

Utjecaj termocikliranja na dinamičku izdržljivost spoja Ag-Pd slitine i hidrotermalne keramike

Renata Poljak-Guberina¹,
Adnan Čatović²,
Vjekoslav Jerolimov³,
Mladen Franz⁴

¹Privatna stomatološka ordinacija, Zagreb

²Zavod za fiksnu protetiku
Stomatološki fakultet
Sveučilišta u Zagrebu

³Zavod za mobilnu protetiku
Stomatološki fakultet
Sveučilišta u Zagrebu

⁴Zavod za materijale
Fakultet strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu

Sažetak

Svrha ovoga rada bila je istražiti utjecaj termocikliranja na dinamičku izdržljivost spoja Ag-Pd slitine i hidrotermalne keramike. Istraživanje je obavljeno na 48 uzoraka Ag-Pd slitine izrađenih u obliku pločica 45x12x4 mm na koje je napečena 2 mm debela hidrotermalna keramika. Uzorci su podijeljeni u dvije skupine. Prva skupina uzoraka odmah je nakon izrade bila dinamički opterećivana, druga je skupina uzoraka prije dinamičkih opterećenja termociklirana na temperaturama 0 °C i 55 °C 1000 puta. Mjerenje dinamičke izdržljivosti provedeno je modificiranom metodom po Schwickerathu u Amslerovu visokofrekventnom pulzatoru. Izmjerene su veće vrijednosti maksimalne dinamičke izdržljivosti za netermociklirane uzorke u iznosu od 850N, dok su utvrđene manje vrijednosti maksimalne dinamičke izdržljivosti za termociklirane uzorke od 550N. Statistički značajna razlika pronađena je između graničnih opterećenja F_g i broja ciklusa n za obje istraživane skupine uzoraka.

Ključne riječi: metalkeramika, dinamička izdržljivost, termocikliranje

Acta Stomatol Croat
1998; 547—551

IZVORNI ZNANSTVENI
RAD
Primljeno: 20. svibnja 1998.

Adresa za dopisivanje:

Prof. dr. sc. Adnan Čatović
Zavod za fiksnu protetiku
Stomatološki fakultet
10000 Zagreb
Gundulićeva 5

Uvod

Odlom keramike od metalne podloge velika je neugoda za pacijenta i za terapeuta. Razvojem dentalne industrije pokušava se pronaći metalkeramiki sustav koji će uz ostala tražena svojstva imati i veću veznu čvrstoću metala i keramike od dosadašnjih sustava. Danas je u kliničkoj uporabi čitav niz metalkeramikičkih sustava, no svi oni imaju međusob-

ne prednosti i nedostatke u vezi s različitim uvjetima okoline. Mnogi autori bavili su se proučavanjem čvrstoće spoja metala i keramike (1-6). Uglavnom su to statička istraživanja čvrstoće u uvjetima različitih utjecajnih čimbenika, kao što su promjene pH i temperature. Herrmann (7) je primjerice, utvrdio da se vlačna čvrstoća između keramike i Ni-Cr slitine smanjuje za 60% pošto se uzorci drže 10 dana u korozivnoj kupci pri vrijednosti pH = 4,2.

Pauli (8) je dokazao da termocikliranje smanjuje čvrstoću keramike od 6,18% do 27,13%, ovisno o vrsti keramike.

Thurmond (9) je svojim istraživanjima pokazao da se čvrstoća veze keramike i kompozita znatno smanjuje nakon termocikliranja u trajanju od 2500 ciklusa na temperaturama 5 °C i 55 °C.

Kern (10) je dobio slične rezultate istražujući čvrstoću veze Empress i InCeram keramike i adheziva nakon termocikliranja na temperaturama 5 °C i 55 °C pri trajanju od 18750 ciklusa.

Istraživanja dinamičke izdržljivosti zanemarena su u odnosu prema statističkim, pa ih i u literaturi znatno manje nalazimo.

Schwickerath (11) je istraživao dinamičku izdržljivost keramike i pokazao da nakon 1000 ciklusa vrijednost dinamičke izdržljivosti iznosi 60% vlažne čvrstoće, a nakon 1000000 ciklusa samo 50%.

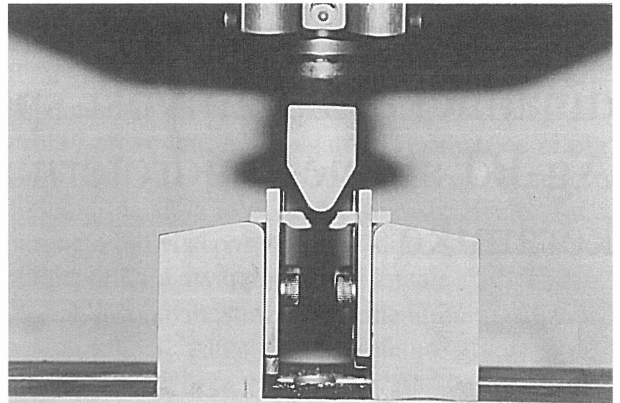
Svrha ovoga rada bila je istražiti utjecaj naglih promjena temperatura na dinamičku izdržljivost spoja metala i keramike te potvrditi hipotezu raznih autora o negativnom djelovanju temperaturnih razlika na čvrstoću veze metala i nemetalne obloge.

Materijal i postupci

Istraživanje je obavljeno na 48 uzoraka izrađenih od Ag-Pd slitine (Öceramduo, Ögussa, Beč, Austrija) u obliku pločica dimenzija 45x12x4 mm na koje je u dužini od 25 mm napečena 2 mm debela hidrotermalna keramika (DuceraGold, Ducera, Rosbach, Njemačka). Uzorci su podijeljeni u dvije skupine. Prva skupina od 24 uzoraka odmah je nakon lijevanja i napečenja keramičkog sloja dinamički opterećena. Druga je skupina, jednake množine uzoraka, prije dinamičkih opterećenja termociklirana u običnoj vodi 1000 puta na temperaturama 0 °C i 55 °C.

Mjerenje dinamičke izdržljivosti provedeno je modificiranom metodom trotočkastog opterećenja po Schwickerathu (11) u Amslerovu visokofrekventnom pulzatoru (Slika 1).

Opterećenja su provedena tlačno dinamički u rasponu sila od 550N do 1200N. Mjeren je broj ciklusa potrebnih da nastane pukotina između metala i keramike vidljiva prostim okom, te broj ciklusa potrebnih da se odlomi keramika od metalne podloge, što je predstavljalo i kraj pokusa.



Slika 1. Uzorak učvršćen u čeljusti Amslerovog visokofrekventnog pulzatora

Figure 1. Tested sample in Amsler's high frequent pulsator jaws

Da bi se provjerila osnovna hipoteza koja se odnosi na možebitne razlike između dviju skupina ispitivanih uzoraka primijenjena je statistička obrada Studentovim *t-testom*.

Rezultati

Za obje skupine uzoraka izmjeren je broj ciklusa za određene vrijednosti dinamičkih opterećenja glede nastanka pukotine između metala i keramike, te odloma keramike od metalne podloge, što je prikazano na Tablici 1 i 2.

Iz tablica je vidljivo da se pukotina na netermocikliranim uzorcima javlja kod sile $F_g=850N$ i broja ciklusa $n=3630500$, a odlom keramike od metala kod sile $F_g=900N$ i broja ciklusa $n=1895000$. Kod termocikliranih uzoraka pukotina nastaje pri znatno nižim vrijednostima sila, već kod $F_g=550N$ i $n=4750000$ ciklusa, a lom kod istog broja ciklusa, ali pri sili od $F_g=650N$. Povećanjem sile trajnost veze metal-keramika postupno se skraćuje u objema skupinama uzoraka, tako da se pri sili od $F_g=1200N$ na netermocikliranim uzorcima pukotina u prosjeku javlja već kod 181600 ciklusa, a lom kod 408500 ciklusa. Kod termocikliranih uzoraka pri silama od $F_g=1200N$ pukotina i lom se javljaju gotovo istodobno i to nakon samo prosječnih 380 ciklusa.

U Tablici 3 prikazani su podatci na temelju kojih je provedeno statističko testiranje Studentovim *t-testom*. Vidljivo je da statistički značajna razlika u prosječnom broju ciklusa do pojave loma na ne-

Tablica 1. Rezultati mjerenja dinamičke izdržljivosti na netermocikliranim uzorcima

Table 1. Mean number of cycles required for nonthermocycled samples to crack and fracture by dynamic load

Fg/N	NETERMOCIKLIRANI UZORCI NONTHERMOCYCLED SAMPLES			
	PUKOTINA / CRACK		LOM / FRACTURE	
	Broj ciklusa (n)		Broj ciklusa (n)	
	Apsolutna vrijednost	Srednja vrijednost	Apsolutna vrijednost	Srednja vrijednost
	No. of Cycles	Mean	No. of Cycles	Mean
	5000000		5000000	
550	5000000	5000000	5000000	5000000
	5000000		5000000	
	5000000		5000000	
650	5000000	5000000	5000000	5000000
	5000000		5000000	
	5000000		5000000	
750	5000000	5000000	5000000	5000000
	5000000		5000000	
	5000000		5000000	
850	3800000	3630500	5000000	5000000
	2091500		5000000	
	2490000		2700000	
900	2003000	1831000	1900000	1895000
	1000000		1085000	
	950000		1121000	
1000	750000	700000	1000000	1007000
	400000		900000	
	580000		780000	
1100	420000	400500	600000	620000
	201500		480000	
	246000		570500	
1200	181800	181600	408000	408500
	117000		247000	

Tablica 2. Rezultati mjerenja dinamičke izdržljivosti na termocikliranim uzorcima

Table 2. Mean number of cycles required for thermocycled samples to crack and fracture by dynamic load

Fg/N	NETERMOCIKLIRANI UZORCI NONTHERMOCYCLED SAMPLES			
	PUKOTINA / CRACK		LOM / FRACTURE	
	Broj ciklusa (n)		Broj ciklusa (n)	
	Apsolutna vrijednost	Srednja vrijednost	Apsolutna vrijednost	Srednja vrijednost
	No. of Cycles	Mean	No. of Cycles	Mean
	5000000		5000000	
550	4750000	4750000	5000000	5000000
	4500000		5000000	
	3800000		5000000	
650	3000000	3160000	4850000	4750000
	2680000		4400000	
	3250000		5000000	
750	3000000	2725000	4625000	4675000
	1925000		4400000	
	980000		3900000	
850	600000	640000	2400000	2670000
	340000		1710000	
	520000		2100000	
900	430000	420000	1085000	1345000
	310000		850000	
	480000		990000	
1000	350000	330000	780000	744000
	160000		462000	
	550		550	
1100	450	500	450	500
	500		500	
	490		490	
1200	370	380	370	380
	280		280	

Tablica 3. Rezultati statističkog testiranja razlike prosjeka broja ciklusa do pojave pukotine termocikliranih i netermocikliranih uzoraka

Table 3. Results of statistical analyses of difference in the average number of cycles needed for thermocycled and nonthermocycled samples to crack

Opterećenje / Load Fg/N	Presjeci / Mean broja ciklusa / No. of Cycles	Standardna / Standard devijacija / Deviation SD	Standardna / Standard pogreška / Error SE	t - vrijednosti / Value	df	p
850	3630500	141639,80	843878,10	3,46	4	0,03
	640000	321864,50	185831,50			
900	1831000	759745,40	438639,20	3,19	4	0,03
	420000	105356,50	60827,60			
1000	700000	278388,20	160727,50	2,99	4	0,02
	330000	160934,80	92915,70			
1100	400500	190001,90	109697,30	3,65	4	0,02
	500	50,00	28,87			
1200	181600	64500,20	37239,20	4,87	4	0,01
	380	105,36	60,80			

termocikliranim i termocikliranim uzorcima pojavljuje na razini 0,05 i manje. Iz toga se može zaključiti da lom između metala i keramike u termocikliranih uzoraka nastaje nakon statistički značajno manjeg broja ciklusa nego u netermocikliranih uzoraka pri jednakim opterećenjima.

Rasprava

Usporedbom rezultata mjerenja dviju skupina istraživanih uzoraka može se zapaziti da su najveće opterećenje $F_g=850N$ izdržali netermociklirani uzorci i tu vrijednost možemo smatrati trajnom dinamičkom izdržljivošću za istaživane uzorke. Najmanje granično opterećenje potrebno da prouzroči lom kod termocikliranih uzoraka za 28% je manje nego kod netermocikliranih i iznosi $F_g=550N$, što se može smatrati trajnom dinamičkom izdržljivošću istraživanih termocikliranih uzoraka.

Naši rezultati u kvantitativnom smislu podudaraju se djelomice s rezultatima Moormanna (12). Metalkeramiki sustav Öceramduo-Duceragold pokazao je jednaku ili do 20% bolju termostabilnost, ovisno o vrsti metalkeramčkog sustava koje je u svojoj studiji istraživao i uspoređivao Moormann.

Potvrdu toj tezi nalazimo i u rezultatima Kapperta (13) na istraživanjima dinamičke izdržljivosti veze različitih akrilata i Co-Cr slitine u kojih nakon termocikliranja na 5 °C i 55 °C i 500000 ciklusa vrijednosti dinamičke izdržljivosti padaju dvostruko brže nego u istraživanom sustavu Öceramduo-Duceragold.

Statistički značajan utjecaj termocikliranja na dinamičku izdržljivost Ag-Pd slitine i hidrotermalne keramike, dokazan u našim istraživanjima, potvrđen je i za slične sustave. To dokazuju rezultati Probestera (14) za vezu titana i raznih keramika, Keila (15) za Empress i InCeram keramiku, Shinkaia (16) za kompozite, te Dixona (17) za vezu adheziva i metala.

Zaključci

Temeljem dobivenih rezultata istraživanja mogu se donijeti sljedeći zaključci:

1. Donja granica dinamičkih opterećenja za netermociklirane uzorke metalkeramčkog sustava

Öceramduo-Duceragold iznosi 850N, a za termociklirane 550N.

2. Pri jednakim opterećenjima na termocikliranim uzorcima lom nastaje u 30-50% manjem broju ciklusa nego na termocikliranim uzorcima.
3. Utjecaj termocikliranja na dinamičku izdržljivost spoja Ag-Pd slitine i hidrotermalne keramike je negativan, što je i statistički potvrđeno Studentovim *t-testom* ($p < 0,05$).

Literatura

1. KAPPERT H, RIEDLING W, WEYHMANN J. Eine vergleichende Studie von drei Methoden zur Untersuchungen des Metal-Keramik-Verbundes bei NEM Legierungen. Dtsch Zahnärztl Z 1985;40:1179-1186.
2. EDELHOFF D, MARX R. Athäsion zwischen Vollkeramik und Befestigungskomposit nach unterschiedlicher Oberflächenvorbehandlung. Dtsch Zahnärztl Z 1995;50:112-117.
3. GILBERT J I, COVEY D A, LAUTENSCHLÄGER E P. Bond characteristics of porcelain fused to milled titanium. Dent Mater 1994;10:134-140.
4. KERN M, THOMPSON V P. Beständigkeit des Kunststoff-Keramik-Verbundes. Dtsch Zahnärztl Z 1994;49:177-180.
5. KERN M, DOUGLAS W H, FECHTIG T. Fracture strength of all-ceramic resin-bonded bridges after testing in an artificial oral environment. J Dent 1993;21:117-121.
6. POLJAK-GUBERINA R. Prilog istraživanju dinamičke izdržljivosti spoja Duceragold keramike i Ag-Pd legure u različitim uvjetima okoline. Zagreb: Stomatološki fakultet 1998. Disertacija.
7. HERRMANN M, ROTTENEGGER R, TINSCHERT J, MARX R. The effect of corrosive environment on the porcelain-to-metal bond—A fracture mechanics investigation. Dent Mater 1992;8: 2-6.
8. PAULI C. Biegefestigkeit dreigliedriger metal und vollkeramischer Ober-Kieferseitzahnbrücken, ZWR 1996;11:626-632.
9. THURMOND J W, BARKMEIER W W, WILWERDING T M. Effect of porcelain surface treatments on bond strengths of composite resin bonded to porcelain. J Prosthet Dent 1994;72:355-359.
10. KERN M, FECHTIG T, STRUB J R. Influence of water storage and thermal cycling on the fracture strength of all-porcelain, resin-bonded fixed partial dentures. J Prosthet Dent 1994;71:251-256.
11. SCHWICKERATH H. Dauerfestigkeit von Metalkeramik. Dtsch Zahnärztl Z. 1984;39:143-145.

12. MOORMANN A. Vergleichende Untersuchungen zum Titan-Keramik-Verbund. ZWR 1994;103:86-89.
13. KAPPERT H F. Dauerfestigkeits-prüfung des Metall-Kunststoff-Verbundess unter dem Einfluß von Temperatur-wechseln. Quintessence Zahntech 1996; 22: 293-307.
14. PROBSTER I, MALWALD U, WEBER H. Three point bending strength of ceramics fused to cast titanium. Eur J Oral Sci 1996;104:313-319.
15. KEIL H, SIEBERT G, DREIWICK J. Vergleichende Untersuchungen zwischen dem NEM-Kunststoffverbund auf der Basis neuer Haftmörtel und dem MEM-Keramikverbund. ZWR 1990;99:26-31.
16. SHINKAI K, SUZUKI S, LEINFELDER F, KATOH Y. How heat treatment and thermal cycling affect wear of composite resin inlays. J Am Dent Assoc 1994;125:1467-1472.
17. DIXON D I, BREEDING L C, HUGHIE M I, BROWN J S. Comparison of shear bond strengths of two resin luting systems for a base and a high noble metal alloys bonded to enamel. J Prosthet Dent 1994;72:457-461.

Influence of Thermal Cycling on the Fatigue Strength of the Interface between Ag-Pd Alloys and Hydrothermal Ceramics

Renata Poljak-Guberina¹
Adnan Čatović²
Vjekoslav Jerolimov³
Mladen Franz⁴

¹Private Dental Practice
Zagreb

²Department of Fixed
Prosthodontics,
School of Dental Medicine,
University of Zagreb

³Department of Removable
Prosthodontics,
School of Dental Medicine,
University of Zagreb

⁴Department of Material
Science, Faculty of Mechanical
Engineering and Naval
Architecture, University of
Zagreb

Summary

The purpose of the present paper was to investigate the influence of thermocycling on the fatigue strength of the Ag-Pd alloy and hydrothermal ceramics interface. The investigation was performed on 48 samples made of Ag-Pd alloy frames (45x12x4 mm) on which the hydrothermal ceramics were fused (25x12x2 mm). The specimens were divided into two groups. The first group of samples was dynamically loaded immediately after working, while the other group of samples was thermocycled (1000 times at 0 °C and 55 °C) before dynamic loading. The dynamic loading tests were carried out by using the modified three-point load method by Schwickerath in Amsler's high-frequency pulsator. The determined dynamic loading limit was up to 550N for thermocycled samples, and up to 850N for non-thermocycled samples. A statistically significant difference between maximal dynamic forces and the number of loading cycles for both groups of samples was determined.

Key words: *metalceramics, fatigue strength, thermocycling*

Acta Stomatol Croat
1998; 553—555

ORIGINAL SCIENTIFIC
PAPER

Received: May 20, 1998

Address for correspondence:

Prof. dr. sc. Adnan Čatović
Department of Fixed
Prosthodontics,
School of Dental Medicine,
1000 Zagreb
Gundulićeva 5

Introduction

The failure of the ceramics-to-metal interface produces an uncomfortable situation for both patients and dentists. The aim of the dental industry is to find a metalceramics system that will, in addition to other characteristics, have higher fatigue stren-

gth than the present systems. Many metalceramic systems presently in use have numerous advantages and drawbacks related to different environment conditions. Many authors have studied the bond strength between metal and ceramics (1-6). They mainly used static tests, concerning different influence factors, such as pH and temperature changes. Thus,

Herrmann (7) found that bond strength between ceramics and Ni-Cr alloys reduces by 60% after holding the sample in a corrosive bath pH=4.2 for a period of 10 days.

Pauli (8) proved that thermocycling reduces ceramics strength by 6.18%-27.13%, depending on the ceramic type.

Thurmond (9) showed that bond strength between ceramic and composite is significantly reduced after thermocycling for a period of 2,500 cycles at temperatures of 5 °C and 55 °C.

Kern (10) achieved the same results while examining the bond strength between Empress and In-Ceram ceramics and adhesives after thermocycling at temperatures of 5 °C and 55 °C for 18,750 cycles. Research in dynamic loading has been neglected, as compared to the static, and consequently results are rarely found in literature.

Schwickerath (11) investigated the dynamic properties of ceramics and showed that the bond between ceramic and metal is reduced by 40% after 1,000 loading cycles, and by 50% after 1,000,000 cycles.

The purpose of the present paper was to investigate the influence of thermocycling on the fatigue strength of metalceramics and to confirm the hypotheses of different authors regarding the negative influence of thermocycling on the bond strength between metal and a nonmetal layer.

Material and methods

The investigation was performed on 48 samples made of Ag-Pd alloy (Öceramduo, Ögussa) (45x12x4mm) on which 2 mm thick hydrothermal ceramic (DuceraGold, Ducera) was fused for a length of 25 mm. The specimens were divided into two groups. The first group of 24 samples was dynamically loaded immediately after smelting and firing. The second group with the same number of samples was thermocycled in water 1,000 times at temperatures of 5 °C and 55 °C before dynamic loading. The dynamic loading tests were carried out by using the modified three-point load test by Schwickerath (11) in Amsler's high-frequency pulsator. The dynamic force values were gradually increased from 550N to 1200N. The dynamic force values and number of cycles was measured until a crack appeared, which

signified the end of the experiment. Student's *t*-test statistically confirmed the adverse effect of thermocycling on the bond between metal and ceramic, showing a significant difference between the fatigue strength of the thermocycled and nonthermocycled samples.

Results

For both groups of samples, the number of cycles was measured for determined values of dynamic loading with respect to the appearance of a crack and fracture between the ceramic and metal base, as shown in Tables 1 and 2. The tables show that a crack in the non-thermocycled samples appeared at force $F_g=850\text{N}$ and after $n=3,630,500$ cycles, while a fracture was observed at force $F_g=900\text{N}$ and after $n=1,895,000$ cycles. In the thermocycled samples, a crack appeared at considerably lower values, i.e. at $F_g=550\text{N}$ and $n=475,000$ cycles, and a fracture for the same number of cycles appears at force $F_g=650\text{N}$. The number of dynamic loading cycles decreases proportionally with the increase in force values of both groups of samples. This at force $F_g=1200\text{N}$ the crack appeared on non-thermocycled samples already after an average of 181,600 cycles, and fracture after 408,500 cycles. In the thermocycled samples, fracture appeared almost simultaneously after on average only 380 cycles.

Table 3 shows the data used for statistical Student's *t*-test. Statistically important difference in the average number of cycles necessary the occurrence of for fracture on non-thermocycled and thermocycled samples appeared at the level of 0.05 and lower. Therefore, we can conclude that the fracture between ceramic and metal in the thermocycled samples appeared after a statistically significant lower number of cycles than in the non-thermocycled samples at the same force.

Discussion

Comparison of the results for the two groups of investigated samples leads to the conclusion that the lower limit value of dynamic load where ceramic and metal do not indicate fracture between them is $F_g=850\text{N}$ for non-thermocycled samples. This va-