

REPORT

Nr. 17 | giugno 2006

Dalla Ricerca & Sviluppo della Ivoclar Vivadent AG
FL-9494 Schaan / Liechtenstein



IPS e.max

INDICE

4

Dr. Thomas Völkel

Editoriale

6

Dr. Harald Bürke

IPS e.max Press ed IPS e.max CAD

Due vetroceramiche allo stato dell'arte

17

Frank Rothbrust

IPS e.max ZirCAD

L'ossido di zirconio – "l'oro bianco"

26

Marcel Schweiger

IPS e.max Ceram

La ceramica da rivestimento estetico universale – One for 4

34

Marcel Schweiger

IPS e.max ZirPress

La ceramica da rivestimento estetico pressabile

37

Harald Kerschbaumer

IPS e.max

Lo sviluppo dal punto di vista dell'odontotecnico e come responsabile colorazione dei materiali dentali

41

Dr. Alexander Stiefenhofer | Harald Kerschbaumer

IPS e.max

Due casi pratici



Dr. Thomas Völkel

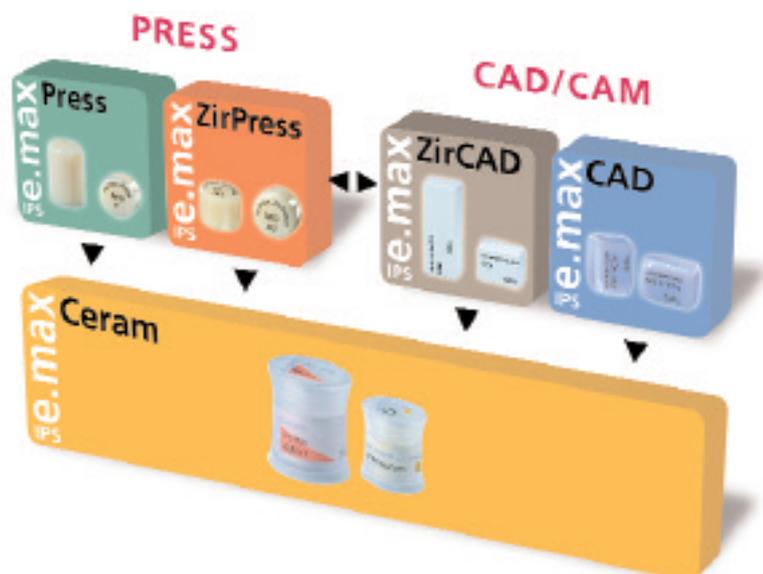
Con l'introduzione di IPS Empress nel 1991, la Ivoclar Vivadent ha sfondato il mercato nel campo dello sviluppo di restauri dentali in ceramica integrale. IPS Empress è una vetroceramica composta da una matrice di vetro e componenti cristalline di rafforzamento. I cristalli di IPS Empress sono di leucite. La ceramica possiede una sufficiente resistenza, in modo tale da poter essere impiegata per corone, inlays, onlays e faccette. In questi campi di impiego è in grado di sostituire i metalli, rispettivamente le leghe, migliorando drasticamente la biocompatibilità e l'estetica dei restauri dentali. I restauri IPS Empress vengono realizzati attraverso un'efficiente tecnica di termopressatura, che porta a risultati di elevata precisione. Questa tecnica di lavorazione per lavori in ceramica integrale si è affermata e nonostante IPS Empress sia tuttora leader di mercato, nel frattempo esistono ca. 25 sistemi di altri produttori.

In particolare, al centro dell'attenzione dei nuovi sviluppi nel campo della ceramica integrale si è trovato l'aumento della resistenza e l'ottimizzazione dei procedimenti per la produzione dei restauri. Un'ottimizzazione della resistenza è stata ottenuta con la vetroceramica a base di silicato di litio IPS Empress 2. La resistenza di questa ceramica, rispettando gli spessori previsti e le sezioni delle connessioni, consente la realizzazione di ponti anteriori di tre elementi.

Resistenze ancora più elevate si ottengono con le ceramiche a base di ossidi. L'ossido di zirconio stabilizzato con ittrio possiede una resistenza che si avvicina a quella dei metalli e viene già considerato come un'ideale alternativa al metallo. I dati clinici riguardanti lunghi periodi di tempo sono ancora piuttosto rari, ma sembrano finora molto ben promettenti.

I sistemi CAD/CAM si sono rivelati dei metodi di lavorazione in costante aumento. Sistemi sempre più innovativi, che permettono la precisa scansione delle forme e la lavorazione, si stanno affermando sul mercato. IPS Empress CAD è una ceramica a base di leucite della Ivoclar Vivadent, ideata per la fresatura nelle apparecchiature CEREC. Il vantaggio di questo metodo consiste nel fatto che il restauro è realizzabile chair-side, riducendo drasticamente il tempo del trattamento. Le ceramiche a base di ossidi, come l'ossido di zirconio, sono lavorabili in modo ottimale soltanto meccanicamente.

Il nuovo sistema di ceramica integrale **IPS e.max** permette all'utilizzatore di elaborare l'intero spettro di indicazioni con un unico sistema. Per la realizzazione di strutture sono a disposizione tutti i materiali sia per la tecnologia di pressatura che per il procedimento CAM.



EDITORIALE

- **IPS e.max Press** è una vetroceramica a base di disilicato di litio per la tecnologia di pressatura. La resistenza alla frattura di 400 MPa permette la realizzazione di strutture di ponti di 3 elementi fino al secondo premolare come pilastro distale.
- **IPS e.max CAD** è una vetroceramica a base di disilicato di litio, che però è disponibile in forma di blocchetto in una fase di metasilicato precristallizzato. Questo blocchetto appare blu, è più morbido ed è pertanto fresabile in forma di strutture per corone senza grande dispendio di strumenti e di tempo. In una successiva cottura di cristallizzazione si ottiene la definitiva forma di disilicato di litio, che presenta resistenze intorno a 360 MPa.
- **IPS e.max ZirCAD** è un blocchetto di ossido di zirconio presinterizzato, che presenta minime quantità di ossido di ittrio per la stabilizzazione della fase tetragonale metastabile. Allo stato presinterizzato il blocchetto presenta una morfologia porosa, simile al gesso. Dopo la fresatura della struttura, nel corso di un processo nel quale si raggiungono temperature di 1500°C, l'ossido di zirconio viene sinterizzato. Il materiale risultante possiede ora la necessaria elevata resistenza finale di oltre 900 MPa. Durante il processo di sinterizzazione avviene una contrazione volumetrica del 20% ca., questa perdita volumetrica è già calcolata nel programma di fresatura.
- I restauri in ossido di zirconio rappresentano soltanto la struttura. Per motivi estetici, la superficie di aspetto bianco-opaco, deve essere ricoperta con una ceramica trasparente. Una ricostruzione di questo tipo è possibile con **IPS e.max ZirPress**. In tal caso, con l'affermata tecnica di pressatura IPS Empress, si pressano i grezzi ZirPress sulle strutture in ossido di zirconio.
- **IPS e.max Ceram** funge da materiale da stratificazione sinterizzabile su tutti i materiali IPS e.max.

Il Report Nr. 17 fa' parte di una serie di edizioni che si sono occupate dell'argomento ceramica integrale. Nel Nr. 6 si è descritta "IPS Empress – a new ceramic technology. Il Nr. 10 si è occupato di "IPS Empress: scienza dei materiali e clinica" ed "IPS Empress 2: il ponte in ceramica integrale e più..." è stato il titolo del Report Nr. 12. Mentre nel fascicolo Nr. 16 è stata pubblicata una raccolta di articoli riguardanti la ceramica integrale, nel Report Nr. 17 si illustreranno le caratteristiche del materiale e la lavorazione dell'intero sistema IPS e.max.

Il Direttore dello sviluppo ceramica Marcel Schweiger ed i suoi collaboratori Frank Rothbrust e Dr. Harald Bürke descrivono le caratteristiche delle ceramiche, le basi teoriche ed i decorsi durante la realizzazione, rispettivamente preparazione dei restauri. Il Mastro Odt. Harald Kerschbaumer ci presenta gli aspetti odontotecnici soprattutto per quanto riguarda il completamento estetico dei restauri. Infine l'odontoiatra Dr. Alexander Stiefenhofer ci illustra la documentazione fotografica di due casi clinici.

Tuttavia gli articoli, possono trasmettere soltanto singoli aspetti dei materiali e della loro compatibilità fra di loro. Ulteriori informazioni si possono trovare nei riferimenti bibliografici riportati. L'edizione Nr. 17 non sarà sicuramente l'ultimo Report che si occupa della ceramica integrale.

Dr. Thomas Völkel
Servizio Scientifico



Dr.
Harald Bürke

IPS e.max Press und IPS e.max CAD

Due vetroceramiche allo stato dell'arte attuale

1 Introduzione

Fra le componenti del sistema IPS e.max, IPS e.max Press ed IPS e.max CAD sono i due materiali per struttura dalla resistenza media e dalla massima estetica.

I grezzi IPS e.max Press sono predestinati all'impiego per restauri di denti singoli nei settori anteriori e latero-posteriori e per ponti di max. 3 elementi nei settori anteriori con dente pilastro fino al primo premolare. L'indicazione attuale per IPS e.max CAD comprende la realizzazione di strutture di corone anteriori. I risultati di studi clinici prossimamente ci riveleranno, se il campo di indicazioni potrà essere allargato. Entrambi i materiali derivano dalla stessa famiglia. A seconda dell'allestimento del relativo laboratorio o a seconda delle preferenze dell'odontotecnico, per la realizzazione di restauri protesici, può essere utilizzata la nota tecnica di pressatura IPS Empress oppure la tecnica di fresatura supportata da computer. Il risultato dopo il rivestimento estetico è comparabile in tutti i sensi, tanto che è possibile combinare entrambe le tecniche su uno stesso paziente.

Nel presente articolo, dopo una parte introduttiva di base, vengono descritti entrambi i materiali. Una particolare attenzione non viene posta soltanto alle possibilità, bensì anche ai limiti delle vetroceramiche. Soltanto rispettando le linee guida per la preparazione, è possibile sfruttarne appieno il loro potenziale.

2 Le componenti di base della ceramica integrale: Ceramica – vetro – Vetroceramica

In protesi dentale, oltre alle resine, ai compositi e alle leghe, trovano sempre maggiore impiego i restauri in ceramica integrale. Secondo la definizione originaria, per quanto riguarda la ceramica, si tratta di un materiale inorganico, non metallico, consolidato attraverso un processo di cottura e che presenta una componente cristallina di almeno 30% [1]. Nell'uso linguistico anglosassone la definizione è ancora più ampia in quanto si rinuncia alla limitazione riguardante la componente cristallina.

Tabella 1:

Possibile suddivisione di materiali ceramici secondo diverse caratteristiche (esempi)

Metodo di produzione:	sinterizzazione
	sinterizzazione da reazione
	termopressatura isostatica
	infiltrazione
	fusione
	cristallizzazione
Struttura:	cristallina
	vetro-amorfo
	parzialmente cristallino plurifase
Composizione:	ceramica a base di ossidi
	ceramica priva di ossidi
	ceramica al nitrito
	vetro silicato
	vetro fosfato
	vetro borosilicato
	vetroceramica a base di aluminosilicato
	vetroceramica a base di disilicato di litio
Funzione:	ceramica di uso generico
	variatore termico
	conduttore termico
	elettrocaramica
	ceramica ottica
	ceramica dentale
Caratteristica:	resistenza
	stabilità alle variazioni di temperatura
	conduttività elettrica
	stabilità chimica
	conduttività termica
	colore
	trasparenza

La differenziazione in questa grande classe di materiali avviene secondo diversi criteri. Le caratteristiche di distinzione possono p.es. essere il metodo di produzione, la composizione o la funzione (Tab. 1).

2.1 Ceramica

La ceramica in senso stretto è principalmente un prodotto cristallino, la cui produzione avviene attraverso un processo di sinterizzazione. A tale scopo la polvere ceramica viene addizionata di sostanze leganti e portata nella forma desiderata, ma in dimensioni più grandi. I procedimenti per la modellazione della forma sono molteplici. Ne sono esempi la pressatura uniaassiale, la pressatura per estrusione, la fusione ad impasto di barbotina umida, lo stampaggio ad iniezione, la pressatura isostatica a freddo o a caldo. I prodotti preformati vengono cotti ad elevate temperature. Nel corso di questa sinterizzazione della ceramica, avviene un trasporto diffusivo di materiale, con il quale i pori vengono chiusi. La forza trainante a tale scopo è la riduzione dell'energia superficiale. Poiché ogni sistema mira ad assumere il livello di energia più basso. Tanto più fine è la polvere iniziale, tanto più piccole saranno le nicchie da chiudere e tanto maggiore è la superficie da ridurre e pertanto la forza trainante. Polveri più sottili possiedono un'attività di sinterizzazione più elevata. Anche i limiti del granulo hanno un maggiore livello di energia del cristallo che determina che in uno stadio successivo del processo di sinterizzazione avvenga una crescita del cristallo. I cristalli più grandi crescono a discapito di quelli più piccoli.

2.1.1 Sinterizzazione a corpo solido

Nella pura sinterizzazione a corpo solido la temperatura di sinterizzazione è più bassa della temperatura di fusione minima delle componenti interessate. La diffusione avviene in superficie delle particelle di polvere ed attraverso lo scambio di posto all'interno del reticolo cristallino, nonché attraverso la fase di gas attraverso evaporazione e condensazione.

2.1.2 Sinterizzazione a fase liquida

Per accelerare il processo di sinterizzazione, spesso si sinterizza con una fase liquida. Una componente, che spesso è contenuta solo in piccola percentuale, fonde a temperatura di sinterizzazione e ricopre le altre particelle di polvere con un sottile film liquido. Questo permette nello stadio iniziale un avvolgimento delle particelle. Nel rimanente processo di sinterizzazione possono avvenire quindi processi di trasporto attraverso un processo di soluzione e riseparazione, accelerando in tal modo notevolmente la cinetica della sinterizzazione.

2.1.3 Sinterizzazione da reazione

Si parla di sinterizzazione da reazione, quando durante un processo di sinterizzazione si formano nuovi legami. Questo ad es. è sensato, se la ceramica desiderata presenta soltanto una bassa attività di sinterizzazione propria. Fra l'altro si usano miratamente anche variazioni volumetriche, che derivano dalla reazione, p.e. per controagire alla contrazione.

2.1.4 Porcellana

Un caso particolare è il processo di cottura delle porcellane. In questo caso le fasi cristalline (quarzo, mullite, feldspato, ossido di alluminio) sono circondate da una grande quantità di fase vetrosa. Oltre ai processi di soluzione e riseparazione avvengono diverse reazioni chimiche. L'elevata viscosità della fase liquida impedisce una deformazione dell'oggetto da cuocere.

2.2 Vetro

Il vetro nel senso classico è un prodotto di fusione inorganico-non metallico, non cristallino. In questo caso è di aiuto l'immagine un liquido "iperraffreddato". La materia condensata ha un ordine maggiore di un vetro. I cristalli si distinguono per un ordine strutturale particolarmente elevato. In essi ogni atomo è in relazione spaziale precisa sia verso l'atomo adiacente che anche verso quelli distanti. Sussiste un ordine in vicinanza ed uno a distanza. Nel vetro ed in un liquido l'ordine spaziale a distanza è totalmente sciolto, esiste tuttavia un ordine in vicinanza, se è prevista la distanza da un atomo al suo prossimo vicino. La formazione del vetro è legata alla cinetica della cristallizzazione. In caso di non raggiungimento della temperatura di fusione dal punto di vista energetico si cercherà di ottenere lo stato di ordine superiore del cristallo, tuttavia la cristallizzazione viene impedita in seguito alla limitata mobilità delle unità di costruzione a temperature basse.

2.2.1 La struttura del vetro

Gli esistenti modelli della struttura del vetro sono l'ipotesi di microcristalliti e l'ipotesi del reticolo. Secondo l'ipotesi del microcristallito il vetro è costruito da piccole unità di strutture ordinate e dalle dimensioni dell'unità di cella che sono separate fra di loro da zone non ordinate. L'ipotesi del reticolo invece parte dal presupposto di un collegamento privo di regole di unità di strutture (fig. 1). A seconda della composizione entrambe le ipotesi hanno ragione di essere considerate [4].

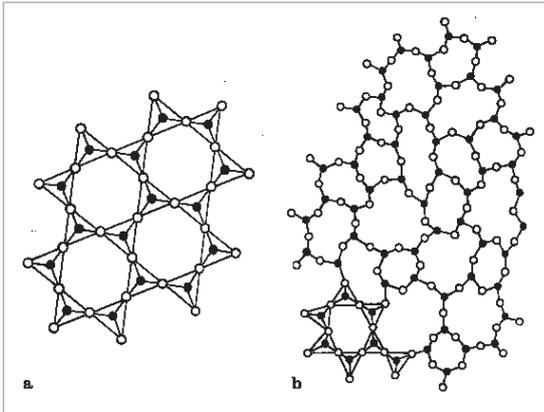


Fig. 1: Struttura del vetro flint (b) a confronto con il cristallo (a) [4]

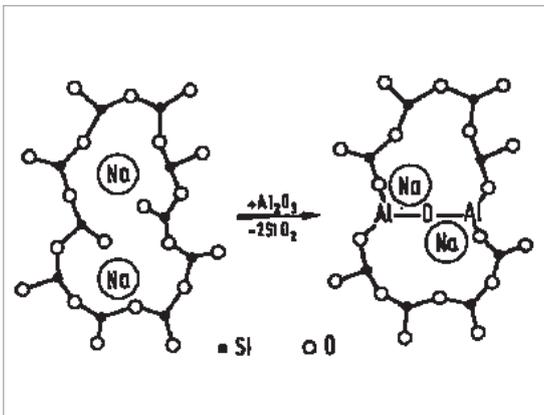


Fig. 2: sinistra: reticolo di vetro con sodio (Na) come modificatore di struttura destra: raffigurazione schematica della sostituzione di SiO_2 attraverso Al_2O_3 in un vetro a base di silicato di sodio [2]

2.2.2 Composizione del vetro

Un vetro standard è composto da un agente reticolante e da almeno un cosiddetto convertitore di rete modificatore di struttura.

L'agente reticolante è generalmente biossido di silicio. Tetraedri di SiO_4 collegati attraverso gli angoli rappresentano pertanto il reticolo di vetro. Altri diffusi reticolanti sono B_2O_3 oppure P_2O_5 , da soli o in combinazione con SiO_2 .

I modificatori di struttura hanno la funzione di fondenti. Fanno in modo che il vetro si lasci fondere più facilmente rompendo i legami Si-O-Si. Vengono impiegati ossidi alcalini ed in parte anche ossidi di metalli terrosi alcalini (fig. 2).

Alcuni ossidi bi- ed anche trivalenti, a seconda della composizione del vetro possono sia essere integrati nel reticolo o causare zone di separazione. Questi ossidi vengono definiti come ossidi intermedi. Attraverso la composizione le caratteristiche dei vetri possono variare entro ampi limiti.

2.2.3 Tecnologia del vetro massiccio

Come materie prime si utilizzano i singoli ossidi, idrossidi o carbonati. Questi si miscelano intensamente e si fondono poi insieme ad elevata temperatura. Inizialmente le sostanze chimiche reagiscono fra di loro, i gruppi di idrossidi si scindono liberando anidride carbonica. Miscele eutettiche aiutano a diminuire la temperatura di fusione. Dopo questa fusione, l'elettrolito fuso deve essere miscelato ed omogeneizzato. Rimanenti bolle di aria o di gas devono poter evadere. Questo processo viene chiamato depurazione. A tale scopo l'elettrolito fuso deve essere abbastanza fluido. Quando l'elettrolito fuso di vetro è omogeneo e privo di bolle, la temperatura viene abbassata affinché il vetro diventi più denso. A seconda del processo di realizzazione della forma, deve essere regolata una viscosità ben precisa. Il vetro denso, simile al miele, viene ad esempio fuso in una forma in acciaio separabile. In questa forma il vetro deve raffreddare quel tanto da non potersi più deformare quando viene prelevato dallo stampo. Il relativo campo di temperatura viene chiamato campo di trasformazione.

Il vetro è pertanto raffreddato, tanto da non poter più avvenire una deformazione macroscopica. Le unità di costruzione della struttura di vetro tuttavia sono ancora così mobili da permettere alle tensioni termiche di rilassarsi. In un forno da raffreddamento, che a seconda del tipo di vetro, viene messo in funzione a ca. 400–600°C, queste tensioni vengono scaricate prima che il vetro possa venire raffreddato a temperatura ambiente.

2.2.4 Tecnologia della sinterizzazione del vetro

Nel rivestimento dell'acciaio (Email) o della ceramica (Glasura) sul substrato viene sinterizzata una polvere di vetro. Nella produzione della polvere di vetro si fondono come di consueto le materie prime ad elevate temperature. L'elettrolito fuso di vetro però non viene fuso in una forma, bensì raffreddato bruscamente in acqua. Attraverso lo shock termico il vetro si frantuma. Il granulato che ne risulta viene macinato in polvere fine. Il processo di sinterizzazione del vetro è particolarmente semplice. La riduzione della superficie avviene attraverso uno scorrimento viscoso. In tal caso lo spazio tra i pori si chiude molto rapidamente. L'ulteriore condensazione dipende dal fatto se sono presenti gas nei rimanenti pori chiusi. La rapidità di diffusione dei gas è poi il passo che determina la velocità della condensazione definitiva.

2.2.5 Caratteristiche del vetro

Caratteristica è la vasta omogeneità, che si distingue per la mancanza di limiti del granulo o limiti della fase. Un'ulteriore proprietà del vetro è che è volumetricamente isotropo, ciò significa che le caratteristiche sono uguali in tutte e tre le direzioni volumetriche speciali.

La mancanza di limiti del granulo è responsabile anche del catastrofico comportamento di frattura del vetro. Finché la superficie è indenne, il vetro può presentare una resistenza estremamente elevata. P.es. fibre di vetro vergini hanno una resistenza alla trazione sotto vuoto di 12000–16000 MPa. Non appena però inizia un'incrinatura, questa si può propagare senza alcun impedimento. Si forma la tipica immagine di frattura con sezione a conchiglia. Per aumentare la resistenza del vetro, deve pertanto in prima linea essere migliorata la resistenza ai graffi. Si impedisce in tal modo che la superficie di articoli in vetro durante l'uso vengano danneggiati anzitempo indebolendo pertanto il prodotto.

Altre caratteristiche, quali stabilità chimica, rifrazione della luce ed espansione termica dipendono principalmente dalla composizione chimica.

2.3 Vetroceramica

In generale la comparsa di cristallizzazioni rappresenta un difetto nei prodotti vetrosi. Invece nella produzione di vetroceramiche si portano miratamente alla separazione di una o più fasi cristalline. Si definisce vetroceramica un materiale solido policristallino, che viene prodotto attraverso una cristallizzazione guidata del vetro [3]. Una caratteristica determinante della vetroceramica è che i cristalli non crescono singolarmente, casualmente o addirittura involontariamente nella matrice di vetro. Questo porterebbe ad un'incontrollata crescita delle dimensioni e ne risulterebbe una struttura inomogenea con caratteristiche negative.

Dapprima un vetro dall'idonea composizione viene fuso e tramite i consueti procedimenti di conformazione del vetro gli viene data la forma di un grezzo vetroso. Con un successivo trattamento termico a due fasi, le temperature vengono scelte in modo tale da attraversare prima il campo della massima velocità di germinazione ed in seguito il campo della massima velocità di cristallizzazione.

Le dimensioni dei cristalli ed il numero dei cristalli si possono guidare in modo ottimale, se i campi di temperatura per la massima germinazione e per la massima crescita di cristalli sono chiaramente separati (fig. 3). Il prodotto finale è poi una ceramica, le cui caratteristiche vengono determinate dal tipo, dalla morfologia, dalle dimensioni, dalla quantità e dal grado di reticolazione delle fasi cristalline emesse, nonché dalla rimanente fase di vetro residua. L'obiettivo di questa cristallizzazione è p.e. l'aumento della resistenza meccanica, della resistenza a termocicli oppure la mirata regolazione dell'espansione termica o delle proprietà ottiche o elettriche. La struttura di una vetroceramica differisce da quella della convenzionale ceramica in quanto le fasi cristalline si formano completamente attraverso la cristallizzazione dalla fase di vetro, permettendo di ottenere una struttura con cristalli fini e particolarmente omogenea. La vetroceramica si distingue dai vetri per la sua elevata quota di cristalli.

2.3.1 Germinazione volumetrica

Per la produzione di vetroceramiche, i vetri di base spesso vengono fusi con speciali ossidi come agenti di germinazione e conformati in un blocco di vetro trasparente. Gli additivi determinano in modo diverso una drammatica accelerazione della velocità di germinazione all'interno (volume) del vetro. Nello sviluppo di una vetroceramica il trucco consiste anche nel trovare l'idoneo agente di germinazione per la fase cristallina desiderata. Spesso si fondono con il vetro degli ossidi, che nel corrispondente vetro hanno soltanto una minima solubilità. In caso di temperatura più bassa si formano prima molti nanocristalli di questa fase. Questi nanocristalli formano poi un substrato per la cristallizzazione dei cristalli veri e propri. Questa viene chiamata germinazione eterogenea.

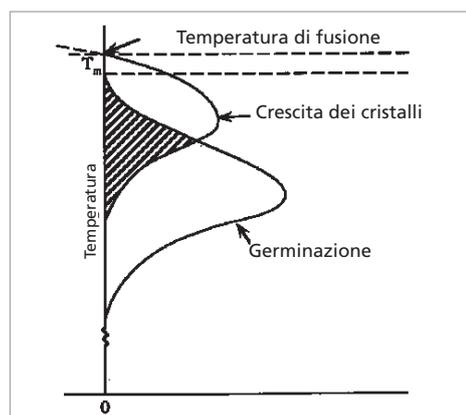


Fig. 3: Relazione della germinazione e della crescita dei cristalli con la temperatura

La particolare importanza di una separazione di fase amorfa per la germinazione viene sottolineata p.e. da Vogel [4], per cui la cristallizzazione inizia nelle microgocce e causa una cristallizzazione volumetrica, che conduce alla formazione di cristalliti di dimensioni uniformi.

2.3.2 Germinazione superficiale

Molte fasi cristalline sono però difficilmente cristallizzabili in modo controllato attraverso la germinazione volumetrica. La quota di germinazione di queste specie – fra queste rientra per esempio la leucite o anortite – nonostante gli additivi che favoriscono la germinazione, è così bassa da non risultare una germinazione economica a causa dei lunghi tempi di procedimento che ne risultano. La crescita di cristalli in questi casi avviene tuttavia specificatamente dalla superficie, così che l'impiego di particelle di polvere macinata meccanicamente porti ugualmente ad una vetroceramica. In questo procedimento si presta particolare attenzione, affinché sulla superficie della polvere si formino germi di cristallo.

Per alcuni sistemi – in particolare quando la fase cristallina presenta una minima attività di sinterizzazione – risulta vantaggioso sintetizzare condensando prima la polvere di vetro e solo poi aumentare la temperatura quel tanto da far crescere la fase cristallina desiderata. Per altri sistemi entrambi i procedimenti di sinterizzazione e crescita dei cristalli sono sovrapposti, in altri ancora avviene prima la cristallizzazione delle particelle di polvere ed il processo di sinterizzazione avviene di seguito.

2.3.3 Suddivisione delle vetroceramiche

E' ad esempio possibile effettuare una suddivisione secondo la composizione chimica oppure secondo lo scopo di utilizzo. Beall propone per le ceramiche commerciali a base di silicato di vetro una suddivisione in tre gruppi che si basa principalmente secondo la fase di cristallizzazione minerale principale [12]:

- silicati come metasilicato di litio, disilicato di litio, enstatite ($MgSiO_3$), diopside ($CaMgSi_2O_6$), oppure wollastonite ($CaSiO_3$).
- silicati di alluminio con le principali fasi cordierite, β -quarzo, β -spodumene, β -eucryptite ed anortite.
- Fluorosilicati; fra questi rientrano le vetroceramiche a base di micca contenenti fluoro a base di fluoroglofite ($K,Na Mg_3AlSi_3O_{10}F_2$) e micca tetrasilicatica ($KMg_{2,5}Si_4O_{10}F_2$), nonché silicati a catena contenenti fluoro come canasite e fluoro glofite.

Fra le più note e diffuse vi sono le vetroceramiche del sistema $Li_2O-Al_2O_3-SiO_2$, che in base alla loro minima espansione termica possiedono un'elevata resistenza a termoshock e vengono impiegate p.e. per fornelli da cucina, finestre di forni oppure per specchi telescopici [5].

3 I materiali del sistema IPS e.max

Il sistema IPS e.max offre all'odontotecnico nuove libertà. Con un'unica ceramica da rivestimento estetico può ottenere un risultato estetico uniforme sui più svariati materiali per struttura. E' possibile scegliere fra la resistente vetroceramica a base di disilicato di litio e la ceramica a base di ossido di zirconio altamente resistente. Mentre la realizzazione della struttura in ossido di zirconio è possibile esclusivamente attraverso un processo di fresatura, le strutture in resistente vetroceramica possono essere realizzate sia con il noto procedimento di termopressatura IPS Empress, che con la tecnica di fresatura.

3.1 Requisiti dei materiali per struttura

I requisiti risultano dal profilo prodotto e dai requisiti previsti dalla ISO 6872. I punti chiave sono stati la resistenza meccanica, la stabilità chimica, nonché i requisiti di estetica. Queste caratteristiche richieste sono riportate nella Tabella 2.

Tabella 2:

Requisiti dei materiali per struttura	
Resistenza biassiale	> 360 MPa
Tenacità alla rottura	> 2,5 MPam ^{0,5}
Minima solubilità chimica secondo ISO 6872	< 100 µg/cm ²
Pressabilità nell'EP 500, EP 600 ed altri forni di altri produttori prescelti	900 °C – 940 °C
Lavorabilità nelle apparecchiature CAD/CAM più diffuse	Stabilità dei bordi, usura delle frese, tempi di fresatura
Coefficiente di espansione termica: Compatibilità con la ceramica da stratificazione IPS e.max, sviluppata anche per ZrO ₂	10.0–10.8 * 10 ⁻⁶ K ⁻¹
Colorazione del prodotto finale secondo requisiti estetici	



3.2 IPS e.max Press

Nella produzione dei grezzi IPS e.max Press viene applicata una nuova tecnologia nella produzione del materiale. I grezzi non vengono più prodotti attraverso la via della polvere – come avviene per IPS Empress ed IPS Empress 2 – bensì vengono fusi in massa. In tal modo è possibile una produzione assolutamente priva di pori.

3.2.1 Colorazione a ioni e meccanismo di opacizzazione

Con il nuovo procedimento non vengono più aggiunti pigmenti di colore, poiché questi fonderebbero alla temperatura di fusione. Vi sono pertanto meno difetti nel prodotto, ottenendo allo stesso tempo una resistenza maggiore ed una traslucenza più elevata che non con la convenzionale tecnologia di sinterizzazione.

Il colore viene prodotto attraverso ioni polivalenti, che sono sciolti atomicamente nel vetro. Questi centri di colore si trovano in interazione sia fra di loro attraverso processi di ossiriduzione che con la matrice di vetro. Si tratta quindi di trovare la corretta combinazione e concentrazione di ioni coloranti. Ma anche le condizioni di fusione devono essere definite in modo preciso.

L'opacità desiderata dei grezzi Medium Opacity viene regolata attraverso un processo di separazione delle fasi all'interno della fase di vetro residua con un raffreddamento lento nella muffola di pressatura. Nelle vetroceramiche regolate in traslucenza, lo stesso effetto ha portato alla formazione di un indesiderato e forte effetto di opalescenza.

3.2.2 Lavorazione

La lavorazione odontotecnica avviene attraverso la nota tecnologia IPS Empress. Questa si distingue per un'elevata precisione.

I nuovi grezzi pressabili sono disponibili da 3 g e da 6 g. Il diametro dei grezzi, rispetto a quelli IPS Empress ed IPS Empress 2 è stato aumentato da 11,8 a 12,8 mm. Pertanto anche il sistema di pressatura, la base del cilindro ed il pistone sono stati allargati a 13 mm.

Da considerare è anche il fatto che attraverso l'allargamento delle sezioni si è ridotta del 15% la pressione di pressatura. Questo può portare a tempi di pressatura più lunghi, in particolare in caso di uso di forni di altri produttori. Sarebbe però sbagliato scegliere quindi temperature più elevate rispetto a quelle descritte nelle istruzioni d'uso, poiché si potrebbe causare uno strato di reazione maggiore a contatto con la massa da rivestimento. In casi estremi, in caso di notevole aumento della temperatura la struttura della vetroceramica può essere danneggiata con conseguente perdita della resistenza. In caso di problemi, in prima linea è necessario effettuare una calibratura di controllo della temperatura del forno. Altresì importante è prestare attenzione che sia sufficiente la forza di pressatura.

Restauri con bordi sottili devono essere impernati con spessore grosso e corto, poiché con un canale di pressatura lungo si perde molta forza di pressatura. Le perdite di forza sono proporzionali alla lunghezza dell'impernatura, mentre il diametro entra nella quarta potenza. Eventualmente il canale di pressatura può essere leggermente ristretto direttamente nel punto di contatto con l'oggetto per mantenere minimo il lavoro di rifinitura. Il seguente schema illustra l'influsso dell'impernatura sul comportamento di pressatura (Fig. 4).

Dopo l'accurata smuffolatura - come di consueto per il disilicato di litio - deve essere eliminata la massa da rivestimento ancora aderente con il liquido IPS e.max Press Invex. Il tempo indicato deve assolutamente essere rispettato, in quanto la resistenza chimica ulteriormente migliorata rispetto a IPS Empress 2 si orienta anche contro la soluzione Invex. È consigliabile, coprire i restauri con soluzione nuova in un piccolo contenitore idoneo. La soluzione mordenzante può poi essere specificatamente neutralizzata e smaltita.

Corrente in tubi (Hagen Poiseuille)

$$\bullet \quad dV/dt = \pi r^4 \Delta p / 8\eta l$$

r = raggio

p = pressione (forza di pressatura: -15% per grezzo da 6 g)

η = viscosità dinamica

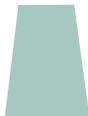
Impernatura:	Ø	lunghezza	velocità di pressatura
	2.0 mm	8.0 mm	1.00
	2.0 mm	6.0 mm	1.33
	2.5 mm	4.0 mm	4.88
	3.0 mm	6.0 mm	6.75

Fig. 4: Influenza matematica dell'impernatura sulla velocità di pressatura, impernatura con Ø 2,0 mm e lunghezza 8,0 mm corrisponde alla norma del valore 1,00



3.3 IPS e.max CAD

Per la realizzazione di restauri dentali si impiegano in misura sempre maggiore i procedimenti CAD/CAM. Sistemi quali CEREC 3, inLab, Kavo Everest ed altri sono arrivati al punto da poter permettere la realizzazione economica di risultati di elevata qualità. Analogamente alla ceramica per pressatura IPS e.max Press si desiderava realizzare una vetroceramica altamente resistente per l'elaborazione tramite macchine per fresatura.

3.3.1 Il compito

Nello sviluppo della variante CAM, per la vetroceramica è stato necessario risolvere un problema generale. Tanto più un materiale è resistente nell'utilizzo, tanto più difficile risulta anche da lavorare. La resistenza alla flessione biassiale della ceramica pressabile IPS e.max Press prodotta con la tecnologia di massa è di oltre 400 MPa, la tenacità alla frattura di 2,5–3,0 MPa m^{0.5}. I test dimostrano che questo materiale non è lavorabile con la maggior parte delle apparecchiature. Di regola, già dopo il primo restauro una serie di strumenti è usurata. Anche i tempi di rifinitura non sono economici. Il compito consisteva pertanto nello sviluppare un materiale lavorabile con i macchinari in modo rapido, facile e preciso. L'elevata resistenza del materiale necessaria, doveva essere raggiunta successivamente attraverso un breve processo di tempera [8–10].

3.3.2 L'inizio

Le caratteristiche meccaniche di una vetroceramica sono in stretta relazione con la loro microstruttura. Una minima parte di cristalli possibilmente a forma di piastrina distribuiti isolatamente nella matrice, rappresentano punti predisposti alla rottura nella matrice di vetro. L'asporto di materiale avviene tangenzialmente rispetto alla forza attaccante. La propagazione incontrollata di incrinature viene bloccata attraverso i cristalli [11]. Un'elevata quota di cristalli solidi aghiformi ed incagliati fra di loro rende generalmente la propagazione di fessure molto difficoltosa. Deve essere creata molta nuova superficie, un processo che richiede energia. La tenacità alla frattura di una struttura di questo tipo è pertanto corrispondentemente alta.

3.3.3 La soluzione

Attraverso una mirata doppia germinazione con una speciale composizione di vetro si è riusciti in una susseguente cristallizzazione

a due fasi ad isolare prima cristalli di metasilicato di litio dalla matrice di vetro. La vetroceramica che ne risulta è lavorabile in modo eccellente. Nella seconda fase viene completamente dissolta la fase di metasilicato e si cristallizza il disilicato di litio. Poiché questa conversione avviene quasi del tutto senza contrazione, il restauro può essere adattato nella sua forma già prima. Nella trasformazione si ottiene non solo un'elevata resistenza di oltre 300 MPa ed una tenacità alla frattura di 2,0–2,5 MPa m^{0.5}, ma anche il colore blu della vetroceramica a base di metasilicato scompare e si forma il colore dentale desiderato. Questa modifica cromatica è da ricondurre allo scambio coordinativo degli ioni coloranti (Fig. 7).

3.3.4 La complessa cristallizzazione di IPS e.max CAD

Qui di seguito viene descritto più dettagliatamente il processo della cristallizzazione convertita e del conseguente consolidamento.

Lo sviluppo si basa su una vetroceramica dal sistema del silicato di litio. La Tabella 3 illustra la composizione. SiO₂ ed Li₂O sono le componenti che formano i cristalli. P₂O₅ viene aggiunto come agente germinante. I rimanenti ossidi guidano le caratteristiche della fase di vetro residua e servono alla regolazione di colore e trasparenza. La Fig. 5 mostra il diagramma a fasi binarie SiO₂-Li₂O. All'interno del sistema compaiono tre ossidi binari stabili, l'ortosilicato di litio (Li₄SiO₄), il metasilicato di litio (Li₂SiO₃) ed il disilicato di litio (Li₂Si₂O₅). Di questi, gli ultimi due assumono un ruolo nella cristalliz-

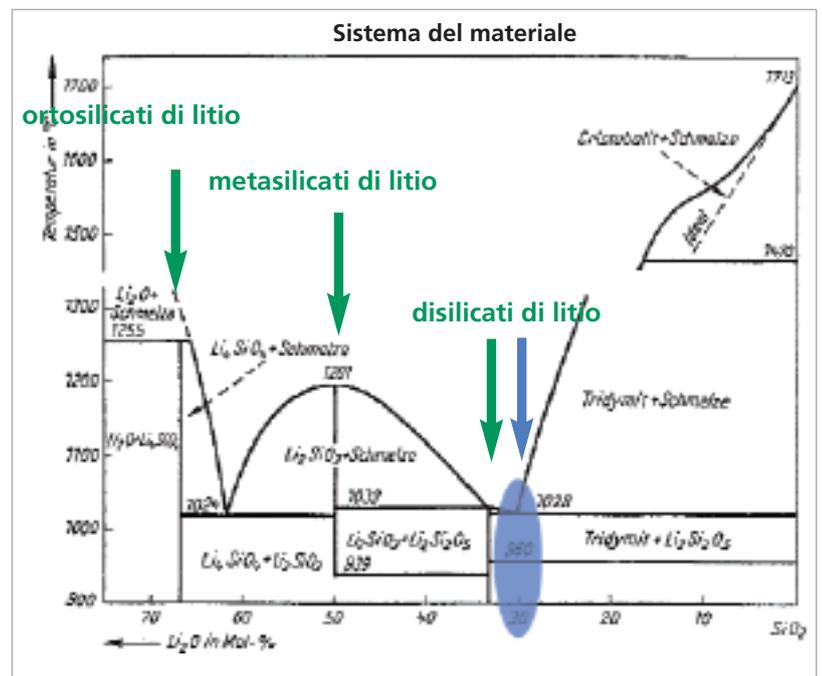


Fig. 5: diagramma delle fasi Li₂O – SiO₂

zazione di IPS e.max CAD. Riferito al sistema binario $\text{SiO}_2 - \text{Li}_2\text{O}$, la composizione si avvicina a quella del disilicato. E' tuttavia noto che nelle composizioni fra 5 e 30 Mol % Li_2O compare una mancanza nella miscela, p.e. [6, S. 75; 7, S. 76]. Questo significa, che nel raffreddamento dell'elettrolito fuso si formano zone ricche di Li_2O e ricche di SiO_2 . Questa dissociazione è un presupposto per la germinazione simultanea di metasilicato di litio e disilicato di litio. In talune composizioni è quindi possibile scegliere il tempo e la temperatura della germinazione in modo tale da ottenere una determinata densità di germi di cristalli nonché un determinato rapporto nei germi cristallini. La successiva cristallizzazione decorre quindi in due fasi. Nella prima fase cristallizza quasi esclusivamente il metasilicato di litio, ed in tal caso i germi dei cristalli di disilicato di litio continuano a permanere latenti nella matrice di vetro (figg. 6 e 7).

In una seconda fase di cristallizzazione a temperatura più elevata crescono a cristalli esclusivamente i germi di disilicato di litio. Poiché la composizione del vetro di base corrisponde al disilicato di litio, in questo processo vengono disciolti i cristalli di metasilicato. Si forma la vetroceramica a base di disilicato di litio desiderata.

Espressa come reazione chimica dal metasilicato di litio e dal SiO_2 dalla fase vetrosa si forma il disilicato di litio:



Considerato dal punto di vista volumetrico da una vetroceramica con il 30–40 % fase cristallina di metasilicato ed il 60–70 % di fase vetrosa si forma una vetroceramica con il 60–70 % di fase cristallina di disilicato ed il 30–40 % di fase vetrosa.

Tabella 3:

Composizione chimica della vetroceramica IPS e.max CAD in % della massa	
SiO_2	57 – 80
Li_2O	11 – 19
K_2O	0 – 13.5
ZnO	0 – 8
P_2O_5	0 – 11
ZrO_2	0 – 8
Ulteriori componenti ossidi coloranti	0 – 12

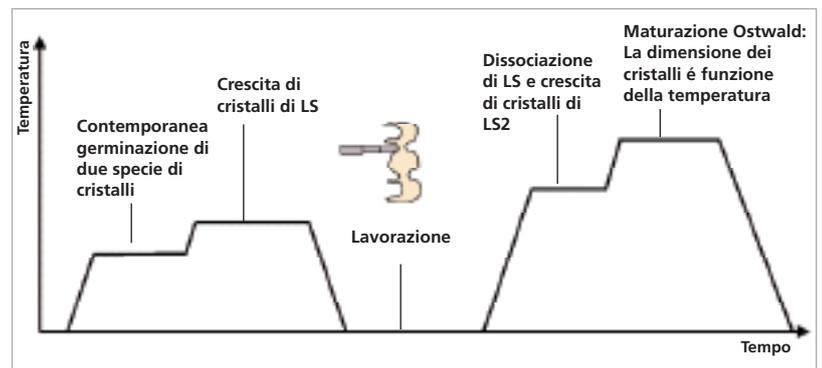


Fig. 6: schema della cristallizzazione di IPS e.max CAD, il primo trattamento termico viene effettuato industrialmente, la cristallizzazione finale avviene in laboratorio (LS = metasilicato di litio, LS2 = disilicato di litio)

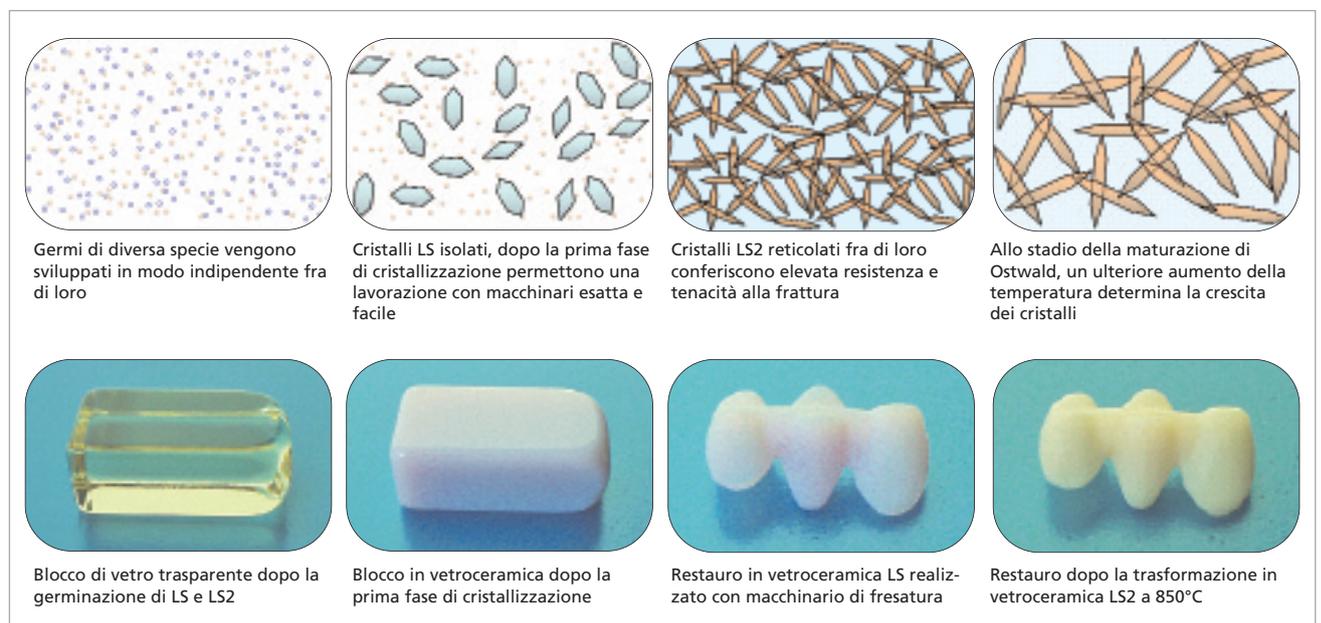


Fig. 7: la complessa cristallizzazione di IPS e.max CAD (LS = metasilicato di litio, LS2 = disilicato di litio).

3.3.5 La lavorazione

Con la germinazione e la prima cristallizzazione si è creata la base del prodotto finale vetroceramica a base di disilicato di litio. Tuttavia la temperatura ed il regime di cristallizzazione della cristallizzazione finale devono essere rispettate. In caso di temperature troppo elevate sussiste il pericolo di una deformazione plastica del restauro. Attraverso il supporto con apposita pasta o sfere in ossido di zirconio si evita questo rischio. Bordi arrotondati ed una forte vetrificazione della superficie sono quindi segno di una temperatura di cottura troppo elevata. In caso di tempo di cottura troppo breve oppure in caso di temperatura bassa del forno, sussiste il pericolo che il colore non sia del tutto corrispondente. L'influsso della temperatura di cottura sulla resistenza invece è minimo.

L'apposito portaoggetti della Ivoclar Vivadent in ceramica in SiN (nitrito di silicio) determina, grazie alla sua buona conduttività termica ed alla sua massa termica relativamente grande, una compensazione del profilo di temperatura indipendentemente dalla quantità di oggetti nel forno per cottura. L'utilizzo di questo portaoggetti, nonché un forno per cottura calibrato sono necessari e sufficienti per una cristallizzazione finale di successo di IPS e.max CAD.

3.3.6 Sabbatura

A questo aspetto deve essere dedicato uno specifico punto, poiché vi sono diverse opinioni in merito. Molti odontotecnici sono abituati a trattare tutte le superfici con il getto di sabbia, per ottenere una superficie pulita e ruvida per le successive fasi di lavorazione.

Queste incrinature si trovano verticalmente rispetto alla superficie e determinano a causa di un effetto di intaglio un indebolimento del restauro. Nel caso del vetro una perdita di resistenza è fatale, ma anche la vetroceramica può essere indebolita, anche se le incrinature che si presentano vengono bloccate dai

cristalli presenti nella fase vetrosa. La sabbatura di vetroceramica dovrebbe quindi essere effettuata soltanto quando è necessaria. Prima della successiva lavorazione, stratificazione o cottura glasura, IPS e.max CAD non deve essere sabbata. È sufficiente detergere la superficie p.e. con un vaporizzatore. In caso di IPS e.max Press lo strato di reazione creatosi deve essere rimosso completamente nella soluzione di liquido Invex. A tale scopo sono da utilizzare perle di vetro a max. 2 bar di pressione. Risulta vantaggioso sabbare la superficie solo obliquamente e possibilmente non verticalmente per minimizzare l'energia di impatto. Dopo la sabbatura la superficie deve essere nuovamente detersa con vapore o in bagno con ultrasuoni.

Dopo l'ultimazione del restauro non si dovrebbe più sabbare (figg. 9 e 10). La necessaria ritenzione per il fissaggio o cementazione adesiva si ottiene con la mordenzatura con acido fluoridrico (fig. 8). Ricerche hanno dimostrato, che la vetroceramica dopo la mordenzatura con acido fluoridrico non perde pressoché nulla in resistenza (Tab. 4). È interessante notare anche che la rifinitura (con cautela) con diamantata fine è meno critica della sabbatura. Lo sviluppo di calore durante la rifinitura è tuttavia assolutamente da evitare.

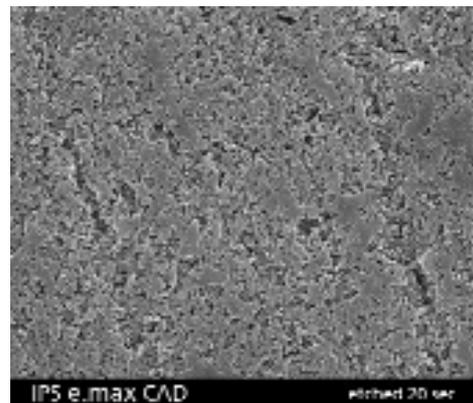


Fig. 8: superficie mordenzata di IPS e.max CAD – una trama ritentiva si crea con la mordenzatura con acido fluoridrico (IPS Ceramic gel mordenzante, Ivoclar Vivadent)

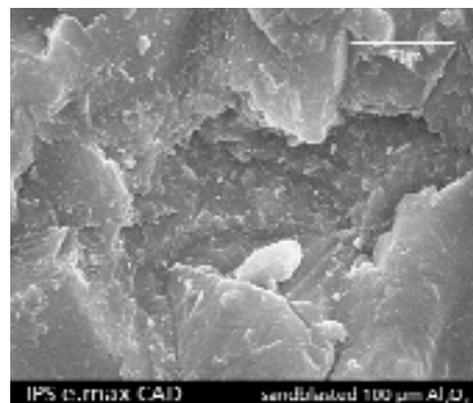


Fig. 9: superficie di IPS e.max CAD dopo la sabbatura – è riconoscibile un danno profondo della vetroceramica

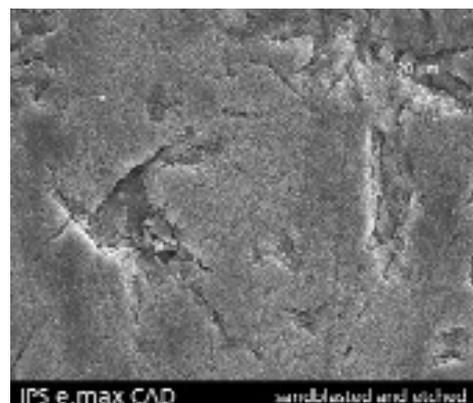


Fig. 10: superficie di IPS e.max CAD dopo la sabbatura e mordenzatura – la zona di danneggiamento non è eliminabile con il processo di mordenzatura – questo si rispecchia nei valori di resistenza biassiale (Tab. 4).

Tabella 4:

Resistenza biassiale di IPS e.max CAD con diversi trattamenti superficiali				
	Superficie rifinita con SiC 1000	Superficie mordenzata	Superficie sabbata	Superficie sabbata e mordenzata
Resistenza biassiale [MPa]	554 +/- 78	520 +/- 98	232 +/- 18	235 +/- 25

3.3.7 Microstruttura

Le immagini 11 - 13 al microscopio a scansione elettronica illustrano la vetroceramica dopo diversi stadi.

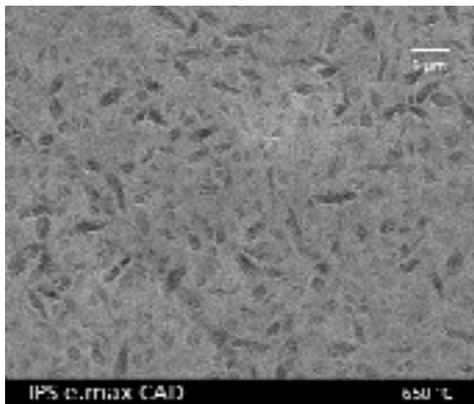


Fig. 11: immagine al SEM della vetroceramica dopo la prima fase di cristallizzazione a 650 °C; ca. 30 % di cristalli LS nella fase di vetro residua (cristalli mordenzati con HF)

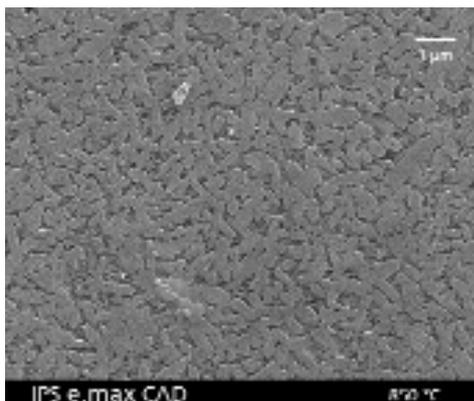


Fig. 12: immagine SEM della vetroceramica dopo la seconda fase di cristallizzazione a 850 °C; ca. 70 % di cristalli di LS2 in fase di vetro residua (fase di vetro mordenzata con HF)

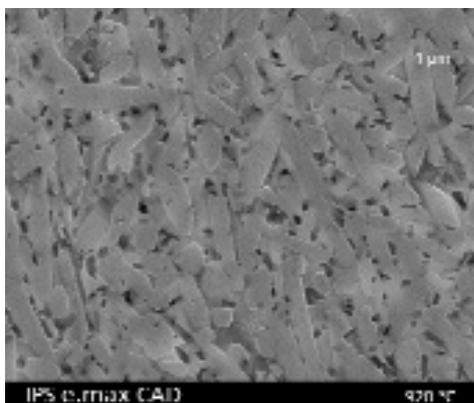


Fig. 13: immagine SEM di una vetroceramica pressata secondo il processo IPS Empress a 920 °C; ca. 70 % di cristalli LS2 in fase di vetro residua (fase di vetro mordenzata con HF)

3.4 Caratteristiche dei materiali per struttura

Le caratteristiche di IPS e.max CAD ed IPS e.max Press ottenute sono elencate nella seguente tabella. I requisiti richiesti dalla ISO 6872 e dal profilo prodotto sono stati soddisfatti.

Tabella 5:

Caratteristiche dei materiali per struttura			
	IPS e.max CAD fresabile	IPS e.max CAD con cristalliz. finale	IPS e.max Press
Resistenza biassiale [MPa]	100–160	300–420	400–480
Tenacità alla frattura [MPam ^{0,5}]	0.9–1.1	2.0–2.5	2.5–3.0
Modulo E [GPa]	–	90–100	90–100
Durezza Vickers [MPa]	5300–5500	5700–5900	5700–5900
Solubilità secondo ISO 6872 [µg/cm ²]	–	30–50	30–50
Temperatura di cristallizzazione / Temperatura di pressatura	–	850 °C	920–925 °C
Lavorabilità, manualmente	Con strumenti diamantati ruotanti	Con strumenti diamantati ruotanti	Con strumenti diamantati ruotanti
CET 100–400 ° [10 ⁻⁶ K ⁻¹] CET 100–500 °C [10 ⁻⁶ K ⁻¹]		9.75–10.55 10.20–10.70	9.75–10.55 10.20–10.90
Test di termoshock		> 160 °C	> 160 °C
Colorazione del prodotto finale secondo requisiti estetici	Colorazione blu-bioletto nelle varianti colorate	Colori A–D e Chromascop in diverse gradazioni di traslucenza	Colori A–D e Chromascop in diverse gradazioni di traslucenza

4. Riferimenti bibliografici

- [1] *Hennicke, H.W.*; Zum Begriff Keramik und zur Einteilung keramischer Werkstoffe. Ber. Dtsch. Keram. Ges. 44 209-201(1967)
- [2] *Scholze H.* *Glas*; Springer Verlag Berlin, 1988
- [3] *P. W. McMillan*; *Glass-Ceramics*; Academic Press Inc. London 1979
- [4] *W. Vogel*; *Glaschemie*; Springer-Verlag Berlin 1992
- [5] *Hans Bach*; *Low Thermal Expansion Glass Ceramics*; Scott Series on Glass and Glass Ceramics, Springer Verlag Berlin (1995)
- [6] *Wolfram Höland and George Beall*; *Glass-Ceramic Technology*; The Am. Ceram. Soc. Ohio (2002)
- [7] *Z. Strnad*; *Glass-Ceramic Materials, Glass Science and Technology* **8**; Elsevier Amsterdam – Oxford – New York – Tokyo (1986)
- [8] *H. Unuma, K. Miura, K. Kodaira*; Improvement of Mechanical Properties of Machinable Glass-Ceramics through Postmachining Heat treatments; J. Am. Ceram. Soc. **75** [8] 2300-2301 (1992)
- [9] *M. Reise*; *Untersuchungen zur Verfestigung und Aushärtung maschinell bearbeitbarer Glaskeramiken*; Dissertation; Technische Universität Darmstadt (1999)
- [10] *H. Bürke*; *TEM-Grundlagenuntersuchungen zur Gefügeentwicklung in aushärtbaren Glimmerglaskeramiken*; Dissertation, Universität Würzburg (2004)
- [11] *D. G. Grossmann*; The Formation of Chips in a Machineable Glass Ceramic; *Glass Technology* Vol. 24 No. 1 11-13 (1983)
- [12] *G. H. Beall*; Design and Properties of Glass-Ceramics; *Annu. Rev. Mater. Sci.* 22 (1992) 91-119

IPS e.max ZirCAD

L'ossido di zirconio – "l'oro bianco"

1 Introduzione

L'ossido di zirconio, grazie alle sue eccellenti caratteristiche, viene impiegato da oltre 20 anni come materiale dalle elevate prestazioni in campi quali la costruzione di macchinari, sensori e medicina tecnica. La molteplicità dei campi di indicazione deriva dalla particolarità chimico-cristallina dell'ossido di zirconio. In seguito a queste caratteristiche Garvie et al. ha già definito l'ossido di zirconio „ceramic steel” [1]. Negli anni passati, nei quali l'ossido di zirconio è stato impiegato con successo nel campo dentale per Bracket, Abutment, materiale per struttura, nonché per impianti questa definizione di "acciaio bianco" si è trovata sempre più spesso nelle pubblicazioni. Ma questa definizione si può generalizzare per tutti i tipi di ossido di zirconio? Ed IPS e.max ZirCAD può essere definito come „ceramica d'acciaio"?

2 Proprietà mineralogiche del ZrO_2

L'ossido di zirconio è un legame chimico del ione metallo Zr^{4+} ed il ione di ossigeno O^{2-} . Ne risulta un legame ossidico di carattere ionico, che però nonostante la presenza dello ione metallico Zr^{4+} non appartiene ai metalli, bensì al gruppo delle sostanze inorganiche non-metalliche. Pertanto, se in questo contesto si dovesse parlare di metallo o acciaio, sarebbe sostanzialmente sbagliato, poiché in caso di una struttura policristallina a granuli fini si parla chiaramente di cosiddetta ceramica a base di ossidi.

Le particolarità che risultano nel ZrO_2 , sono descrivibili in modo ottimale in base al minerale presente in natura: l'ossido di zirconio naturale (badelleite) (ZrO_2). Sono motivate dalla struttura mineralogica e dai diversi reticoli cristallini, che questo minerale può assumere. In natura è presente la cosiddetta fase monoclinica, che è presente stabilmente a temperatura ambiente fino a $1170^\circ C$. Se la temperatura sale oltre questo valore, si ottiene la fase tetragonale ed a partire da $2370^\circ C$, la modifica in fase cubica. Nel raffreddamento la trasformazione è reversibile con temperature leggermente spostate [2–6] (Fig. 1).

In particolare è da sottolineare, che nella trasformazione della modifica tetragonale nella fase monoclinica si raggiunge un aumento volumetrico del 3-5%, già solo in base alle diversità di densità di entrambe le celle elementari. Questa trasformazione avviene spontaneamente in forma di trasformazione martensitica, com'è noto per l'acciaio (α -Martensite) [2–6].

Nella tecnica questa specifica particolarità del ZrO_2 è stata sfruttata per sviluppare materiali specifici con caratteristiche mirate. Tuttavia a tale scopo non è stato possibile utilizzare il minerale naturale cioè l'ossido di zirconio naturale, bensì soltanto sostanze specifiche ottenute sinteticamente. Questo ZrO_2 sintetico si distingue per il fatto che contiene stabilizzatori quali Y_2O_3 , CaO , MgO , CeO_2 , Sc_2O_3 ecc. Questa dotazione ha diversi compiti a seconda delle quantità aggiunte [7,8]:

1. impedire la trasformazione della fase tetragonale in quella monoclinica (trasformazione t/m) fino a temperatura ambiente e mantenere metastabile la fase tetragonale a temperatura ambiente.

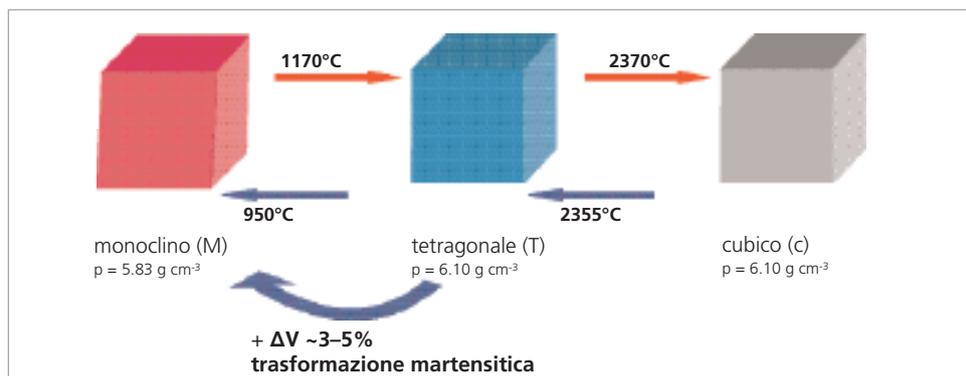


Fig. 1: modifiche del ZrO_2 a diverse temperature

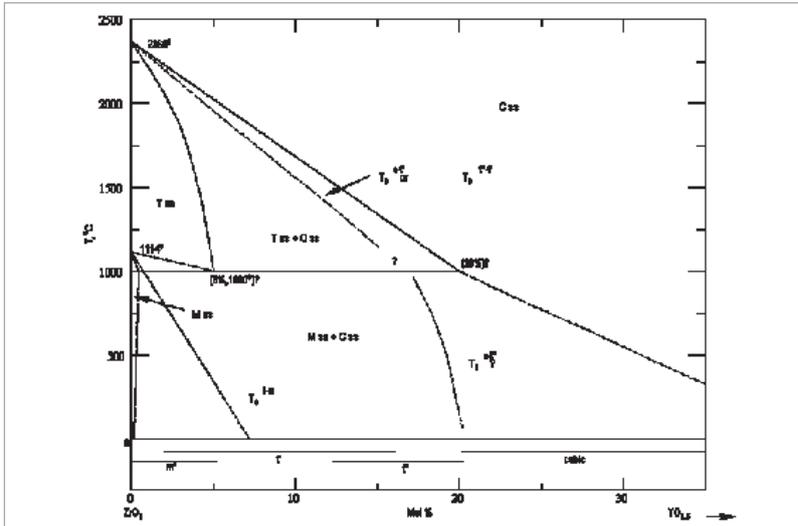


Fig. 2: diagramma delle fasi nel sistema ZrO_2 - Y_2O_3 secondo Yashima et al. [9]

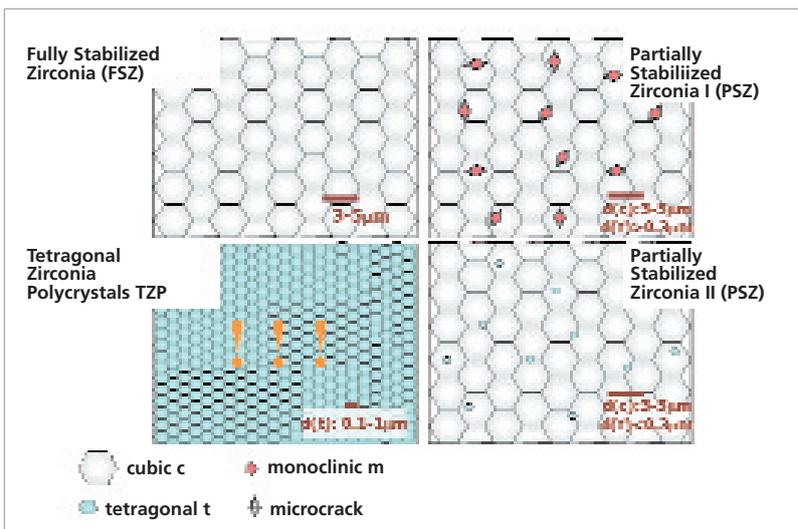


Fig. 3: Diversi tipi di strutture per ceramiche ad alte prestazioni in ossido di zirconio

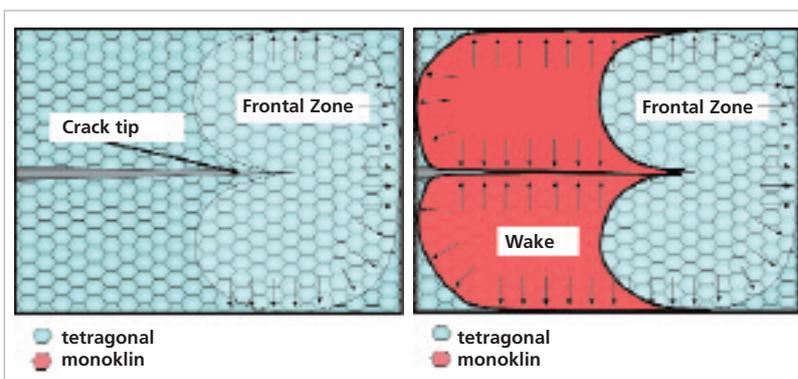


Fig. 4: propagazione dell'incrinatura e rafforzamento della trasformazione indotta per Y-TZP

2. per spostare il ciclo metabolico della fase tetragonale a temperature più basse
3. per mantenere la fase cubica metastabile fino alla temperatura ambiente

In base all'esempio dell'ausilio Y_2O_3 si nota, a seconda della quantità aggiunta, in quali campi e quali fasi si mantengono stabili [9,10]. Nella formazione di una struttura ceramica devono essere considerati la struttura ed il processo termico, così da rendere possibile la stabilizzazione cubica o tetragonale fino alla temperatura ambiente (vedi fig. 2) [11, 12].

3 I materiali a base di ZrO_2

Nel corso degli ultimi 30 anni è stato possibile sviluppare diversi materiali di elevate prestazioni, le cui caratteristiche da quelle funzionali a quelle di biocompatibilità fino alle meccaniche sono state di conseguenza ottimizzate [5, 7, 8]. Qui di seguito presenteremo come esempio quattro tipi principali di questi materiali (fig. 3).

1. FSZ, CSZ: Fully Stabilized Zirconia
2. PSZ I: Partially Stabilized Zirconia I
3. PSZ II: Partially Stabilized Zirconia II
4. TZP: Tetragonal Zirconia Polycrystals

Da distinguere in particolare per le loro proprietà meccaniche, sono i materiali con trasformazione rafforzata PSZ I, PSZ II e TZP. Per questi materiali il sopradescritto ciclo metabolico t/m è stato sfruttato in modo tale da migliorare la tipica fragilità delle ceramiche. Un comportamento „pseudoduttile“ della ceramica porta nella frattura ad un aumento della tenacità alla frattura, analogamente a quanto avviene per l'acciaio. Qui distinguiamo i due meccanismi di rafforzamento [5, 7, 8]

1. rafforzamento della trasformazione con induzione di microincrinature (MV)
2. rafforzamento della trasformazione con induzione di tensione (SV)

Il primo si ha nel PSZ I, quando la stabilizzazione delle particelle tetragonali nella matrice cubica non è sufficiente ed avviene la trasformazione t/m . Le microincrinature in tal modo prodotte, in caso di comparsa di macroincrinature nella struttura, possono disturbare la propagazione dell'incrinatura attraverso la dissipazione dell'energia, in quanto l'energia si distribuisce lungo tante piccole microincrinature lungo la zona del processo. Nel caso del PSZ II invece avviene un rafforzamento del ciclo di trasformazione con induzione di tensione: i granuli tetragonali in seguito alle dimensioni del loro cristallito della

stabilizzazione, non sono in grado di trasformarsi nella matrice sotto tensione. Vengono mantenuti metastabili al suo interno. Un'incrinatura che compare nella struttura determina che la tensione venga assorbita dalla matrice e che le particelle tetragonali si possano trasformare. Attraverso la risultante modifica volumetrica la propagazione dell'incrinatura viene disturbata. La tenacità alla frattura del materiale aumenta. In base a questa deformazione "pseudoplastica" il materiale viene anche definito "ceramica d'acciaio" [1].

L'immagine seguente (fig. 4) evidenzia schematicamente il meccanismo di trasformazione del Tetragonal Zirconia Polycrystals TZP. Questo tipo di ZrO_2 parzialmente stabilizzato con 3 mol-% Y_2O_3 , tutti i singoli cristalliti nella struttura sono mantenuti metastabili alla fase tetragonale fino alla temperatura ambiente. Tuttavia i cristalliti possiedono la forza latente chimica per trasformarsi martensiticamente nella fase monoclina [5]. I cristalliti, a causa della matrice circostante, si impediscono a vicenda, ciò significa che come materiale si ottiene una struttura composta fino a quasi il 100% da cristalliti tetragonali, dalle dimensioni medie di ca. 0,4-0,5 μm . Risulta evidente, che lungo i lati dell'incrinatura, nella cosiddetta „Wake-Zone“, la tensione della struttura può essere equilibrata attraverso il ciclo di trasformazione del cristallito tetragonale in fase monoclina. Si migliora notevolmente la resistenza alla frattura.

Poiché questo materiale, oltre alle sue eccellenti caratteristiche meccaniche, presenta anche accettabili caratteristiche ottiche e di biocompatibilità, questo materiale nel campo dentale viene p.e. impiegato come materiale per struttura nei settori anteriori e posteriori. In tal modo può sicuramente soddisfare il campo di indicazioni di una metalloceramica. In seguito al campo d'impiego si può parlare di "acciaio bianco". Tuttavia bisogna considerare che il materiale in riguardo alla stabilità idrotermica presenta in parte caratteristiche inferiori rispetto ai metalli [13,14]. Numerose pubblicazioni hanno dimostrato, che 3Y-TZP puro in caso di invecchiamento ad un campo di temperatura di 70-250°C in ambiente umido tende spesso alla trasformazione t/m con conseguente perdita di resistenza. Si presenta in tal caso una specie di corrosione, del tipo principalmente noto per i metalli. In questa relazione pertanto ZrO_2 presenta anche caratteristiche simili al metallo.

Attraverso l'aggiunta di ulteriori dotazioni come Al_2O_3 oppure CeO_2 in piccole quantità, queste caratteristiche negative del 3Y-TZP possono essere notevolmente migliorate, così da rendere l'instabilità idrotermica trascurabile per l'utilizzo [15].

IPS e.max ZirCAD (fig. 5) è dotato di una quota di ca. 0,25% in peso di Al_2O_3 . Le eccellenti caratteristiche meccaniche si mantengono nonostante l'additivo. Contemporaneamente il comportamento di invecchiamento viene migliorato tanto che durante l'uso non sussiste pericolo di perdita di resistenza in seguito a carico idrotermico.



Fig. 5 IPS e.max ZirCAD B40 e C15

4 ZrO_2 nel campo dentale – strategie nella lavorazione

Fra i diversi materiali a base di ZrO_2 , il materiale 3Y-TZP si è finora affermato per l'impiego in campo dentale, ed in tal senso la differenziazione può avvenire meno secondo i diversi parametri merceologici dei singoli produttori, bensì più che altro secondo i tipi di lavorazione e della tecnologia per la realizzazione di un restauro dentale con una struttura TZP. Nella realizzazione si distingue principalmente fra due strategie:

1. lavorazione CAD/CAM del ZrO_2 allo stato sinterizzato oppure
2. lavorazione CAD/CAM del „gessetto“ in ZrO_2 .

Le principali caratteristiche di distinzione sono raffigurate nella seguente tabella (Tab. 1).

5 Caratteristiche, anche a confronto con altre ceramiche dentali

In seguito ai citati meccanismi di rafforzamento 3Y-TZP rispetto alle convenzionali ceramiche dentali possiede caratteristiche meccaniche migliori. Sia la resistenza alla frattura che la tenacità alla frattura del materiale sono notevolmente superiori rispetto ad altre ceramiche dentali, come evidenziato dal seguente diagramma (fig. 6). Ne risulta la possibilità di impiegare il materiale sia come

Tabella 1:

Confronto dei vantaggi e degli svantaggi delle singole strategie di lavorazione per ZrO₂ nel campo dentale.

Lavorazione del gessetto (presinterizzato)		Lavorazione HIP-ZrO ₂	
Vantaggi	Svantaggi	Vantaggi	Svantaggi
Semplice lavorabilità	Necessario esatto calcolo della contrazione	Precisione, rifinitura precisa, nessuna distorsione	Elevati costi di lavorazione (strumenti e macchinario)
Tempi rapidi di processo in particolare per CAD/CAM	Pericolo di frattura allo stato bianco	Ottima estetica, maggiore traslucenza	Dispendiosa rifinitura con influsso sulla struttura
Nessuna dispendiosa tecnologia HIP	Nessun controllo dell'adattamento sul modello	Adattamento diretto sul modello dopo processo CAM	Lunghi tempi di processo
Economico	Minima traslucenza	Reticolo privo di difetti	Necessario materiale già colorato
Successiva colorazione	Resistenze minori	Maggiore resistenza	

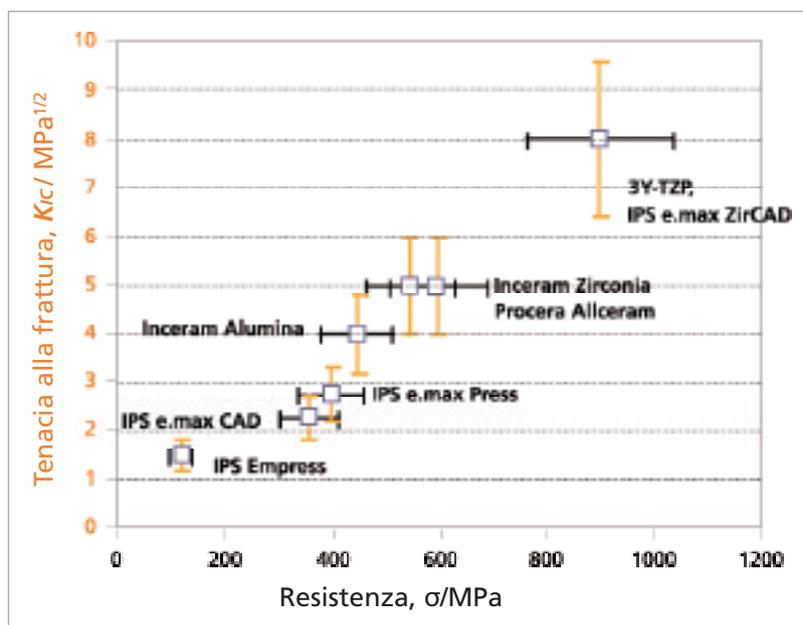


Fig. 6: Confronto delle caratteristiche meccaniche di diverse ceramiche dentali

materiale per strutture nei settori anteriori e lateroposteriori sia per corone che per strutture di ponti di più elementi. Inoltre 3Y-TZP è un materiale biocompatibile impiegabile addirittura nel campo ortopedico. Inoltre sulle strutture bianche, con un relativo materiale da stratificazione, come p.e. IPS e.max Ceram si possono realizzare restauri altamente estetici.

6 IPS e.max ZirCAD – il procedimento

Qui di seguito vengono descritte dettagliatamente le fasi del processo per la realizzazione di un restauro dentale in IPS e.max ZirCAD (fig. 7). Oltre alla produzione vera e propria del prodotto, si affronta soprattutto l'argomento della lavorazione da parte dell'utilizzatore. Nella realizzazione di un restauro dentale, l'odontotecnico è responsabile del design CAD della struttura e del rivestimento estetico. Per la fresatura di una struttura precisa è necessaria una precisa lavorazione CAM in un'unità di fresatura.

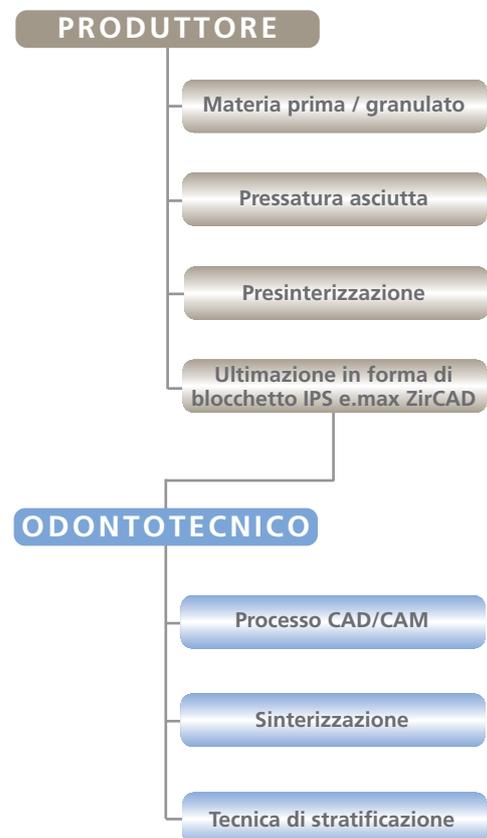


Fig. 7: schema del processo per la realizzazione di un restauro in IPS e.max ZirCAD

Il processo di lavorazione del „gessetto“ é particolare in quanto: si elabora tramite fresatura un blocchetto, che non possiede ancora le sue caratteristiche finali quali resistenza, tenacità alla frattura, densità, ecc., ma é allo stato pre-sinterizzato. In questo stato pre-sinterizzato il blocchetto é facilmente lavorabile con idonee frese. Solo dopo aver conferito la forma desiderata (processo CAM) avviene la compressione finale. Compressione, significa che il materiale si ritira rispettiv. contrae di un determinato fattore. Questa contrazione deve essere considerata nel corso del processo CAD/CAM. La struttura viene pertanto ingrandita e fresata dal blocchetto. Tanto più é preciso il fattore di contrazione di un blocchetto, tanto maggiore sarà la precisione dopo l'indurimento finale della struttura attraverso la cottura (sinterizzazione).

6.1 Caratteristiche del materiale

Secondo le diverse fasi nel processo di produzione, qui di seguito vengono spiegati i diversi stadi percorsi dal materiale IPS e.max, in base alle caratteristiche del materiale.

6.1.1 IPS e.max ZirCAD blocchetto – presinterizzato

Come materiale di partenza, nel caso di IPS e.max ZirCAD si ha un blocchetto, che si trova allo stato presinterizzato, ciò significa che non é ancora avvenuta la compressione definitiva del materiale, ma i singoli cristalliti – che successivamente formano la struttura addensata – sono legati fra di loro soltanto attraverso i punti di unione sinterizzati. Ne deriva una struttura porosa con una compressione del 50% (fig. 8). La resistenza del materiale é ottimizzata in modo tale, che da un lato la lavorazione sia ancora possibile, ma allo stesso tempo in blocchetto non si rompa durante il processo CAD/CAM. Tuttavia nel corso della rifinitura é necessaria una certa cautela ed accortezza.

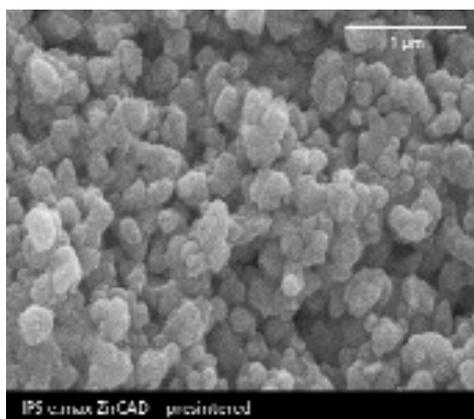


Fig. 8: immagine SEM di una superficie di frattura di un blocchetto IPS e.max ZirCAD ad ingrandimento di 30.000x

Dopo aver conferito la forma, avviene la compressione finale in un forno ad alte temperature specificatamente sviluppato per le ceramiche a base di ossidi (fig. 9). Il processo di consolidamento finale, nel quale i singoli cristalliti si avvicinano sempre più a causa dell'attivazione termica dei processi di diffusione finché non vi sono più pori nella struttura, si chiama processo di sinterizzazione. Questo avviene ad una temperatura di 1500°C. In questo processo é importante, che sia la fase di riscaldamento che di raffreddamento siano calibrate in modo preciso con il processo di sinterizzazione. Il processo termico e tecnico dell'apparecchio deve inoltre essere calibrato con i processi che avvengono nel materiale. Pertanto l'intero processo di cottura nel Sintramat dura ca. 8 ore. Il materiale si contrae in ogni direzione del 20% ca. dalla dimensione iniziale.

Nella seguente tabella (tab. 2) sono riassunte nuovamente le principali caratteristiche di IPS e.max ZirCAD allo stato presinterizzato.

6.1.2 IPS e.max ZirCAD blocchetti – sinterizzati

Nella successiva immagine (fig. 10) viene raffigurato il rapporto dimensionale prima e dopo il processo di cottura nel forno di sinterizzazione in base ad una struttura di ponte di tre elementi e di una struttura di una corona. Attraverso la sinterizzazione la struttura ottiene una modifica cromatica ed una leggera traslucenza rispetto al materiale iniziale. Nella struttura allo stato consolidato finale diviene evidente come i singoli cristalliti tetragonali sinterizzano in un denso legame formando una microstruttura omogenea (fig. 11). I limiti del granulo possono essere resi visibili soltanto attraverso un processo di mordenzatura, come in questo caso con una mordenzatura termica a 1420°C. La porosità residua é molto ridotta, per cui anche il numero di errori nella struttura



Fig. 9: forno ad alte temperature Sintramat della Ivoclar Vivadent AG per la cottura di IPS e.max ZirCAD

Tabella 2:

Caratteristiche di IPS e.max ZirCAD allo stato presinterizzato, con composizione chimica

Densità	/g cm ⁻³	3.09 – 3.21
Porosità	/%	47.3 – 49.3
Resistenza alla rottura allo stato presinterizzato	/MPa	50 – 90
Dimensioni dei cristalliti	/μm	0.25 – 0.35
ZrO ₂	/% in peso	87.0 – 95.0
Y ₂ O ₃	/% in peso	4.0-6.0
HfO ₂	/% in peso	1.0 – 5.0
Al ₂ O ₃	/% in peso	0.1-1.0

Tabella 3:

Caratteristiche di IPS e.max ZirCAD dopo il processo di cottura allo stato sinterizzato

Densità	/g cm ⁻³	>6.0
Porosità	/%	<0.5
Resistenza alla flessione [ISO 6872]	/MPa	>900
Tenacità alla frattura	/MPa m ^{1/2}	5.5
Durezza HV10	/MPa	13000
Espansione termica α (100–400°C)	/10 ⁻⁶ K ⁻¹	10.75
Espansione termica α (100–500°C)	/10 ⁻⁶ K ⁻¹	10.80
Fase mineralogica	–	tetragonale
Dimensione dei cristalliti	/μm	0.50–0.65



Fig. 10: comparazione di struttura IPS e.max ZirCAD prima e dopo il processo di cottura

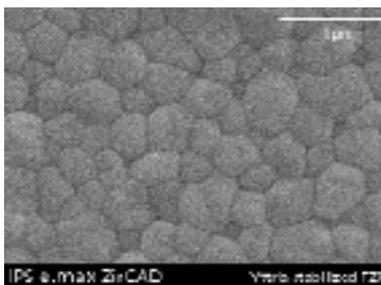


Fig. 11: immagine SEM della struttura di IPS e.max ZirCAD allo stato sinterizzato (mordenzato termicamente a 1420°C, 20 min)



Fig. 12: struttura di ponte a 3 elementi in IPS e.max ZirCAD su sfere in ZrO₂ dopo il processo di sinterizzazione



Fig. 13: supporto per il processo di sinterizzazione: le sfere Sintramat ZrO₂

é minimizzato. Ne consegue una compressione del materiale di oltre 99% della densità teorica. La combinazione fra compressione elevata, minima quota di errori nella struttura e delle dimensioni medio-piccole dei cristalliti di ca. 0,5 μm determina l'elevata resistenza alla frattura del materiale. Inoltre, a causa della sopradescritta possibilità di trasformazione delle particelle tetragonali si ha un meccanismo di rafforzamento, che porta ad una tenacità alla frattura di oltre 5.5 MPa m^{1/2}. Le ulteriori caratteristiche sono riassunte nella tabella 3.

6.2 Fonti di errore: cause ed effetti

Affinché nella realizzazione dei restauri in IPS e.max ZirCAD si ottenga un risultato di elevata qualità, devono essere rispettate alcune regole.

Come precedentemente descritto, il processo di cottura é determinante per il risultato. In tal senso non é soltanto importante, che gli indici merceologici come resistenza, densità ecc. vengano guidati attraverso il regime temperatura-tempo; il processo termico nel forno ha anche un grande influsso sulla precisione. Così é facilmente immaginabile, che una costruzione dalla complessa geometria come succede per una struttura dentale, sia sottoposta ad una deformazione durante il processo di contrazione. Questa deformazione deve essere guidata in modo tale che non avvenga né distorsione, né torsione. Durante la cottura la struttura deve pertanto essere in grado di muoversi liberamente ed uniformemente in tutte le direzioni. Sono di aiuto a tale scopo le sfere ZrO₂ (fig. 13). Queste rappresentano da un lato un supporto uniforme della struttura e dall'altro una libera mobilità durante il processo di sinterizzazione (fig. 12). Soltanto così la struttura in ZrO₂ sinterizzata ottiene la sua eccellente precisione (fig. 14).

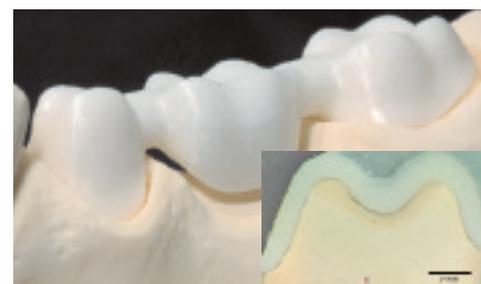


Fig. 14: precisione di una struttura di ponte di 3 elementi sul modello dopo il processo di cottura

6.2.1 Rifinitura superficiale

Attraverso la lavorazione CAM con strumenti diamantati, sulla struttura ZrO_2 viene prodotta una trama superficiale che viene mantenuta anche dopo il processo di sinterizzazione. L'immagine della superficie allo stato fresato e sinterizzato presenta tracce di rifinitura uniformi, che si sono formate nel corso della lavorazione strumenti diamantati. Nonostante questa ruvidità superficiale lasci presumere grossi difetti o addirittura incrinature nel materiale, nell'ingrandimento (fig. 15), risulta evidente, che all'interno delle tracce di rifinitura non sono visibili microrilievi affilati.

Invece con la sabbatura con particelle in ossido di alluminio (fig. 16) avviene un forte impatto sulla superficie. In tal caso, si formano grezze strutture fino a profonde tracce di incrinature (fig. 17). Le affilate incrinature ed i difetti, in caso di ceramiche fragili, si rivelano in parte catastrofiche per il comportamento di frattura e riducono pertanto la resistenza del materiale.

Per i materiali TZP però p.e. Garvie et al. [1] o Kosmac et al. [16] hanno rilevato che la sabbatura non ha alcun influsso negativo sulla resistenza, bensì al contrario con essa si ottiene addirittura un aumento. Questo rafforzamento viene ottenuto attraverso la trasformazione di fase sulla superficie dalla fase tetragonale a quella monoclina, con la quale una tensione da pressione superficiale rafforza la ceramica [16]. Nel diffrattogramma (fig. 18) è visibile la trasformazione superficiale t/m. Alcune ricerche hanno inoltre dimostrato, che oltre alla trasformazione di fase, avviene anche un apporto di particelle Al_2O_3 sulla superficie.

E' da considerare, che un rafforzamento attraverso la sabbatura è possibile soltanto per la struttura. Non è dato un rafforzamento dell'intero restauro completo di materiale da rivestimento estetico. Al contrario, una sabbatura della superficie prima del rivestimento estetico vuole dire un indebolimento dell'intera struttura. La ceramica per strutture non deve essere sabbata prima della stratificazione, poiché altrimenti si indebolisce il legame fra struttura e ceramica da stratificazione. In generale, dopo la sinterizzazione si dovrebbe rifinire soltanto con gli strumenti consigliati.

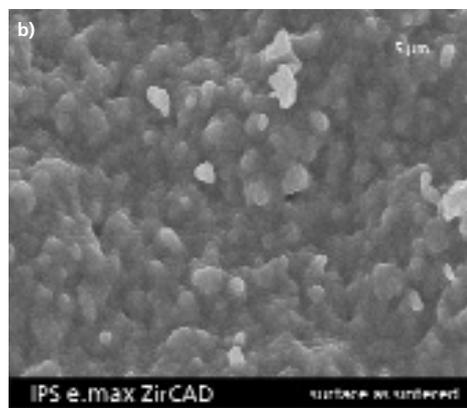
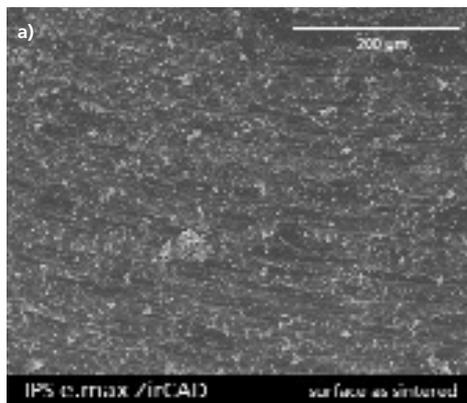


Fig. 15: superficie ZrO_2 rifinita nel processo CAD/CAM con ingrandimento di a) 200x e b) 5000x allo stato sinterizzato.

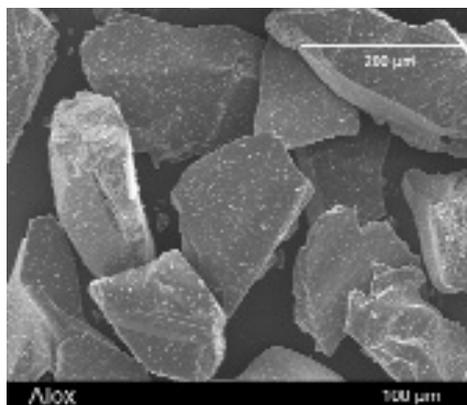


Fig. 16: particelle di ossido di alluminio da 100 μm per la sabbatura

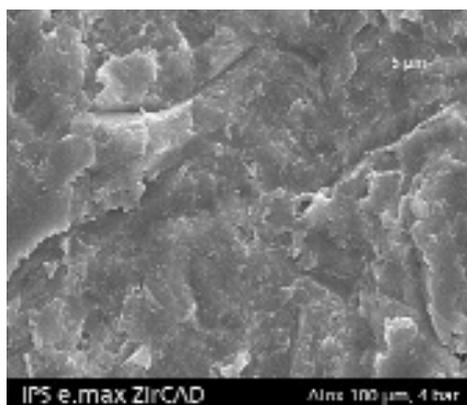


Fig. 17: superficie sabbata con particelle di ossido di alluminio di 100 μm a 4 bar

6.2.2 Influsso del trattamento termico

Il processo termico è determinante per la formazione della struttura e per le caratteristiche del materiale. Se il processo di cottura non viene guidato in modo estremamente preciso, ne risultano risultati di cottura indesiderati, che visivamente spesso non si notano. Soltanto sotto osservazione della microstruttura e della caratterizzazione in riguardo all'utilizzo dentale, divengono visibili le differenze. I processi di crescita dei granuli e le diverse formazioni di fasi, per l'utente spesso non sono riconoscibili.

6.3 Impieghi/indicazioni di IPS e.max ZirCAD

Grazie alle sue eccellenti caratteristiche meccaniche, IPS e.max ZirCAD può essere utilizzato senza problemi per strutture di ponti di più elementi. In combinazione con la ceramica per stratificazione IPS e.max Ceram si ottiene inoltre un restauro dentale che soddisfa le più elevate esigenze e dall'aspetto estremamente naturale (fig. 19). Oltre alla classica conformazione di un ponte, il materiale 3Y-TZP consente anche la realizzazione di ponti inlay.

Nonostante il fatto che per strutture di corone, soprattutto nei settori anteriori, non vi siano richiesti requisiti così elevati in riguardo a caratteristiche meccaniche, l'ossido di zirconio in determinate situazioni presenta notevoli vantaggi rispetto ai materiali convenzionali. Grazie all'opacità relativamente elevata rispetto alle vetroceramiche, con l'ossido di zirconio è possibile ricoprire monconi fortemente decolorati o discromici in modo da rendere possibile un adattamento con i denti circostanti. E' pertanto possibile compensare l'influsso del moncone scuro che traspare dal profondo.

6.3.1 Sovrapressatura di strutture

Oltre alla ceramica da stratificazione IPS e.max Ceram, per il rivestimento estetico della struttura IPS e.max ZirCAD vi è anche la possibilità di sovrappressatura con IPS e.max ZirPress. A tale scopo i vantaggi della tecnologia CAD/CAM viene combinata con quella delle ceramiche per pressatura. In tal modo ad esempio, è possibile semplificare la stratificazione di una spalla in ceramica attraverso la sovrappressatura di una struttura opportunamente accorciata. Un processo di stratificazione tecnicamente difficile viene sostituito in modo efficiente dalla sovrappressatura ottenendo ugualmente un risultato altamente estetico. La compatibilità fra i diversi materiali come struttura, ceramica da stratificazione e pressatura è sempre data (vedi articolo IPS e.max ZirPress).

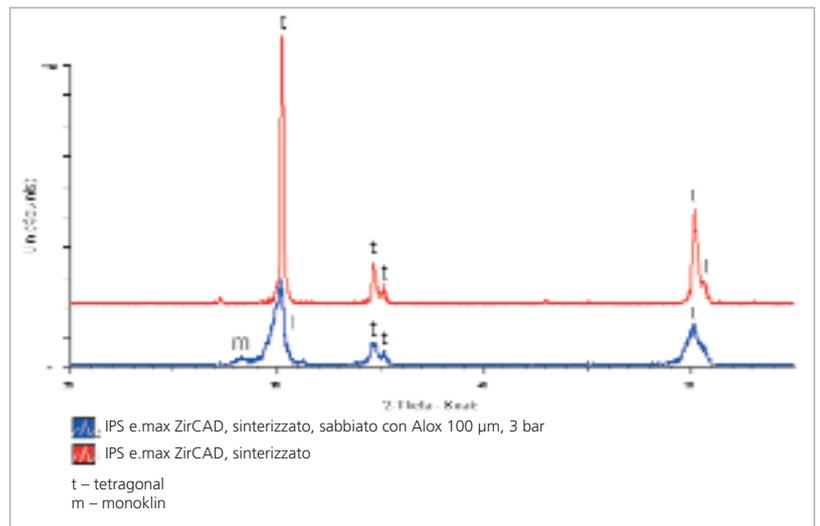


Fig. 18: diffrattogrammi ai raggi x, della superficie dei campioni IPS e.max ZirCAD elaborati: dopo la sabbiatura, la fase monoclinica sulla superficie diventa rilevabile



Fig. 19: ponte di tre elementi in IPS e.max ZirCAD rivestito esteticamente con IPS e.max Ceram

7 Riferimenti bibliografici

- [1] *Garvie R.C., Hannink R.H., Pascoe R.T.*; Ceramic Steel?, Nature (London); **258**, 703-704 (1975)
- [2] *Subbarao E.C., Mati H.S., Srivastava K.K.*; Phase Transformation in Zirconia; Phys. Status Solidi A **21** [1], 9-40 (1974)
- [3] *Wolten G.M.*; Diffusionless Phase Transformations in Zirconia and Hafnia; J. Am. Ceram. Soc., **46** [9], 418-422 (1963)
- [4] *Bansal G.K., Heuer A.H.*; On a Martensitic Phase Transformation in Zirconia (ZrO₂): I, Metallographic Evidence; Acta Metall. **20** [11], 1281-1289 (1972); II, Crystallographic Aspects, Acta Metall., **22** [4], 409-417 (1974)
- [5] *Heuer A.H., Claussen N., Kriven W.H. and Rühle R.*; Stability of Tetragonal ZrO₂-Particles in Ceramic Matrices; J. Am. Ceram. Soc. **65**, 642-650 (1982)
- [6] *Deville S., Guénin G., Chevalier J.*; Martensitic transformation in zirconia Part I. Nanometer scale prediction and measurement of transformation induced relief.; Acta Materialica **52**, 5697-5707 (2004)
- [7] *Lange F.F.*; Transformation Toughening; J. Mat. Sci, **17**, 247-254 (1982)
- [8] *Lange F.F.*; Transformation-Toughened ZrO₂: Correlations between Grain Size Control and Composition in the System ZrO₂-Y₂O₃; J. Am. Ceram. Soc. **69** [3], 240-242 (1986)
- [9] *Yashima M., Kakihana M., Yoshimura M.*; Metastable-Stable Phase Diagrams in the Zirconia-Containing Systems Utilized in Solid-Oxide Fuel Cell Application; Solid States Ionics; **86-88** [2], 1131-1149 (1996)
- [10] *Scott, H.G.*; Phase relationships in the zirconia-yttria system; J. Mat. Sci. **10**, 1527-1535 (1975)
- [11] *Becher P.F., Swain M.V.*; Grain-Size-Dependent Transformation Behavior in Polycrystalline Tetragonal Zirconia; J. Am. Ceram. Soc., **75** [3], 493-502 (1992)
- [12] *Ruiz L., Readey M.J.*; Effect of Heat Treatment on Grain Size, Phase Assemblage, and Mechanical Properties of 3 mol% Y-TZP; J. Am. Ceram. Soc., **79** [9], 2331-2340 (1996)
- [13] *Lange F.F., Dunlop G.L., Davis B.I.*; Degradation During Aging of Transformation-Toughened ZrO₂-Y₂O₃ Materials at 250°C; J. Am. Ceram. Soc. **69**, 237-240 (1986)
- [14] *Tsugio Sato, Masahiko Shimada*; Transformation of Yttria-Doped Tetragonal ZrO₂-Polycrystals by Annealing in Water; J. Am. Ceram. Soc. **68** [6], 356-359 (1985)
- [15] *Tsugio Sato, Shiro Ohtaki, Tadashi Endo, Masahiko Shimada*; Improvement of Thermal Stability of Yttria-Doped Tetragonal Zirconia Polycrystals by Alloying with Various Oxides; Int. J. High Technology Ceramics **2**, 167-177 (1986)
- [16] *Kosmač T., Oblak C., Jevnikar P., Funduk N., Marion L.*; The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic; Dental Materials **15**, 426-433 (1999)
- [17] *Schweiger M.*; Zirkoniumoxid – Hochfeste und bruchzähe Strukturkeramik; Ästhetische Zahnmedizin **5**, 248-257 (2004)



Marcel Schweiger

IPS e.max Ceram

La ceramica da rivestimento estetico universale – One for 4

1 Introduzione

Nello sviluppo della ceramica per rivestimento estetico IPS e.max Ceram si sono poste in prima linea le caratteristiche quali estetica e possibilità di impiego universale. In riguardo ad estetica, già con i sistemi da rivestimento estetico come IPS d.SIGN ed IPS Eris for E2 l'impiego di ceramiche a base di fluoroapatite come componenti opacizzanti si sono potuti ottenere risultati eccezionali [1–3]. Questo concetto di opacizzazione di successo prosegue anche per IPS e.max Ceram.

L'impiego universale viene garantito attraverso la compatibilità di IPS e.max Ceram con i materiali per struttura IPS e.max ZirCAD (ceramica a base di ossido), CAD e Press (vetroceramica a base di disilicato di litio), nonché con la componente dentinale pressabile ZirPress (vetroceramica a base di fluoroapatite). In tal senso, è stato necessario regolare in modo ottimale l'espansione termica e la temperatura di cottura per soddisfare anche questi requisiti.

2 Composizione

IPS e.max Ceram è composta da vetri di silicato e vetroceramiche a base di fluoroapatite. Come unica materia prima naturale per la realizzazione di vetri di silicato viene impiegata sabbia di quarzo. IPS e.max Ceram viene prodotto senza l'uso di componenti

feldspatiche ed in seguito alla sua composizione non può formare cristalli di leucite. Nelle componenti della miscela si utilizzano vetri dal sistema multicomponente $\text{SiO}_2\text{-Li}_2\text{O-Na}_2\text{O-K}_2\text{O-ZnO-Al}_2\text{O}_3$. Nelle vetroceramiche contenenti fluoroapatite i vetri iniziali contengono inoltre le componenti CaO , P_2O_5 ed F . Queste tre componenti di base sono il presupposto per la formazione dei cristalli di fluoroapatite $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$. I vetri di silicato vengono fusi omogeneamente in specifici forni per la fusione di vetro a temperature di $1300\text{--}1500^\circ\text{C}$ ed infine portati alla forma definitiva del prodotto IPS e.max Ceram attraverso processi di miscelazione, triturazione e tempera controllati e riproducibili. Fuorché le masse Glasura, Shades, Add-On ed Essence, tutti i prodotti IPS e.max Ceram contengono cristalli di fluoroapatite in diversa concentrazione. Nella tabella 1 sono riportate le composizioni dei prodotti principali.

La componente principale di ogni gruppo di prodotto è rappresentata da SiO_2 con una parte di oltre 50% in peso. Additivi quali Li_2O , B_2O_3 ed F sono importanti per il comportamento di sinterizzazione e la reticolazione sulla superficie del restauri durante la lavorazione odontotecnica. Al_2O_3 e ZrO_2 migliorano la resistenza meccanica. Per la regolazione del coefficiente di espansione e la temperatura di lavorazione hanno notevole importanza soprattutto gli ossidi metallo alcalini K_2O ed Na_2O . A seconda del contenuto di SiO_2 ed Al_2O_3 deve essere adattata la parte di ossidi

Tabella 1:

Composizione chimica dei diversi prodotti IPS e.max Ceram (% in peso)

	Materiali da stratificazione	Add-On	ZirLiner	Shade, Essence, Glasura
SiO_2	60.0-65.0	61.0-68.0	50.0-60.0	61.0-68.0
Li_2O	1.0-2.0	1.0-2.5	---	1.0-2.5
Na_2O	6.0-9.0	5.0-8.0	6.0-11.0	5.0-8.0
K_2O	6.0-8.0	5.0-8.0	4.0-8.0	5.0-8.0
CaO	1.0-3.0	1.0-3.0	1.5-4.0	1.0-3.0
ZnO	2.0-3.0	2.0-4.0	---	2.0-4.0
Al_2O_3	8.0-12.0	5.0-8.0	16.0-22.0	5.0-8.0
ZrO_2	1.0-1.5	0.5-1.5	1.5-3.0	0.5-1.5
P_2O_5	0.1-1.0	---	0.8-2.0	---
F	1.0-2.0	1.0-2.0	0.2-1.5	1.0-2.0
Componenti aggiuntive: SrO , B_2O_3 , ZrO_2 , TiO_2				

metallo-alcini. Le componenti CaO, P₂O₅ ed F sono assolutamente necessarie, per portare la fluoroapatite alla separazione. Indirettamente, il contenuto di queste componenti formanti l'apatite hanno influsso sull'opacità e sull'estetica.

Nella preparazione dei granulati di vetro in polvere di vetro, la tecnologia di macinazione assume un ruolo determinante. A seconda della distribuzione granulometrica e della finezza finale della polvere si possono regolare miratamente anche le caratteristiche di lavorazione. Mentre nella dentina e smalto è presente una distribuzione granulometrica piuttosto grossolana con dimensioni medie nel campo di 30-36 µm, per le masse Essence e Glasura si è ottenuta una triturazione fine con granulometria media 5-10 µm. In tal modo si possono p.e. aggiungere individualmente le masse colorate Essence come additivi coloranti alle esistenti masse di granulometria grossa, per ottenere un' intensificazione del croma.

3 La struttura

IPS e.max Ceram è una miscela omogenea di polvere di vetroceramica contenenti fluoroapatite e vetri sinterizzati. I vetri sinterizzati sono monofase e non contengono fasi cristalline. Anche in caso di cotture in applicazione odontotecnica, questi vetri rimangono assolutamente stabili e non formano cristalli. Le vetroceramiche contengono cristalli di fluoroapatite Ca₅(PO₄)₃F. La prova della fase cristallina avviene attraverso diffrazione dei raggi X e microscopio a scansione elettronica (SEM). Nelle fig. 1 e 2 sono rappresentate le forme di cristalli di fluoroapatite tipiche della IPS e.max Ceram.

La fluorapatite cristallizza in una forma di prisma allungato con superficie esagonale. Le sezioni dimostrano una superficie rettangolare allungata e le sezioni secondo superfici esagonali. La simmetria dei cristalli è esagonale. Le componenti principali rappresentano tetraedri PO₄³⁻, che sono legati lateralmente attraverso ioni di Ca²⁺. Negli spazi intermedi sono inglobati ioni F. L'indice di rifrazione della fluoroapatite è nel campo di 1.629-1.667.

Attraverso diversi rapporti di concentrazione di CaO, P₂O₅ ed F nonché variazione della temperatura e del tempo di cristallizzazione si possono regolare miratamente cristalli di fluoroapatite. Questi processi decorrono in modo controllato e riproducibile in scala produttiva. La quantità e la forma dei cristalli attraverso la conduzione della cottura durante la lavorazione odontotecnica a 750°C, non varia più. E' possibile garantire questo mantenendo la temperatura di cristallizzazione durante la produzione nel campo di 850°C - 1150°C con tempi di tempera di oltre un ora. Le cotture seguenti in laboratorio odontotecnico sono notevolmente inferiori a questi parametri di processo, così che non può avvenire alcuna crescita di cristalli. In IPS e.max Ceram la fluoroapatite è presente sia in nanoscala che in forma allungata. I cristalli di prismi allungati hanno una lunghezza di 1-2 µm e nella loro estensione della sezione sono inferiori a 200 nm. I cristalli in nanoscala sono leggermente accentuati in lunghezza ed hanno una lunghezza inferiore a 200 nm. La loro estensione trasversale è inferiore a 100 nm. A partire da grandezze inferiori a 100 nm è ammessa la definizione „nano“. Attraverso XRD si possono rilevare le parti cristalline. Nella fig. 3 viene raffigurato il diagramma della diffrazione a raggi X di una vetroceramica a base di fluoroapatite del sistema IPS e.max Ceram a confronto con lo schema di riferimento della fluoroapatite pura.

Oltre al fatto, che la struttura dei cristalli di fluoroapatite è molto simile a quella dello smalto naturale dei denti, i cristalli vengono impiegati miratamente per regolare le proprietà ottiche delle diverse masse. Questo argomento sarà poi approfondito nel punto.

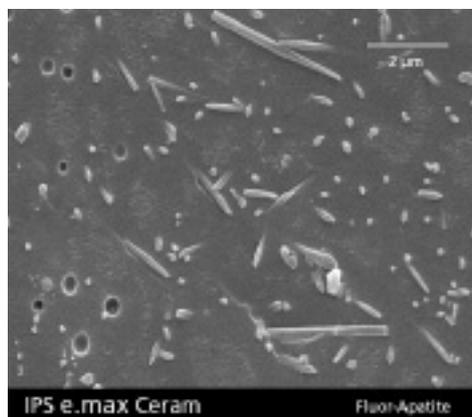


Fig. 1: cristalli di fluoroapatite allungati (mordenzatura; 3% HF, 10 sec.)

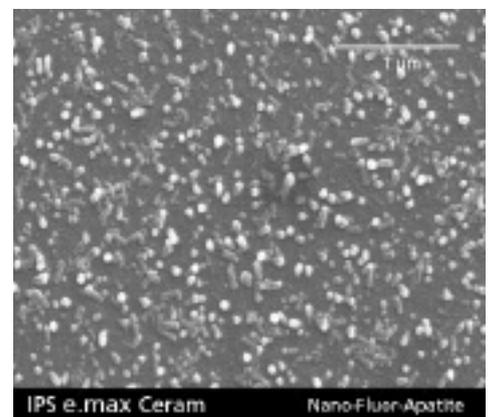


Fig. 2: cristalli di nano-fluoroapatite (mordenzatura; 3% HF, 10 sec.)

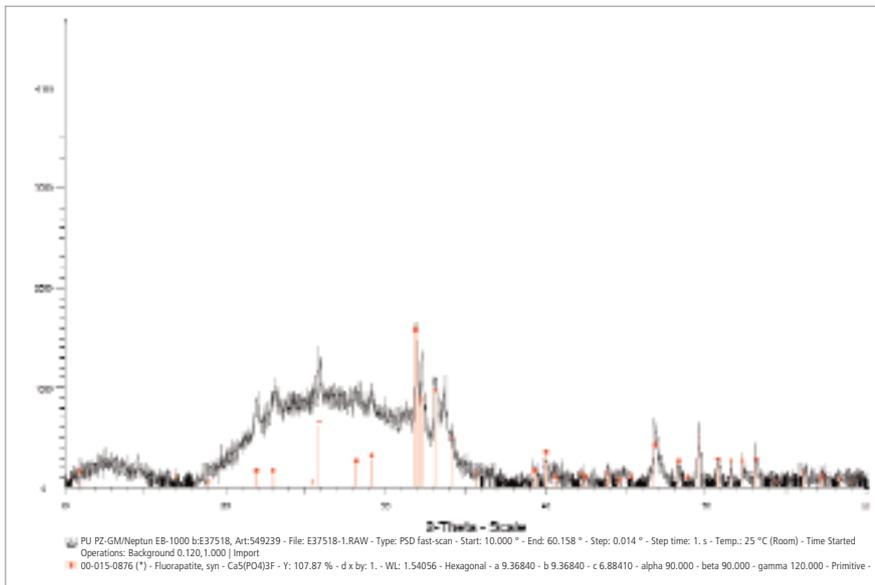


Fig. 3: diffrattogramma a raggi X di una vetroceramica a base di fluoroapatite, impiegato in IPS e.max Ceram.

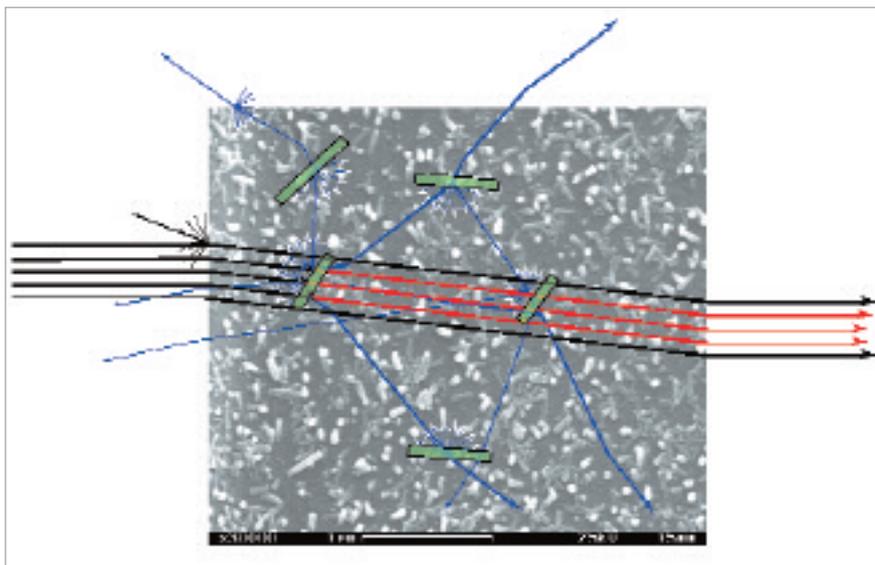


Fig. 4: raffigurazione schematica dell'effetto opalescente: trasmissione della luce ad onde lunghe e diffusione della luce ad onde corte.

4 Le caratteristiche

4.1 Caratteristiche ottiche

I cristalli di fluoroapatite influiscono notevolmente sulla dinamica ottica di IPS e.max Ceram. La luce viene principalmente diffusa lungo questi cristalli. Nel processo di diffusione, assumono un ruolo fisicamente la lunghezza d'onda, le dimensioni delle particelle (sezione) e gli indici di particella e matrice. Nel caso di IPS e.max Ceram l'opacità è resa possibile dai cristalli di fluoroapatite, che sono inglobate nella matrice di vetro come particella. L'indice di rifrazione dei cristalli (particelle) di 1.63–1.67 è superiore a quello della matrice di vetro pari a 1.50–1.55. Contrariamente ai convenzionali concetti di opacizzazione con particelle di ceramica quali ZrO_2 (indice di rifrazione 2.1–2.2) oppure TiO_2 (indice di rifrazione 2.5–2.6) per IPS e.max Ceram la differenza fra l'indice di rifrazione di particella e matrice è notevolmente inferiore. In tal modo si creano i presupposti ideali di diffusione per l'impiego in campo dentale, così da poter regolare in combinazione ideale le caratteristiche ottiche quali traslucenza e luminosità. In caso di eccessiva differenza fra gli indici di rifrazione si può ottenere una maggiore luminosità, ma a causa del forte effetto di diffusione non sono possibili caratteristiche di traslucenza.

Anche le caratteristiche opalescenti vengono causate attraverso la diffusione di luce. La parte ad onde corte (blu) della luce incidente viene diffusa e riflessa sui piccoli cristalli e sulle zone di dissociazione, che possiedono dimensioni nel campo di 100–500 nm. La parte ad onde lunghe (rossastra) della luce non riceve alcun influsso da queste piccole particelle e può passare praticamente indisturbata. In caso di luce incidente il materiale appare bluastro e con luce passante rosso-arancio. In tal modo si crea il tipico effetto opalescente, che conferisce ai restauri rivestiti esteticamente con IPS e.max la naturale estetica in zona incisale (fig. 4).

Inoltre nelle masse Effect, oltre ai cristalli di fluoroapatite in nanoscala, si sfruttano miratamente anche effetti dalla separazione della fase, che assumono un ruolo determinante nella realizzazione di una vetroceramica. La separazione di fase, come i processi di cristallizzazione, è regolabile in modo controllato e riproducibile. Nel caso di IPS e.max Ceram si utilizzano temperatura di 900–1150°C. Le dimensioni delle particelle è pertanto assolutamente stabile nelle seguenti cotture odontotecniche a 750°C. In tal modo l'effetto di opalescenza

rimane inalterato anche dopo più cotture. Le zone di dissociazione a forma di goccia hanno un diametro di ca. 300 nm (fig. 5). In tal modo si soddisfa il requisito di una diffusione della luce indipendente dalla lunghezza d'onda, ottenendo l'effetto di opalescenza desiderato.

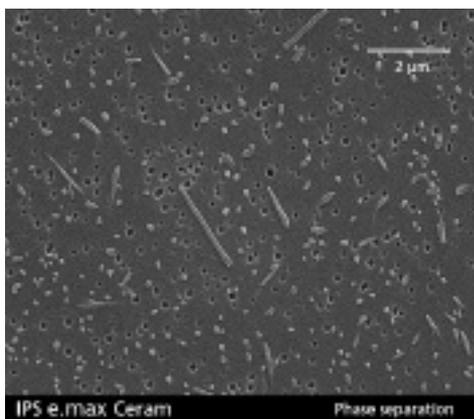


Fig. 5: fase a forma di goccia nel campo di nanoscala e cristalli di fluoroapatite per ottenere l'effetto di opalescenza naturale (mordenzatura 3% HF; 10 sec.)

4.2 Caratteristiche meccaniche

La ceramica da rivestimento estetico, nell'impiego clinico è sottoposta ad un forte carico chimico, termico e meccanico. I singoli tipi di carico si sovrappongono e possono rafforzarsi a vicenda. La resistenza iniziale misurabile non è un parametro di riferimento, in quanto il metodo di preparazione e l'omogeneità del processo di realizzazione influiscono fortemente il valore di misurazione. Vetri e ceramiche sono materiali duro-fragili e seguono la teoria del meccanismo di frattura lineare-elastico, poiché fino all'insuccesso non presentano una deformazione plastica e si comportano puramente elasticamente. Zone che causano la rottura di materiali duro-fragili sono nella maggior parte dei casi difetti del materiale quali porosità, inglobazioni o difetti nella superficie. Una fibra di SiO₂ dalla superficie perfetta e dal volume omogeneo può raggiungere resistenze alla trazione sottovuoto nel campo di 12'000–16'000 MPa. Una barra flessibile preparata con lo stesso vetro però presenta soltanto 45 MPa. Se queste barre flessibili inoltre vengono anche sabbiate superficialmente, la resistenza si riduce a soli 14 MPa [4]. Tanto maggiore il difetto del materiale, tanto maggiore l'intensità di tensione agente con lo stesso carico. Un importante obiettivo nella realizzazione di componenti di costruzione in materiali duro-fragili è pertanto la minimizzazione dei difetti in riguardo a numero e dimensioni. IPS e.max Ceram raggiunge una resistenza biassiale di

80–100 MPa e soddisfa quindi ampiamente il valore richiesto dalla norma (ISO 6872) di >50 MPa. I cristalli di fluoroapatite non danno un contributo misurabile chiaramente per il rafforzamento della vetroceramica come avviene per i cristalli di leucite o di disilicato di litio. La densità di separazione e la differenza del coefficiente di espansione rispetto alla matrice di vetro sono insufficienti per determinare un rafforzamento della dispersione. Si tratta di notare che attualmente le ceramiche da rivestimento estetico in commercio per strutture ZrO₂ presentano tutte un campo di resistenza di 70–100 MPa (misurazioni Ivoclar Vivadent AG, 2003–2005). Un confronto delle resistenze biassiali di diverse ceramiche da rivestimento estetico per strutture ZrO₂ è rilevabile nella tabella 2.

E' da considerare che le temperature di cottura per la realizzazione dei campioni sono superiori di quelle indicate dal produttore, in quanto i campioni sono piatti e posizionati sul portaoggetti e quindi non vengono sottoposti uniformemente attraverso una grande superficie alla diffusione di calore del forno. Per compensare questa differenza di energia rispetto ad un restauro dentale posizionato centralmente, è necessario aumentare la temperatura di cottura. In base al risultato di cottura è facilmente rilevabile, se i campioni sono cotti sufficientemente. Soltanto campioni cotti completamente danno anche valori di resistenza rappresentativi. Tutte le ceramiche da rivestimento estetico misurate soddisfano il valore minimo richiesto di 50 MPa. In seguito all'elevata componente di vetro, nelle ceramiche da rivestimento estetico prive di leucite non sono possibili valori di resistenza significativamente superiori. La parte rivestita esteticamente rappresenta pertanto anche tuttora la componente meccanicamente più debole del restauro in ceramica integrale. Per questo motivo il dimensionamento della struttura deve essere massimizzato il più possibile. Questo deve essere tenuto in considerazione soprattutto nei settori latero-posteriori, poiché qui la funzionalità dovrebbe avere la precedenza sull'estetica. Una modellazione della struttura ZrO₂ a supporto delle cuspidi migliora l'affidabilità meccanica del restauro.

Tabella 2:

<i>Resistenze biassiali (ISO 6872) di diverse ceramiche da rivestimento estetico di ZrO₂ (Misurazioni Ivoclar Vivadent AG, 2003–2005)</i>	
IPS e.max Ceram	90 ± 10MPa
Ceramica ZrO ₂ A (Nobel Zr)	102 ± 18 MPa
Ceramica ZrO ₂ B (Cercon S)	84 ± 13 MPa
Ceramica ZrO ₂ C (Vita VM9)	97 ± 8MPa

4.3 Caratteristiche termiche

I coefficienti di espansione termica lineare (CET) della struttura e del materiale da rivestimento estetico devono essere calibrati fra di loro. Il CET indica, di quanto una barra lunga un metro si espande o si contrae con una modifica di temperatura di 1°C oppure 1K (Kelvin). Questa variazione assoluta in lunghezza viene rilevata in μm ($=0.000001\text{ m}$). Come unità di misura risulta pertanto $\mu\text{m}/\text{m}\cdot\text{K}$. L'unità può anche essere abbreviata a ppm/K, dove ppm significa „part per million” e corrisponde a 0,0001%. Il CET indica pertanto una variazione relativa di lunghezza del materiale per K. Un esempio di calcolo dimostra la relazione. Dovendo calcolare la variazione assoluta di lunghezza Δl di un ponte di l_0 in IPS e.max ZirCAD nel campo di temperatura ΔT da 25 a 400°C (CET ZirCAD $\alpha = 10.75\ \mu\text{m}/\text{m}\cdot\text{K}$) avremo:

$$\Delta l = \alpha \cdot \Delta T \cdot l_0 \cdot 0.000001$$

$$\frac{\Delta l}{l_0} = 10.75 \cdot (400-25)\text{ K} \cdot 30\text{mm} \cdot 0.000001/\text{K}$$

$$= 0.121\text{mm} = 121\ \mu\text{m}$$

La variazione assoluta di lunghezza Δl di un ponte di 30 mm in IPS e.max ZirCAD è di 121 μm nel campo di 25-400°C.

Come regola, per i restauri dentali si è dimostrato, che si ottiene un legame stabile fra rivestimento e struttura, se il CET del rivestimento estetico è più basso di quello della struttura. La superficie di rivestimento estetico meccanicamente più debole, viene in tale posta sotto tensione da compressione. Vetro e ceramica possono sopportare molto meglio tensioni da compressione che tensioni da trazione. Questo principio viene impiegato sia per la metallo-ceramica che per la ceramica integrale.

Il CET di IPS e.max Ceram, con tutte le combinazioni del sistema è sempre inferiore al CET della ceramica per strutture. In tal modo si ottiene, che la ceramica da rivestimento estetico meccanicamente più debole venga sottoposta a tensione da compressione, mentre la ceramica da struttura più resistente venga sottoposta a tensione da trazione superficiale. Nel modello della barra bistrato si possono calcolare le tensioni superficiali che si verificano teoricamente [5]. Nel caso di IPS e.max ZirCAD la tensione da trazione calcolata è di max. 15 MPa e

per le vetroceramiche IPS e.max CAD e Press al massimo 7 MPa. Questi valori si trovano notevolmente al di sotto delle resistenze proprie dei materiali da struttura e non rappresentano pertanto alcun problema. Tuttavia è da considerare che con questo calcolo teorico si tratta del caso ideale con un raffreddamento uniforme. Un raffreddamento rapido e diversi spessori all'interno di un restauro possono portare ad un aumento delle tensioni da trazione, rispettiv. a trasmettere tensioni da trazione critiche anche alla ceramica da rivestimento estetico.

Nel confronto di CET è importante, che i valori siano riferiti agli stessi intervalli di temperatura. Il CET indicato, rispettiv. calcolato dipende dalla temperatura. Poiché la temperatura di trasformazione di IPS e.max Ceram è nel campo di 470–490°C, il CET non può essere valutato fino a 500°C. Il punto di trasformazione rappresenta un punto caratteristico nel passaggio fra corpo solido vetroso ed elettrolito fuso. L'espansione lineare si modifica con la temperatura di trasformazione. Il limite superiore di temperatura viene quindi posto a 400°C nella valutazione, per garantire un campo di espansione stabile e lineare. Corrispondentemente anche i valori CET delle ceramiche da struttura vengono indicati nel campo di temperatura di 100–400°C, nonostante che per questi materiali sia possibile la valutazione fino a 500°C.

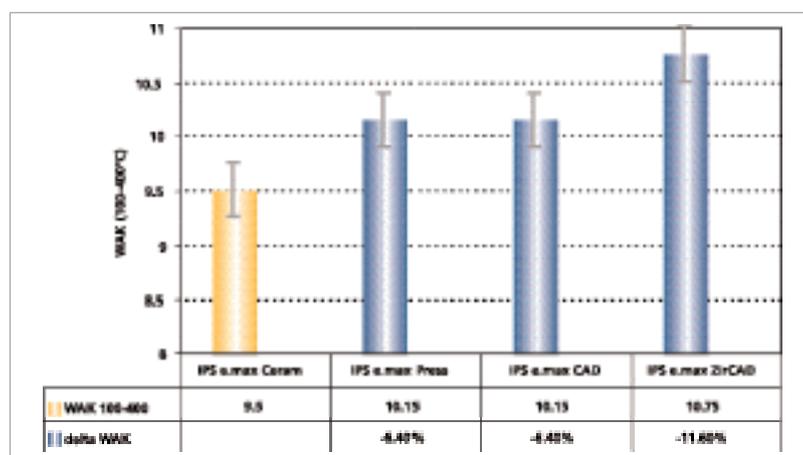


Fig. 6: CET all'interno del sistema IPS e.max (Ivoclar Vivadent 2005)

5 Il processo di sinterizzazione

IPS e.max Ceram è una vetroceramica a basso punto di fusione. Il punto di sinterizzazione della miscela è al di sotto di 800°C. Il decorso di sinterizzazione è un processo dinamico. I più importanti influssi sono rappresentati dalla distribuzione granulometrica, la superficie specifica, il condizionamento superficiale della polvere, la condensazione della polvere, la quota di riscaldamento, le temperatura finale ed il tempo di tenuta. IPS e.max Ceram è una vetroceramica e contiene un'elevata quantità di fase vetrosa. I materiali vetrosi hanno un caratteristico intervallo di trasformazione ed un successivo intervallo di rammollimento. Nell'intervallo di rammollimento la viscosità è di $10^8-10^{13,5}$ Pas. Nei punti di contatto si formano primi ponti di fusione fra le singole particelle di polvere. L'ulteriore compressione da sinterizzazione avviene attraverso il meccanismo della sinterizzazione a fase liquida [6, 7]. Attraverso la locale fusione dei granuli di vetro di IPS e.max Ceram – che avviene a partire dal punto di rammollimento di 540°C – con l'aumentare della temperatura si chiudono in modo continuativo le zone a pori aperti.

Il comportamento di sinterizzazione può essere caratterizzato anche attraverso la microscopia di riscaldamento. A tale scopo un campione cilindrico di polvere viene riscaldato con una quota di riscaldamento costante ed attraverso una immagine a contrasto (a riflesso) si rileva digitalmente la contrazione da sinterizzazione. La contrazione volumetrica riferita ai campioni a norma, non condensati è del 45,4%. Premesso un comportamento di sinterizzazione isotropo (identico in tutte le direzioni dello spazio) questo corrisponde ad un ritiro lineare del 18,3%. A confronto, sono state analizzate ceramiche di altri produttori con lo stesso metodo di prova (tab. 3). La contrazione volumetrica è stata per tutti i sistemi in un campo relativamente stretto fra 43,2 e 46,5%

(lineare 17,2–18,8%). A confronto il ritiro lineare di IPS e.max ZirCAD è di media del 20%.

Per rendere visibile il processo di sinterizzazione, il ciclo di cottura in un Programat P200 è stato interrotto alle temperature di 600, 650, 700 e 750°C e la struttura di sinterizzazione è stata analizzata al microscopio a scansione elettronica. Il progresso della sinterizzazione è raffigurato nelle immagini da 7 a 10.

A 600°C i singoli granuli di vetro e di vetroceramica sono ancora ben riconoscibili (fig. 7). Il processo di sinterizzazione, secondo il microscopio a riscaldamento, inizia a 550°C. Si formano i primi singoli ponti di fusione sulle zone di contatto dirette fra i singoli granuli. La struttura da sinterizzare ha solo minima resistenza. Nel campo di temperatura di 600–650°C l'attività di sinterizzazione inizia in modo più rafforzato (Fig. 8). La contrazione volumetrica a 650°C ammonta a ca. 19,3% (corrisponde ad unca contrazione lineare del 6,9%). I singoli granuli vengono collegati fra di loro attraverso accentuati ponti di sinterizzazione. La formazione dei ponti di sinterizzazione avviene attraverso fusione locale dei granuli. Grandi granuli e componenti di miscelazione con temperatura di fusione più elevata conferiscono alla massa da sinterizzazione la necessaria stabilità contro deformazione. Fino a 650°C la struttura presenta ancora i pori aperti. A questa temperatura al più tardi, devono essere catabolizzate ed eliminate le sostanze organiche volatili. Se questo non avviene, rimangono nella struttura isolati pori di sinterizzazione riempiti di indesiderati prodotti di reazione. E' pertanto estremamente importante utilizzare soltanto IPS e.max Build-Up Liquids. Le componenti organiche in esso contenute si decompongono senza problemi in questo campo di temperatura. A partire da 700°C il processo di sinterizzazione è progredito così tanto, che sono presenti singoli pori racchiusi (interstizi). Questo tipo di pori si chiude poi senza problemi con il proseguire della sinterizzazione – contrariamente a quanto avviene per i pori riempiti di

Tabella 3:

Confronto di ceramiche da rivestimento estetico per ZrO2 in riguardo a temperature e contrazione volumetrica

Nome prodotto	S _B [°C]	S _E [°C]	HKT [°C]	Contrazione lineare [%]	Contrazione volumetrica [%]
IPS e.max Ceram	550	749	935	18.3	45,4
Prodotto A (Nobel Rondo Zr)	654	882	1170	17.2	43,2
Prodotto B (Cercon CeramS)	560	803	1011	17.4	43,7
Prodotto C (Vita VM9)	670	905	1241	18.8	46,5

S_B = Inizio sinterizzazione; S_E = Fine sinterizzazione; HKT = temperatura emisferica

gas. Nella fase finale del processo di sinterizzazione a anche gli ultimi interstizi sono compressi. L'intera contrazione volumetrica, a seconda della condensazione da parte dell'odontotecnico, ammonta fra 40 ed il 45 %. Ne risulta una struttura condensata, omogenea, come illustrato nella fig. 10.

6 Le caratteristiche del legame

IPS e.max Ceram viene sinterizzata su diversi materiali per struttura. Le caratteristiche di CET e temperatura di cottura della ceramica da rivestimento estetico sono calibrate in modo ottimale con quelle del materiale da struttura. Le zone di unione che ne risultano sono documentate nelle immagini 11–14.

IPS e.max CAD, Press e Ceram sono di natura silicatica. Grazie a questa affinità chimica, il legame può avvenire senza problemi attraverso legami chimici all'interno delle strutture di vetro.

Nel caso di IPS e.max ZirCAD trattasi di una ceramica a base di ossidi, che non presenta gruppi di legami chimicamente simili al vetro a base di silicato. Ad una temperatura di sinterizzazione del ZirLiner di 900°C avvengono reazioni, che conducono ad un legame chimico fra ceramica a base di ossido (IPS e.max ZirCAD) e vetroceramica (IPS e.max Ceram ZirLiner). Nelle cotture seguenti sul ZirLiner (cottura Wash e cottura principale) si legano nuovamente fra di loro materiali a base di silicato. Attraverso questa somiglianza chimica avviene il legame con formazione di legami all'interno della struttura di vetro.

Nel legame fra IPS e.max ZirCAD / ZirLiner e Ceram si deve attribuire una specifica importanza al condizionamento superficiale di IPS e.max ZirCAD. Come descritto nell'articolo „IPS e.max ZirCAD“ la fase tetragonale, attraverso tensioni meccaniche si trasforma in fase monoclina. Nel processo odontotecnico, questa trasformazione può essere facilmente azionata sabbiando con corindone. In tal modo si forma una superficie modificata, composta da fase monoclina e forse anche da particelle di corindone inglobate. Con le successive cotture a 750°C la fase monoclina permane. Sia la fase monoclina che il corindone possiedono quindi un CET nel campo di 7-8 e notevolmente inferiore rispetto al ZrO₂ tetragonale. Nel legame di stratificazione si forma quindi un decorso CET critico da 10,75 (volume tetragonale) a 7-8 ed infine a 9,5 (ZirLiner e Ceram). Questo decorso del CET porta a stati di tensione incon-

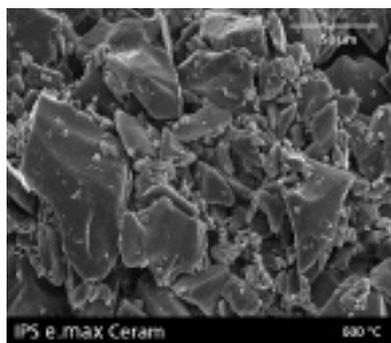


Fig. 7: struttura da sinterizzazione 600°C; 64.0% densità teorica

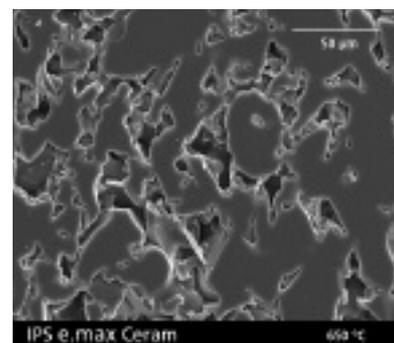


Fig. 8: struttura da sinterizzazione 650°C; 83.3% densità teorica

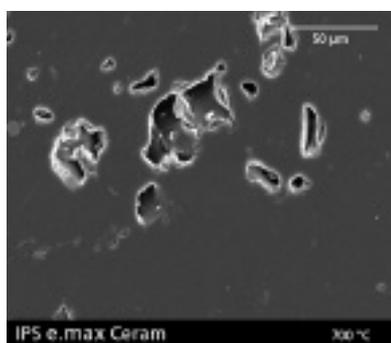


Fig. 9: struttura da sinterizzazione 700°C; 93.3% densità teorica

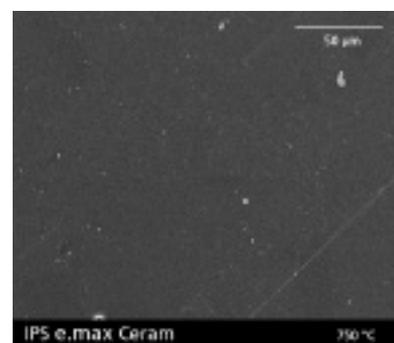
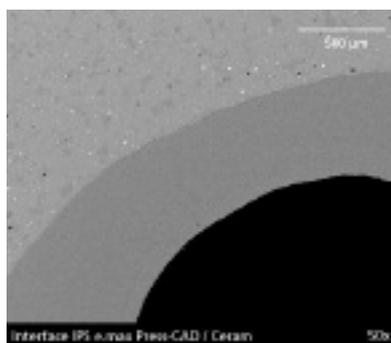
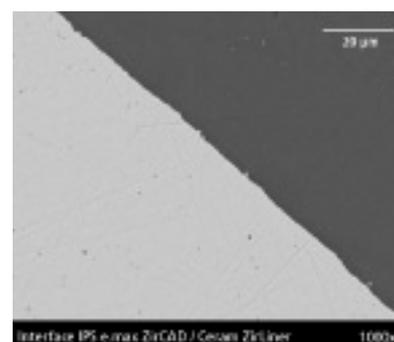
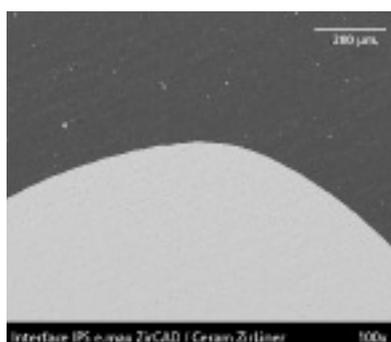
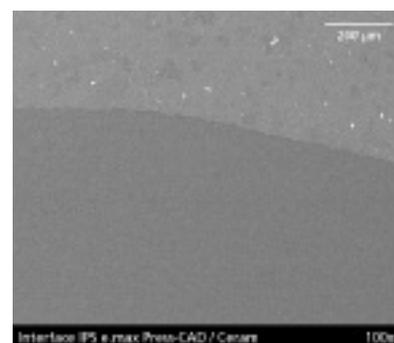


Fig. 10: struttura da sinterizzazione 750°C; 100% densità teorica



Figg. 11, 12: zona del legame fra IPS e.max Ceram ed IPS e.max CAD/Press (50x e 100x, immagine lucidata, contrasto BSE)



Figg. 13, 14: zona del legame fra IPS e.max Ceram, ZirLiner ed IPS e.max ZirCAD (100x und 1000x, immagine lucidata, contrasto BSE)

trollata, che indeboliscono il legame e che a sua volta può portare a distacchi (chipping). La sabbatura con corindone sulla superficie da rivestire é pertanto del tutto controindicata.

7 Conclusioni

IPS e.max Ceram é una ceramica da rivestimento estetico impiegabile universalmente per il rivestimento di strutture in ossido di zirconio (IPS e.max ZirCAD) e disilicato di litio (IPS e.max Press, CAD). L'opacità della vetroceramica a base di fluoroapatite permette un'estetica simile al dente naturale.

8 Riferimenti bibliografici

- [1] Höland W., Rheinberger V., Wegner S., Frank M.; Needle-like apatite-leucite glass-ceramic as a base material for the veneering of metal restorations in dentistry; *J Mater Sci Mater Med.* **11** (1),11–7 (2000)
- [2] Höland W., Rheinberger V., Frank M.; Mechanism of nucleation and controlled crystallization of needlelike apatite in glass-ceramics in the $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-K}_2\text{O-CaO-P}_2\text{O}_5$ systems; *J Non-Cryst. Solids* **253**, 170–177 (1999)
- [3] Schweiger M., Höland W., Rheinberger V.; Nanophase formation in different glass-ceramic systems; 104th ACerS Meeting, St. Louis (2002)
- [4] Kelly J.R.; Perspectives on strength; *Dent Mater* **11**, 103–110 (1995)
- [5] Lenz J.; Über die Spannungsverteilung in metallkeramischen Verbund-Biegeproben und die Ausbildung von Transversalrissen in der Keramikverblendung; *Ceramic forum international/Berichte der DKG* **60**, 237–243 (1983)
- [6] Kingery W.D., Bowen H.K., Uhlmann D.R.; *Introduction to ceramics*; 2nd edition (Wiley, New York, 1976)
- [7] Petzow G., Kaysser W.A., Amtenbrink M.; *Materials science monographs 14, Sintering theory and practice* edited by Kolar D., Pejovnik S., Ristic M.M. (Elsevier, Amsterdam, Oxford, New York, 1982)

IPS e.max ZirPress

La ceramica da rivestimento estetico pressabile

1 Introduzione

IPS e.max ZirPress permette la sovrappressatura di uno strato di colore dentinale su una struttura IPS e.max ZirCAD realizzata al CAD/CAM. IPS e.max ZirPress rappresenta quindi un anello di unione fra la tecnica di lavorazione IPS Empress e quella CAD/CAM. La composizione è molto simile a quella di una massa dentina IPS e.max Ceram. Il concetto di opacizzazione viene realizzato anche in questo caso attraverso l'impiego di vetroceramiche a base di fluoroapatite. Grazie alla tecnica IPS Empress si ottiene un ottimo adattamento cervicale con elevata estetica nel settore anteriore. La sovrappressatura completamente anatomica nei settori lateroposteriori, con successiva cottura supercolori e glasura è un metodo rapido e sicuro per ottenere restauri precisi ed omogenei. Inoltre, con la tecnica di sovrappressatura è possibile anche la realizzazione di ponti inlay supportati da ZrO₂.

2 Composizione

IPS e.max ZirPress è composto da vetri di silicato e vetroceramiche di apatite. Come unica materia prima viene utilizzata sabbia di quarzo. IPS e.max ZirPress non contiene componenti di feldspato e neppure cristalli di leucite. Per le componenti della miscela vengono impiegati vetri dal sistema SiO₂-Li₂O-Na₂O-K₂O-ZnO-Al₂O₃. Per le vetroceramiche a base di fluoroapatite, i vetri iniziali contengono inoltre le componenti CaO, P₂O₅ ed F. Queste tre componenti di base sono il presupposto per la formazione dei cristalli di fluoroapatite

Tabella 1:

Composizione dei grezzi IPS e.max ZirPress (% in peso %)

SiO ₂	57.0 – 62.0
Na ₂ O	6.0 – 8.0
K ₂ O	2.0 – 4.0
CaO	2.0 – 4.0
Al ₂ O ₃	12.0 – 16.0
ZrO ₂	1.5 – 2.5
P ₂ O ₅	1.0 – 2.0
F	0.5 – 1.0
Componenti aggiuntive: SrO, B ₂ O ₃ , ZnO	

Ca₅(PO₄)₃F. I vetri di base e le vetroceramiche sono identiche a quelle di IPS e.max Ceram. I vetri vengono fusi omogeneamente in speciali forni a temperature di 1300–1500°C e quindi condotti attraverso dispendiosi processi di tempera, macinazione, miscelazione e sinterizzazione fino ad ottenere i grezzi IPS e.max ZirPress. Nella tabella 1 è elencata la composizione dei principali componenti.

IPS e.max ZirPress ed IPS e.max Ceram sono molto simili in riguardo alla composizione chimica. Nei processi di miscelazione si utilizzano masse base identiche. Attraverso rapporti di miscelazione adattati, la temperatura di pressatura è stata regolata in modo tale, che IPS e.max ZirPress rimane assolutamente stabile nelle successive cotture a 750°C.

3 La struttura

IPS e.max ZirPress è una miscela omogenea di vetroceramiche a base di fluoroapatite e vetri sinterizzati. I vetri da sinterizzazione sono monofase e non contengono fasi cristalline. Le vetroceramiche impiegate contengono cristalli di fluoroapatite Ca₅(PO₄)₃F. La prova della fase cristallina avviene attraverso misurazione XRD e microscopia a scansione elettronica (SEM). Nelle immagini 1 e 2 sono raffigurate le forme di cristalli tipiche di IPS e.max ZirPress.

Attraverso diversi rapporti di concentrazione di CaO-P₂O₅-F e con un tempo e temperatura di cristallizzazione adattati, si possono regolare miratamente diverse forme di cristalli di fluoroapatite. Questi processi decorrono in modo controllato nello standard di produzione. La quantità e la forma dei cristalli durante la cottura della lavorazione odontotecnica non variano più. Nel caso di IPS e.max ZirPress i cristalli di fluoroapatite sono presenti sia in nanoscala che in forma di aghi. Gli aghi hanno una lunghezza di 1–2 µm e nella

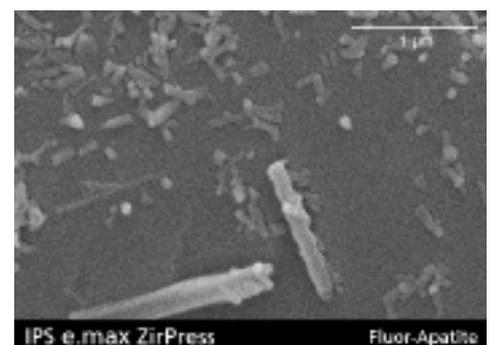


Fig. 1: cristalli di fluoroapatite aghiformi

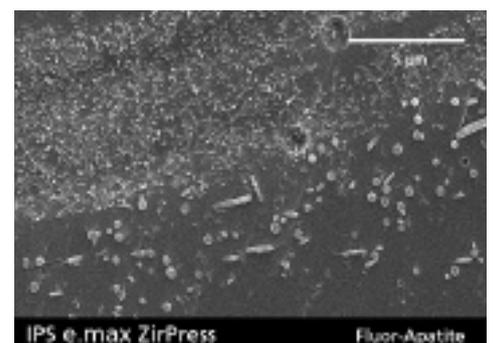


Fig. 2: nanocristalli di fluorapatite

loro sezione trasversale sono inferiori a 200 nm. I cristalli in nanoscala sono leggermente accentuati in direzione verticale ed hanno una lunghezza inferiore a 200 nm. La loro estensione trasversale è inferiore a 100 nm. A partire da dimensioni inferiori a 100 nm è ammesso il termine di nanocristalli. Oltre al fatto che la struttura dei cristalli di fluoroapatite è molto simile a quella dello smalto dei denti naturali, i cristalli vengono impiegati miratamente per la regolazione delle caratteristiche ottiche quali traslucenza e luminosità dei diversi grezzi. Questo argomento viene affrontato nel capitolo riguardante IPS e.max Ceram e vale anche per IPS e.max ZirPress.

4 Le caratteristiche

IPS e.max ZirPress è un variante pressabile di IPS e.max Ceram. Le caratteristiche chimiche e fisiche sono pertanto molto simili (tabella 2).

Attraverso il processo di sinterizzazione industriale ed il processo di lavorazione IPS Empress, IPS e.max ZirPress ottiene una struttura molto omogenea e densa. Nella ricostruzione di un rivestimento estetico attraverso la convenzionale stratificazione e sinterizzazione, sussiste sempre un pericolo latente di inglobare inconsapevolmente dei difetti nella struttura della ceramica da rivestimento estetico. Questo pericolo viene evitato con l'uso di IPS e.max ZirPress. Inoltre la resistenza biassiale misurata è anche superiore del 20% ca. rispetto alla tecnica di stratificazione con IPS e.max Ceram.

Tabella 2:

IPS e.max ZirPress	
Resistenza biassiale [MPa] *	110 ± 10
CET (100-400°C) [µm/m*K]	9.75 ± 0.25
Punto di vetrificazione [°C]	530 ± 10
Stabilità chimica [µg/cm²] *	30 ± 10
Durezza Vickers HV5 [MPa]	5400 ± 200

* ISO 6872

La stabilità di cottura di IPS e.max Ceram nelle cotture successive è garantita dalla differenza di temperatura di 150°C fra pressatura e stratificazione. Spalle ceramiche pressate o chiusure marginali di ponti inlay rimangono stabili nella loro forma e non necessitano di dispendiose correzioni. In tal modo, possono essere corrette anche eventuali imprecisioni di adattamento in zona cervicale della struttura in zirconio sinterizzata e ridotta.

IL CET è calibrato in modo ottimale con la ceramica da struttura IPS e.max ZirCAD e con IPS e.max Ceram. Il gradiente termico CET ad iniziare da IPS e.max ZirCAD è in costante diminuzione (vedi fig. 3).

Il legame di IPS e.max ZirPress con il ZirLiner, grazie alla composizione chimica molto simile (vetroceramica a base di fluoroapatite) ed alle temperature di lavorazione praticamente identiche, risulta molto omogeneo e compatto. Grazie alla differenza sufficientemente grande (di 50°C) fra temperatura di lavorazione del ZirLiner (950°C) e di IPS e.max ZirPress (900°C), il ZirLiner cotto prima del processo di pressatura, rimane stabile ed aderente alla superficie di ZirCAD. Prima di stratificare sulla superficie in ZirPress la ceramica IPS e.max Ceram, è importante condizionare correttamente la superficie. La completa rimozione dello strato di reazione con il liquido Invex e la successiva cottura Wash con IPS e.max Ceram rappresentano il presupposto per un perfetto legame. Nelle figure 4 e 5 immagini di rifinitura ceramografica, sono raffigurate le relative zone di unione.

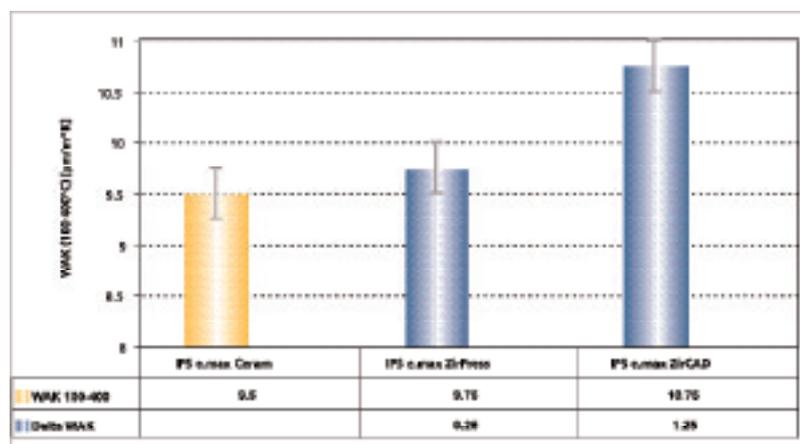


Fig. 3: Diversi CET di IPS e.max ZirCAD – ZirPress – Ceram

IPS e.max ZirPress è mordenzabile con acido fluoridrico. In tal modo si crea una trama superficiale ritentiva. La trama di mordenzatura permette di ottenere un buon legame con i sistemi adesivi quali Variolink II oppure Multilink. Nelle figure 6 e 7 è visibile la trama ritentiva ad ingrandimento micro e macroscopico. Nella figura 6, attraverso la mordenzatura della matrice di vetro sono riconoscibili i cristalli di apatite. Nella figura 7 sono raffigurati i singoli granuli di vetro e vetroceramica a forte contrasto grazie alla loro superficie differentemente mordenzata.

5 Conclusioni

IPS e.max ZirPress è una vetroceramica contenente fluoroapatite, lavorabile con la tecnologia IPS Empress. IPS e.max ZirPress viene utilizzata per la sovrappressatura di strutture ZirCAD realizzate al CAD/CAM e rappresenta pertanto un legame fra la tecnica di lavorazione IPS Empress e la tecnica di lavorazione CAD/CAM. Le caratteristiche chimiche e fisiche sono perfettamente calibrate con quelle della ceramica per struttura IPS e.max ZirCAD e della ceramica da rivestimento estetico IPS e.max Ceram. Grazie all'utilizzo della tecnica IPS Empress, con un risultato riproducibile si ottiene un'ottima precisione con un'elevata estetica.

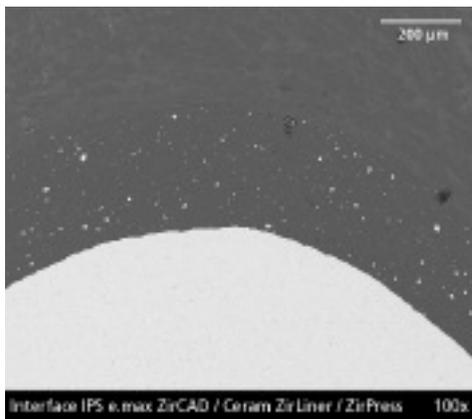


Fig. 4: legame IPS e.max ZirCAD-ZirLiner-ZirPress (superficie lucidata)

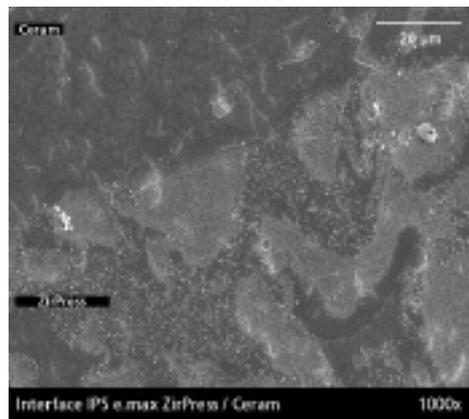


Fig. 5: legame IPS e.max ZirPress-Ceram (mordenzata, 3%HF 10 sec.)

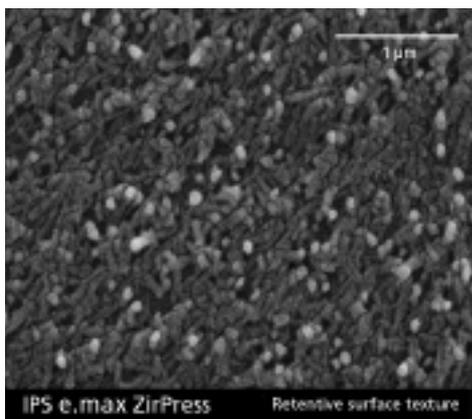


Fig. 6: trama di mordenzatura di IPS e.max ZirPress con cristalli di fluoroapatite (4,5% gel mordenzante ceramica (HF); 20 sec. tempo di azione)

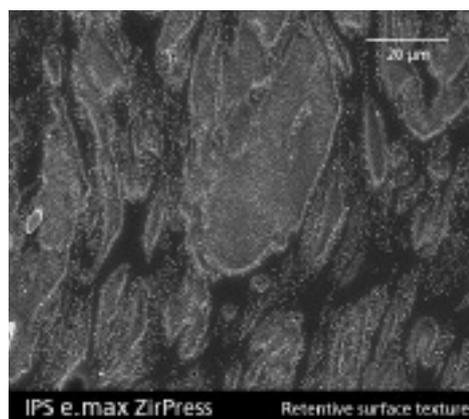


Fig. 7: trama di mordenzatura IPS e.max ZirPress con particelle di vetro e di vetroceramica (4,5% gel mordenzante ceramica (HF); 20 sec. tempo di azione)



1 Introduzione

Con il concetto IPS e.max, Ivoclar Vivadent AG offre un completo sistema di ceramica integrale. Il cuore del sistema è rappresentato dalla ceramica da rivestimento estetico IPS e.max Ceram, applicabile sui diversi materiali per struttura in disilicato di litio ed ossido di zirconio. Inoltre i materiali per struttura sono lavorabili con diverse tecniche: IPS e.max CAD ed IPS e.max ZirCAD con la tecnologia CAD/CAM; IPS e.max Press ed IPS e.max ZirPress con la tecnica di pressatura.

Affinché una ceramica da rivestimento estetico sia applicabile sui diversi materiali per struttura (fig. 1), deve essere creata una base comune. Questa è rappresentata dai colori della struttura MO 0 – bianco, MO 1 – giallo chiaro, MO 2 – rossastro, MO 3 – giallastro, MO 4 – rosso-grigio.

I colori di IPS e.max CAD ed IPS e.max Press sono identici. L'ossido di zirconio bianco viene portato sugli stessi colori di base con l'aiuto del ZirLiner.



Fig. 1: strutture non rivestite: IPS e.max CAD, IPS e.max Press ed IPS e.max ZirCAD

2 I materiali per struttura

- **IPS e.max Press** IPS e.max Press è una vetroceramica a base di disilicato di litio, disponibile come materiale per struttura in una media opacità (MO). Per questo grezzo pertanto l'opacità ed il valore che ne risulta, sono di determinante importanza. La colorazione dei grezzi è calibrata secondo i 5 colori base MO 0, MO 1, MO 2, MO 3 ed MO 4.
- **IPS e.max CAD**, quale vetroceramica a base di disilicato di litio è specificatamente ottimizzata per una lavorazione CAD. Durante la lavorazione nell'unità di fresaggio il materiale per strutture si trova

nella cosiddetta fase "blu" precristallizzata ed è facilmente lavorabile. Soltanto dopo la fresatura del restauro, con un trattamento termico si determina la resistenza ed il colore finale. In colore ed opacità, le strutture IPS e.max CAD ed IPS e.max Press sono adattate fra di loro. Anche in questo caso i blocchetti sono disponibili in media opacità (MO).

- **IPS e.max ZirCAD** è un ossido di zirconio Y-TZP. E' impiegabile esclusivamente per la tecnica di rivestimento estetico. Per ottenere un adattamento cromatico con i materiali per struttura IPS e.max Press ed IPS e.max CAD, sono state espressamente sviluppate delle polveri ZirLiner.
- **IPS e.max ZirPress** serve alla sovrappressatura di strutture in ossido di zirconio. E' disponibile in due gradazioni di opacità: i grezzi **MO** presentano un'opacità ed una saturazione cromatica maggiore e trovano impiego nella realizzazione di restauri parzialmente stratificati. Per sovrappressature totalmente anatomiche viene utilizzato il grezzo **LT**. Leggeri adattamenti cromatici possono inoltre essere eseguiti con IPS e.max Ceram Shades. Il grezzo **LT**, rispetto a quello **MO**, presenta una traslucenza più elevata per ottenere un buon adattamento con il dente naturale (inlays e corone parziali) ed in caso di restauri pressati in forma totalmente anatomica per rendere possibile un effetto simile allo smalto naturale. Entrambi i grezzi sono colorati secondo la scala colori Vita® Lumin Classic; negli otto colori maggiormente utilizzati.

Tabella 1:

Opacità	
Materiale	CR*
e.max CAD MO 2	85%
e.max Press MO 2	85%
e.max Press HO	95%
e.max ZirPress A3 MO	85%
e.max ZirPress A3 LT	75%
e.max ZirCAD	95%

3 Il materiale da rivestimento estetico

Generalmente nello sviluppo di ceramiche da rivestimento estetico si presta attenzione affinché venga soddisfatta tutta la gamma di caratteristiche ottiche desiderate quali trasparenza, opacità, effetto opalescente, fluorescenza, ecc.

3.1 Opacità e trasparenza

Dallo sviluppo di IPS Empress 2 ed IPS d.SIGN, nelle ceramiche altamente estetiche non si effettua più l'opacizzazione con le convenzionali sostanze opacizzanti (fig. 2) quali SnO₂ o ZrO₂.

Per regolare l'opacità desiderata, nel caso di **IPS e.max Ceram** si utilizza una componente vetrosa, che contiene una molteplicità di nanocristalli di apatite (fig. 3). Con questo procedimento è possibile ottenere un valore di luminosità - unitamente ad un'ottima conduzione di luce - simile a quella del dente naturale (fig. 4). Questo effetto si crea attraverso una buona calibratura dell'indice di rifrazione di cristalli di apatite e matrice residua di vetro. L'indice di rifrazione delle convenzionali sostanze opacizzanti quali ossido di stagno o ossido di zirconio è notevolmente superiore a quello della matrice residua di vetro. Pertanto i materiali opacizzati con queste sostanze sembrano piuttosto opachi e con luce passante, piuttosto scuri (figg. 5 e 6).

3.2 Opalescenza

L'opalescenza delle masse IPS e.max Ceram Effect viene regolata con la separazione mirata di nanocristalli di apatite delle dimensioni fra 300 e 500 nm. L'effetto opalescente rimane inalterato anche dopo molteplici cotture.

Le masse IPS e.max Effect da 1 a 4 presentano un'opalescenza simile a quella del dente naturale (fig. 7) e si impiegano principalmente nella determinazione cromatica individuale. Nella riproduzione dei colori della scala colori invece si devono impiegare le masse smalto indicate (fig. 8).

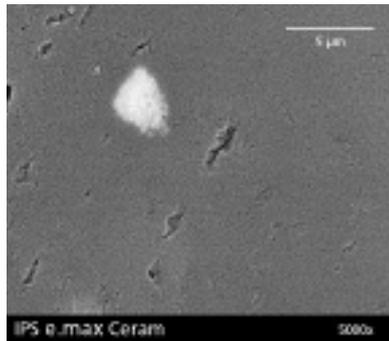


Fig. 2: opacizzazione convenzionale con SnO₂; foto SEM, ingrandimento x5000

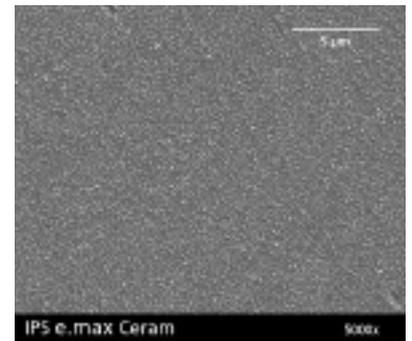


Fig. 3: opacizzazione attraverso nanocristalli di apatite distribuiti; foto SEM, ingrandimento x5000

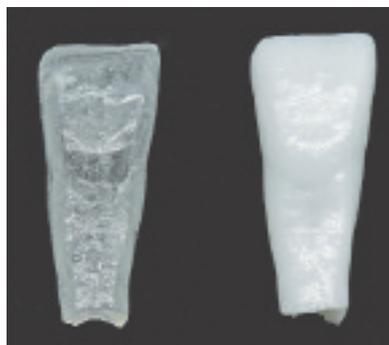


Fig. 4: masse base IPS e.max Ceram per la regolazione dell'opacità desiderata; a sinistra massa base „transpa“, a destra massa „opaca“



Fig. 5: corone in ossido di zirconio rivestite esteticamente con luce incidente; al centro IPS e.max ZirCAD / IPS e.max Ceram; esternamente corone di altri produttori

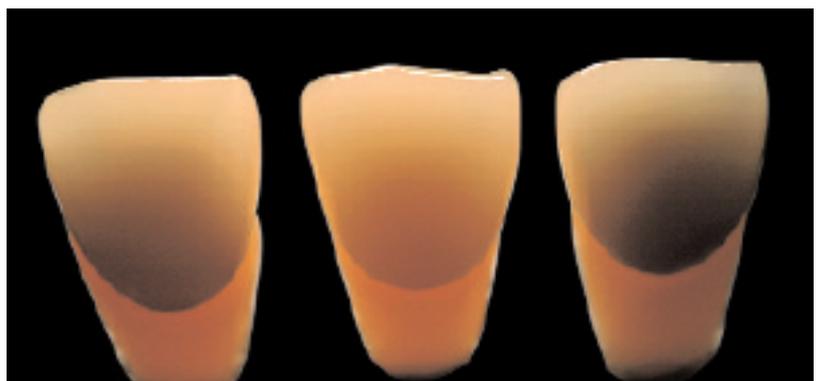


Fig. 6: corone in ossido di zirconio rivestite esteticamente con luce passante; al centro IPS e.max ZirCAD / IPS e.max Ceram; esternamente corone di altri produttori

3.2 Fluorescenza

La fluorescenza delle masse da stratificazione IPS e.max Ceram è stata regolata analogamente a quella delle affermate masse per metallo-ceramica IPS d.SIGN. Particolare attenzione è stata posta anche in questo caso alla naturale concentrazione delle sostanze fluorescenti. Come per il dente naturale, la massima concentrazione di sostanze fluorescenti è nella dentina radicolare e quella minima nelle masse impiegate per le zone incisali (fig. 9).

Tabella 2:

Opacità	
Materiale	CR*
e.max Ceram Body A3	75%
e.max Ceram Deep Dentin A3	90%
e.max Ceram Margin A3	85%
e.max Ceram Incisal 2	40%
e.max Ceram Transpa Clear	10%
e.max Ceram Transpa Neutral	20%

3.3 Il Liner

IPS e.max Ceram ZirLiner ha due compiti: garantisce un buon legame con la struttura in ossido di zirconio ed ha inoltre il compito di portare le strutture sulla stessa tonalità cromatica come le strutture in IPS e.max CAD ed IPS e.max Press. Per regolare correttamente la necessaria intensità cromatica, è disponibile uno specifico campionario masse IPS e.max Ceram ZirLiner (figg. 10 e 11).

Il concetto ZirLiner è composto da quattro colori, che corrispondono ai gruppi cromatici MO 1 fino a 4, nonché un ZirLiner clear e quattro Intensiv ZirLiner (yellow, orange, brown, incisal).

Strutture in ossido di zirconio, colorate con ZirLiner, diversamente a quanto avviene per l'ossido di zirconio colorato con soluzioni di colore, possono essere caratterizzate individualmente. In alcuni casi è vantaggioso anche uno sfondo bianco, in questi casi è utilizzabile quindi ZirLiner clear.



Fig. 7: campione di una componente opalescente con luce passante



Fig. 8: campione con massa Effect 1 miscelata con luce passante

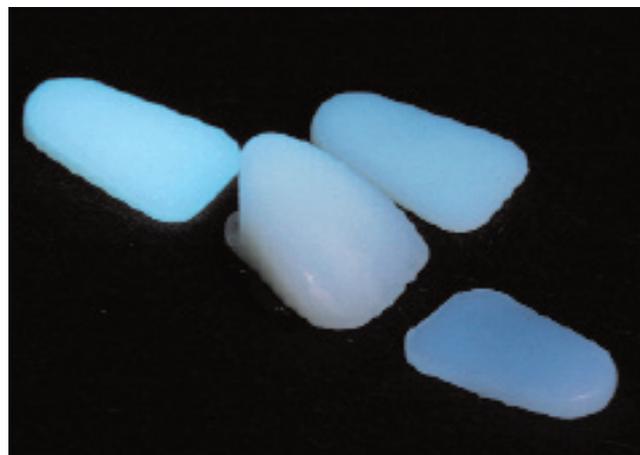


Fig. 9: corona IPS e.max Ceram - con corrispondente piastrina cromatica sotto luce UV, massa Margin, dentina e smalto per evidenziare il decorso della fluorescenza

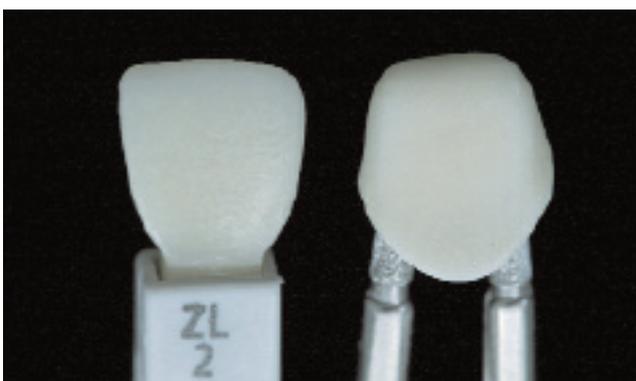


Fig. 10: ZirLiner cotto su corona IPS e.max ZirCAD con campionario masse IPS e.max Ceram ZirLiner

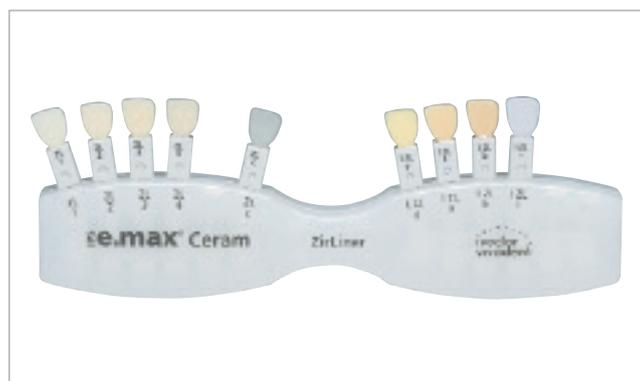


Fig. 11: campionario masse IPS e.max Ceram ZirLiner

IPS e.max Ceram ZirLiner sono trasparenti. In tal modo si garantisce un trasporto di luce nella sostanza dentale e nella gengiva (figg. 12 e 13).

Con i ZirLiner sono stati soddisfatti anche i requisiti di fluorescenza naturale. Le strutture in ossido di zirconio di per se' non hanno un effetto fluorescente. Con l'aggiunta di sostanze fluorescenti nei ZirLiner si trasferisce la fluorescenza naturale sulle strutture (fig. 14).



Fig. 12: ZirLiner su IPS e.max ZirCAD; trasmissione di luce alla struttura

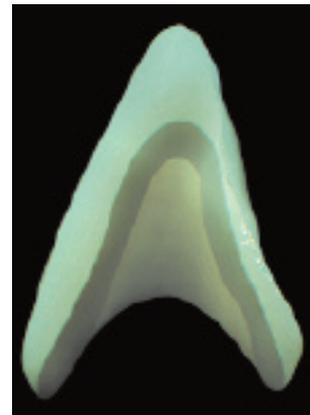


Fig. 13: Liner opaco di altri produttori; la trasmissione di luce non avviene

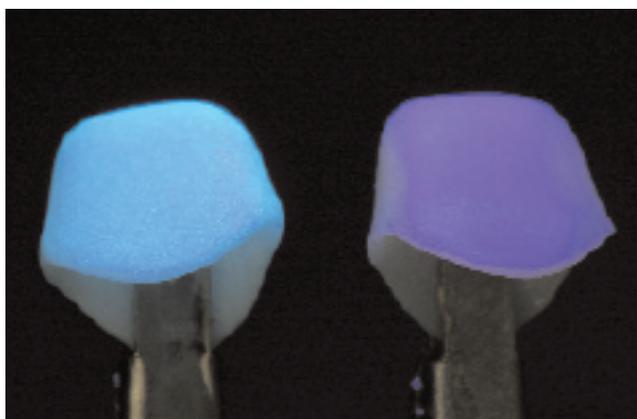


Fig. 14: ossido di zirconio con ZirLiner (a sinistra) e senza ZirLiner (a destra) sotto luce UV

IPS e.max

Due casi pratici



Harald
Kerschbauer



Dr. Alexander
Stiefenhofer

I seguenti esempi mostrano due casi clinici di restauri con corone e ponti in ceramica integrale. Il primo caso presenta un restauro di un dente singolo con corone in IPS e.max CAD/IPS e.max Ceram, il secondo riguarda un ponte inlay in IPS e.max ZirCAD/ IPS e.max ZirPress.

Caso 1: paziente di 46 anni: corone singole con strutture in vetroceramica a base di disilicato di litio nel mascellare superiore

Situazione iniziale

I denti 21 e 22 trattati endodonticamente e con ricostruzione di monconi, a 13 anni dalla cementazione del trattamento, necessitavano di un nuovo trattamento protesico a causa del deficit estetico. Da notare erano i bordi delle corone con scopertura delle superfici radicolari scure ed il colore general-

mente grigio delle due corone rispetto ai denti incisivi naturali controlaterali (fig. 1). Il decorso della gengiva nei denti 21 e 22 era simmetrico rispetto ai denti contralaterali 11 e 12. Lo stato endodontico e parodontale erano normali (fig. 2).

La pianificazione

La ricostruzione protesica dei pilastri 21 e 22 prevedeva la rimozione dei perni radicolari in metallo con relativo materiale da ricostruzione plastico. I monconi sono da ricostruire con ricostruzioni prive di metallo e di colore dentale. Per la corona si è previsto l'impiego di strutture in IPS e.max CAD MO unitamente alla ceramica da rivestimento estetico IPS e.max Ceram. IPS e.max CAD MO è indicato per corone singole nei settori anteriori e lateroposteriori. Poiché i materiali da struttura IPS e.max CAD possiedono un'opacità simile a IPS e.max Ceram Deep Dentin, è possibile realizzare la struttura in modo più esteso, in modo da ottenere la massima resistenza.



Fig. 1: situazione clinica iniziale. Trattamento con corone dei denti 21 e 22 di 13 anni. Da notare la retrazione gengivale e le superfici radicolari scoperte ed il colore grigio della ceramica rispetto ai denti naturali controlaterali.

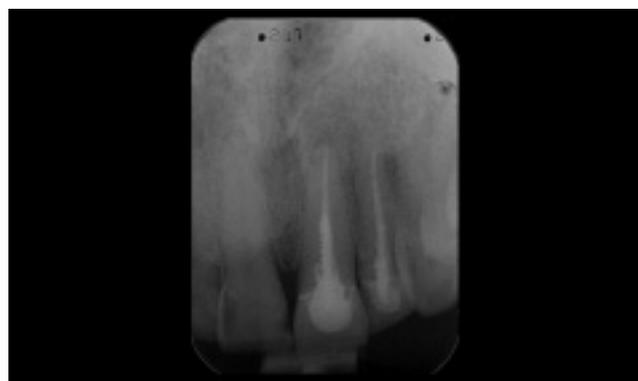


Fig. 2: radiografia in regione 21, 22 della situazione iniziale. Opacità relativa al trattamento endodontico e protesico dei denti 21 e 22 con ricostruzione del moncone con perno plastico e corone.



Fig. 3: denti pilastro 21 e 22 ripreparati, con ricostruzioni di monconi in composito e perni rinforzati in fibra di vetro pronti per l'inserimento di corone in ceramica integrale. Immagine A: visione globale, immagine B: visione in dettaglio dei denti 21 e 22.

Pretrattamento

Dopo aver rimosso le corone e le ricostruzioni dei monconi con i perni radicolari, dopo la rielaborazione della preparazione dei monconi e l'impronta in elastomero, sono state cementate nuove ricostruzioni di monconi con perni. Le ricostruzioni di monconi sono state realizzate con il composito foto-indurente Tetric EvoCeram con tecnica di stratificazione additiva e con i perni radicolari rafforzati con fibre di vetro FRC Postec realizzati su modelli a monconi sfilabili in gesso extra duro. La cementazione adesiva sul paziente è avvenuta dopo l'applicazione di fili di retractione con un campo operativo relativamente asciutto, con il cemento ad indurimento chimico Multilink unitamente all'adesivo ad indurimento chimico Multilink Primer. Dopo immediata rimozione delle eccedenze di cemento allo stato non polimerizzato utilizzando pellets in gommapiuma e pennellini, i denti sono stati quindi preparati per l'applicazione delle nuove corone. Il limite della preparazione è stato posizionato in zona intrasulcolare (fig. 3).

Il trattamento provvisorio è avvenuto con corone realizzate direttamente sul paziente in Systemp.c&b plus. Queste sono state realizzate con l'aiuto di una mascherina prestampata in polietilene, in seguito ad un

precedente wax-up. Le corone sono state cementate con un cemento provvisorio privo di eugenolo, Systemp.cem (fig. 4).

Al raggiungimento di una situazione gengivale priva di infiammazioni, dopo 4 settimane, è stata controllata la posizione dei limiti di preparazione in relazione con il decorso della gingiva marginale ed è stata effettuata un'impronta dei denti pilastro. Il controllo del solco comprendeva una cauta rappresentazione del limite della preparazione con l'aiuto della tecnica a doppio filo. È stato possibile evitare l'impiego di un ampliamento elettro-chirurgico del solco. Come astringente è stato impiegato solfato di ferro III.

Realizzazione del restauro

Punto di partenza per la realizzazione della struttura è il restauro modellato in modo del tutto anatomico, dal quale si asporta miratamente e controllatamente lo spazio per il rivestimento estetico. È necessario prestare attenzione affinché la ceramica da rivestimento estetico non superi il 50% dello spessore totale, per evitare un indebolimento dell'intero restauro. Le cappette delle corone sono state realizzate in laboratorio con il sistema inLab-System Sirona con i blocchetti in vetroceramica a base di disilicato di litio (IPS e.max CAD MO) (fig. 5).

Dopo l'adattamento e la rifinitura, la struttura viene ceramizzata in un forno per ceramica. A tale scopo è importante l'uso del necessario portaoggetti in nitrito di silicio e della pasta per cottura IPS Object Fix (fig. 6).

Soltanto in questo modo è possibile raggiungere i parametri di temperatura necessari e pertanto di conseguenza il corretto colore ed opacità. La fig. 7 mostra le cappette ceramizzate. A seconda del tipo di forno per cottura, esistono programmi di cottura leggermente diversi.



Fig. 4: trattamento provvisorio dei denti 21 e 22 con provvisori in composito. Situazione dopo 4 settimane di permanenza in cavo orale.



Fig. 5: cappette in IPS e.max CAD MO.

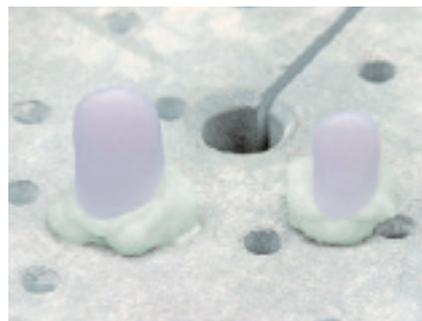


Fig. 6: applicazione della pasta per la cottura IPS Object Fix



Fig. 7: corone temperate sul portaoggetti in nitrito di silicio

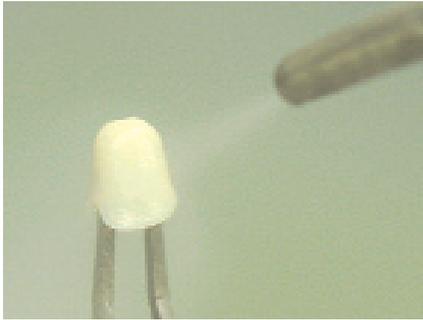


Fig. 8: vaporizzazione del restauro

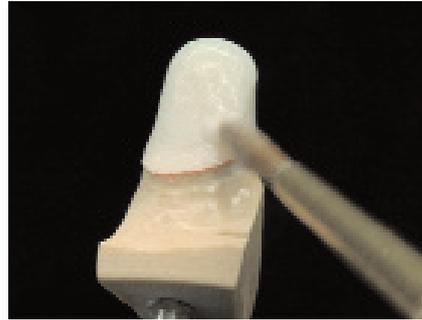


Fig. 9: applicazione del Wash



Fig. 10: prima cottura con Deep Dentin e caratterizzazione



Fig. 11: corone 21 e 22 ultimate in IPS e.max CAD / IPS e.max Ceram. Immagine A: visione labiale, immagine B: visione palatale



Fig. 12: situazione dopo la cementazione delle corone 21 e 22 con cemento vetroionomero. Le corone sono in situ da una settimana. Immagine A: panoramica, immagine B: visione in dettaglio, C: controllo radiografico finale.

Prima della stratificazione con le masse IPS e.max Ceram, la struttura viene detersa con vaporizzatore oppure con bagno ad ultrasuoni (fig. 8). Nel caso di IPS e.max CAD è necessario evitare una sabbiatura con ossido di alluminio.

Prima di stratificare dentina e smalto in grandi quantità, si dovrebbe applicare un sottile Wash con una massa da stratificazione a scelta ed effettuare la relativa cottura (fig. 9). Infine si può proseguire come di consueto ed ultimare il lavoro (figg. 10 e 11).

Il restauro non deve essere sabbiato con ossido di alluminio prima della cementazione. La parete interna del restauro viene trattata per 20 secondi con IPS Ceramic gel mordenzante. La mordenzatura viene eseguita sia in caso di cementazione adesiva che in caso di cementazione convenzionale.

La fig. 11 mostra le corone ultimate dopo la seconda cottura con massa smalto e trasparente sul modello nella visione vestibolare (A) e palatale (B).

Cementazione

La resistenza delle corone in IPS e.max CAD / IPS e.max Ceram, con una preparazione ritentiva dei monconi, consente la cementazione convenzionale. Le corone sono state cementate con il cemento vetroionomero Vivaglass CEM PL. Le corone IPS e.max CAD interamente rivestite con IPS e.max Ceram si integrano armonicamente nell'arcata dentale (fig. 12).

Il controllo effettuato dopo sei mesi, presenta un risultato permanente in riguardo alla situazione dei tessuti molli e della qualità della ceramica (fig. 13).



Fig. 13: controllo dopo 6 mesi (immagine A) e 12 mesi (B) dopo la cementazione. Nel frattempo, i difetti cuneiformi nei settori lateroposteriori superiori sono stati trattati.

Caso 2: paziente di 44 anni: ponte lateroposteriore con struttura in ossido di zirconio

Situazione iniziale

Dopo terapia parodontale effettuata con successo, era necessario il trattamento protesico del caso 15-17. Entrambi i denti pilastro 15 e 17 erano vitali. Il dente 15 era trattato con una corona, il dente 17 con un'otturazione mesio-occlusale a due superfici (fig. 14).

La pianificazione

Il caso da 15-17 era da trattare con un ponte inlay in ceramica integrale con struttura in ossido di zirconio e ceramica sovrappressata, rispettivamente stratificata, da cementare adesivamente. Dal punto di vista odontotecnico, la soluzione migliore e più rapida è la sovrappressatura della struttura in ossido di zirconio con IPS e.max ZirPress. Da un lato è possibile realizzare la complessa conformazione occlusale con l'affermata modellazione in cera, e dall'altro l'inlay del dente 17 può essere realizzato molto più facilmente con la tecnica di pressatura che non con la tecnica di stratificazione. In questo caso si utilizza il grezzo trasparente LT, affinché possa avvenire l'ottimale adattamento del restauro nel dente residuo.

Preparazione e realizzazione del restauro

La preparazione dei pilastri 15 e 17 è stata effettuata secondo la preparazione per corone sul dente 15, con un Chamfer pronunciato e con una preparazione inlay con box prossimale sul dente 17 (fig. 15). Lo spazio occlusale a disposizione per la struttura del ponte ed il rivestimento estetico era di 1,5 mm.



Fig. 14: ortopantogramma a conclusione del trattamento parodontale. La zona da 15-17 da trattare protesicamente

Dopo controllo visivo del solco, impronta in elastomero, trasferimento con arco facciale e registrazione dei rapporti mascellari orizzontali e verticali in posizione di intercuspidação (IKP) è avvenuto il montaggio dei modelli in gesso extra duro in articolatore semiregolabile, per la realizzazione del ponte inlay 15-17.

La struttura del ponte in ossido di zirconio è stata fresata con inLab-System Sirona da un blocchetto in ossido di zirconio IPS e.max ZirCAD. L'ossido di zirconio sinterizzato è stato adattato sul modello maestro. Dopo la rifinitura della struttura, è stato applicato il ZirLiner di colore idoneo (fig. 16).

Per il dente 15 è stata pressata una spalla circolare, per l'inlay del 17 sono state pressate le pareti laterali in ceramica pressabile trasparente.

Modellazione e preparazione alla pressatura

Per la modellazione del restauro, deve essere impiegata una cera da modellazione completamente calcinabile. I denti vengono modellati in forma totalmente anatomica. Soltanto in zona vestibolare, rispettivamente linguale si applicherà un po' di smalto (fig. 17).



Fig. 15: preparazione dei pilastri per il ponte inlay 15-17. Chamfer circolare sul 15, cavità inlay con box prossimale e pareti cavitare leggermente divergenti sul dente 17

In caso di elementi intermedi molto voluminosi nei settori lateroposteriori è consigliabile l'applicazione di un canale di alimentazione ad anello (fig. 18), affinché l'elemento intermedio venga pressato completamente (fig. 19).

Ultimazione

Dopo la rimozione dei canali di alimentazione ed il completo adattamento sul modello maestro, nel terzo incisale si può fare un po' di spazio per la ricostruzione dello smalto (fig. 20).

Per il completamento della forma anatomica, la costruzione dello smalto avviene in tecnica di stratificazione libera con IPS e.max Ceram (fig. 21).

Infine il lavoro viene pitturato e sottoposto a glasura con masse IPS e.max Ceram Shades ed Essence (fig. 22).

Dalla visione basale, è visibile la struttura bianco-opaca del ponte in ossido di zirconio in IPS e.max ZirCAD con completa sovrappressatura nella zona oclusale ed in zona dei bordi di preparazione attraverso il materiale ceramico per rivestimento estetico IPS e.max ZirPress condizionabile adesivamente.

La cementazione di un ponte inlay o di una forma combinata, nel senso in un ponte-corona inlay deve avvenire adesivamente, per raggiungere la necessaria ritenzione del restauro dal punto di vista clinico. A seguito della traslucenza ridotta della struttura in ossido di zirconio, è preferibile scegliere un cemento composito ad indurimento chimico o duale, in modo da ottenere il completo indurimento. La realizzazione di un campo asciutto dei monconi, nel presente caso è avvenuta con l'aiuto di un trattamento sulcolare elettro-chirurgico, l'applicazione di solfato di ferro III e l'applicazione di fili di retrazione (Ultrapak, Ultradent). L'utilizzo di diga per ottenere un campo totalmente asciutto nel presente caso non era possibile, per cui la cementazione del ponte è avvenuta in campo relativamente asciutto sotto stretto controllo dell'umidità. Durante la cementazione, i fili di retrazione dovrebbero possibilmente essere lasciati nel solco per impedire la fuoriuscita di fluido crevicolare e contemporaneamente per proteggere il solco dalla penetrazione di adesivo e composito. Nel presente caso come cemento composito è stato utilizzato il sistema ad indurimento chimico Multilink. Prima della cementazione del ponte da cementare, la parte di ceramica IPS e.max ZirPress mordenzabile è stata condizionata con acido fluoridrico al 5% (IPS Ceramic gel mordenzante) e quindi trattata con silano (Monobond-S).

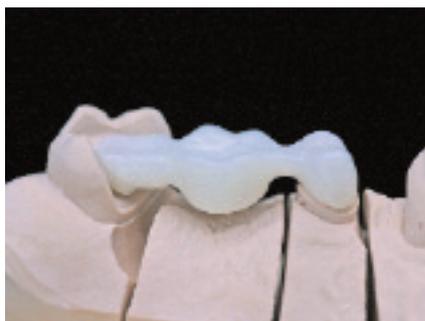


Fig. 16: struttura in ossido di zirconio ridotta e caratterizzata con Zirliner cotto



Fig. 17: restauro completamente modellato in cera



Fig. 18: applicazione dei canali di alimentazione (da osservare il canale ad anello sull'elemento intermedio)



Fig. 19: la completa e molto precisa riproduzione di tutti i dettagli modellati



Fig. 20: lavoro pressato ed adattato sul modello maestro



Fig. 21: ricostruzione dello smalto

Dopo l'inserimento del ponte, le eccedenze di cemento non ancora polimerizzato, sono state eliminate con pellets in gommapiuma, pennellini e filo interdentale. Nella zona della fessura di cementazione è reperibile l'uso di un pennellino piuttosto che dei pellet in gommapiuma per evitare di asportare il cemento dalla fessura. La fig. 23 presenta il lavoro cementato nella visione occlusale e vestibolare. Il ponte inlay completamente rivestito si integra perfettamente nell'ambiente circostante, i tessuti molli si presentano senza infiammazioni e zone di compressione.

Conclusioni

Attualmente il sistema IPS e.max dispone di materiali ceramici per la tecnica di pressatura e CAD/CAM per la realizzazione di restauri singoli (corone, corone parziali, faccette) e ponti di 3 massimo 4 elementi. L'odontotecnico può lavorare con una sola ceramica da rivestimento estetico su diversi materiali per struttura e pertanto ricoprire tutti i campi di indicazione nel campo della ceramica integrale. Questo fatto rappresenta un notevole vantaggio in quanto si può concentrare su un'unica ceramica e pertanto raggiungere i propri obiettivi in modo controllabile ed efficiente.

I lavori odontotecnici sono stati effettuati da Franz Perkon ed Andreja Mezan.

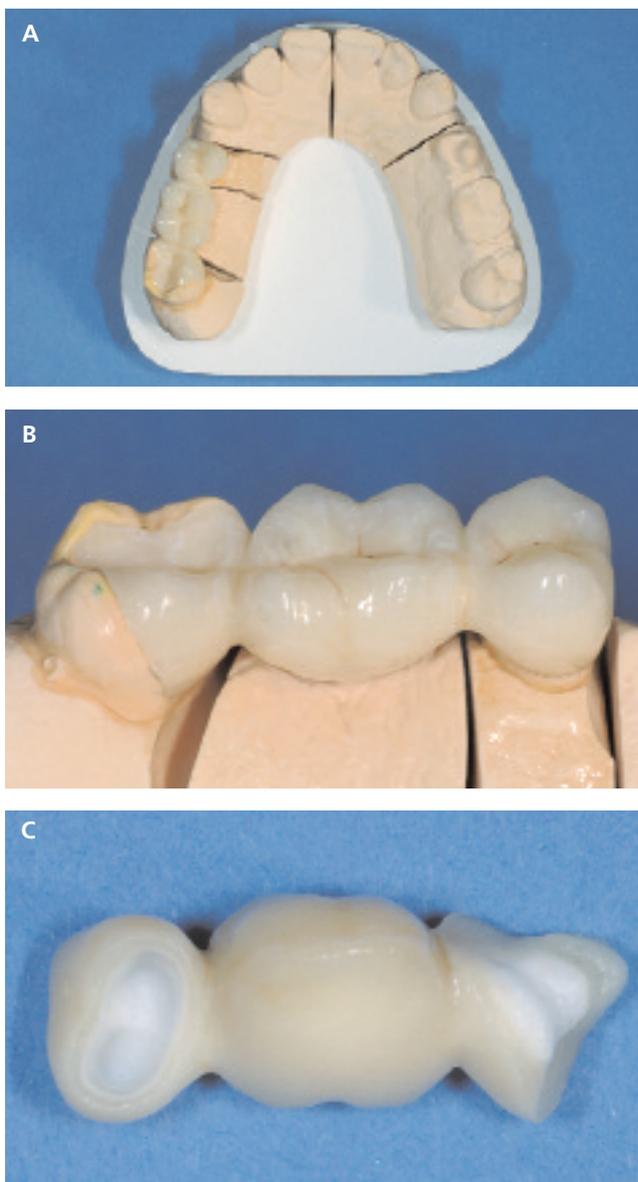


Fig. 22: ponte inlay 15-17: visione parziale A e B, restauro sul modello, immagine C, visione basale. Si nota la struttura bianco-opaca in ossido di zirconio

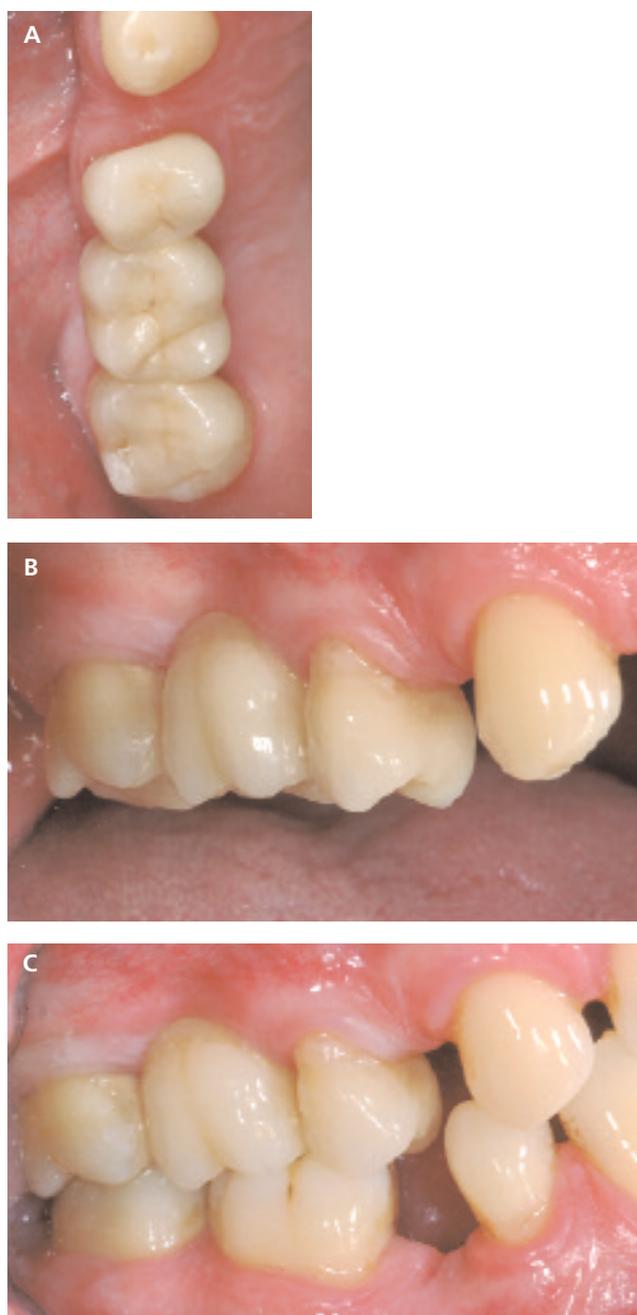


Fig. 23: ponte inlay 15-17 cementato. Immagini cliniche finali, immagine A visione occlusale, B e C visione vestibolare

REPORT

Edizioni pubblicate del "Report" Ivoclar Vivadent

Report No 1 (March 1984) *

G Beham
Dentin adhesion of restorative materials

Report No 2 (May 1985) *

Dr V Rheinberger and G Beham
Adhesive bridges – new prosthetic possibilities

Report No 3 (May 1986) *

P Wollwage
Veneering materials for crowns and bridges

Report No 4 (December 1987) *

Dr P Dorsch
A review of proposed standards for metal-ceramic restorations

Report No 5 (January 1990)

G Ott
Composition and development of dental composites

Report No 6 (September 1990) *

G Beham
IPS Empress: A new ceramic technology

Report No 7 (November 1992)

Dr U Salz
The restored tooth – a complex bonding system

Report No 8 (January 1993)

G Zanghellini, D Voser
Properties of resin based veneering materials

Report No 9 (March 1993) *

R Grünenfelder
Stratos 200: New possibilities in biogenic prosthetics

Report No 10 (July 1994)

Prof Dr W Höland,
Dipl Ing M Frank,
Dr rer nat U Salz,
Dr med dent G Unterbrink
IPS Empress: Material and clinical science

Report No 11 (January 1997)

K Hagenbuch
HP Foser
Artificial teeth – a symbiosis of materials, anatomy and science

Report No 12 (December 1998)

Prof Dr W Höland
Dr med dent SD Heintze
IPS Empress 2: All-ceramic bridges and more ...

Report No 13 (June 2000)

A Kammann
K Hagenbuch
M Reis
H P Foser
Removable Denture Prosthetics: Materials Science, Aesthetics and Tooth Setup

Report No 14 (January 2001)

Dr Dr med dent A Rathke
Dr sc nat U Lendenmann
Dentin adhesives: Excite in context

Report No 15 (August 2004)

Dr G Zappini
Ing HTL S Hopfauf
U Spirig
Focus on SR Adoro: Indirect Composites – Materials Science and Development

Report No 16 (February 2006)

Dr V. Rheinberger
Prof Dr H Kappert
P Oehri
T Specht
Dr Dr A Rathke
Dr T Völkel
Dr SD Heintze
Prof Dr JF Roulet
HP Foser
Dr A Stiefenhofer
All-ceramic Report: All-ceramic Restorations – Materials Science and Development

* esaurito