

Les céramiques

Société Francophone de Biomatériaux Dentaires

J. DEJOU

Date de création du document 2009-2010

Table des matières

I	Quelques éléments historiques.....	3
II	Définitions.....	5
III	Classification des céramiques.....	7
III.1	Classification traditionnelle	7
III.2	Classification actuelle (Sadoun et Ferrari).....	8
III.2.1	Classification selon la composition chimique.....	8
III.2.1.1	Les céramiques feldspathiques : le « modèle » des céramiques dentaires.....	9
III.2.1.2	Les céramiques alumineuses.....	11
III.2.1.3	Les vitrocéramiques.....	11
III.2.1.4	Les céramiques à base de zircones.....	12
III.2.2	Classification selon le procédé de mise en forme.....	14
III.2.2.1	Mise en forme avec armature métallique.....	14
III.2.2.2	Mise en forme sans armature métallique.....	16
III.2.3	Classification selon la microstructure.....	23
IV	Propriétés mécaniques des céramiques.....	24
IV.1	Module d'élasticité (GPa).....	24
IV.2	Résistance à la flexion (MPa)	25
IV.3	Ténacité (Mpa/m^{1/2})	25
IV.4	Dureté	26
IV.5	Facteurs influençant la résistance mécanique.....	26
V	Propriétés physiques.....	27
VI	Annexes.....	27

OBJECTIFS

Donner au lecteur les éléments lui permettant de choisir le type de matériau céramique le plus adapté à la situation clinique à laquelle il est confronté en tenant compte à la fois des propriétés mécaniques, des propriétés esthétiques, et de la précision d'adaptation des restaurations obtenues (condition essentielle de la biocompatibilité pulpaire et parodontale de ces restaurations).

INTRODUCTION

Malgré les évolutions des résines composites et des ciments verre-ionomères, les céramiques peuvent encore être considérées comme les biomatériaux permettant l'élaboration des restaurations les plus esthétiques.

Les céramiques ont été longtemps utilisées surtout pour la confection de dents artificielles pour prothèses amovibles et l'élaboration de couronnes et de bridges céramo-métalliques (CCM). Cependant depuis les années 80 l'évolution de ces matériaux a permis la conception de facettes, d'inlays et d'onlays et même des couronnes et des bridges sans armature métallique.

Les céramiques actuelles possèdent un large champ d'indications qui vont de la restauration partielle de la dent, dès que l'esthétique et surtout le délabrement contre indiquent les résines composites, au remplacement de dents absentes avec les bridges sans armature métallique en passant par des piliers pour prothèse sur implants.

I QUELQUES ÉLÉMENTS HISTORIQUES

- *La poterie en Europe jusqu'au XVIII^{ème} siècle*

L'obtention de poteries réellement utilisables a été le résultat d'efforts importants et de nombreux essais par les premiers potiers en Europe. Le matériau de base pour la poterie est l'argile. Ce matériau fut source de 2 deux problèmes essentiels :

- le premier problème rencontré par les potiers primitifs fut d'obtenir de l'argile présentant une consistance optimale pour sa manipulation et sa cuisson. L'argile mélangée uniquement avec de l'eau est habituellement trop collante pour être manipulable. Ce problème fut surmonté par l'addition de sable et de coquilles de coquillages broyées.
- le second problème la rétraction de l'argile lorsque elle sèche ou durcit. Si la rétraction n'est pas uniforme, en vitesse ou en quantité, les pots craquent avant même la cuisson. L'addition de charges de granulométrie élevée a permis de surmonter partiellement cet obstacle.

La cuisson des pots pose un problème plus sérieux encore. Les gaz présents dans la pâte, bulles d'air ou gaz formés pendant le chauffage (vapeur d'eau ou CO₂), créaient des vides dans l'argile pouvant même entraîner des fractures des pots. C'est pourquoi les premiers

potiers pétrissaient l'argile avant le modelage afin d'éliminer l'air inclus dans le matériau. De plus l'élévation de température très progressive au moment de la cuisson permettait à la vapeur ou aux gaz de diffuser lentement hors de l'argile plutôt que d'exploser brutalement en créant des fissures dans le pot.

Le principal problème dans le développement de la poterie fut néanmoins celui du choix de la température de cuisson des pots. La transformation de l'argile, d'une masse de particules individuelles liées entre elles par de l'eau, en un solide cohérent repose sur un processus appelé **frittage**. Au cours de ce processus, lorsque la température atteint un niveau suffisamment élevé, les points de contact entre les particules individuelles fusionnent.

Ce processus repose sur un mécanisme de diffusion, très accéléré par l'élévation de la température.

Les traditionnels feux ouverts ne permettant pas d'atteindre des températures suffisamment élevées, il fallut inventer des fours. Les plus anciens de ces **fours** utilisaient de l'air pulsé au travers des flammes pour atteindre une température plus élevée et plus uniforme. Les pots étaient disposés au dessus des flammes dans le flux d'air chaud. Ces fours pouvaient atteindre une température de 900°C et les poteries cuites à cette température étaient et sont encore appelées : **terres cuites**. Ces terres cuites étaient poreuses car le frittage n'est pas complet. Elles pouvaient donc être utilisées pour stocker de la nourriture solide, mais ne pouvaient pas contenir des liquides. Finalement ce problème fut résolu par la cuisson d'une fine couche de matériau vitreux à la surface du pot. Cette technologie fut utilisée dès 5500 avant JC dans de nombreux sites.

Petit à petit des températures plus élevées purent être obtenues dans les fours, conduisant à une fusion partielle de l'argile plus importante. La phase liquide solidifiant sous forme vitreuse permit d'obtenir des pots imperméables généralement connues sous le nom de grés.

- *La porcelaine chinoise*

Les pots en grés ont été produits en Chine dès le 1er siècle avant JC et la technologie de la céramique a été développée dès le dixième siècle à un stade tel que les Chinois étaient capables de produire :

“ une céramique blanche comme la neige, si résistante que la vaisselle pouvait avoir une épaisseur de 2 à 3 mm permettant le passage de la lumière. Sa structure était si homogène et dense qu'elle résonnait comme une cloche lorsqu'elle était légèrement frappée.”

L'accroissement du commerce avec l'extrême orient permit l'arrivée en Europe de ce matériau tellement supérieur au grés. Cette arrivée conduisit à une demande plus importante de vaisselle de qualité, qui ne pouvait être satisfaite uniquement par les

importations en provenance de Chine. C'est pourquoi des travaux importants furent entrepris pour "copier" les matériaux Chinois. L'utilisation d'oxyde d'étain pour glacer les surfaces permit d'obtenir un aspect blanc, mais pas la translucidité des porcelaines Chinoises. Les fours utilisés permettaient d'obtenir de hautes températures, mais les fours Chinois étaient meilleurs pour obtenir des températures homogènes. Le problème essentiel fut le choix du matériau et du processus d'élaboration. Pour obtenir de la porcelaine, il faut un matériau qui reste ou qui devienne blanc au moment de la cuisson et qui soit suffisamment résistant pour permettre des épaisseurs inférieures à 3 mm. Le secret de la porcelaine chinoise fut révélé en 1717 par un Jésuite ayant séjourné sur place qui permit de connaître ses composants : **kaolin, silice et feldspath**.

Le kaolin est un aluminosilicate hydraté. La silice, sous forme de quartz, reste à l'état de particules finement dispersées même après la cuisson. Le feldspath est un mélange d'aluminosilicates de sodium et de potassium. Ces composants étaient mélangés à raison de 25-30% de feldspath, 20-25% de Quartz et 50% de Kaolin.

Il est un peu surprenant que le secret de la fabrication de la porcelaine chinoise ait mis si longtemps à être révélé, alors qu'aucune chimie complexe n'est mise en oeuvre et que les composants sont plutôt communs.

Les applications dentaires de la porcelaine datent de 1774, lorsqu'un apothicaire Français Alexis Duchateau inventa les premières prothèses totales entièrement en porcelaine. Compte tenu de la rétraction du matériau au cours du frittage, l'obtention d'une bonne adaptation de la prothèse en bouche devait être délicate à obtenir.

Aujourd'hui, la plupart des matériaux appelés parfois porcelaine, sont en fait des céramiques très différentes des porcelaines décrites ici.

II DÉFINITIONS

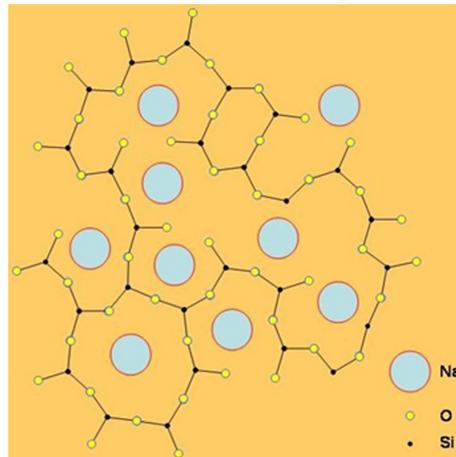
Un verre est un composé minéral fabriqué, à base de silice, qui possède une structure vitreuse, c'est à dire désordonnée. Il est mis en forme à partir d'une poudre agglomérée et consolidé par frittage.

Les verres possèdent une grande stabilité chimique, du fait des liaisons de type covalents ou ioniques qui unissent les atomes. Cette propriété leur confère une très bonne biocompatibilité.

C'est la présence de cations alcalins de grande taille (**figure 1**) qui empêche la formation d'un réseau cristallin et qui est responsable de la structure non ordonnée du verre. Les

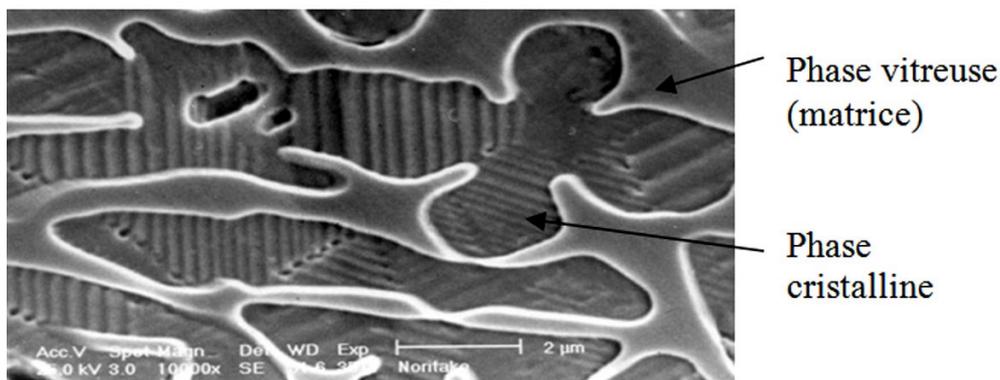
verres sont des matériaux fragiles, c'est-à-dire qu'ils n'ont pas ou très peu de possibilité de déformation plastique.

Figure 1 : Structure schématique d'un verre



Les **céramiques** sont aussi des matériaux inorganiques, composés d'oxydes, de carbures, de nitrures et de borures. Les céramiques présentent des liaisons chimiques fortes de nature ionique ou covalente. Elles sont mises en forme à partir d'une poudre de granulométrie adaptée qui est agglomérée. Dans une deuxième étape la densification et la consolidation de cet agglomérat sont obtenues par un traitement thermique appelé **frittage**. A la différence des verres les céramiques, en tous cas dans les matériaux les plus anciens, sont constituée de 2 phases distinctes : une phase vitreuse, la matrice (désordonnée) et une phase cristalline dispersée (ordonnée).

Figure 2 : Microphotographie en MEB d'une céramique

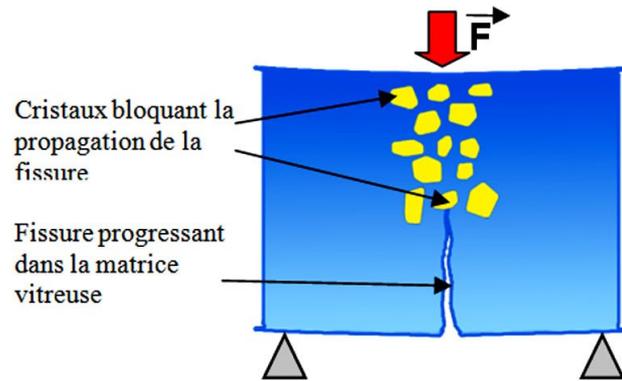


L'incorporation de cette phase cristalline dans la matrice vitreuse a permis une amélioration significative de la dureté et de la résistance des céramiques par rapport à celles des verres.

Figure 3a : Renforcement de la céramique par incorporation de particules cristallines

Pourquoi ?

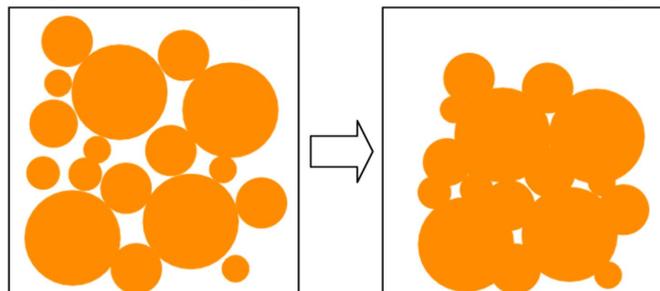
La fracture d'un verre ou d'une céramique intervient par propagation de fissures. La présence de cristaux résistants dans la céramique, bloque la propagation, ou du moins ralentit la progression des fissures.



Le frittage est un traitement thermique avec ou sans application de pression externe, grâce auquel un système de particules individuelles ou un corps poreux modifie certaines de ses propriétés dans le sens d'une évolution vers un état de compacité maximale (porosité idéale = 0) (figure 3b)

Actuellement on considère que le traitement de consolidation peut être aussi une cristallisation ou une prise hydraulique.

Figure 3b : Frittage des particules de céramiques



III CLASSIFICATION DES CÉRAMIQUES

III.1 CLASSIFICATION TRADITIONNELLE

Les céramiques sont classées en fonction de la température de frittage (encore improprement appelée température de "fusion" ou de "cuisson")

- **Haute fusion** : 1289 à 1390°C (dents artificielles des prothèses amovibles)
- **Moyenne fusion** : 1090 à 1260°C (Jackets cuites sur platine)
- **Basse fusion** : 870 à 1065°C (émaillage couronnes céramo-métalliques)
- **Très basse fusion** 660 à 780°C (depuis 1992) :

émaillage du titane, émaillage d'alliage à haute teneur en or, réalisation d'éléments entièrement en céramique et de joints céramique-dent.

III.2 CLASSIFICATION ACTUELLE (SADOUN ET FERRARI)

Les propriétés finales des prothèses en céramique, résistance mécanique, microstructure, précision d'adaptation et propriétés optiques, résultent de la nature chimique du matériau et du procédé de mise en forme. Un même matériau peut être mis en forme de façons différentes, modifiant ainsi ces propriétés. Un même procédé de mise en forme peut être utilisé pour différents matériaux. Il est donc indispensable d'établir une classification basée sur : **(1) la composition chimique, (2) la microstructure et (3) les procédés de mise en forme.**

III.2.1 Classification selon la composition chimique

Présentation générale des 5 types de matériaux

1- céramiques feldspathiques : ce sont les céramiques traditionnelles destinées à l'émaillage des coiffes céramo-métalliques. De nouvelles céramiques feldspathiques à haute teneur en cristaux de leucite, ont une résistance mécanique améliorée et un coefficient de dilatation thermique augmenté. Elles peuvent être, dans certaines situations cliniques, utilisées sans armature.

2- vitro-céramiques : Ce sont des matériaux mis en forme à l'état de verre puis traité thermiquement pour obtenir une cristallisation contrôlée et partielle

3- Céramiques ou plutôt verres hydrothermaux

Ce sont des matériaux monophasés, (sans phase cristalline), dans la structure desquels, des ions OH ont été incorporés. Ils possèderaient un comportement de surface (dureté) plus proche de celui de l'émail des dents naturelles.

L'obtention de matériaux très résistants qui ont permis la réalisation de restaurations prothétiques unitaires et plurales en céramique, sans armature métallique, a été rendue possible grâce à: (1) l'utilisation d'alumine (Al_2O_3) et d'oxyde de zirconium (zircone, ZrO_2) et (2) la mise au point de céramiques dans lesquelles la phase cristalline est devenue prépondérante. Ces matériaux, en raison de leur opacité, sont utilisés en lieu et place de l'armature métallique des coiffes céramo-métalliques. On parle de céramiques d'infrastructure.

4- Céramiques alumineuses : leur constituant principal est l'alumine (Al_2O_3).

5- Céramiques à base d'oxyde de zirconium (zircone)

Apparus plus récemment ces matériaux possèdent des propriétés mécaniques très élevées.

III.2.1.1 Les céramiques feldspathiques : le « modèle » des céramiques dentaires

Composition

- *Composition physique*

La poudre est composée de grains de diamètre compris entre 4 et 100 μ m. Elle contient de plus des plastifiants hydrosolubles facilitant la mise en forme (alginate, sucres), et des colorants.

- *Composition minéralogique*

- *Feldspath et feldspathoïdes* composent la matrice vitreuse des céramiques,

Température de fusion = 1100 à 1300°C

Feldspath : Feldspath potassique (Orthose) : $K_2 Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$

Feldspath sodique (Albite) : $Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$

Feldspathoïdes : Néphéline : $2SiO_2 \cdot Al_2O_3 \cdot (K \text{ ou } Na)O$

Leucite : $4 SiO_2 \cdot Al_2O_3 \cdot K_2O$

- Quartz : Compose la charpente cristalline. Température de fusion : 1700°C.

- *Composition chimique*

- *Les oxydes principaux:*

Oxyde de Silicium (silice), SiO_2 : 55 à 78% (composant à la fois de la phase vitreuse et de la phase cristalline dispersée)

Oxyde d'aluminium (alumine), Al_2O_3 : < 10% (composant de la phase vitreuse essentiellement mais aussi parfois phase cristalline, diminue alors la translucidité)

A retenir : L'augmentation de la concentration en oxydes principaux s'accompagne d'une augmentation de la température de cuisson (frittage), de la tension superficielle, de la résistance mécanique et de la rétraction après frittage.

- *Les oxydes alcalins modificateurs*

Oxydes de cations alcalins monovalents Na_2O , K_2O , Li_2O

Essentiellement modificateurs de la phase vitreuse.

A retenir : Les oxydes modificateurs abaissent la température de ramollissement, augmentent le coefficient de dilatation thermique en dessous de la température de transition vitreuse et diminuent la tension superficielle et la viscosité.

Explication : Les céramiques feldspathiques sont surtout utilisées pour l'émaillage des armatures métalliques des restaurations céramo-métalliques.

La résistance de ces restaurations est étroitement liée à la formation d'une liaison céramique-métal forte. Plusieurs paramètres participent à l'établissement de cette liaison parmi lesquels l'étalement de la pâte de céramique sur l'armature métallique (dépendant du mouillage par la céramique de l'armature) et un coefficient de dilatation thermique des 2 matériaux très proche.

Le coefficient de dilatation thermique des métaux est la plupart du temps très supérieur à celui des céramiques. Cela conduit, lors du refroidissement de la restauration après le frittage de la céramique, et dès que la céramique est devenue "solide" (en deçà de la température de transition vitreuse) à une forte rétraction du métal et une faible rétraction de la céramique. Si le différentiel n'est pas trop important, la mise en compression de la céramique en résultant peut permettre le blocage de la propagation de fissures et donc le renforcement de la restauration. Par contre, si le différentiel est important, une fracture de la céramique peut apparaître. C'est pourquoi, il est important de modifier e, l'augmentant le coefficient de dilatation thermique des céramiques, grâce aux oxydes modificateurs.

De plus lorsque la concentration en K_2O est élevée on obtient des céramiques dites de nouvelle génération (riches en leucite) qui possèdent des propriétés mécaniques plus élevées.

Explication

Les "nouvelles" céramiques feldspathiques

Les céramiques à fortes teneurs en K_2O (11%) sont le siège de cristallisation à des températures comprise entre 700° et 1200° , en particulier de leucite (K_2O , Al_2O_3 , $4SiO_2$) La dispersion importante de ces cristaux de petite taille dans la matrice vitreuse permet une augmentation significative de leur résistance. Cependant elle entraîne une rétraction plus importante de ces matériaux lors du refroidissement. Ceci est dû à son important coefficient de dilatation thermique et au changement de structure cristalline lors du refroidissement. La formation de fissures peut alors compromettre le renforcement de ces matériaux. De plus ce coefficient de dilatation thermique ne permet pas la "cuisson" de ces matériaux sur des armatures métalliques.

- *Les oxydes mineurs : ce sont les opacifiants, les fondants et les colorants.*
 - *Opacifiants : 6 à 15% : ZrO_2 , SnO_2 , TiO_2*
 - *Fondants : 0 à 5% : B_2O_3 , $Na_2B_4O_7$. Ils abaissent la température de cuisson (frittage).*
 - *Colorants : Oxydes métalliques et terres rares (agents fluorescents).*

TiO₂ pour le jaune
Fe₂O₃ pour le marron
CoO pour le bleu
NiO pour le gris
V₂O₅ pour le jaune

Fabrication industrielle

1ère étape : les constituants de base sont broyés.

2ème étape : les poudres obtenues sont mélangées avec de l'eau, à saturation.

3ème étape : un frittage est réalisé à une température d'environ 1300°C
(température inférieure à la température de fusion).

4ème étape : la fritte obtenue est broyée, des colorants et des plastifiants pour le modelage sont enfin ajoutés

III.2.1.2 Les céramiques alumineuses

Elles contiennent une proportion importante d'alumine dans le but de les renforcer. Plusieurs types de matériaux ont été successivement développés.

On les distingue en fonction de la teneur en alumine :

- 40%: jacket de Mac Lean
- 65%: Cerestore®, Allceram®
- 85%: Inceram®
 - In-Ceram Alumina® : standard
 - In-Ceram Zirconia® : plus résistante composée d'alumine et de zircon (ZrO₂)
 - In-Ceram Spinelle® : plus translucide et moins résistante composée de MgAl₂O₄
- >98% : Procera®

Mise au point par Michael Sadoun en 1985, la céramique **In-Ceram®** (Vita Zahnfabrik) est à la fois un matériau de composition nouvelle et un nouveau procédé de mise en forme. Cette céramique d'infrastructure est composée à 85 % d'alumine de granulométrie moyenne 3 µm. Une phase vitreuse est secondairement infiltrée dans l'infrastructure cristalline poreuse préalablement frittée.

Le matériau de base, la barbotine est une suspension d'alumine dans de l'eau.

Proposée par Nobel Biocare™ la céramique **Procera®** est composée de près de 100% d'alumine.

La mise en œuvre fait appel à des techniques de CAO/FAO.

III.2.1.3 Les vitrocéramiques

Ce sont des matériaux mis en forme à l'état de verre et qui subissent un traitement thermique de cristallisation volontaire, contrôlée et partielle. Certains composants matriciels

(des oxydes) cristallisent par traitement thermique en présence de catalyseurs de germination.

Deux procédés ont été développés :

- **Dicor®**

Développé par Adair et Grossman, le matériau est un micatetrafluorosilicate avec la composition suivante : SiO₂, 55-65%, MgO, 14-19%, K₂O, 10-18%, MgF₂, 4-9%, Al₂O₃, 0-2% + des traces de ZrO₂ comme germinateur et d'agents fluorescents.

- **Cerapearl®**

Ce matériau a été mis au point par Hobo et Iwata. Il s'agit d'une apatite dont la composition est la suivante:

CaO, 45%; SiO₂, 34%; P₂O₅, 15%; MgO, 5% + du CaF₂ comme catalyseur de germination.

La formule globale qui est CaO, P₂O₅, SiO₂.

Ce matériau génère après cristallisation une structure proche de l'hydroxyapatite de l'émail.

La silice (SiO₂) participe essentiellement à la formation de la matrice vitreuse alors que l'oxyde de Ca participent à la formation des cristaux d'hydroxyapatite. Les phosphates (P₂O₅) participent à la fois à la formation de la matrice et des cristaux d'hydroxyapatite.

Avec ces deux matériaux la céramisation s'accompagne d'une modification structurale.

D'une structure de verre monophasé on passe à une structure biphasée avec une dispersion de cristaux orientés au hasard dans la phase vitreuse.

La cristallisation partielle s'accompagne d'un retrait qui atteint 2,5% pour le Dicor.

D'un verre optiquement transparent on passe à une vitro-céramique translucide qui est ensuite colorée par émaillage de surface.

D'autres matériaux, les céramiques Empress® et Empress 2® (Ivoclar-Vivadent), sont appelés vitrocéramiques, alors que leur mise en œuvre au laboratoire de prothèse ne correspond pas à la définition ci-dessus : la phase cristalline pré-existe lors de la mise en forme au laboratoire. Les lingots fournis au prothésiste sont composés déjà d'une matrice vitreuse et d'une phase cristalline dispersée. Cependant l'obtention des lingots qui sont fournis au prothésiste est due à une cristallisation secondaire dans un verre initial.

La céramique Empress® est une céramique feldspathique avec cristaux de leucites dispersés.

La céramique Empress2® est composée de 2 matériaux :

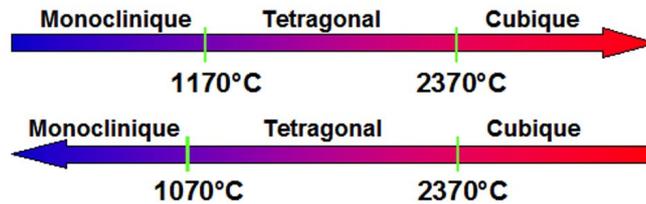
- Un matériau d'infra structure contenant du di-silicate de lithium
- Un matériau cosmétique à base de fluoro-apatite.

III.2.1.4 Les céramiques à base de zircon

La zircon (ZrO₂) cristallise dans trois types de réseaux : monoclinique (M), cubique (C) et tétragonal (T).

A température ambiante la zirconite possède une structure de type monoclinique. Sous l'effet de variations de température, des transformations allotropiques se produisent à l'état solide.

Figure 4 : transformations allotropiques des cristaux de ZrO_2 au cours du réchauffement et du refroidissement.



Deux phénomènes sont à noter :

- La transformation au moment de l'élévation de température de la structure monoclinique à la structure tétragonale se produit à 1170°C alors qu'au moment du refroidissement le passage de la structure tétragonale à la structure monoclinique se produit environ 100°C au dessous de cette température (**Figure 4**).

- Après le frittage de ces céramiques, au moment du refroidissement, le changement de structure cristalline s'accompagne d'une expansion de 3 à 4% qui provoque l'apparition au sein du matériau, de contraintes importantes qui conduisent à sa fracture.

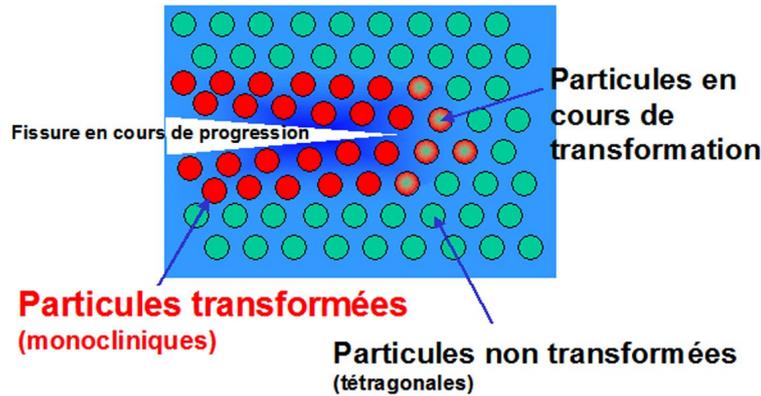
C'est pourquoi on a cherché à stabiliser la structure des céramiques à base de ZrO_2 soit en phase tétragonale soit en phase cubique.

La stabilisation en phase tétragonale a été obtenue par l'adjonction de 3 à 4% de Y_2O_3 dans la composition de la céramique. On a ainsi obtenu une céramique de zirconite partiellement stabilisée (YTZP), qui ne possède pas à température ambiante de cristaux monocliniques.

Ce type de matériau présente des propriétés mécaniques très intéressantes dans leur usage clinique. Lors de la progression d'une fissure, la contrainte exercée par la matrice cubique sur les particules tétraogonales diminue (à cause de l'ouverture de la fissure) (**Figure 5**). Cette diminution de la contrainte provoque la transformation des particules tétraogonales en particules monocliniques, processus qui s'accompagne d'une expansion dimensionnelle. Le champ de contraintes provoqué par cette expansion s'oppose alors à celui provoquant la propagation de la fissure. Ce phénomène se traduit par une augmentation de la ténacité du matériau

Rappel terminologique : La ténacité est une mesure de la résistance à la propagation d'une fissure dans un matériau. Cette mesure permet d'évaluer la résistance à long terme d'un matériau.

Figure 5 : Mécanisme du renforcement de la céramique YTZP



III.2.2 Classification selon le procédé de mise en forme

- avec armature métallique
- sans armature métallique

III.2.2.1 Mise en forme avec armature métallique

Le rôle de ce support métallique est de renforcer mécaniquement la prothèse et de servir de support de cuisson sur lequel va s'annuler la rétraction de frittage grâce à la plasticité à haute température de la phase vitreuse ;

Cette armature peut être :

- Une feuille d'or ou de platine brunie sur le MPU.
- Une armature coulée en alliage précieux ou non précieux.

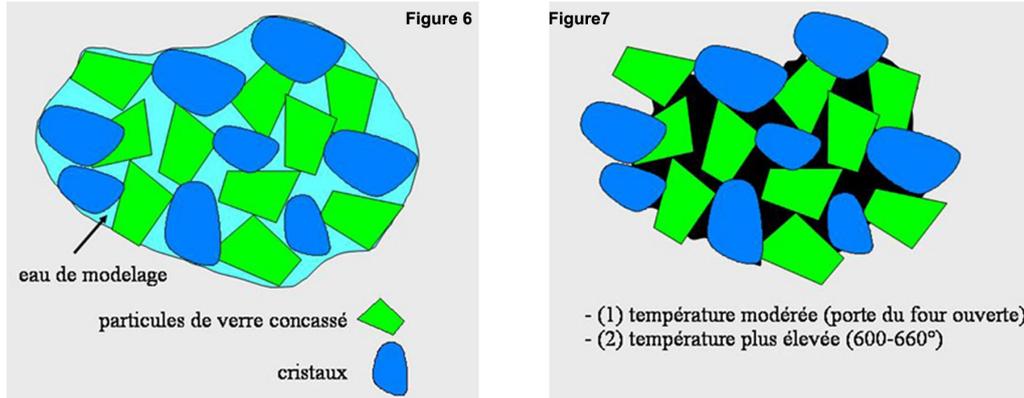
C'est la technique la plus utilisée avec les céramiques feldspathiques conventionnelles.

Dans ces deux techniques, la consolidation de la céramique est obtenue par un **frittage en phase liquide**.

Les diverses étapes de l'élaboration sont :

a) Mise en forme de la pâte crue : La poudre est mélangée à un liquide à modeler pour former une pâte plastique qui est déposée sur le support métallique ou le die en revêtement, à la spatule ou au pinceau.

Figure 6 : Mise en forme de la pâte crue - Figure 7 : Séchage et déshydratation



b) Condensation : Une granulométrie distribuée (gros grains et petits grains de taille 10 fois plus petite) et l'élimination de l'eau utilisée pour le modelage par vibration, pompage, permettent un rapprochement des particules une diminution de la porosité (qui reste de 30 à 40%) et une rétraction limitée. La condensation influence aussi la résistance de la céramique.

c) Séchage et déshydratation à température modérée (porte du four ouverte) puis à plus haute température (600-660°) pour la calcination des additifs ou colorants organiques utilisés pour le montage.

d) Frittage (frittage en phase liquide) sous vide afin d'éviter les inclusions d'air (porosités), Une montée en température 940°-980° en 6mn entraîne l'abaissement de la viscosité de la phase vitreuse. Les grains prennent une forme sphérique (diminution de la tension superficielle) puis s'unissent pour former une phase liquide qui mouille les particules cristallines.

La tension superficielle de la phase vitreuse permet un rapprochement et un réarrangement. La céramique est alors plastique.

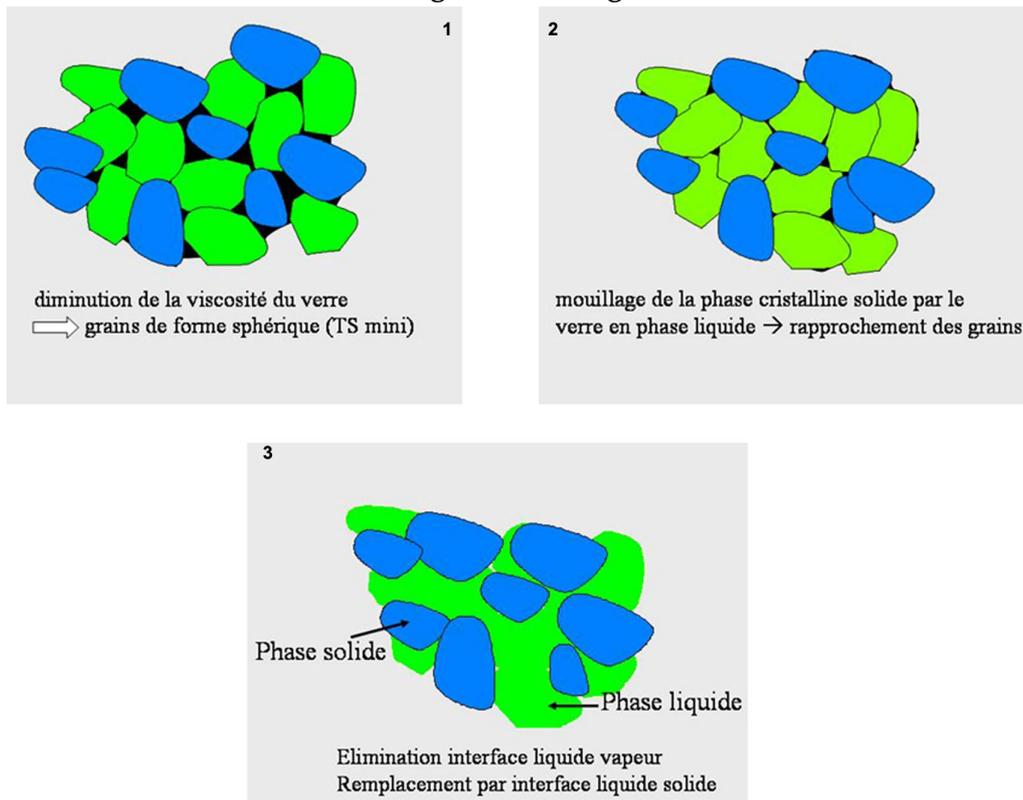
Cette étape se caractérise par l'élimination des interfaces liquide-vapeur et leur remplacement par des interfaces liquide-solide.

Cette étape est caractérisée par des phénomènes de dissolution - re précipitation entre la phase liquide et les particules cristallines aboutissant à la diminution des interfaces liquide-solide.

Ces phénomènes aboutissent à la disparition des petites particules et l'arrondissement des grosses.

Il se produit une rétraction consécutive à la diminution de la porosité (32 à 37%).

Figure 8 : Frittage



La rétraction entraînerait l'impossibilité d'insérer la pièce prothétique si un support indéformable (armature métallique ou revêtement) n'annulait cette déformation.

e) Refroidissement : il équivaut à une trempe à l'air. Il n'y a donc pas de réorganisation moléculaire. Il s'accompagne de distorsions macroscopiques entraînant une compression au centre et une traction sur les bords et pouvant engendrer des fissures.

f) Glaçage : C'est une cuisson pendant 10 à 15 mn, dont 5 à température de ramollissement. Le glaçage permet une fermeture des pores une mise en compression des couches internes et donne une surface lisse et brillante.

III.2.2.2 Mise en forme sans armature métallique

- **Cuisson sur revêtement**

A peu près toutes les céramiques peuvent être frittées sur un revêtement compatible et chimiquement inerte.

- **Coulée et vitrocéramisation**

La mise en forme s'effectue par coulée à la cire perdue identique à celui permettant l'obtention de pièces métalliques. (Ex : Dicor)

Après section de la tige de coulée et contrôle, le traitement thermique de céramisation. La céramisation est réalisée dans un four programmé, pendant 6 heures à une température

finale de 1075°C. Elle conduit à la formation d'une structure cristalline (55%) de type mica. Les cristaux sont des feuillets hexagonaux superposés qui ont tendance à se cliver au contact du front de fissure ce qui permet de limiter la propagation de la fissure.

- **Injection**

A basse température

A haute température: Empress® (Ivoclar)

Elaboration d'une maquette en cire

Mise en revêtement réfractaire spécial

Chauffage du cylindre à 850°C (3 à 6° par minute). Maintien pendant 1h30.

Préchauffage des lingotins de céramique et du piston en Al₂O₃, montée en température jusqu'à 280°C (6°C / mn), palier d'1h, montée en température jusqu'à 850°C en 1h.

Mise en place dans le four. Montée en température à 1100°C (60°C / mn)

Palier de 20 mn et injection sous 3,5 bars.

Refroidissement, démoulage et élimination du revêtement par sablage à l'alumine.

Deux techniques sont possibles :

- Maquillage : la totalité de la restauration est réalisée par injection puis maquillée en surface.

- Stratification : une armature en Empress est réalisée et recouverte par une céramique feldspathique adaptée au procédé.

- **Barbotine + frittage + infiltration (ex : In Ceram)**

La mise en forme est réalisée en plusieurs étapes. Le MPU est dupliqué en plâtre spécial (figures 9 et 10) .

Figure 9 : empreintes pour la réalisation du duplicata en plâtre



(tirée de la documentation technique Vita Zahnfabrik)

Figure 10 : duplicata réalisés



(tirée de la documentation technique Vita Zahnfabrik)

Une suspension de grains d'alumine dans l'eau (barbotine) est préparée. Le montage est effectué soit par trempage du modèle dans la barbotine ou par dépôt au pinceau. Le contact du plâtre avec la barbotine entraîne l'absorption capillaire de l'eau et l'agglomération des grains d' Al_2O_3 .

Figure 11 : Barbotine : suspension aqueuse d'alumine

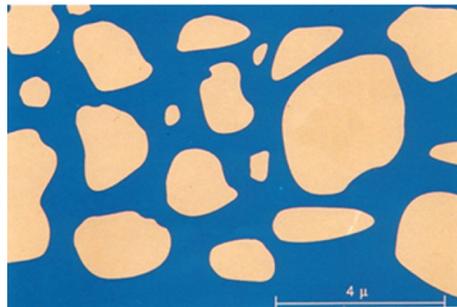


Figure 12 : Un polymère est ajouté afin de favoriser l'étalement de la pâte sur le modèle de travail

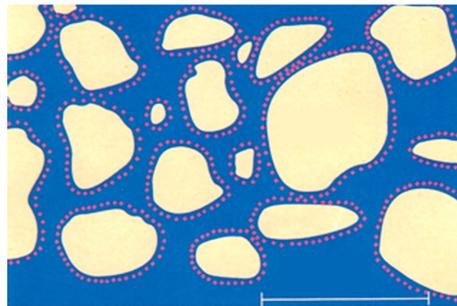


Figure 13 : Application de la barbotine sur le modèle en plâtre



(tirée de la documentation technique Vita Zahnfabrik)

Figure 14 : Finition des limites cervicales avec un scalpel



(tirée de la documentation technique Vita Zahnfabrik)

La cuisson de frittage comprend deux étapes :

- entre 20° et 120° pendant 6 heures : déshydratation et rétraction du modèle en plâtre qui se sépare du dépôt d'alumine.
- à 1120° C pendant 2 heures : frittage en phase solide des grains d'alumine

Figure 15 : Après la première étape (120°C) le plâtre s'est rétracté et détaché de l'infrastructure prothétique en cours d'élaboration



(tirée de la documentation technique Vita Zahnfabrik)

Au cours de cette étape, les particules individuelles s'assemblent (formation des "cous") pour former un solide poreux.

Figure 16 : Formation de points de contact sans rétraction

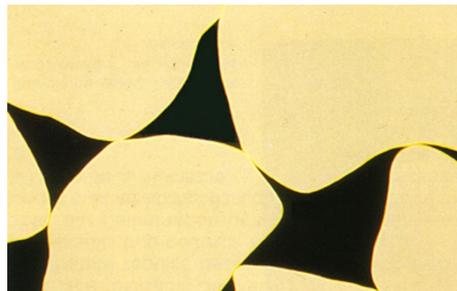


Figure 17 : Formation de « cous » de contact concaves contrastant avec la convexité des surfaces des particules

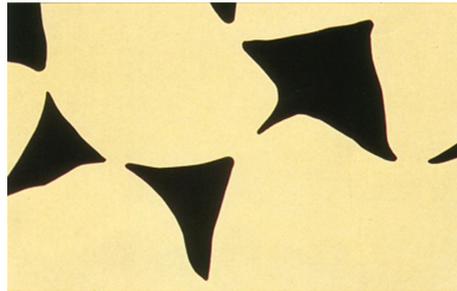


Figure 18 : Croissance des « cous » - Formation d'un réseau de pores interconnectés - Rapprochement du centre des particules (rétraction = 0,3%)



D'après Sadoun

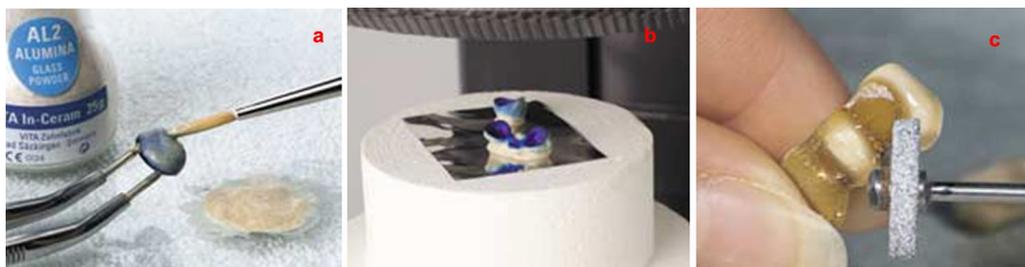
On obtient une infrastructure rigide, blanche et poreuse. Cette porosité forme un réseau continu de pores ouverts de 26% en volume.

Figure 19 : Contrôle de l'adaptation sur le modèle de travail



(tirée de la documentation technique Vita Zahnfabrik)

Figure 20 : Infiltration



(a) Application de la poudre de verre mélangée à l'eau - (b) Passage au four et fusion du verre qui s'infiltré dans le réseau de porosités - (c) Après refroidissement, élimination des excès de verre / (tirée de la documentation technique Vita Zahnfabrik)

L'infrastructure est ensuite émaillée avec une céramique cosmétique de coefficient de dilatation adapté.

- **Compaction + frittage**

- Le MPU de la préparation est scanné mécaniquement à l'aide d'un palpeur en saphir définissant environ 20×10^3 points par dent.

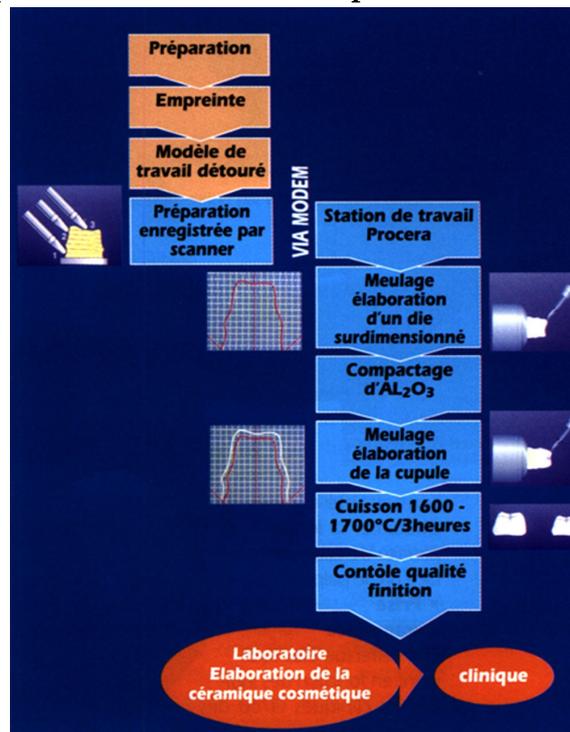
- Le technicien définit alors la forme de l'armature, à l'aide de programmes spécifiques, directement sur l'écran de l'ordinateur. Les programmes informatiques tiennent compte de la rétraction de la céramique au moment du frittage en agrandissant la forme numérisée.

- Les données sont transmises par modem à une station de travail Procera. Un modèle de travail est réalisé par usinage (FAO).

- Une poudre d'alumine est alors pressée sur ce die. Cette pression donne une grande densité au matériau. La forme extérieure de la chape est alors usinée (FAO) avant le frittage.

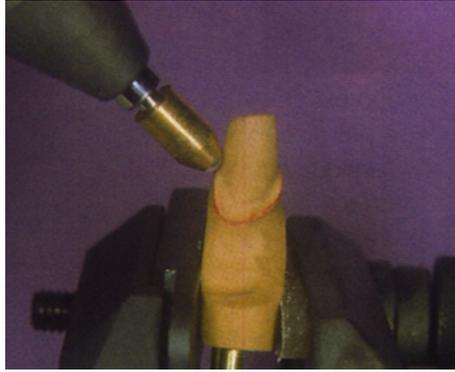
- Le frittage est réalisé à une température $>1550^{\circ}\text{C}$.

Figure 21 : Etapes de la réalisation d'une prothèse avec le système Procera



(document Nobel-Biocare)

Figure 22 : Le palpeur numérise le modèle positif unitaire (20 000 points par élément)



(document Nobel Biocare)

- **Usinage**

L’empreinte optique et la fabrication assistée par ordinateur permettent d’éliminer l’étape de l’empreinte, de la réalisation des MPU, de la fabrication de la maquette en cire, de la coulée... pour la réalisation de restaurations.

De nombreux systèmes ont été mis sur le marché au cours des dernières années : Etkon AG, Fit Cicero, Pro 50, Cerec In Lab, Wol-Ceram, Everest, GN-I, Lava, Cercon, CAD. Esthetics, Digident, Digital Dental System.

Deux familles de procédés peuvent être différenciées :

- CFAO directe : au fauteuil en une seule séance, avec une empreinte optique, indiqués surtout pour les inlays, onlays ou couronnes unitaires (Cerec® III ; Sirona). Les limites de ces systèmes sont d’abord celles de l’empreinte optique avec une caméra intra-orale de 17mm de diamètre qui ne peut enregistrer qu’une dent et les faces proximales des dents contiguës. De plus la restauration est réalisée dans un matériau de teinte relativement uniforme. Enfin, le praticien doit réaliser la finition de la morphologie occlusale et le polissage de la restauration.

- CFAO indirecte : l’empreinte des préparation est réalisée de façon traditionnelle au cabinet dentaire. Un modèle de travail est réalisé par le prothésiste. A ce stade, 2 options possibles existent :

- o Numérisation 3D du modèle, conception assisté par ordinateur de la restauration (CAO), fraisage numérique de la restauration.

- o Réalisation d’une maquette de la restauration en cire ou en résine, numérisation de la maquette, fraisage numérique de la restauration.

Dans les 2 cas, le fraisage peut soit être réalisé directement au laboratoire (autonome, rapide) soit être réalisé dans un centre de fraisage.

De nombreux matériaux peuvent être utilisés en CFAO indirecte : alliage précieux (trop chers), alliages non précieux, résines composites (trop long par rapport aux techniques classiques) céramiques feldspathiques (translucides mais peu usinables), vitro-céramiques, céramiques alumineuses (sous forme poreuse avant infiltration par le verre, facilement usinable) ou céramique à base de zircone.

Les céramiques à base de zircone sont proposées sous 2 formes :

- dense : frittée, difficilement usinable
- poreuse, pré-frittée, facilement usinable. Dans ce dernier cas, le frittage final après usinage est accompagné par une rétraction du matériau qui doit être prévue (surdimensionnement) au moment de la conception informatique de la restauration,

III.2.3 Classification selon la microstructure

Matrice vitreuse avec charge dispersées (figures 23 et 24) ou matrice hautement voire totalement cristalline avec (figure 25) ou sans phase vitreuse infiltrée (figure 26)

Figure 23 : microphotographie en microscopie électronique à balayage d'un échantillon de céramique feldspathique à haute teneur en leucite (Optec hsp)

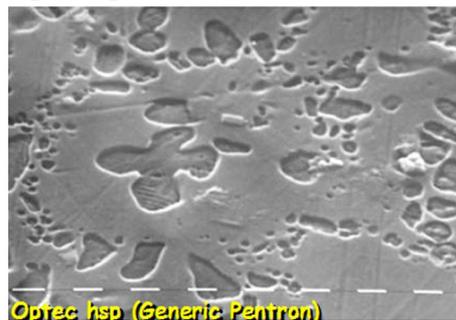


Figure 24 : microphotographie en microscopie électronique à balayage d'un échantillon de vitrocéramique Empress 2

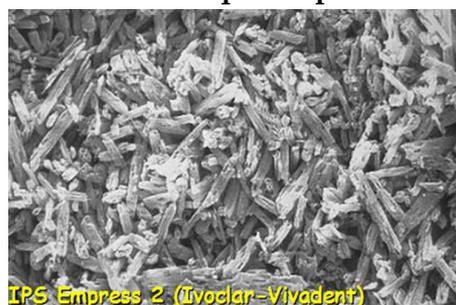


Figure 25 : microphotographie en microscopie électronique à balayage d'un échantillon de céramique alumineuse à haute teneur en particules cristallines et verre infiltré

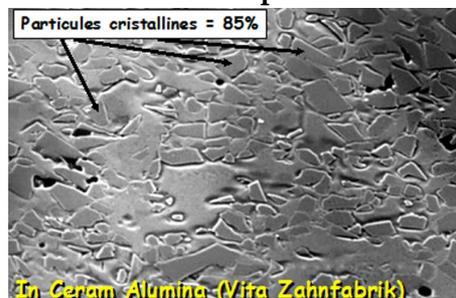
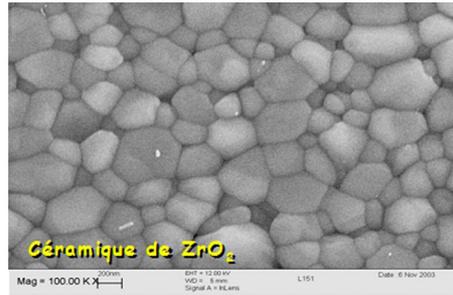


Figure 26 : microphotographie en MEB d'un échantillon de céramique cristalline à base de zircon partiellement stabilisée



IV PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DES CÉRAMIQUES

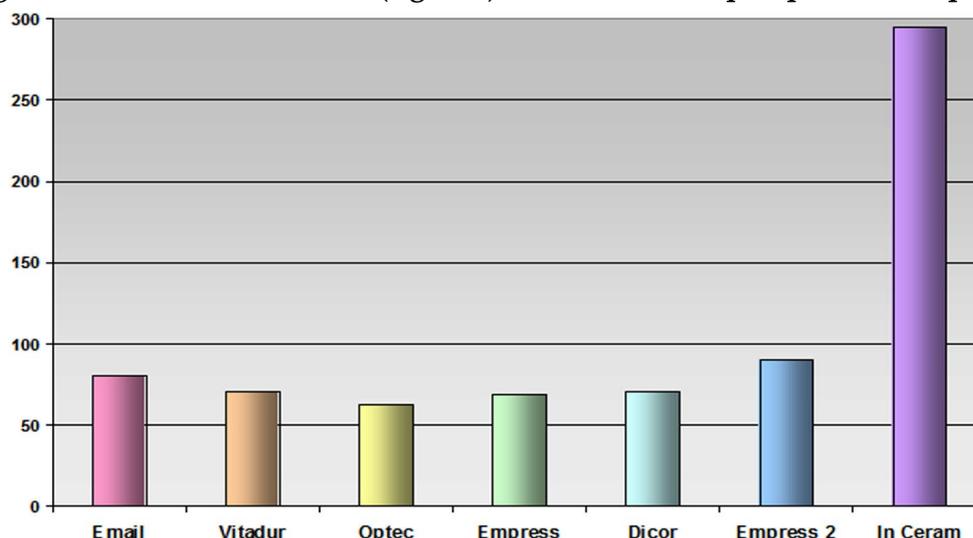
Les céramiques dentaires sont peu résistantes en traction et flexion et très résistantes en compression.

Leur caractéristique principale est la rupture dite *fragile*, c'est à dire sans déformation plastique. Depuis Griffith on sait que la fracture d'une céramique se fait par propagation d'une fissure à partir d'un défaut initial.

Depuis les années 80, la plupart des évolutions du matériau se sont traduites par une amélioration de propriétés mécaniques.

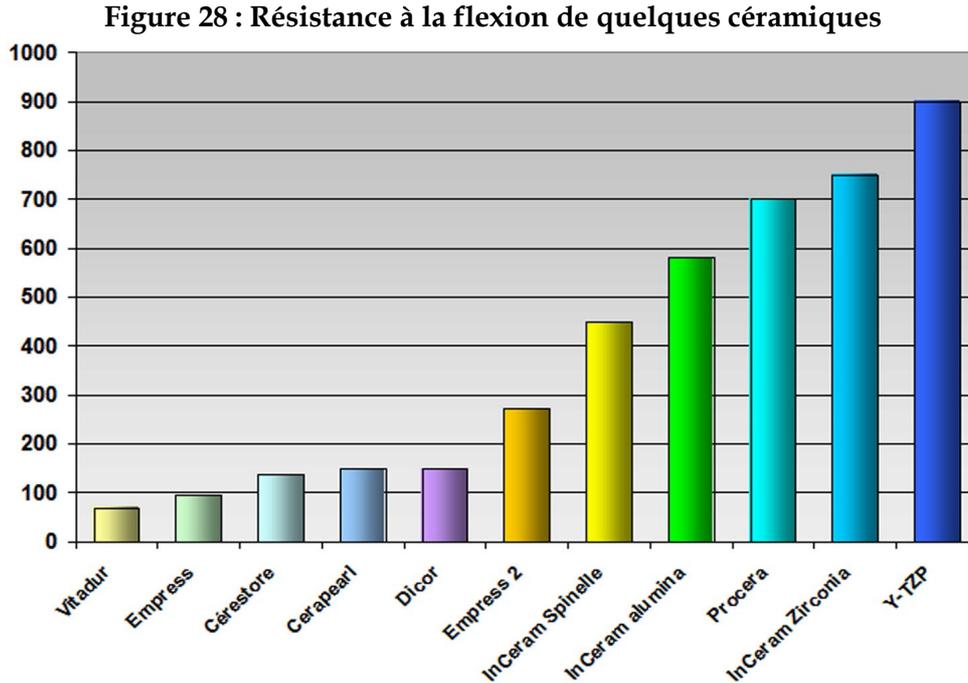
IV.1 MODULE D'ÉLASTICITÉ (GPA)

Figure 27 : Module d'élasticité (rigidité) de l'émail et de quelques céramiques



Vitadur® (céramique feldspathique conventionnelle), Optec hsp® (céramique feldspathique à haute teneur en leucite), Empress (céramique feldspathique à haute teneur en leucite), Dicor® (Vitrocéramique), Empress 2 (céramique à base de di-silicate de lithium) et InCeram® (céramique alumineuse). On peut constater sur ce graphique que l'apparition des céramiques alumineuses marque un saut quantitatif important dans la rigidité des céramiques. Cette rigidité permet d'envisager la réalisation de restaurations plurales de petite étendue (bridges remplaçant une dent).

IV.2 RÉSISTANCE À LA FLEXION (MPA)

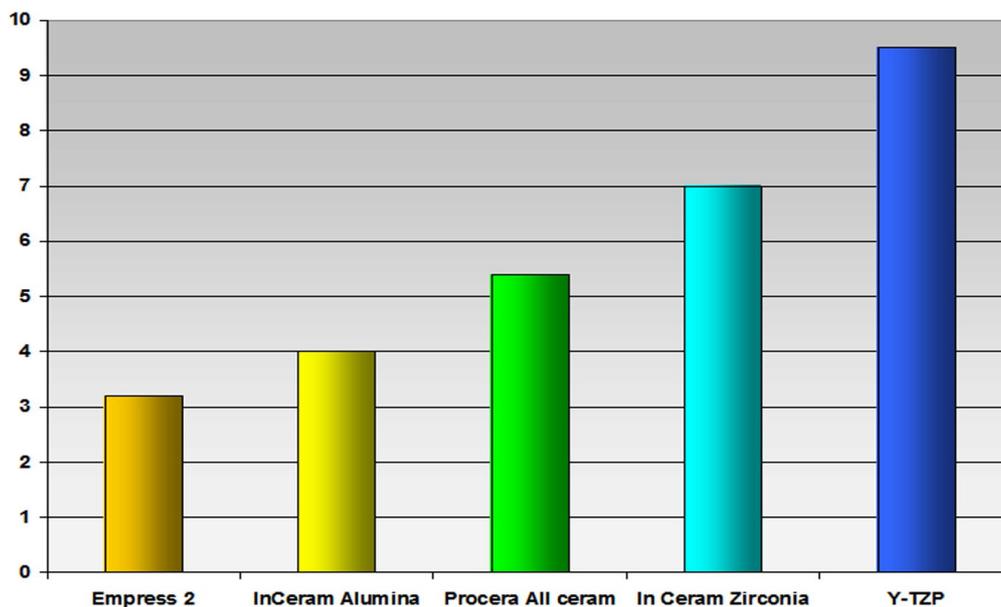


Vitadur® (céramique feldspathique conventionnelle), Empress® (céramique feldspathique à haute teneur en leucite), Cérestore® (céramique alumineuse), Cerapearl® et Dicor® (Vitrocéramiques), Empress 2 (céramique à base de di-silicate de lithium) et InCeram®, Procera® (céramiques alumineuses), InCeram® Zirconia (céramique alumineuse enrichie en ZrO₂). L'augmentation constante de la résistance correspond aussi à la chronologie d'apparition des matériaux sur le marché des céramiques dentaires.

IV.3 TÉNACITÉ (MPA/M^{1/2})

La ténacité est la résistance à la progression d'une fissure pré-existante. La ténacité est une propriété essentielle. Une ténacité élevée peut laisser espérer une durée de fonctionnement élevée et donc une pérennité de la prothèse importante. La transformation de structure cristalline que subissent les céramiques à base de ZrO₂ lorsqu'elles sont soumises à une contrainte explique la ténacité élevée de ces matériaux.

Figure 29 : Ténacité de différentes céramiques sans armature



IV.4 DURETÉ

Email : 340 HVN

Céramique feldspathique : 460 HVN

Dicor : 460 HVN

Inceram : 120 HVN

IV.5 FACTEURS INFLUENÇANT LA RÉSISTANCE MÉCANIQUE

Elle est directement liée au nombre et à la taille des défauts issus de la mise en œuvre, du montage de la poudre de céramique, de la cuisson et du glaçage.

- **Taux de porosité**

il dépend de la distribution granulométrique et du mode de mise en forme de la pâte crue : compactage. Le compactage par vibration permet d'augmenter de 40% la résistance par rapport à un céramique non compactée. La cuisson sous vide fait passer le % de porosité de 4% à 0,1%.

- **Température et cycle de cuisson**

L'élévation de la température et de la durée de cuisson entraînent une augmentation de la résistance. Cependant au delà d'un certain seuil, ou lors de la multiplication des cuissons, on assiste à une diminution de ces caractéristique, due à une dissolution dans le verre des phases cristallines dispersées.

- **Contraintes internes**

Elles résultent d'un différentiel de coefficient de dilatation thermique entre les différentes phases du matériau ou entre le matériau et le support (métal ou céramique d'infrastructure).

- **Microstructure**

Pour les céramiques biphasées, la résistance augmente avec la proportion de phases cristalline et avec la quantité d'interfaces verre/cristal et donc la dispersion de cette phase cristalline. L'état de surface et surtout es défauts de surface jouent un rôle important. Pour remédier aux défauts de surface le glaçage thermique ou l'emploi d'une glaçure permettent en obturant les pores et en refermant les fissures d'améliorer les propriétés mécaniques des céramiques feldspathiques d'environ 400%. De plus la glaçure possédant un coefficient d'expansion thermique plus faible que celui de la céramique sous-jacente met la surface en compression.

V PROPRIÉTÉS PHYSIQUES

- **Thermiques**

Les céramiques sont des isolants thermiques (conductivité = 0,01 J/s/cm² (°C/cm)). Leur coefficient de dilatation thermique est adaptable en fonction de leur utilisation en modifiant la teneur en K₂O du verre.

- **Electriques**

Le déplacement des charges électriques ne pouvant se produire que par diffusion ionique, les céramiques sont des isolants électriques.

- **Optiques**

Au delà des propriétés optiques, c'est l'impression visuelle qui compte. Celle ci résulte de la combinaison de nombreux facteurs relatifs aux propriétés optiques de la surface, des différentes phases et des différentes couches, de la couleur et du spectre de la lumière incidente. Les rendus des diverses céramiques vont de l'opaque au transparent, avec des luminosités variables, des effets de fluorescence, d'opalescence, avec des couleurs et des saturations différentes. Tout ceci est obtenu en jouant sur la composition, la nature chimique, la taille, la quantité et l'indice de réfraction des charges cristallines et des pigments répartis dans la phase vitreuse.

VI ANNEXES

BIBLIOGRAPHIE

- Chevalier J : What future for zirconia as biomaterial. Biomaterials.2006;27(4):535-43
- Deux numéros de la revue Stratégie Prothétique consacrés aux systèmes céramiques à base de zircone : vol3 n°5 en 2003 et vol4 n°1 en 2004
- Piconi C, Maccauro G. Zirconia : as a ceramic biomaterial. Biomaterials 1999;20(1):1-25
- Poujade JM, Zerbib C, Serre D : Céramiques dentaires. Encyclopédie Médico-Chirurgicale ; Odontologie ;2003, 23-065-G-10
- Sadoun M : Céramiques dentaires. Matériau céramique et procédé de mise en forme. Tech Dent 2000 ; 165/166 :13-17