



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2008 00431**

(22) Data de depozit: **09.06.2008**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30.04.2014** BOPI nr. **4/2014**

(41) Data publicării cererii:
30.11.2009 BOPI nr. **11/2009**

(73) Titular:

- **INSTITUTUL NAȚIONAL DE STICLĂ S.A.**,
BD. THEODOR PALLADY NR.47,
SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;
- **INSTITUTUL DE CERCETĂRI
METALURGICE S.A.**, STR.MEHADIA
NR.39, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
- **UNIVERSITATEA "POLITEHNICA" DIN
BUCUREȘTI**, SPLAIUL INDEPENDENȚEI
NR.313, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
- **INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
INGINERIE ELECTRICĂ ICPE-CA**,
SPLAIUL UNIRII NR.313, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO;
- **METAV - CERCETARE DEZVOLTARE
S.A.**, STR.C.A.ROSETTI NR.31, SECTOR 2,
BUCUREȘTI, B, RO

(72) Inventatori:

- **NICIU GHEORGHE HORAȚIU**,
ȘOS.PANDURI NR.60, BL.A, SC.B, ET.3,
AP. 71, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;
- **NICIU DANIELA ORTENSIA**,
ȘOS.PANDURI NR.60, BL.A, SC.B, ET.3,
AP.71, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;

- **STROESCU HERMINE MARIA**,
STR.BADEA CĂRȚAN NR.9, BL.18, ET.4,
AP.21, SINAIA, PH, RO;
- **VOLCEANOV ENIKO**, STR.GRĂDIȘTEA
NR.17, BL.87, SC.C, ET.4, AP.45,
SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;
- **VOLCEANOV ADRIAN**, STR.GRĂDIȘTEA
NR.17, BL.87, SC.C, ET.4, AP.45,
SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;
- **RADU VASILE DOREL**, STR.ODOBEȘTI
NR.5 A, BL.Z 1A, SC.B, ET.3, AP.26,
SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;
- **ONOSE CRISTIAN**, ALEEA CİSLĂU NR.5,
BL.3 D, SC.1, ET.3, AP.21, SECTOR 2,
BUCUREȘTI, B, RO;
- **ȘEITAN CRISTIAN**, BD.GHENCEA NR.38,
BL.C 63, SC.1, ET.1, AP.3, SECTOR 6,
BUCUREȘTI, B, RO;
- **IONCEA ANGHEL**, ȘOS.MIHAI BRAVU
NR.122, BL.D 27, SC.B, ET.8, AP.72,
SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO;
- **NICIU DANA IULIA**, ȘOS.PANDURI NR.60,
BL.A, SC.B, ET.3, AP.71, SECTOR 5,
BUCUREȘTI, B, RO

(56) Documente din stadiul tehnicii:
**US 4723764; RO 104777;
US 20060138716 A1**

(54) **CERAMICĂ CU STRUCTURĂ DISPERSOIDĂ ÎN FAZĂ
VITROASĂ STABILIZATĂ DE SiO₂ PENTRU PRODUCEREA
DE CREUZETE PENTRU TEHNICA DENTARĂ**



RO 125015 B1

1 Inventția se referă la o ceramică oxidică, pe baza căreia pot fi produse creuzete
2 pentru executarea restaurărilor metalice în tehnica stomatologică, și la un procedeu de
3 stabilizare a fazei vitroase, pentru mărirea rezistenței la șoc termic a ceramicii oxidice.

4 Din categoria biomaterialelor metalice utilizate în stomatologie, o largă utilizare o au
5 aliajele de tip Ni-Cr. Majoritatea restaurărilor sunt metalice și se execută prin turnare.
6 Impunerea definitivă a aliajelor de Ni-Cr s-a făcut în anul 1973, după raportul cerut de
7 Institutul Național de Protecție a Muncii și Sănătății din SUA.

8 Federația Dentară Internațională, prin grupul de lucru 6 al FDI/ISO, a elaborat stand-
9 arde pentru evaluarea biologică a fiecărui grup de materiale utilizate în practica stomato-
10 logică: aliaje metalice pentru protetică, aliaje metalice pentru implanturi etc.

11 Aliajele de tip Ni-Cr comercializate au un punct de topire situat în domeniul
12 1375...1420°C. Turnarea aliajului în tipar se face prin centrifugare sau în aparate cu vacuum
13 și presiune. Topirea este realizată în creuzete, cu flacăra sau electric, rezistiv sau în câmp
14 de înaltă frecvență. Operația de topire, având în vedere compoziția complexă a aliajului, este
15 critică. Ea este influențată și de calitatea materialului ceramic din care este confecționat
16 creuzetul pentru topire. Un ciclu de topire îndelungat, menit să supună creuzetul unui șoc
17 termic redus, ar duce la pierderi prin volatilizare a componentelor ușor fuzibile Al, Mn, cu
18 consecințe pentru reperul turnat: porozitate ridicată în masa aliajului, modificarea caracteris-
19 ticilor biomecanice, creșterea ratei de coroziune, retenția de placă bacteriană. Cercetările
20 privind realizarea unor structuri ceramice performante și dezvoltarea de noi materiale cera-
21 mice adecvate procesării biomaterialelor metalice au în vedere exigențele ridicate privind
22 calitatea creuzetelor, necesare utilizatorilor.

23 Cerințele impuse acestor creuzete sunt: rezistența la șoc termic, stabilitatea chimică
24 și refractaritate ridicată, precum și costuri reduse de fabricație.

25 Pentru ceramici, dilatarea termică este o proprietate cheie, care determină capacita-
26 tea materialului de a rezista la șocuri termice repetate. Rezistența materialului ceramic la șoc
27 termic și reactivitatea chimică scăzută față de topitura metalică sunt factorii determinanți în
28 aplicabilitatea lui în realizarea de creuzete pentru topirea și turnarea aliajelor moderne
29 utilizate în stomatologie.

30 În brevetul **US 4723764**, 9.02.1988 (Mizuhara H.), este descris un creuzet din silice
31 vitroasă pentru topirea metalelor, obținut din silice coloidală (Ludox), care are în compoziție
32 în stratul interior, Y_2O_3 .

33 În **US 2006/0138716 A1**, 29.06.2006, (Schluter et al.), este descris un creuzet cera-
34 mic produs pe bază de mulit, oxid de aluminiu și silice coloidală (Kostrosol 08/30), compo-
35 nenți majoritari. Cercetările efectuate pe plan internațional privind realizarea de produse noi
36 cu aplicații în domeniul medical sunt deosebit de intense, având și o puternică motivație
37 financiară, cifra de afaceri a unor mari companii interesate în cercetarea și producția de
38 biomateriale crescând de la an la an, reprezentative în domeniu fiind companiile Kerr, Kulzer
39 Heraeus, DMG, 3M, Fuji.

40 Astfel firma americană Kerr, pentru procesarea aliajelor dentare de tip Ni-Cr, a pus
41 la punct și produce creuzete din ceramică în sistemul $Al_2O_3-ZrO_2-SiO_2$. Deoarece raportul
42 calitate-preț în cazul ceramicii zirconice este nefavorabil, firma Engineered Ceramics, SUA
43 cercetează și dezvoltă producția de noi materiale ceramice performante, pentru procesarea
44 aliajelor metalice, cu costuri reduse de fabricație pe bază de Al_2O_3 și SiO_2 . Firma Morgan
45 Advanced Ceramics, Waldkraiburg, Germania dezvoltă produse ceramice în sistemul oxidic
46 $Al_2O_3-SiO_2$ cu o rezistență ridicată la șoc termic. Structura ceramică a produselor este for-
47 mată de alumină, mulit și o fază vitroasă. În domeniul cercetării universitare se pot menționa
48 preocupările privind dezvoltarea tehnicilor de procesare a biomaterialelor metalice și a
49 ceramicilor performante necesare, de la Northeastern Illinois University. În Europa, la
50 Universitatea Tehnologică din Brno, Cehia, este studiată ceramica pe bază de alumină și
51 interacția cu topiturile de aliaje metalice.

RO 125015 B1

Creuzetul din silice vitroasă pentru topirea metalelor, obținut din silice coloidală (Ludox), care are în compoziție în stratul interior, Y_2O_3 descris în US Pat. No.4723764, 9.02.1988, (Mizuhara H.) valorifică coeficientul de dilatare termică extrem de scăzut al SiO_2 vitros, de ordinul $5.4 \times 10^{-7} \text{ } ^\circ C^{-1}$.	1
În US 2006/0138716 A1 , 29.06.2006, (Schluter et al.), este descris un creuzet ceramic produs pe bază de mulit, oxid de aluminiu și silice coloidală (Kostrosol 08/30), componenți majoritari, care pentru creșterea refractarității ceramicii și implicit al utilizării la temperaturi mai ridicate, introduce în sistemul oxidic Al_2O_3 și $Al_6Si_2O_{13}$, cu prețul creșterii valorii coeficientului de dilatare termică.	3
Pentru ceramici, dilatarea termică este o proprietate cheie, care determină capacitatea materialului de a rezista la șocuri termice repetate.	5
Ceramica zirconică asigură o refractaritate ridicată și o rezistență acceptabilă la șoc termic pentru producerea de creuzete, dar produsele executate din această ceramică au un preț ridicat.	7
Ceramica descrisă de invenție are o refractaritate corespunzătoare topirii în creuzet a aliajelor dentare de tip Ni-Cr, un coeficient de dilatare mai redus, imprimat de componentul majoritar, silicea vitroasă, și un preț al produsului finit de 2-3 ori mai redus decât al creuzetului din ceramica zirconică stabilizată la șoc termic.	9
Ceramica aluminoasă are un preț de cost mai redus decât ceramica zirconică, fiind comparabil cu cel al ceramicii descrisă de invenție, însă rezistența la șoc termic este net inferioară ceramicii din zirconă stabilizată sau al celei pe bază de silice vitroasă.	11
Soluția descrisă în invenție pentru realizarea ceramicii pe bază de silice vitrifiată în sistemul oxidic SiO_2 - Al_2O_3 - $Al_6Si_2O_{13}$ realizează o abordare nouă a relațiilor fazale din sistemul ceramic și a predicției evoluției acestora, vizând conservarea rezistenței la șoc termic, în contextul dinamicii evoluției fazelor cristaline, din starea dispersoidă, la matrice cristalină.	13
Procedeu de stabilizare a fazei vitroase permite utilizarea creuzetului ceramic la mai multe cicluri de topire decât a celor descrise în stadiul tehnicii și aduce importante beneficii economice prin reducerea timpilor de tratament termic, cu reducerea corespunzătoare a consumurilor energetice.	15
Deșeurile din silice vitrifiată corespund exigențelor fabricării de produse ceramice pentru care se cer caracteristicile menționate în invenție, iar utilizarea lor este avantajoasă din punct de vedere economic.	17
Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în alegerea unei compoziții ceramice cu structură dispersoidă în faza vitroasă stabilizată de SiO_2 , rezistentă la șoc termic și la asigurarea unui procedeu de obținere a creuzetelor pentru tehnica dentară realizate din această compoziție, procedeu care să permită stabilizarea fazei vitroase.	19
Compoziția de ceramică cu structură dispersoidă în fază vitroasă stabilizată de SiO_2 pentru obținerea de creuzete pentru tehnica dentară înlătură dezavantajele de mai sus, prin aceea că are o compoziție chimică a sistemului oxidic de 64...88% SiO_2 , 0...26% Al_2O_3 , 2...36% $Al_6Si_2O_{13}$, % fiind procente gravimetrice, care se obține utilizând ca materii prime deșeu de stică de cuarț, deșeu de căptușeală de moară din silice vitroasă, alumină și molochit.	21
Deșeurile din silice vitrifiată corespund caracteristicilor tehnice necesare fabricării creuzetelor din ceramica descrisă de invenție, iar utilizarea lor este avantajoasă din punct de vedere economic.	23
Scăderea treptată a cererii pentru reconstituiri din aliaje nobile, eliminarea treptată din utilizare a aliajelor cu punct de topire scăzut (de tip NPG) și creșterea ponderii în practica curentă a utilizării aliajelor metalice de tip Ni-Cr, odată cu creșterea ponderii reconstituirilor metaloceramice, accesul crescut la aparatura de topire performantă, au dus la o creștere a	25

RO 125015 B1

1 necesarului de creuzete ceramice performante calitativ, cu un preț de cost accesibil, piața
fiind în continuă ascendentă. Impactul economic este deosebit pentru producătorii din categoria
3 IMM-urilor, având în vedere flexibilitatea tehnologiei privind diversificarea tipodimensiunilor
și reperelor de creuzete produse, precum și avantajele oferite de rentabilitatea producției.

5 Cerințele impuse ceramicii utilizate pentru producerea de creuzete pentru tehnica
dentară sunt: stabilitate chimică, refractaritate ridicată, rezistență la șoc termic, precum și
7 costuri reduse de fabricație.

9 Stabilitatea chimică a ceramicii față de topitura metalică este un factor determinant
în utilizarea ei în realizarea de creuzete pentru topirea și turnarea aliajelor moderne de tip
Ni-Cr utilizate în stomatologie și trebuie asigurată conform prezentei invenții prin compoziția
11 chimică a sistemului oxidic în care este realizată ceramica.

13 SiO₂ vitros are o temperatură maximă de utilizare, fără deformare, de 1200°C.
Invenția se referă la asigurarea unei refractarități ridicate, prin ridicarea temperaturii de
utilizare către 1500°C.

15 Pentru ceramici, dilatarea termică este o proprietate cheie, care determină capaci-
tatea materialului de a rezista la șocuri termice repetate. Coeficientul de dilatare termică
17 al silicei vitroase este de 60 ori mai mic decât al cuarțului, de 20 ori mai mic decât al sticlei
calco-sodice ordinară și de șase ori mai mic decât al sticlelor termostabile de tipul Jena,
19 Duran, Pyrex. Din această cauză, sticla de silice se utilizează la temperaturi înalte și acolo
unde au loc șocuri termice.

21 Până la 1000°C, sticla de silice este perfect stabilă, nesuferind nicio transformare.
Peste această temperatură, începe să devitrifice, cristalizând α-cristobalit. Devitrifierea se
23 accentuează la 1200°C. La răcire, α-cristobalitul se transformă la aproximativ 230°C în
β-cristobalit, cu variație de volum.

25 Transformarea α-cristobalit → β-cristobalit nu are loc la un punct fix de temperatură,
temperatura medie de transformare fiind de circa 230°C, variind în raport cu natura probei
27 de la care se pleacă, cuarț cristalin, respectiv, amorf, și în funcție de viteza de răcire a
probei.

29 Invenția se referă la un procedeu de stabilizare a fazei vitroase, așa încât conținutul
de β-cristobalit să fie minim, cu consecința creșterii capacității materialului de a rezista la
31 șocuri termice repetate. Realizarea unei ceramicii cu o rezistență ridicată la șocuri termice
repetate are consecințe directe asupra scăderii costurilor reconstituirilor stomatologice cu
33 efecte socio-economice favorabile.

35 Scăderea costurilor reconstituirilor stomatologice poate fi realizată și prin utilizarea
de materii prime obținute din produse refolosibile. Invenția se referă la domenii de compoziții
stabilite în vederea obținerii ceramicii pentru creuzete pentru topirea și turnarea aliajelor de
37 tip Ni-Cr, cu refractaritate ridicată și rezistență la șoc termic.

39 Stabilitatea chimică a ceramicii față de topitura metalică este asigurată conform
prezenței invenții prin compoziția chimică a sistemului oxidic în care este realizată ceramica.

41 *Tabelul 1*

43 *Compoziția chimică a sistemului oxidic în care este realizată ceramica*

Nr. crt.	Compus oxidic	Compoziție (% gravimetrice)
45 1	SiO ₂	64...88
46 2	Al ₂ O ₃	0...26
47 3	Al ₆ Si ₂ O ₁₃	2...36

RO 125015 B1

Compoziția chimică a ceramicii, care este descrisă în invenție, este potrivită pentru topirea aliajelor de tip Ni-Cr, cu conținut ridicat de Ni, un aliaj dentar tipic fiind cel cu un conținut de Ni=72%, Cr=20%, Fe= maximum 6%, Si=1,5%, Mn=0,5%, Mo=maximum 1%, cu o temperatură de topire de 1215...1275°C, utilizat pentru execuția de punți, coroane, poduri metalice în tehnica stomatologică.

Invenția se referă la asigurarea unei refractarități ridicate, prin ridicarea temperaturii de utilizare către 1500°C.

Proiectarea compoziției oxidice a ceramicii cu fază vitroasă stabilizată, descrisă în invenție, a fost axată pe realizarea unei texturi cristaline, care armează o fază vitroasă de SiO₂ vitros. Formarea ceramicii are loc sub temperatura eutecticului, obținându-se o stare dispersoidă a fazelor cristaline. SiO₂ vitros are o temperatură maximă de utilizare, fără deformare, de 1200°C. Prin armarea fazei vitroase cu o matrice cristalină, este posibilă ridicarea temperaturii de utilizare către 1500°C.

Evoluția dispersoidului către matricea cristalină are loc lent, în cursul încălzirilor repetate la utilizare, cu efecte benefice privind creșterea temperaturii maxime de lucru, fără deformare. Matricea cristalină este responsabilă pentru asigurarea unei temperaturi maxime de utilizare a materialului.

Invenția se referă la și la un procedeu de stabilizare a fazei vitroase, așa încât conținutul de β-cristobalit să fie minim, cu consecința creșterii capacității materialului de a rezista la șocuri termice repetate.

În masele ceramice și sticlele tehnice devitrificate, se poate regăsi α-cristobalitul la temperatura ordinară, prin subrăcire. Sub influența tensiunilor sub care se găsesc cristalele încorporate în sticlă, α-cristobalitul se menține la temperaturi joase, respectându-se "regula treptelor de energie".

O răcire forțată a maselor ceramice favorizează păstrarea cantității de cristobalit obținută în forma α, cu reducerea variației coeficientului de dilatare termică în intervalul de temperatură de până la 210...240°C.

Condițiile termodinamice care corespund echilibrului sau coexistenței la echilibru a unui sistem multifazic pot fi exprimate de un sistem de ecuații, dacă se consideră energia liberă Gibbs ca fiind funcție de parametrul de ordine η_G. Valoarea minimă a energiei libere Gibbs este dată de următoarele relații la temperatură și presiune constantă:

$$\frac{\delta G}{\delta \eta_G} = 0, \frac{\delta^2 G}{\delta^2 \eta_G} \geq 0$$

În cazul echilibrului stabil, această valoare minimă reprezintă minimul absolut al energiei libere Gibbs. În cazul unui minim local, se discută despre echilibru metastabil, respectiv, despre stări și faze metastabile.

Timpul de viață al fazelor metastabile este corelat cu înălțimea barierei de energie pe care sistemul trebuie să o depășească pentru a putea părăsi minimul local. În multe cazuri, acest timp de viață poate avea durate extrem de lungi, de exemplu sticle, faze metastabile ale unor stări solide cristaline, iar fazele metastabile care prezintă proprietăți fizico-chimice specifice pot fi utilizate în practică.

Expresiile energiilor libere pentru aceste faze cu SiO₂ sunt prezentate mai jos:

- SiO₂ (cristobalit, s): G= - 926020+187,99T (J/mol);

- SiO₂ (topitura, l): G= - 918080+184,01T (J/mol).

RO 125015 B1

1 Se poate observa chiar și calitativ, de exemplu, faptul că valorile aferente SiO_2 sub
2 formă de topitură, respectiv, cristobalit, sunt foarte apropiate și, mai mult, prezintă o variație
3 cu temperatura foarte asemănătoare. Soluția descrisă în invenție se referă la un tratament
4 termic de formare a ceramicii care să evite formarea cantitativă de cristobalit și să stabilizeze
5 forma vitroasă a silicei. Metoda duce la o evoluție lentă a dispersoidului către matricea
6 cristalină, în cursul încălzirilor repetate la utilizare, în acest fel crescându-se numărul de
7 cicluri de utilizare a creuzetului.

8 Scăderea costurilor reconstituirilor stomatologice poate fi făcută și prin utilizarea de
9 materii prime obținute din produse refolosibile. Invenția se referă la domenii de compoziții
10 stabilite în vederea obținerii ceramicii pentru creuzete, pentru topirea și turnarea aliajelor de
11 tip Ni-Cr, cu refractaritate ridicată și rezistență la șoc termic.

12 Principalele materii prime utilizate în invenție pentru realizarea de creuzete ceramice
13 sunt:

- 14 - deșeu de sticlă de cuarț, deșeu de căptușeală de moară din silice vitroasă;
- 15 - molochit (mullit);
- 16 - alumină calcinată.

17 Conform invenției, obținerea ceramicii oxidice cu fază vitroasă stabilizată se bazează
18 pe realizarea unei texturi cristaline, care armeană o fază vitroasă de SiO_2 vitros. Formarea
19 ceramicii are loc sub temperatura eutecticului, obținându-se o stare dispersoidă a fazelor
20 cristaline. Evoluția dispersoidului către matricea cristalină are loc lent, în cursul încălzirilor
21 repetate la utilizare, cu efecte benefice în privința temperaturii maxime de lucru, fără
22 deformare. Silicea vitroasă are o temperatură maximă de utilizare în jur de 1200°C . Prin
23 dispersia unei faze cristaline în masa de silice vitroasă, este posibilă ridicarea temperaturii
24 de utilizare. Matricea cristalină este responsabilă pentru asigurarea unei temperaturi maxime
25 de utilizare a materialului de 1500°C , păstrând în același timp proprietatea de rezistență la
26 șoc termic a silicei vitroase.

27 Se dă în continuare un exemplu de realizare a invenției.

28 Procesul tehnologic cuprinde: pregătirea amestecurilor pulverulente și a lianților
29 temporari, fasonarea propriu-zisă a tipodimensiunii de creuzet prin turnare sub presiune din
30 barbotine termoplastice și tratamentele termice de deliere și sinterizare în cuptoare electrice
31 și de stabilizare a fazei vitroase pentru mărirea rezistenței la șoc termic a ceramicii oxidice.

32 *Operația de pregătire a amestecului ceramic pulverulent*

33 Materii prime utilizate:

34 - deșeu de sticlă de cuarț, deșeu de căptușeală de moară din silice vitroasă: după
35 măcinare este reținută fracția sub 1 mm, cu 73,2% sub 0,06 mm.

36 Conținutul de SiO_2 : minimum 98,72%.

37 Mineralogic: amorf - molochit, denumire pentru șamotă mulitică.

38 Compoziție mineralogică: mullit.

39 Compoziție chimică: SiO_2 - minimum 50%, Al_2O_3 - minimum 40%, Fe_2O_3 - maximum
40 1,5%.

41 Densitate: minimum $2,50 \text{ g/cm}^3$.

42 Dilatare termică: maximum $4,5 \times 10^{-6} \text{ grad}^{-1}$.

43 Diametru mediu Fisher: 5 μm .

44 Structură granulometrică: fracția sub 0,1, cu 77,6% sub 0,06 mm - alumină calcinată,
45 puritate 99,5% Al_2O_3 , obținută din hidroxid de aluminiu mineralizat, brichetat și calcinat la tem-
peratura de 1550°C , măcinat avansat până la un diametru mediu al particulelor sub 4 mm.

RO 125015 B1

Amestecul ceramic pulverulent este pregătit conform variantelor compoziționale din tabelele 2, 3, 4, 5 și 6.

Tabelul 2

Material	Compoziție (% gravimetrice)
Deșeu de sticlă de cuarț, deșeu de căptușeală de moară din silice vitroasă	64
Molochit	36
Total	100

Tabelul 3

Material	Compoziție (% gravimetrice)
Deșeu de sticlă de cuarț, deșeu de căptușeală de moară din silice vitroasă	64
Alumină	29
Molochit,	7
Total	100

Tabelul 4

Material	Compoziție (% gravimetrice)
Deșeu de sticlă de cuarț, deșeu de căptușeală de moară din silice vitroasă	68
Alumină	22
Molochite	10
Total	100

Tabelul 5

Material	Compoziție (% gravimetrice)
Deșeu de sticlă de cuarț, deșeu de căptușeală de moară din silice vitroasă	70
Alumină	10
Molochite	20
Total	100

Tabelul 6

Material	Compoziție (% gravimetrice)
Deșeu de sticlă de cuarț, deșeu de căptușeală de moară din silice vitroasă	88
Alumină	2
Molochite	10
Total	100

Pregătirea barbotinei termoplastice

Liantul termoplastic a fost alcătuit dintr-un amestec de:

- parafină sub formă de plăci, cu caracteristici conform STAS 57 - 1983;
- ceară de albine conform Ordinului ministrului agriculturii nr. 9 - 1988 ;
- acizi grași din floarea soarelui proveniți de la fabricile de ulei.

Din amestecurile ceramice pulverulente și liant termoplastic se pregătesc barbotine corespunzătoare turnării sub presiune la cald.

Liantul termoplastic reprezintă 20...25% gravimetrice din compoziția barbotinei, și anume 20...23% gravimetrice pentru barbotinele cu amestecul ceramic pulverulent din tabelele 3, 4, 5; 24% gravimetrice pentru barbotina cu amestecul ceramic pulverulent din tabelul 6, și 25% gravimetrice pentru barbotina cu amestecul ceramic pulverulent din tabelul 2.

RO 125015 B1

1 Barbotinele se omogenizează timp de 8 h în malaxor electric, la temperatura de
80...85°C.

3 Barbotinele omogenizate se transferă în instalația de turnare sub presiune la cald.
Turnare creuzete

5 Turnarea se face la temperatura de 75...80°C, la o presiune de 6 atm, în matrițe
metalice, demontabile, corespunzătoare obținerii tipodimensiunii de creuzet.

7 *Debavurare creuzete*
După răcire, creuzetele sunt debavurate cu grijă, în special, pe planurile de separare
9 a semicorpurilor matriței și în jurul orificiului de umplere.

Împachetare creuzete
11 Creuzetele debavurate se așează în casete ceramice care să permită împachetarea
lor într-un material ceramic pulverulent (γ -alumină, oxid de magneziu), absorbant al liantului
13 termoplastic, în etapa de deliere care urmează.

Deliere
15 Delierea se efectuează după o diagramă prestabilită, foarte lungă, dat fiind conținutul
relativ ridicat de liant termoplastic, liant care trebuie înlăturat foarte încet, pentru a nu
17 introduce defecte în textura creuzetelor.

Parametrii operației de deliere sunt descriși în tabelul 7.

Tabelul 7

Temperatură (°C)	Timp (h)
20...1000	71
1000	5

25 După răcire, creuzetele deliate sunt scoase cu grijă din materialul de împachetare
27 îndepărtându-se materialul care a aderat la pereții pieselor, prin suflare cu aer comprimat
sau prin pensulare.

29 *Tratamentul termic de sinterizare*
Până la 1000°C, silicea vitroasă este perfect stabilă, nesuferind nicio transformare.
31 Peste această temperatură începe să devitrifice, cristalizând α -cristobalit; devitrifierea se
accentuează la 1200°C. La răcire, α -cristobalitul se transformă la 230°C în β -cristobalit, cu
33 variație de volum.

Pentru a preîntâmpina formarea cantitativă a α -cristobalitului, tratamentul de
35 sinterizare descris în această invenție prevede introducerea creuzetelor ceramice cu
compoziția din tabelele 2, 3, 4, 5, 6, deliate după parametrii prezentați în tabelul 7, sunt
37 introduse fără preîncălzire în cuptorul electric la temperatura de 1350°C.

39 Compoziția ceramicii creuzetelor asigură rezistența acestora la șocul termic produs
de trecerea de la o temperatură de 18...30°C, direct la temperatura de sinterizare de 1350°C.

Tratamentul termic de sinterizare durează între 20 și 60 min, un tratament termic de
41 sinterizare de 30 min asigurând rezistența mecanică necesară pentru centrifugarea
creuzetului în castomatul pentru topirea prin inducție a aliajelor dentare de tip Ni-Cr.

43 *Tratament termic de stabilizare a fazei vitroase pentru mărirea rezistenței la șoc
termic a ceramicii oxidice*

45 În timpul tratamentului de sinterizare, este inițiată devitrifierea fazei vitroase de silice,
cu formare de α -cristobalit.

RO 125015 B1

În masele ceramice se poate regăsi α -cristobalitul la temperatura ordinară, prin subrăcire. Sub influența tensiunilor sub care se găsesc cristale încorporate în faza vitroasă, α -cristobalitul se menține la temperaturi joase, respectându-se "regula treptelor de energie".	1 3
În prezenta invenției, creuzetele sunt scoase din cuptorul de sinterizare de la temperatura de 1350°C și sunt răcite forțat în baie de apă la temperatura de 18...30°C.	5
Procedeul de răcire forțată a creuzetelor ceramice din această invenție împiedică devitrifierea fazei vitroase de silice și favorizează menținerea cantității de cristobalit formate în timpul sinterizării, în forma α , în acest fel măriindu-se rezistența la șoc termic a ceramicii oxidice descrisă în invenție.	7 9

1

Revendicări

3

1. Compoziție de ceramică cu structură dispersoidă în fază vitroasă stabilizată de SiO_2 , pentru obținerea de creuzete pentru tehnica dentară, **caracterizată prin aceea că are** o compoziție chimică a sistemului oxidic de 64...88% SiO_2 , 0...26% Al_2O_3 , 2...36% $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$, % fiind procente gravimetrice, care se obține utilizând ca materii prime deșeu de stică de cuarț, deșeu de căptușeală de moară din silice vitroasă, alumină și molochit.

5

7

9

2. Procedeu de obținere a creuzetelor pentru tehnica dentară, utilizând ca materie primă compoziția definită în revendicarea 1, **caracterizat prin aceea că** include următoarele etape:

11

- se pregătește o barbotină din amestecurile ceramice pulverulente și din liantul termoplastic;

13

- se omogenizează barbotinele timp de 8 h în malaxor electric, la temperatura de 80...85°C;

15

- se toarnă compoziția la temperatura de 75...80°C, la o presiune de 6 atm, în matrițe metalice;

17

- se debavurează după răcire creuzetele și se așază în casete ceramice care să permită împachetarea lor într-un material ceramic pulverulent (alumină, oxid de magneziu);

19

- se deliează după o diagramă prestabilită;

- se scot creuzetele deliate din materialul de împachetare;

21

- se începe tratamentul de sinterizare prin introducerea creuzetelor fără preîncălzire, direct de la o temperatură între 18...30°C la temperatura de sinterizare de 1350°C;

23

- se răcesc forțat pentru stabilizarea fazei vitroase, de la 1350°C la o temperatură cuprinsă între 18 și 30°C, în baie de apă, pentru a împiedica devitrifierea fazei vitroase de silice și pentru a favoriza menținerea cantității de cristobalit formată în timpul sinterizării în forma α .

25

