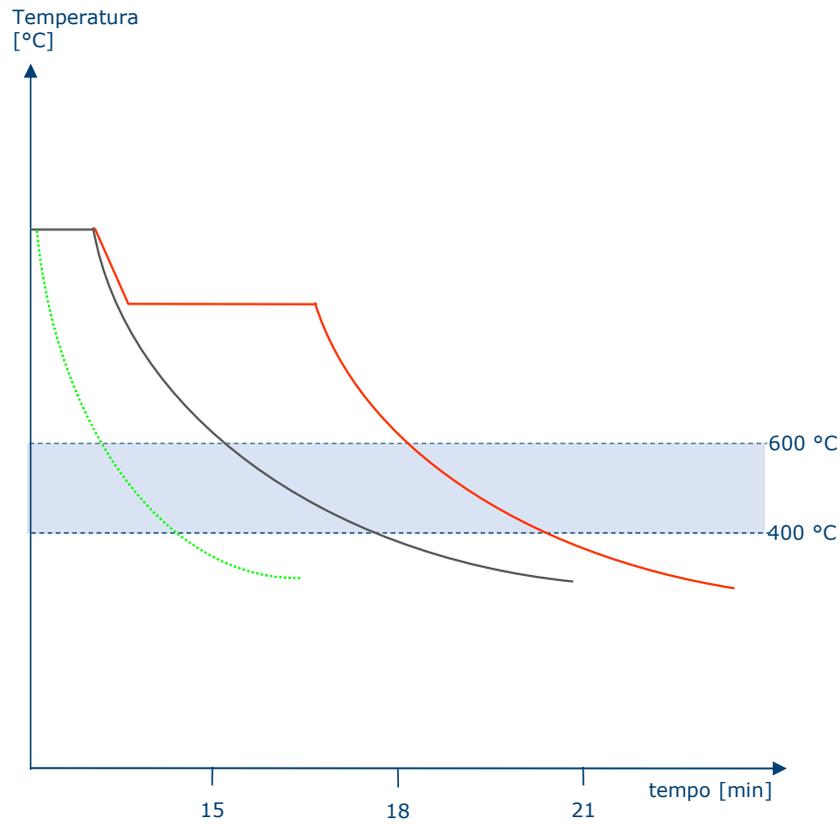
Conducibilità termica [W/K *m]	
Au	~ 320
Ag	~ 430
Pd	~ 72
cromo cobalto	~ 10
Vetroceramica	~ 4
ZrO <sub>2</sub>	~ 2

Dati fisici d'una lega cromo cobalto* ad alta temperatura	
Conducibilità termica [W/K*m]	400°C = 16,8
	500°C = 18,7
	600°C = 20,7
Limite elastico [GPa]	400°C = 197
	500°C = 188
	600°C = 181

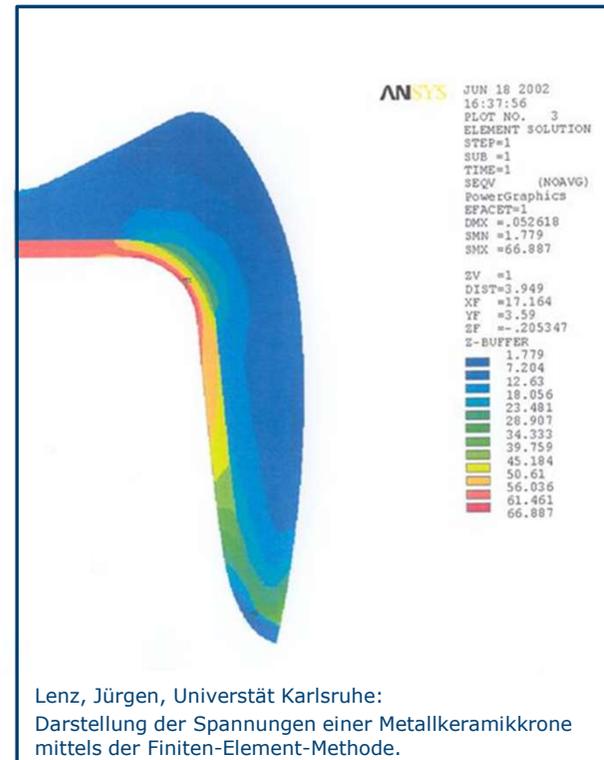
\* HAYNES 25 alloy: 51% Co, 20% Cr, 10 Ni%, 15% W ...



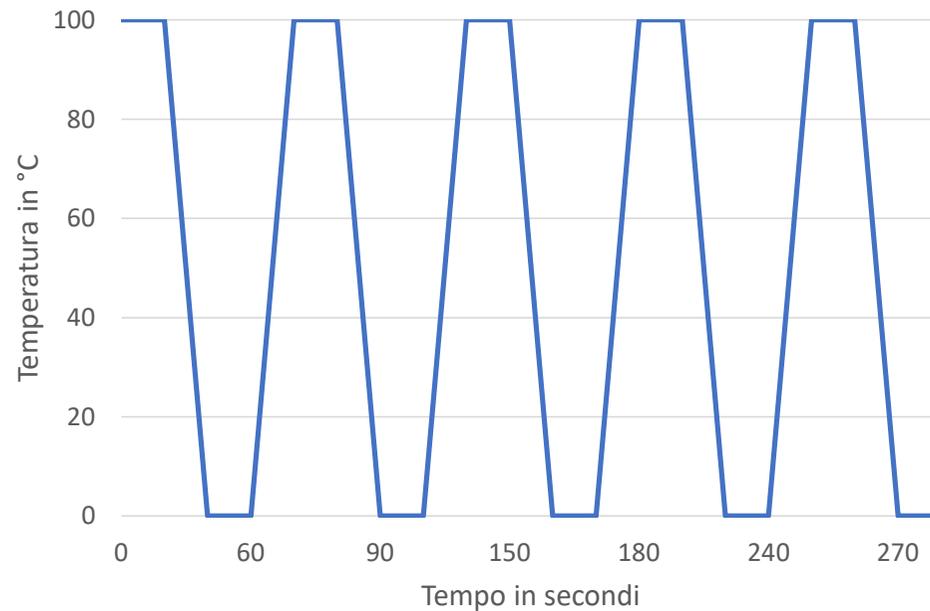
## GRADIENTE DI TEMPERATURA



..... = raffreddamento veloce  
 ————— = raffreddamento normale  
 ————— = raffreddamento lento / tempera

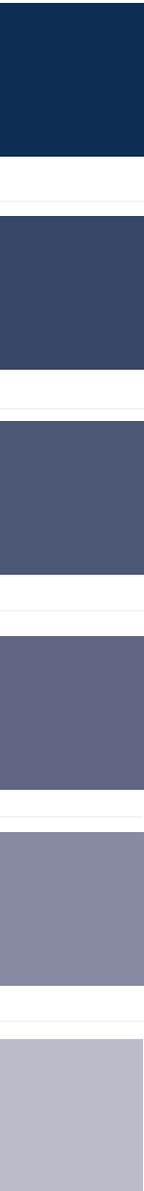


## VERIFICARE LA COMPATIBILITA'



Test di shock termico con ponti di quattro elementi

- 5 volte dall'acqua bollente a quella ghiacciata
- Per individuare eventuali crepe tardive, i campioni vengono conservati per due giorni prima e dopo il shock termico



## PROTOCOLLO APPROVATO

### CONSIGLIO PER IL RAFREDDAMENTO

Nobil Metal	DIVA	normale
Dentsply	Ceramco 3	normale
Willi Geller	Creation CC	normale
DeguDent	Duceram kiss	lento
VITA Zahnfabrik	VITA VM 13	normale
VITA Zahnfabrik	VITA VMK Master	normale
Ivoclar	IPS D.Sign	lento
Ivoclar	IPS InLine	normale
Noritake	EX-3 Superporcelain	normale
Dentaurum	Ceramotion Me	normale



by Giuseppe Emanuele

#### NORMALE

alla fine della cottura, dopo il mantenimento a temperatura finale, la camera del forno si apre immediatamente ed interamente. Per tenere le tensioni termiche basse si consiglia di lasciare raffreddare il lavoro ceramizzato sulla base del forno aperto per qualche minuto (linea guida: finché non è raggiunta la temperatura start sul display).

#### LENTA

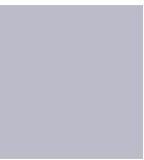
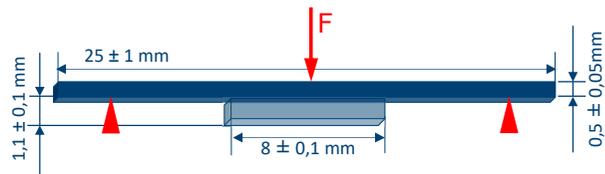
alla fine della cottura si procede con una fase di tempera di 3 minuti al 90% della temperatura finale.



## RICERCA UNIVERSITARIA

### Test di Schwickerath conforme a EN ISO 9693

(circa 56 – 58 MPa, richiesta minima 25 MPa)

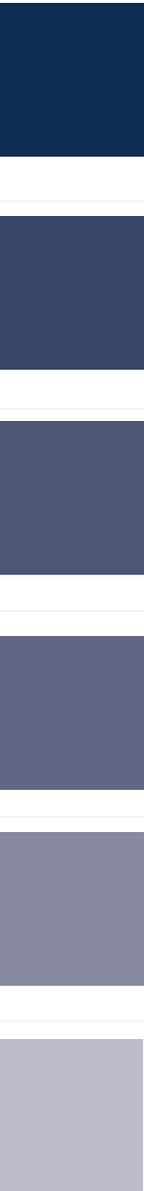


## Bond Strength of Co-Cr/Ceramic Produced With Three Different Technologies

**Purpose:** To evaluate metal-ceramic bond strength of a cobalt–chrome (Co–Cr) dental alloy realized using three different technique, two kind of ceramic with or without metal bonding. **Methods and materials:** 3 groups of 40 Co–Cr metal bars (Keramit NP, Nobil Metal, Villafranca d’Asti, Italy) were prepared using lost wax casting (LWC), CAD–CAM (Synergy Drive Keramit NP) and Selective Laser Sintering (SLS) methods (Keramit NP-S). Each group was divided into 2 subgroups and veneered with two different ceramic systems Ceramco iC (CiC) (Dentsply) and Noritake Super Porcelain EX-3 (NSP) (Noritake) with or without ceramic primer (NMB) (NM Bonding; Nobil Metal). Ten bars from each subgroup were loaded According to ISO 9693-1: 2012, dimensions of 25mm× 3mm× 0.5mm with 1.1mm of porcelain fused onto an 8mm× 3mm rectangular area in the center of each bar. The specimens were placed in a three-point bending test. Data were statistically analyzed using one-way ANOVA, and Tuckey Kramer test was used for multiple comparisons (p-value=0.05) using the statistical software JMP (SAS Institute Inc., Cary, NC, USA). The specimens from each group were observed under stereomicroscope and SEM.

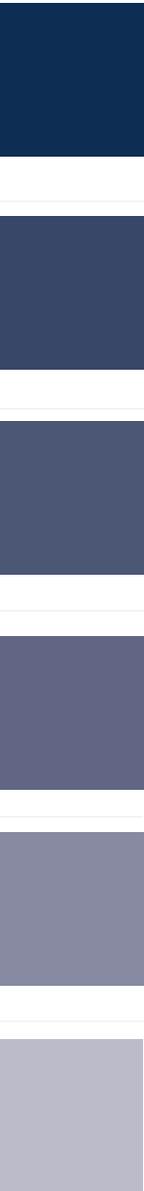
### Results:

1. All specimens satisfied the ISO 9693-1: 2012 requirements for  $t_b > 25\text{MPa}$ .
2. The results showed no significant differences between the LWC with and without ceramic primer, CAD/CAM and SLM, with the two ceramic systems and the application of metal bonding.



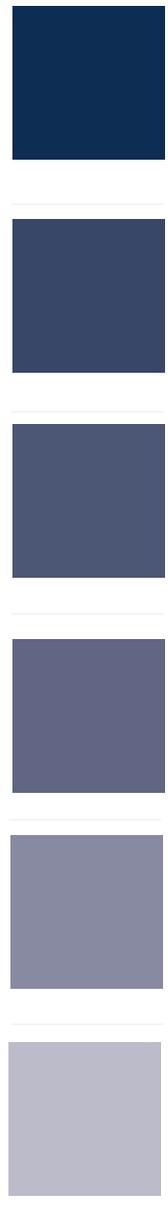
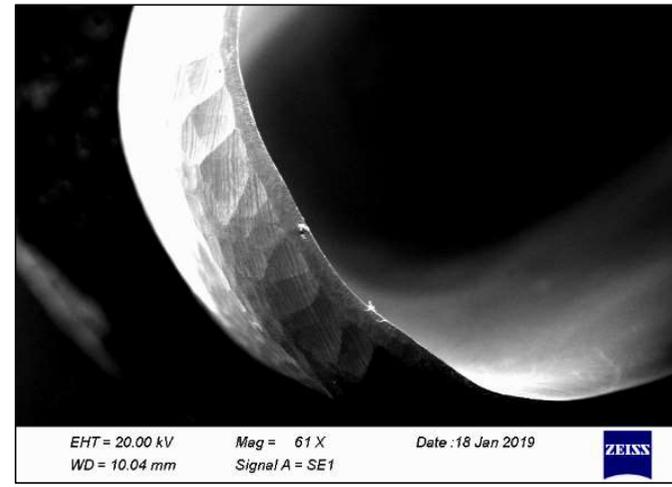
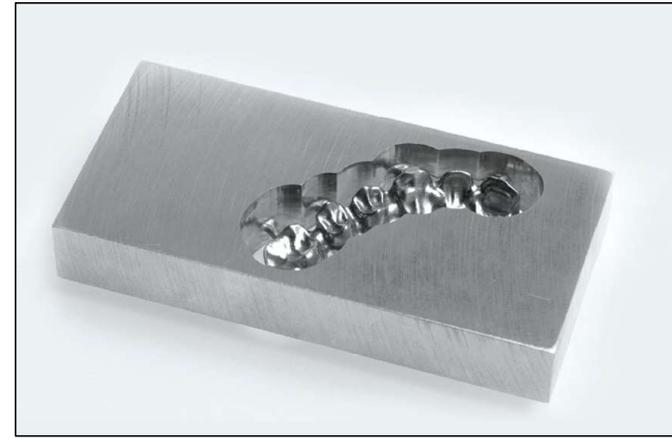
## WORKING SOLUTION DIVA & LEGHE PREZIOSE

**GOLD**  
*milling*



## PERCORSO REALIZZATO IN AZIENDA

**GOLD**  
*milling*

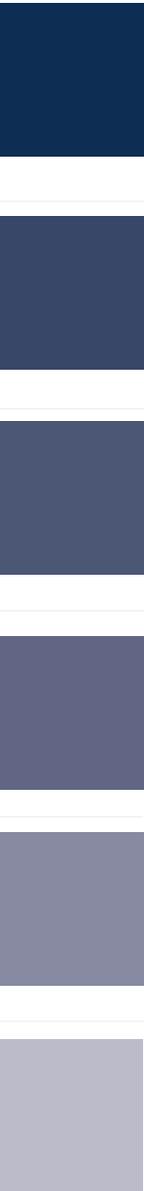


## GOLD MILLING - PAL KERAMIT

**GOLD**  
*milling*



DATI TECNICI PAL KERAMIT			
Composizione	Pd 57.4% - Ag 32.0% - In 1.0% Sn 8.0% - Ga 1.5% - Ru x		
Densità	g/cm <sup>3</sup>	11,2	
Intervallo di Fusione	°C	1080 - 1240	
CET	25 – 500°C	10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup>	14,6
	25 – 600°C	10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup>	14,9
Modulo elastico	GPa	120	
Limite Elastico	MPa	530 - 560	
Carico di rottura	MPa	720 - 840	
Allungamento	%	22 - 18	
Durezza Vickers	HV5/30	280 - 340 - 355	

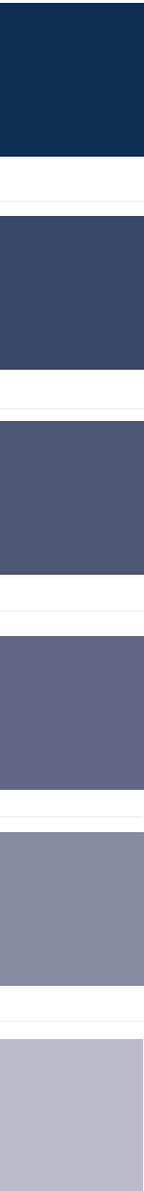


## GOLD MILLING - KERAMIT 150

**GOLD**  
milling



DATI TECNICI KERAMIT 150			
Composizione	Au 15.0% - Pd 52.2% - Ag 20.2% - In 6.0% - Sn 5.3% Ga 1.0% - Ru x		
Densità	g/cm <sup>3</sup>	12,3	
Intervallo di Fusione	°C	1130 - 1250	
CET	25 – 500°C	10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup>	14,2
	25 – 600°C	10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup>	14,5
Modulo elastico	GPa	115	
Limite Elastico	MPa	600 - 680	
Carico di rottura	MPa	620 - 780	
Allungamento	%	20 - 17	
Durezza Vickers	HV5/30	255 - 270 - 280	



## PROTOCOLLO APPROVATO

### RIFINITURA

Frese al carburo di tungsteno

### SABBIATURA

90  $\mu\text{m}$   $\text{Al}_2\text{O}_3$  e circa 1 bar

### OMOGENEIZZAZIONE

650 °C; 50°C/min; 980 °C; 5 -10 min; con vuoto

### SABBIATURA

90  $\mu\text{m}$   $\text{Al}_2\text{O}_3$  e circa 0.5 bar

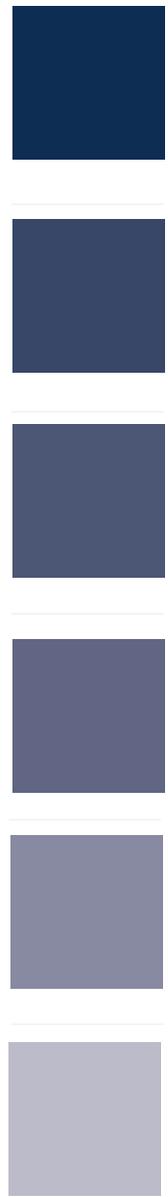
### OSSIDAZIONE

650 °C; 50°C/min; 980 °C; 5 -10 min; senza vuoto

**GOLD**  
*milling*



GRAZIE PER LA VOSTRA ATTENZIONE!



**NOBIL-MET**  
ALLOYS & DENTAL SOLUTIONS