

**FUNDAÇÃO OSWALDO ARANHA
CENTRO UNIVERSITÁRIO DE VOLTA REDONDA
PRO-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE MESTRADO PROFISSIONAL EM MATERIAIS**

CARLOS EDUARDO ABREU LIMA DE SOUZA

**REALIZAÇÃO DE ENSAIOS DE VALIDAÇÃO DE NOVOS
MATERIAIS DENTÁRIOS EM CONFORMIDADE COM AGÊNCIAS
REGULATÓRIAS**

VOLTA REDONDA

2017

**FUNDAÇÃO OSWALDO ARANHA
CENTRO UNIVERSITÁRIO DE VOLTA REDONDA
PRO-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE MESTRADO PROFISSIONAL EM MATERIAIS**

**REALIZAÇÃO DE ENSAIOS DE VALIDAÇÃO DE NOVOS
MATERIAIS DENTÁRIOS EM CONFORMIDADE COM AGÊNCIAS
REGULATÓRIAS**

Dissertação apresentada à Fundação Oswaldo Aranha, como requisito à obtenção do título de Mestre em Materiais, sob a orientação do professor Dr. Roberto de Oliveira Magnago na área de concentração de processamento e caracterização de materiais reciclados, compósitos, nanomateriais e biomateriais na linha de pesquisa de materiais cerâmicos.

Aluno:

Carlos Eduardo Abreu Lima de Souza

Orientador:

Prof. Dr. Roberto de Oliveira Magnago

Coorientador:

Dr. Claudinei dos Santos

VOLTA REDONDA

2016

FICHA CATALOGRÁFICA

Bibliotecária: Alice Tacão Wagner - CRB 7/RJ 4316

S719r Souza, Carlos Eduardo Abreu Lima de.
Realização de ensaios de validação de novos materiais dentários em conformidade com agências regulatórias. / Carlos Eduardo Abreu Lima de Souza. - Volta Redonda: UniFOA, 2016.

85 p. : II

Orientador(a): Profº Dr. Roberto de Oliveira Magnago

Dissertação (Mestrado) – UniFOA / Mestrado Profissional em Materiais, 2016

1. Materiais - dissertação. 2. Materiais dentários. 3. Biocompatibilidade dissilicato. I. Magnago, Roberto de Oliveira. II. Centro Universitário de Volta Redonda. III. Título.

CDD – 620.1

FOLHA DE APROVAÇÃO

Aluno: Carlos Eduardo Abreu Lima de Souza

**REALIZAÇÃO DE ENSAIOS DE VALIDAÇÃO DE NOVOS MATERIAIS
DENTÁRIOS EM CONFORMIDADE COM AGÊNCIAS REGULATÓRIAS**

Orientador:

Prof. Dr. Roberto de Oliveira Magnago

Coorientador:

Prof. Dr. Claudinei dos Santos

Banca Examinadora



Prof. Dr. Roberto de Oliveira Magnago



Prof. Dr. Luiz de Araújo Bicalho



Prof. Dr. Leonardo Martins da Silva

DEDICATÓRIA

Dedico esse trabalho a todos aqueles que colaboraram em sua preparação, em particular:

Ao Orientador prof. Dr. Roberto de Oliveira Magnago e Dr. Claudinei dos Santos pela dedicação e pela experiência passada;

A minha esposa Carolina, meus Pais Jorge e Neide e aos meus irmãos Ricardo, Guilherme e Junior por serem sempre o apoio e incentivo necessário para esta conquista.

A Deus por cada dia dessa vida, e pela oportunidade de sempre praticar o bem.

AGRADECIMENTOS

A meu Deus, por guiar meus passos e pensamentos, estabelecendo limites do certo e errado, e por não me deixar desistir nunca, mesmo nos momento mais difíceis.

À minha família, por ser meu porto seguro, dando-me a certeza que o lugar mais seguro é minha casa, onde está toda origem da minha existência e, principalmente, minhas referências de moral e civismo. Em especial, a minha esposa Carolina, a meus Pais Jorge e Neide e aos meus irmãos Ricardo, Guilherme e Junior que sempre me incentivaram e acreditaram em mim, e juntos fazem de mim o que hoje sou;

Ao meu orientador Dr. Roberto de Oliveira Magnago por permitir a troca de experiências e conceitos durante a realização deste trabalho, e principalmente a confiança em mim depositada, acreditando no projeto, dando importantíssimas orientações acadêmicas, na busca da melhoria constante.

Ao Professor Dr. Claudinei dos Santos, pela contribuição a todo momento em nossa pesquisa.

Aos técnicos dos laboratórios do UniFOA, Dirceu e Luciano, por ajudarem na viabilidade experimental deste trabalho.

Ao INPE, na pessoa da Professora Dr. Sizue Oto Rogero, pela possibilidade de realizar o teste de Citotoxicidade e contribuição com valiosa dedicação.

Ao Centro Universitário de Volta Redonda (UniFOA) e ao Programa de Mestrado Profissional em Materiais – (MeMat), pela oportunidade de realização do mestrado; Aos companheiros de sala, pela ótima convivência e apoio durante o período do mestrado.

Muito Obrigado!

SOUZA, C. E. A., REALIZAÇÃO DE ENSAIOS DE VALIDAÇÃO DE NOVOS MATERIAIS DENTÁRIOS EM CONFORMIDADE COM AGÊNCIAS REGULATÓRIAS. 2016. 97f. Dissertação (Mestrado Profissional em Materiais) – Fundação Oswaldo Aranha do Campus Três Poços, Centro Universitário de Volta Redonda, Volta Redonda.

RESUMO

A modernidade exige continuamente o desenvolvimento de novas tecnologias a fim de atender as demandas de mercado. No caso da ortodontia não é diferente. As exigências dos consumidores crescem paralelamente às novas tecnologias. Por isso, a cerâmica, por se tratar de um material com excelentes propriedades mecânicas e com maior aceitabilidade por sua característica estética, são cada vez mais utilizadas na odontologia. Para que os materiais cerâmicos sejam aplicados na ortodontia é necessário que estejam em conformidade com as legislações e normas internacionais. Neste caso específico, serão discutidas as normas da ISO6872 (2008) e da ISO10993-5 (2009). A primeira explicita os requisitos e métodos de ensaio correspondentes para materiais cerâmicos dentais para restaurações e próteses de cerâmica e metal - cerâmica fixa. Enquanto a segunda, define a avaliação biológica de dispositivos médicos e aponta na sua parte 5, especificamente, os testes de citotoxicidade *in vitro*. Entende-se que essas normas são fundamentais para realização das análises experimentais de validação dos materiais aplicados neste estudo. Diante do exposto, este trabalho tem como principal objetivo desenvolver um manual que apresenta a aplicabilidade dos cerâmicos Dissilicato de Lítio, zircônia e espinélio em novos materiais dentários. Estas cerâmicas dentárias passaram pelos testes de Citotoxicidade, Solubilidade Química, Microscopia Eletrônica de Varredura, Difração de Raios X, Coeficiente de Expansão Térmica, Tenacidade, Dureza e Resistência à Flexão. Com os dados obtidos, observa-se que os materiais estudados neste trabalho são perfeitamente aplicáveis na odontologia, justamente por suas características mecânicas e sua ótima biocompatibilidade.

Palavras-chave: Materiais dentários, biocompatibilidade, dissilicato de lítio, zircônia, espinélio, validação.

SOUZA, C. E. A., **REALIZAÇÃO DE ENSAIOS DE VALIDAÇÃO DE NOVOS MATERIAIS DENTÁRIOS EM CONFORMIDADE COM AGÊNCIAS REGULATÓRIAS**. 2016. 97f. Dissertação (Mestrado Profissional em Materiais) – Fundação Oswaldo Aranha do Campus Três Poços, Centro Universitário de Volta Redonda, Volta Redonda.

ABSTRACT

Modernity continually requires the development of new technologies in order to meet market demands. In the case of orthodontics it is not different. Consumer demands grow in parallel with new technologies. Therefore, ceramics, because it is a material with excellent mechanical properties and with greater acceptability due to its aesthetic characteristic, are increasingly used in dentistry. For ceramic materials to be applied in orthodontics, they must conform to international norms and standards. In this specific case, the standards of ISO6872 (2008) and ISO10993-5 (2009) will be discussed. The first one explains the requirements and corresponding test methods for dental ceramic materials for ceramic and metal - ceramic fixed restorations and prostheses. While the second, defines the biological evaluation of medical devices and points in part 5, specifically, the in vitro cytotoxicity tests. It is understood that these norms are fundamental to carry out the experimental analyzes of validation of the materials applied in this study. In view of the above, this work has as main objective to develop a manual that presents the applicability of the ceramic Lithium Dissilicate, zirconia and spinel in new dental materials. These dental ceramics passed the tests of Cytotoxicity, Chemical Solubility, Scanning Electron Microscopy, X-Ray Diffraction, Thermal Expansion Coefficient, Tenacity, Hardness and Flexural Strength. With the obtained data, it is observed that the materials studied in this work are perfectly applicable in dentistry, precisely because of its mechanical characteristics and its excellent biocompatibility.

Keywords: Dental materials, biocompatibility, lithium disilicate, zirconia, spinel, validation.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	19
2 JUSTIFICATIVA	20
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	21
3.1 NORMAS TÉCNICAS.....	23
3.1.1 Norma ISO6872 (2008)	24
3.1.2 Norma ISO10993-5 (2009)	25
3.2 BIOMATERIAIS	26
3.2.1 Dissilicato de Lítio ($\text{Li}_2\text{O-SiO}_2$).....	26
3.2.2 Zircônia (ZrO_2).....	29
3.2.3 Composto Espinélio (MgAl_2O_4).....	30
3.3 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO	31
3.3.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	31
3.3.2 Difração de Raios X (DRX).....	32
3.3.3 Dureza (HV)	34
3.3.4 Tenacidade à fratura K_{IC}	34
3.3.5 Resistência à fratura por Flexão.....	35
3.3.6 Densidade Relativa	36
3.3.7 Citotoxicidade. ISO-10993-5.....	36
3.3.8 Solubilidade Química.....	37
3.3.9 Dilatometria	38
4 MATERIAIS E MÉTODOS.....	40
4.1 MATERIAIS	41
4.1.1 Dissilicato de Lítio ($\text{Li}_2\text{O-SiO}_2$).....	41
4.1.2 Zircônia Estabilizada com Ítria (ZrO_2 3% Y_2O_3).....	42

4.1.3 Espinélio ($MgAl_2O_4$).....	42
4.2 MÉTODOS	43
4.2.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	43
4.2.3 Dureza (HV)	45
4.2.4 Tenacidade à Fratura K_{IC}	47
4.2.5 Resistência à Flexão	50
4.2.6 Densidade Relativa	53
4.2.7 Citotoxicidade.....	54
4.2.8 Solubilidade Química.....	56
5 RESULTADOS	58
5.1 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV).....	58
5.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX)	62
5.3 DUREZA (HV)	67
5.4 TENACIDADE À FRATURA.....	68
5.5 RESISTÊNCIA À FLEXÃO	69
5.6 DENSIDADE RELATIVA	70
5.7 CITOTOXICIDADE	70
5.8 ENSAIO DE SOLUBILIDADE QUÍMICA.....	73
6 CONCLUSÃO.....	75
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	77

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Composição química do dissilicato de lítio ($\text{Li}_2\text{O-SiO}_2$) importado (IVOCLAR).....	40
Tabela 2: Especificações do pó de ZrO_2 TOSOH 3Y-E.....	41
Tabela 3: Propriedades do Espinélio.....	42
Tabela 4: Medidas de área total dos materiais utilizados para o teste de Citotoxicidade	55
Tabela 5: Resultados de Dureza HV das amostras avaliadas.....	67
Tabela 6: Resultados de Tenacidade a Fratura das amostras avaliadas.	68
Tabela 7: Resultados de Resistência à Flexão das amostras avaliadas.....	69
Tabela 8: Resultados de Densidade Relativa das amostras avaliadas.	70
Tabela 9: Resultados do Ensaio de Citotoxicidade pelo método de incorporação do vermelho neutro.	71
Tabela 10: Resultados do Ensaio de Citotoxicidade pelo método de incorporação do vermelho neutro.	70
Tabela 11: Apresenta o resultado do teste de Solubilidade Química.....	71

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Tabela de Referências das Propriedades Químicas e Mecânicas conforme ISO6872 (2008).....	25
Figura 2: Fluxograma caracterização dos materiais cerâmicos.....	40
Figura 3: Técnica de impressão Vickers para a medida de dureza na superfície de materiais.....	45
Figura 4: Distância entre as endentações Vickers conforme norma ASTM C-1327-99.	46
Figura 5: Distância As endentações Vickers aceitáveis conforme a norma ASTM C-1327-99.	47
Figura 6: Distância As endentações Vickers não aceitáveis conforme a norma ASTM C-1327-99.	47
Figura 7: Distância Representação esquemática das microtrincas radiais originadas na superfície da cerâmica decorrente da impressão Vickers.....	48
Figura 8: Representação esquemática do ensaio de resistência à flexão em 4 pontos (face polida voltada para baixo).....	52
Figura 9: Máquina Universal de Ensaios com adaptador para Fadiga a Flexão – USP-EEL-Demar. À direita fotografia do Kit para ensaios de flexão/fadiga.	52
Figura 10: Microscopia Eletrônica de Varredura do Material Dissilicato de Lítio..	59
Figura 11: Microscopia eletrônica de varredura do material espinélio 10% 350 MPa. (A) ampliação de 2000x e (B) ampliação de 6000x.....	60
Figura 12: Microscopia Eletrônica de Varredura do Material Zircônia.....	61
Figura 13: Difração de Raios X do material Dissilicato de Lítio Importado.	62
Figura 14: Difração de Raios X do material Dissilicato de Lítio Nacional.	63
Figura 15: Difração de Raios X do material Espinélio 10% 350 MPa.....	64
Figura 16: Difração de Raios X do material Espinélio 10% 400 MPa.....	64
Figura 17: Difração de Raios X do material Espinélio 50% 350 MPa.....	65
Figura 18: Difração de Raios X do material Espinélio 50% 400 MPa.....	65
Figura 19: Difração de Raios X do material Zircônia Tradicional estabilizada com ítria.	66
Figura 20: Curvas de Viabilidade Celular obtidas no Ensaio de Citotoxicidade pelo método de incorporação do vermelho neutro.....	72

Figura 21: Curvas de Viabilidade Celular obtidas no Ensaio de Citotoxicidade pelo método de incorporação do vermelho neutro. 72

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação (1): Quantificação Volumétrica da Fase Monoclínica	43
Equação (2): Fração da Fase Monoclínica Presente	43
Equação (3): Área da Pirâmide de Base Quadrada	44
Equação (4): Dureza Vickers	44
Equação (5): Diagonal Média	45
Equação (6): Tenacidade a Fratura	48
Equação (7): Tenacidade a Fratura do Material Corrigida Considerando a Porosidade.....	48
Equação (8): Massa do Corpo de Prova	52
Equação (9): Massa Específica das Amostras Sinterizadas	52
Equação (10): Massa Específica de Água	53
Equação (11): Densidade Relativa	53

LISTA DE SIGLAS

ANVISA: Agência Nacional de Vigilância Sanitária

ASTM: *American Society for Testing and Materials* (Sociedade Americana de Testes e Materiais)

ATCC: *American Type Culture Collection* (Coleção Americana de Tipos de Cultura)

CAD/CAM: *Computer Aided Design / Computer Assisted Machining* (Desenho assistido por computador / Manufatura assistida por computador)

CET: Coeficiente de Expansão Térmica

DRX: Difração de Raios X

HV: *Hard Vickers* (dureza vickers)

IPEN: Instituto de Pesquisa Eletronuclear

ISO: *International Standard Organization* (Organização Internacional de parametrização)

K_{1c} : Tenacidade a Fratura

Li_2O-SiO_2 : Dissilicato de Lítio

MEM: *Minimum Essential Medium Eagle* (Meio Mínimo Essencial de Eagle)

MEV: Microscopia Eletrônica de Varredura

MPa: Mega Pascal

$MgAl_2O_4$: Espinélio

OPC: *Optimal Pressed Ceramic* (Cerâmica Prensada Ideal)

STEM: Scanning Transmission Electron Microscope (Microscópio Eletrônico de Varredura e Transmissão)

Y-TZP: Zircônia Estabilizada com Ítria

ZrO₂: Zircônia

Å : Angstrom

1 INTRODUÇÃO

O campo de materiais dentários possui grande potencial de desenvolvimento no Brasil. Salienta-se que o lançamento de um novo produto para a área odontológica está articulado com testes químicos, e biológicos. Esses testes constituem uma das etapas que é exigida pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) para se adquirir autorização para sua comercialização. De forma geral, novos produtos sofrem análise de suas características físicas, químicas e biológicas, mediante a efetivação de uma bateria de testes que são exigidos pelas normas ISO6872 (2008) e da ISO10993-5 (2009) [1].

Destaca-se que a ISO6872 (2008) estabelece normatizações que são fundamentais, quando se pretende entender quais os tipos de materiais cerâmicos existentes e as suas respectivas aplicabilidade e representação no tratamento dentário. Portanto, pode-se dizer que essa norma possibilita compreender o uso de determinado tipo de material, assim como sua utilização por parte da população [2].

No entanto, as diretrizes na norma internacional supracitada devem ser complementadas pelas prerrogativas da ISO10993-5 (2009), que estabelece os requerimentos específicos quantitativos e qualitativos para a seleção de perigo biológico. Assim, recomenda-se que, ao se avaliar possíveis perigos tóxicos ou biológicos, tenha-se essa referência [3].

É necessário entender a forma como o material é disposto e os variados níveis de concentração de elementos químicos que são utilizados em sua preparação e é a ISO10993-5 (2009) que determina alguns dos passos a serem seguidos no caso da utilização e preparo de determinados elementos.

Desse modo, julga-se necessário explicitar os princípios gerais que regem a avaliação biológica de dispositivos médicos dentro de um processo de gestão de riscos, que são os seguintes, a saber:

1. A categorização geral de dispositivos com base na natureza e duração do contato

com o corpo;

2. A avaliação dos dados relevantes existentes de todas as fontes;
3. A identificação de lacunas definidas com base numa análise de risco dos dados disponíveis;
4. A identificação de conjuntos de dados adicionais necessários para a análise de segurança biológica do dispositivo médico;
5. A avaliação da segurança biológica do dispositivo médico.

Esses princípios contidos na ISO10993-5 (2009) não se referem a testes de materiais e dispositivos que são utilizados em contato direto ou indireto com o corpo do paciente, bem como, também não se referem a riscos biológicos advindos de qualquer falha mecânica [4].

O presente estudo, que traz a análise de três materiais - cerâmica a base de um compósito zircônia/espínélio, o vitrocerâmico de dissilicato de lítio e a zircônia estabilizada com ítria - buscará evidenciar se esses materiais se encontram em acordo com as regras da ISO6872 (2008). Os testes realizados para este trabalho foram: Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Difração de Raios X (DRX), Dureza (HV), Tenacidade (K_{IC}), Resistência a Flexão Densidade Relativa, Citotoxicidade, Solubilidade Química e Dilatometria [5].

Justifica-se esta proposta, diante do cenário atual, no qual os profissionais da odontologia têm procurado diminuir o uso das subestruturas metálicas das restaurações com o intuito de obter uma estética mais aquilatada. Estes sistemas, chamados *metal free*, têm sido possível devido ao aprimoramento das propriedades dos materiais cerâmicos, os quais possuem maior tenacidade à fratura e garantem menor fragilidade das próteses[5,6].

As próteses “sem metal” são usadas com cerâmicas a base de alumina (Al_2O_3), de zircônia (ZrO_2) ou a combinação de ambos [6,7]. Assim busca-se controlar a dureza, aumentar também a tenacidade à fratura em relação à Al_2O_3 e melhorar o desempenho das próteses, utiliza-se a zircônia [8].

O espínélio infiltrado com vidro, alumina e zircônia é empregado na odontologia como cerâmica feldspática. A zircônia pura, na temperatura ambiente,

tem estrutura cristalina monoclinica e acima de 1.170°C a estrutura tetragonal encontra-se então em equilíbrio. Apesar da elevada dureza, biocompatibilidade e estabilidade química, a zircônia pura monoclinica é inadequada e frágil como componentes protéticos para a fabricação [9].

No entanto, essa deficiência pode ser contornada com estabilizantes adicionados na fase tetragonal a temperatura ambiente, entre eles MgO (magnésia), CaO, e Y₂O₃ (íttria). Destes óxidos o de ítria é o mais adequado para uso em próteses. A fase tetragonal por não ser estável à temperatura ambiente transforma-se quando submetida à carregamento na fase monoclinica. A transformação de fase é acompanhada de uma expansão volumétrica de 3 a 6% [9, 10], a qual gera um campo de tensão compressivo na trinca. Este mecanismo dificulta a propagação e crescimento da trinca existente na prótese.

A zircônia absorve parte da energia necessária na transformação de fase para a propagação da trinca de fratura, ocorrendo um aumento da tenacidade à fratura [11, 12].

Além das características mecânicas da estabilização da zircônia com ítria, serem superiores em relação à alumina, a zircônia apresenta estética favorável quando polida. Mas, a zircônia após a sinterização apresenta elevada dureza, dificultando a preparação, desgaste e acabamento da prótese. Este problema para ser contornado, são oferecidos blocos de zircônia pré-sinterizados, os quais são fáceis de serem usinados em sistemas CAD/CAM *Computer-Aided Design/Computer-Aided Manufacturing* (Desenho assistido por computador / Manufatura assistida por computador). Depois da preparação da prótese, da estrutura da arcada total ou casquete, para aumentar a dureza e a tenacidade à fratura, faz-se a sinterização [13].

Dentre os materiais considerados metal *free*, das opções encontradas atualmente tem-se uma que é o sistema com dissilicato de lítio sendo este uma cerâmica vítrea, apresentando cristais deste material densamente dispostos e unidos à matriz vítrea. Podendo ser aplicado na clínica com cimentação adesiva ou convencional, além de apresentar propriedades ópticas semelhantes à dentição natural. Este material possui resistência de 360 MPa a 400 MPa,

propriedade que evitam desgastes excessivos na sua estrutura dental portanto o habilita para a produção de estruturas extremamente finas [14].

Uma das características do dissilicato de lítio é o fato de poder ser fundido ou torneado através da técnica do sistema CAD/CAM [9].

2 JUSTIFICATIVA

Ao considerar que a evolução social tecnológica e científica como prerrogativa, observa-se a necessidade de um trabalho que trate da validação de novos produtos desenvolvidos com uso na área dentária. Desse modo, tais procedimentos que procuram entender a necessidade para preparar conforme fórmula os materiais, e em acordo com os seus respectivos estudos são muito valorizados [15].

Nesse sentido, este trabalho tem a preocupação de apresentar os parâmetros principais para se validar novos materiais dentários, em concordância com as normas regularizadoras, de forma a se prevenir erros no tratamento dentário, decorrentes da escolha inapropriada de um determinado material.

Por isso, propõe-se aqui o desenvolvimento de um manual com a informação dos resultados obtidos com os testes de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Difração de Raios X (DRX), Dureza (HV), Tenacidade (K_{IC}), Resistência à Flexão Densidade Relativa, Citotoxicidade, Solubilidade Química e Dilatometria. Sendo o teste de dilatometria coletado resultados a partir de outras publicações. Os testes foram realizados nos três materiais odontológicos mais utilizados na aplicação dentária: o dissilicato de lítio, espinélio e zircônia estabilizada com ítria.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Na odontologia as cerâmicas são muito usuais devido à sua característica de imitar as capacidades ópticas do esmalte e da dentina, além de apresentar biocompatibilidade e resistência química. Várias cerâmicas têm estrutura vítrea e reforço com outros materiais como leucita, alumina. No entanto, quando a cerâmica tem aspecto policristalino, ela apresenta maior tenacidade à fratura e maior será à força de resistência. Conforme os aspectos mecânicos, outros conceitos de sistemas cerâmicos estão aparecendo, sendo possível a indicação de um único sistema para diversos casos [16].

Em 1774 pela primeira vez foi utilizado material cerâmico para fabricação de dentes, que foi aplicada em uma prótese pelo químico Alexis Duchateau e pelo dentista Nicholas Dubois. Em seguida, outras formas de manuseio de cerâmicas foram patenteadas e, assim, a confecção de coroas totalmente cerâmicas em lâmina de platina foram desenvolvidas com aplicação de forno elétrico e a porcelana com uma baixa fusão. A odontologia restauradora começou utilizar cerâmicas em 1903, posteriormente, o emprego de coroas de jaqueta de porcelana [17].

As cerâmicas feldspáticas foram as primeiras a serem confeccionadas em alta fusão, obtendo assim como resultado, as coroas metalocerâmicas. Com boa qualidade estética, as coroas puras de porcelanas feldspáticas foram utilizadas durante longo tempo, porém, sua deficiência em resistência limitou sua indicação somente para coroas unitárias em situações de menor estresse oclusal [18].

Com a necessidade de melhorar a resistência, as cerâmicas feldspáticas passaram a ser reforçadas por leucita, assim indicadas para restaurações do tipo facetas laminadas, *inlays* e *onlays*, porém ainda apresentado uma resistência flexural de aproximadamente 180MPa [19].

Em 2010, verificou-se resultados de *inlays* com dissilicato de lítio que foram aplicadas na região posterior, sendo acompanhados por um determinado período de tempo. Esses resultados apresentavam taxas muito altas de insucesso clínico.

Avaliando o desempenho de coroas totalmente cerâmicas de dissilicato de lítio por dois anos em pacientes, constatou-se que as coroas foram bem sucedidas independentes do tipo de cimentação [20, 21].

Em decorrência desses achados, as pesquisas evoluíram buscando materiais cerâmicos que fossem mais resistentes. Assim, foram feitos diversos ensaios com novos materiais cerâmicos a partir da incorporação de óxidos metálicos [20].

Com intuito de aumentar resistência à fratura, foram desenvolvidas as cerâmicas aluminizadas, principalmente quando estas são comparadas às cerâmicas feldspáticas. Constatou-se que devido o acréscimo de 50% de Óxido de Alumina, obtinha-se maior resistência à flexão, porém menor translucidez, pois os cristais de lumina limitavam a passagem de luz. Outro fator relevante é que, ainda assim, a resistência permanece insuficiente para uso na região posterior e na construção de próteses parciais fixas, indicando-se portanto apenas na região anterior para próteses de três elementos, bem como também pode ser indicada para construção de núcleos cerâmicos [17,19].

Desse modo, as cerâmicas receberam a adição de óxidos com intuito de melhorar ainda mais sua resistência, onde foi incorporada a zircônia, que resultou em um aumento importante da resistência à flexão, com um dos maiores valores de tenacidade dentre os materiais cerâmicos, mas levou-se a um conjunto de princípios com resultante altamente opaco [19].

Apresenta-se com alta concentração de óxido de alumínio o sistema Procera[®] em sistema cerâmico de zircônia como Nobel Biocare[®]. O processamento industrial computadorizado, com tecnologia CAD/CAM (*Computer-Aided Design/ Computer-Assisted Machining*) é um dos diferenciais deste sistema [20].

A zircônia estabilizada por ítria (Y-TZP) surgiu devido à ocorrência de trincas em cerâmicas aluminizadas, sendo esta uma nova geração de cerâmica dental que tem demonstrado melhor versatilidade devido as suas propriedades mecânicas, estéticas e de biocompatibilidade, além de apresentar alta resistência

à fratura e baixo módulo de elasticidade. O óxido de ítrio adicionado na zircônia tem a intenção de reduzir trincas e, com isso, vir a controlar a expansão de volume, em altas temperaturas na fase tetragonal assim estabilizando a zircônia [17].

Com a atualização dos sistemas cerâmicos buscou-se atender cada vez mais as necessidades funcionais e estéticas nas cerâmicas utilizadas nas reabilitações, onde o mercado dispõe de sistemas com maior tenacidade, maior resistência à tração e flexão, maior translucidez. Essas características são requeridas e observadas cada vez mais na clínica odontológica, por isso, faz-se necessário que os profissionais adquiriram conhecimento dos materiais cerâmicos disponíveis no mercado, para, assim, utilizá-lo de forma adequada [22].

3.1 NORMAS TÉCNICAS

A ISO (*Internacional Organization for Standardization* – Organização Internacional para Padronização) é uma federação mundial de órgãos de padrões nacionais (órgãos membros da ISO). As Normas Internacionais normalmente são realizadas por comitês técnicos da ISO, constituídos por organizações internacionais, governamentais e não governamentais articulados ao interesse de um determinado assunto. Cada órgão-membro no qual um comitê técnico foi estabelecido tem o direito de ser representado naquele comitê [23].

Nesse sentido, a tarefa principal dos comitês técnicos é preparar as normas internacionais. Os projetos de normas internacionais adotados pelos comitês técnicos circulam pelos órgãos membros para votação. Uma publicação como norma internacional requer aprovação de pelo menos 75% dos órgãos membros com direito a voto [24].

Chama a atenção para a possibilidade que alguns dos elementos deste documento pode ser assunto de direitos de patente. A ISO não deve ser responsabilizada por identificar nenhum ou todos esses direitos de patente [25].

As normas técnicas ISO utilizadas para a realização dos testes nos materiais cerâmicos são a ISO6872 (2008) e ISO10993-5 (2009).

3.1.1 Norma ISO6872 (2008)

A norma ISO6872 (2008), que especifica os requisitos e métodos de ensaio correspondentes para materiais cerâmicos dentais para restaurações e próteses de cerâmica e metal / cerâmica fixa é referência para validação de produtos cerâmicos usados na odontologia. Essa norma é seguida pela ANVISA para a aprovação de novos produtos [25].

Essa Norma Internacional especifica os requerimentos e os métodos de testes correspondentes para material cerâmico dental para restaurações e próteses de cerâmica e metalocerâmica fixas [26,27].

A ISO6872 (2008) define as exigências mecânicas aliadas às caracterizações químicas e biológicas realizadas no produto que indicam a forma de classificação das [27].

A Figura 1 apresenta a tabela que descreve as exigências mínimas aplicadas em próteses dentárias dos materiais cerâmicos [25].

Casse	Indicações Clínicas Recomendadas	Propriedades Químicas e Mecânicas	
		Força mínima de flexão MPa	Solubilidade química máxima $\mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$
1	a) Cerâmicas estéticas para cobrir uma subestrutura de metal ou cerâmica b) cerâmica estética: próteses unitária anterior, veneer, inlay ou onlay	50	100
2	a) Cerâmica estética: cimentação adesiva, próteses unitária próteses anterior ou posterior.	100	100
	b) cimentação adesiva subestrutura cerâmica para próteses unitária anterior ou posterior	100	2000
3	Cerâmica Estética: cimentação não adesiva unitária, próteses anterior ou posterior.	300	100
4	a) Subestrutura cerâmica para cimentação não adesiva, unitária, próteses anterior ou posterior.	300	100
	b) Subestrutura cerâmica para próteses de 3 elementos não envolvendo restauração de molar		
5	Subestrutura cerâmica para prótese de 3 elementos envolvendo restauração de molar	500	2000
6	Subestrutura cerâmica para prótese envolvendo 4 ou mais elementos	800	100

Figura 1: Tabela de Referências das Propriedades Químicas e Mecânicas conforme ISO6872 (2008).

Verifica-se, consecutivamente, que o Dissilicato de Lítio estar inserido na classe 4 com indicação clínica para coroa anterior e posterior, próteses fixas de segundo pré-molar até três elementos anteriores [28].

A Zircônia estabilizada com Ítria está na classe 5, sendo para aplicação de coroas anteriores e posteriores, barras de prótese, infraestrutura de reabilitação protética de grande extensão [28,29].

Quanto ao espinélio encontra-se na classe 3, que têm características próprias para coroa unitária anterior e posterior, *inlay*, *onlay* e faceta [18,29].

3.1.2 Norma ISO10993-5 (2009)

Pode-se dizer que a especialidade da ISO10993-5 (2009), além de definir a avaliação biológica de dispositivos médicos na sua parte 5, especificamente os

testes de citotoxicidade *in vitro*, também é responsável por aplicar os testes de citotoxicidade *in vitro* para adquirir a certificação de biocompatibilidade de materiais [30].

Os materiais podem ser avaliados em sua característica de biocompatibilidade por testes *in vitro* e *in vivo*. Os testes *in vitro* podem não representar a situação real de um implante. Porém, alguns tipos de resultados preliminares podem promover dados relacionados entre o material e o corpo biológico em sua interação, de forma eficiente e rápida, reduzindo a necessidade destes testes em animais. O teste de citotoxicidade *in vitro* é classificado na ISO 10993-5 (2009), como avaliação inicial de um teste que utiliza cultura de células como técnica [31].

A norma ISO 10993-5 (2009) descreve, inclusive, os testes *in vitro* para a avaliação de citotoxicidade, por meio do método de incorporação do vermelho neutro, neste trabalho utilizamos este modelo de teste [31].

3.2 BIOMATERIAIS

O presente capítulo se restringe à exposição das principais caracterizações dos materiais vitrocerâmicos de dissilicato de lítio; o espinélio e a zircônia.

3.2.1 Dissilicato de Lítio ($\text{Li}_2\text{O-SiO}_2$)

A obtenção do material $\text{Li}_2\text{O-SiO}_2$ se dá através da cristalização controlada de vidros, sendo que a obtenção dos materiais vítreos e vitrocerâmicos de dissilicato de lítio ($\text{Li}_2\text{O-SiO}_2$) decorre, da cristalização controlada de vidros, tendo como resultado um material mais resistente e com características diferentes do vidro original. Obtém-se o processo de cristalização por meio de tratamentos

térmicos em duas etapas: processo de nucleação e processo de crescimento cristalino. Destaca-se que na primeira etapa alguns sistemas vítreos precisam ser acrescidos de agentes nucleantes para a formação dos núcleos [32].

Os materiais vitrocerâmicos podem ser utilizados em várias aplicações tecnológicas e industriais, por causa das propriedades convenientes que o compõem. Algumas das suas propriedades são: resistência à deterioração, agressão química, oxidação e a temperaturas elevadas; baixa condutividade elétrica; dilatação térmica próxima ao zero, propriedades ópticas favoráveis e, em algumas vezes, ocorrência de biocompatibilidade [32,33].

Os materiais vitrocerâmicos são utilizados para a fabricação de fogões *cooktop* na área residencial, decorrente da grande resistência a temperaturas consideravelmente elevadas, deterioração e agressão química e sua condutividade térmica favorável.

As Placas vitrocerâmicas também substituem mármore e granitos. Alguns materiais vitrocerâmicos apresentam dilatação térmica quase nula, e podem ser utilizados em equipamentos em que esta propriedade dificulta o seu funcionamento. Alguns vitrocerâmicos apresentam propriedades biocompatíveis, sendo, portanto, indicados para o uso de próteses dentárias e ortopédicas [33].

O vitrocerâmico é um material cerâmico que se caracteriza por uma fase que se constitui por grãos finos e policristalinos envoltos por uma matriz vítrea. A fase cristalina numa vitrocerâmica pode ser: apatita, dissilicato de lítio, mica, leucita, entre outros. A vitrocerâmica feldspática reforçada com leucita utiliza como matéria-prima básica o feldspato.

No Brasil, os pegmatitos são a principal fonte comercial de feldspato. Eles se encontram na região Borborema-Seridó, que se localiza nos estados da Paraíba e Rio Grande do Norte. No mercado interno brasileiro, atualmente, as vitrocerâmicas utilizam matérias-primas importadas para fins odontológicos, como por exemplo: *Optimal Pressable Ceramic* (OPC), *IPS Empress*, entre outros, pois existem poucas pesquisas desenvolvidas sobre materiais cerâmicos para restaurações dentárias que utilizam matéria-prima nacional [34].

A obtenção de materiais vitrocerâmicos por meio da cristalização controlada de vidros, resulta num material mais resistente e com propriedades diferentes do vidro original. Esse processo se faz por meio de tratamentos térmicos e envolve duas etapas: o processo de nucleação e o de crescimento cristalino. Salienta-se que na nucleação alguns sistemas vítreos necessitam da adição de agentes nucleantes para os núcleos serem formados [33].

O dissilicato de lítio se destaca entre os materiais vitrocerâmicos, por nuclear e cristalizar homoganeamente, não necessitando agentes nucleantes nesse processo. Portanto, as vitrocerâmicas de dissilicato de lítio são utilizadas como modelo para o estudo de sistemas de vitrocerâmicas mais complexas. As taxas de crescimento cristalino e nucleação nesse processo dependem das temperaturas em que os tratamentos térmicos são realizados. Para o sistema vítreo de dissilicato de lítio essas temperaturas são bem conhecidas, sendo 454°C para a maior taxa de nucleação e 610°C para o crescimento cristalino [33, 34].

A utilização de coroas metalocerâmicas em reabilitação oral tem sido o alto padrão, devido principalmente à sua previsibilidade. No entanto, com o objetivo de melhorar os resultados estéticos, diversos sistemas cerâmicos que utilizam diferentes materiais têm sido desenvolvidos como consequência final de exigências de pacientes, bem como de profissionais que atuam na área, demonstrando boas propriedades biológicas, físicas e estéticas [35].

O dissilicato de lítio é considerado um biomaterial ou material biocompatível, podendo ser produzido através de técnica de injeção ou da técnica CAD-CAM (desenho assistido por computador – fabricação assistida por computador). Coroas de dissilicato de lítio apresentam valores de resistência com uma adaptação marginal clinicamente aceitável. Vários estudos apresentam taxas de sucesso de coroas anteriores e posteriores de 82% a 8 anos. A grande vantagem do material dissilicato de lítio é a sua translucidez e utilização multifuncional, já que pode ser utilizado em bloco, ou como infraestrutura [33, 35].

3.2.2 Zircônia (ZrO_2)

Durante muito tempo, os altos teores de zircônio (Zr) encontrados em bauxitas eram explicados única e exclusivamente pela presença de zircão nesses produtos lateríticos [36].

Entretanto, em Poços de Caldas, depósitos de bauxita ricos em Zr são desenvolvidos sobre rochas alcalinas com altos teores neste elemento (cerca de 1.500ppm) e quase isentas de zircão. Com o objetivo de caracterizar o comportamento geoquímico do Zr durante o processo de bauxitização e sua eventual localização na bauxita, estudos mineralógicos e químicos foram realizados em perfis do depósito do Morro do Cristo, desenvolvidos a partir de tinguaitos [37].

Apesar do comportamento geoquímico da zircônia no ciclo supérgeno, ela ainda não está perfeitamente estabelecida. Quanto à existência de evidências de sua mobilização no curso do intemperismo, sob a forma de complexos orgânicos, é comum considerá-la como um elemento de grande estabilidade e praticamente imóvel no manto superficial de alteração. Dessa forma, a Zr acumula-se residualmente nos perfis de intemperismo [38, 39].

O interesse na utilização da zircônia como biomaterial odontológico partiu de sua boa estabilidade química e dimensional, resistência mecânica, dureza e um módulo de Young da mesma magnitude do aço inoxidável [40].

A zircônia tornou-se uma cerâmica muito utilizada na odontologia por apresentar uma estrutura cristalina monoclinica na temperatura ambiente, e estrutura tetragonal quando exposta a temperatura acima de 1.000°C. Esta cerâmica pura monoclinica é frágil e deficiente para aplicação de componentes dentários, ainda que apresente as propriedades de estabilidade química, dureza e biocompatibilidade. Somando a este material estabilizante da fase tetragonal (CaO, MgO magnésio e Y_2O_3 ítria) à temperatura ambiente, obtêm-se uma estabilidade para aplicação protética. Sendo o óxido de ítrio mais adequado para esta aplicação [41].

Na área da saúde, a zircônia foi introduzida por ser um material com alta resistência mecânica, estabilidade química, bioinerte e biocompatível. Além destes adjetivos, a zircônia possui baixo acúmulo de placa bacteriana, condutividade térmica e excelente estética. Assim sendo, tem sido utilizada na odontologia para confecção de coroa dentária, prótese fixa, pilares e prótese sobre implantes [41].

3.2.3 Composto Espinélio ($MgAl_2O_4$)

O mineral natural espinélio ($MgAl_2O_4$) é encontrado na areia em conjunto com pedras calcárias, dolomitas, em alguns casos com granito ou como sedimentos isolados. Os cristais deste material apresentam simetria cúbica bem desenvolvida, são incolores ou pigmentados, transparentes, brilhantes ou turvos, onde se observa com frequência a formação geminada. Quando os íons metálicos são substituídos no espinélio puro e incolor, podemos observar alterações de cores no material. Por exemplo, o íon de ferro somatiza ao espinélio a cor azulada e o cromo, a pigmentação vermelha [42].

Pode-se observar uma variação do espinélio natural. Por esse motivo, o espinélio utilizado na indústria é produzido de forma sintética. No princípio, o óxido de magnésio e o alumínio eram misturados em uma quantidade maior. Devido à necessidade de altas temperaturas para efetivar esta mistura, o trabalho ficava muito dispendioso. Esse fato alavancou estudos que buscavam novas técnicas, surgindo, assim, procedimentos como a divisão térmica de misturas de sais ou evaporação e divisão de nitratos, para obtenção do espinélio sintético [30].

O espinélio é muito valorizado pela indústria devido sua propriedade material, sendo de dureza favorável (temperaturas extremas) e baixa condutividade térmica. Também é resistente ao fogo, por exemplo, utilizado para termo elementos em tubos protetores ou revestimento de fornos, outra característica é o seu elevado ponto de fusão ($2135^{\circ}C$) [42].

Na indústria de prótese dentária este material recebe uma atenção especial

devido sua resistência elevada, excelente transmissão de luz, boa estabilidade química e baixa condutividade elétrica. Nesta aplicação, a cerâmica deve apresentar qualidades na propriedade material e também atender à expectativa estética [30].

A técnica Cerâmica *In-Ceram Classic* apresentou excelentes resultados, onde o espinélio a alumina e zircônia foram aplicados em base de confecção de diversas subestruturas. Para a técnica de *In-Ceram Classic* o espinélio foi muito bem adequado. Com a infiltração de vidros especiais a alumina, o espinélio e a zircônia foram cromatizados adequadamente [42].

3.3 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO

Nesta etapa expõe-se a caracterização dos testes realizados com os seguintes materiais: MEV, DRX, Dureza (HV), Tenacidade à Fratura (K_{IC}), Densidade Relativa, Citotoxicidade, Resistência à Fratura por Flexão, Solubilidade Química e Dilatometria.

Apura-se a existência de fatores de grande importância para constatar a qualidade desses materiais na utilização dentária.

3.3.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) é usado rotineiramente para a análise microestrutural de materiais sólidos e trata-se de um instrumento muito versátil. Mesmo sendo complexa a organização do todo para a obtenção da imagem, a imagem apresenta resultantes de muito fácil interpretação [43].

Entretanto, além das características supracitadas que fazem do MEV uma ferramenta importante e muito usada na análise dos materiais, ainda deve ser considerada a profundidade de foco elevada (imagem com aparência tridimensional) e sua capacidade de aliar uma análise microestrutural com

microanálise química. Desse modo, pode-se inferir que todos esses fatores contribuíram para o amplo uso desta técnica, que possibilitou um grande avanço no que tange à observação e à análise de fratura [43].

A microscopia eletrônica de varredura teve seu início histórico iniciado com M. Knoll (1935), relatando a ideia inicial do MEV. Em 1938, o primeiro microscópio eletrônico de transmissão de varredura foi construído por Von Ardenne, adaptando ao microscópio eletrônico de transmissão bobinas de varredura. Nesse caso, as amostras não podiam ser espessas e o tempo para obter uma fotografia era de cerca de 20 minutos. Vale ressaltar que se tratava de um microscópio de transmissão, o aumento máximo conseguido foi de 8000X, com resolução aproximada de 50nm [44].

O primeiro MEV surgiu em 1932, desenvolvido por Max Knoll e Ernest Renka Rusca, na Alemanha [44].

O máximo de aumento conseguido pelo MEV fica entre o Microscópio Eletrônico de Transmissão (MET) e o microscópio ótico (MO). A vantagem adquirida com o MEV é sua alta resolução, na ordem de 2 a 5nm (20 - 50Å) em relação ao microscópio ótico. Atualmente existem instrumentos com até 1nm (10Å), enquanto que no ótico é de 0,5µm. A grande vantagem do MEV, comparado com o MET, está na facilidade de preparação das amostras [45].

O MEV é um dos mais versáteis instrumentos disponíveis para a observação e análise das características micro estruturais de materiais sólidos. O primeiro trabalho reconhecido que descreve o conceito de um MEV é o de Knoll (KNOLL, 1935). Mais adiante, Von Ardenne, em 1938, construiu um microscópio eletrônico de varredura e transmissão (STEM) adaptando bobinas de varredura a um microscópio eletrônico de transmissão [45].

3.3.2 Difração de Raios X (DRX)

Falando-se em Raios X, logo as pessoas pensam primeiramente nas

radiografias, para visualizar o interior de objetos (ou de pessoas) ao colocá-los entre uma fonte de Raio X e uma chapa fotográfica. Pode-se dizer que realmente é uma das principais fontes de uso da radiação e uma das primeiras a ser utilizada desde a descoberta desses raios. Contudo, relacionado ao fenômeno da Difração de Raios X, pode-se estudar materiais a nível atômico, estudando e descobrindo sua estrutura [46].

A Difração dos Raios X em cristais teve seu estudo iniciado com Laue em 1912, quando este cientista esteve discutindo aspectos da propagação da luz em cristais com P. P. Ewald, que em sua tese de doutorado estava desenvolvendo sobre o assunto. O modelo teórico de Ewald chamou a atenção de Laue para os cristais, que tinha consistência em osciladores pequenos espaçados em três dimensões periodicamente, em distâncias ordenadamente de 10-8cm. Dos experimentos de Röntgen, Laue sabia a ordem de grandeza apresentada no estudo do comprimento de onda dos RX. Por conseguinte, poderia então um cristal servir idealmente para a difração dos Raios X, como uma grade. Experimentos foram feitos para detectar o fenômeno e, em 1912, Laue conseguiu então como resultado o primeiro diagrama de difração, com sulfato de cobre sendo utilizado [46, 47].

A consequente difração de Raios X e o espalhamento é um sistema que tem a possibilidade de ser analisado em níveis diferentes. O nível mais simplório deles, observa-se um elétron provocando o espalhamento de Raios X. O espalhamento pode ser incoerente ou até mesmo coerente. Quando trata-se do coerente, tem direção definida a onda espalhada, mesma energia em relação à onda incidente e mesma fase. É portanto considerada uma colisão elástica.

No espalhamento incoerente, não há direção definida da onda espalhada. Não é mantida a fase nem a energia (é o chamado Efeito Compton). Considera-se inelástica a colisão, e a energia referente à diferença entre a onda espalhada e a onda incidente é resultante em uma avaliação com vista de ganho de temperatura (vibração do átomo). Pode acontecer a conformação quando duas ondas em fase incidem no átomo [47].

3.3.3 Dureza (HV)

A dureza Vickers tem método, representado pela abreviação HV (Hardness Vickers), trata-se de um teste que um penetrador de diamante em ângulo entre faces de 136° e com forma de pirâmide de base quadrada é prensado contra a peça que vai passar pelo ensaio, pré-determinado por uma força. Posteriormente a retirada da força, é medido as diagonais da impressão sendo então calculado o número de dureza Vickers, dividindo o valor da carga de ensaio P pela área de impressão S . A escala contínua de dureza do método de dureza Vickers fornece dados que variam entre HV5 até HV1000Kgf/mm² para cada carga utilizada [48].

Como os corpos sinterizados são compostos de regiões sólidas e porosos os valores de macro dureza determinados pelos métodos convencionais Rockwell, Brinell ou Vickers normalmente são menores relacionados com de materiais inteiramente sólidos, com a mesma composição e condição metalúrgica. De fato, o penetrador encontrará uma resistência muito menor no sintetizado e a assiduidade aleatória dos poros refere a diferença entre os valores máximo e mínimo da dureza seja mais elevada do que aqueles resultantes no material inteiramente sólido [49].

3.3.4 Tenacidade à fratura K_{IC}

A tenacidade à fratura é a resistência que os materiais oferecem impacto, ou seja, ao choque mecânico. Não se quebra mediante forte impacto. As propriedades químicas estão diretamente relacionadas aos tipos de transformação que cada substância sofre em sua capacidade [50].

Conforme a ISO6872 (2008), a tenacidade à fratura é uma importante propriedade das cerâmicas dentárias, afinal é frequentemente inerente ao material e usada para informar outras propriedades, como a força (que é sensível ao tamanho do defeito e à população de falhas). Sendo assim, a tenacidade à fratura permite comparações significativas a serem feitas entre as cerâmicas

usadas para estruturas propostas. Vários métodos estão em uso, o que fornece boas estimativas de tenacidade à fratura e variam em seu grau de dificuldade de execução [51].

A forma mais simples de se medir tenacidade à fratura é utilizando o teste de dureza, onde trabalha comum microdurômetro para produzir as impressões. Quando se sabe o tamanho das trincas, pode-se então determinar k_{IC} , desde que se tenha conhecimento de outras propriedades do material [52].

Com o passar dos anos, outras formas foram desenvolvidas tentando relacionar os campos de tensão existentes no material e a deformação por eles induzidas. As equações foram propostas de formas diferentes para obter valores mais próximos do verdadeiro valor de tenacidade à fratura. No entanto, é necessário ser cauteloso em relação à escolha da equação a ser utilizada, observando-se, principalmente, a discrepância entre os valores de k_{IC} em função da expressão utilizada para o cálculo [51,52].

3.3.5 Resistência à fratura por Flexão

Na mecânica, flexão é um esforço físico que ocorre perpendicularmente ao eixo do corpo e paralelamente à força atuante [53].

Na engenharia o modelo de deformação que apresenta um elemento estrutural em uma direção perpendicular a seu eixo longitudinal, se denomina flexão. O conceito de flexão se estende a elementos estruturais superficiais como placas ou lâminas [53, 54].

O teste de resistência Flexão proporciona na avaliação da cerâmica a possibilidade de obter resultados que possam identificar erros na determinação da resistência e maior confiabilidade clínica do material [54].

A característica mais proeminente é que um objeto submetido à flexão mostra uma superfície de pontos reconhecida como linha ou eixo neutro tal que a

distância ao longo de qualquer curva resultada nela não varia em relação ao valor antes da deformação. O momento fletor é o esforço que provoca a flexão [53,54].

Foi chegada à conclusão que somente as cerâmicas produzidas industrialmente podem obter os maiores módulos de Weibull tornando-as, mais confiáveis, porém, estudos devem ser feitos para analisar a estabilidade destes materiais em longo prazo [53].

3.3.6 Densidade Relativa

Pode-se definir a densidade como uma razão de massa e volume. No caso dos materiais cerâmicos, a densidade relativa é calculada levando em consideração a presença de poros presentes na estrutura do material, no caso o volume da amostra e o volume dos poros abertos e fechados [55].

A densidade relativa também pode ser descrita como a razão entre a densidade bulk da amostra e a densidade teórica do material [55].

3.3.7 Citotoxicidade. ISO-10993-5

Conforme a ISO10993-5 (2009), o ensaio de citotoxicidade *in vitro* deve ser o primeiro teste para avaliar a biocompatibilidade de dispositivos biomédicos para uso posteriormente a comprovação de sua não toxicidade é que o estudo da biocompatibilidade do produto pode ter continuidade realizando-se os ensaios necessários em animais de laboratório [30, 31].

Tratando-se de toxicidade, diversos métodos *in vitro* de biomateriais foram padronizados utilizando testes de culturas celulares. Estes mecanismos padrões de citotoxicidade compreendem colocar o material indiretamente ou diretamente em contato com uma cultura de células de mamíferos quando observa-se

alterações celulares por diferentes situações, entre os quais estão a inibição da formação de colônias celulares ou incorporação de corantes vitais.

A viabilidade celular tem como resultante mais utilizada para se verificar a citotoxicidade, a presença de corantes vitais como o vermelho neutro que dissolvido em água atravessa a membrana celular, se concebendo centralmente nos lisossomos, por ligações eletrostáticas hidrofóbicas em sítios aniônicos na matriz lisossomal onde este se fixa

. Várias substâncias podem danificar as membranas obtendo resultados no decréscimo de captura e ligação do vermelho neutro. Sendo assim pode-se distinguir entre células danificadas ou mortas e células vivas, pela medida de intensidade de cor da cultura celular [30].

Algumas vantagens podem ser apresentadas pelos métodos *in vitro* em relação aos *in vivo*, como exemplo limitar o número de variáveis experimentais. Significativos dados são obtidos mais facilmente, além do período de teste ser mais curto em muitos casos. A problemática da extrapolação dos dados obtidos *in vitro* na aplicação clínica de materiais biocompatíveis pode ser vencida com materiais de referência apropriados utilizados em clínicas [55, 31].

O ensaio de citotoxicidade pelo método de incorporação do vermelho neutro é um teste *in vitro* eficaz, de baixo custo, reprodutível e quantitativo para selecionar substâncias potencialmente tóxicas. Está baseado no fato de que o vermelho neutro é um corante solúvel em água e que atravessa a membrana plasmática celular e se concentra nos lisossomas de células vivas. Muitas substâncias danificam as membranas celulares e lisossomais resultando no decréscimo de captura e ligação do vermelho neutro. Portanto, é possível distinguir entre células vivas e mortas pela medida da intensidade de cor no final do ensaio [30].

3.3.8 Solubilidade Química

No teste de solubilidade química evidenciou a perda de material à

exposição de ácido acético a 4%, assim fica clara a importância deste teste para evitar danos à exposição orgânica. [56].

O material dentário pode ser avaliado quanto sua característica de estabilidade química e biocompatibilidade a partir da realização do teste de solubilidade química, conforme descrito na ISO6872 (2015) [47].

Segundo a ISO6872 (2015) a amostra deve ser pesada e posteriormente depositada em Ácido acético (grau analítico), 4% por volume de solução em água de Grau 3, quando então será avaliada se houve alguma alteração na estrutura do material [56].

3.3.9 Dilatometria

Denomina-se Coeficiente de Expansão Térmica ou mais simplesmente coeficiente de dilatação, o quociente que mede a alteração relativa de comprimento ou volume que se produz quando um corpo sólido ou um fluido dentro de um recipiente que experimenta uma alteração de temperatura, apresentando uma dilatação térmica [58].

Em nossa natureza todos os corpos sendo eles, líquidos sólidos ou gasosos, em processo de aquecimento ou resfriamento, podem ficar sujeitos à resultantes de dilatação ou contração térmica. A dilatação e contração dos corpos podem ocorrer devido à diminuição ou aumento do grau de agitação das moléculas que compreendem os corpos.

Ao aquecer um corpo, por exemplo, ocorrerá um aumento na distância das respectivas moléculas em resultante do aumento no grau de agitação delas. A expansão das dimensões do corpo manifesta o espaçamento que vai ocorrer dentre elas, as quais podem ocorrer de três formas: linear, volumétrica e superficial.

Quando resfriados os corpos corre efeito inverso proporcional ao aumento de temperatura. Quando isto ocorre as moléculas diminuem suas distâncias,

ficando mais próximas, podemos dizer inclusive mais densas em alguns casos há como consequência uma diminuição direta nas dimensões do corpo [59].

Os materiais reagem cada um de forma distinta quando expostos a temperatura. Alguns materiais quando aumentada sua temperatura apresentam variação considerável nas suas dimensões, porém temos também exemplos de outros que podem exercer na prática esta reação de mudança em suas dimensões [60].

O coeficiente de expansão térmica (β), também chamado de expansividade volumétrica ou coeficiente de expansão volumétrica, apresenta a variação de volume (V) provocada pela variação da temperatura (T) enquanto a pressão (P) permanece constante [61].

A capacidade calorífica, o coeficiente de expansão térmica e a condutividade térmica são considerados como propriedades térmicas dos materiais, também por estarem relacionados com a reação ou resposta dos materiais à aplicação de calor [62].

A propriedade termodinâmica é uma propriedade característica do CET que resulta a uma medida da variação da densidade em retorno equacionário de resultado a uma alteração na temperatura, com pressão constante como condicionante, sendo utilizada quando se trata de convecção natural ou livre, que oferta influencia, por exemplo, em tubulações a transferência de calor [63].

Reconhecer o coeficiente de expansão térmica de um fluido permite o cálculo do número de Grashof (Gr) (que indica a razão entre a força de empuxo e a força viscosa que atuam no fluido), quando se trata de convecção natural pode se dizer que desempenha papel importante [63].

Os coeficientes de expansão térmica não foram analisados com resultados obtidos por testes realizados neste estudo. Alguns resultados serão apresentados nos materiais utilizados neste, estes resultados foram coletados a partir de manuais publicados.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Nesta etapa expõe-se a caracterização dos testes realizados com os seguintes materiais: Microscopia Eletrônica de Varredura, Difração de Raios X, Dureza (HV), Tenacidade à Fratura (K_{IC}), Resistência à Fratura por Flexão, Densidade Relativa, Citotoxicidade, Solubilidade Química e Dilatometria.

Apura-se a existência de fatores de grande importância para constatar a qualidade desses materiais na utilização dentária.

O desenvolvimento da metodologia foi seguido conforme fluxograma descrito na Figura 2.

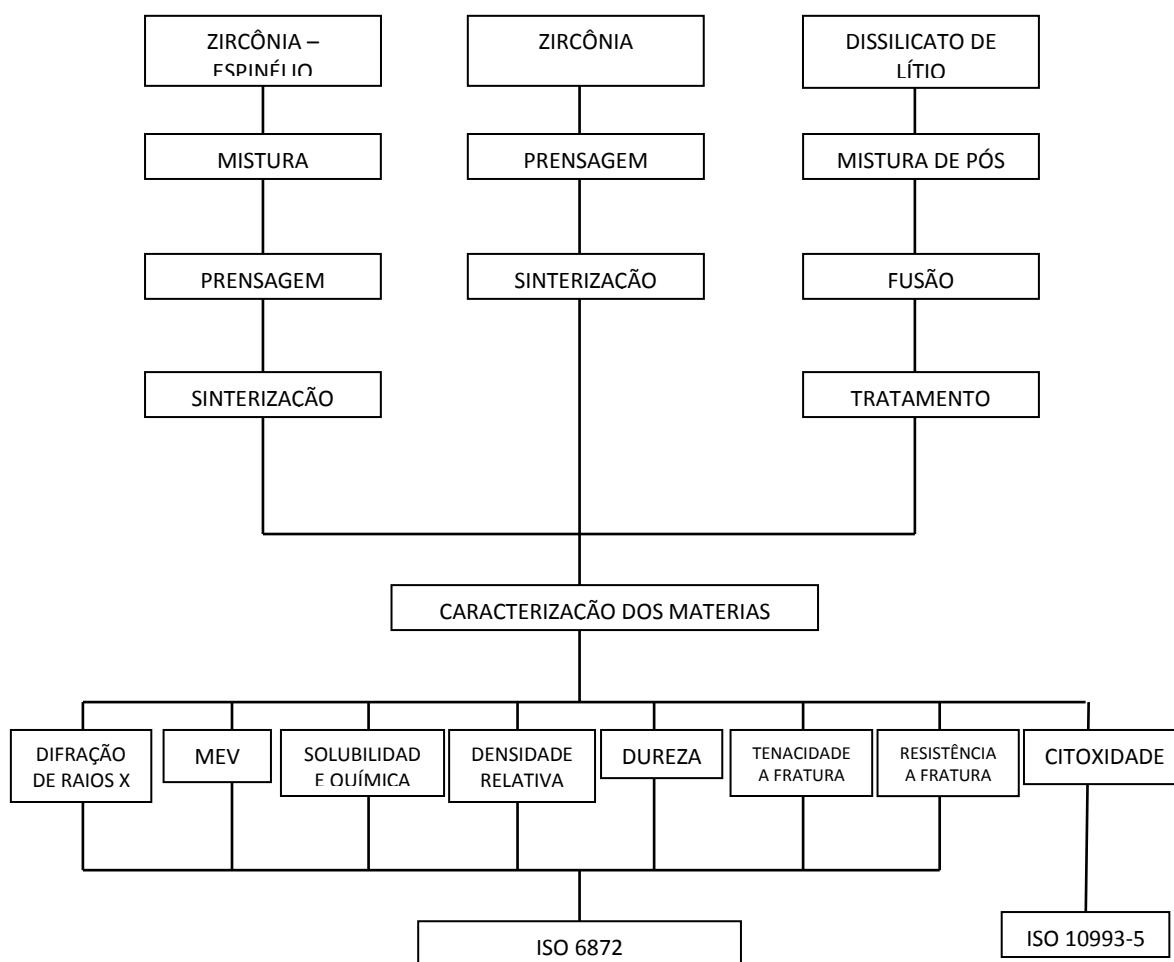


Figura 2: Fluxograma caracterização dos materiais cerâmicos.

4.1 MATERIAIS

Os materiais cerâmicos utilizados neste trabalho foram dissilicato de lítio ($\text{Li}_2\text{O-SiO}_2$), a zircônia estabilizada com Ítria (ZrO_2 3% Y_2O_3) e o compósito espinélio zircônia (MgAl_2O_4 ZrO_2). Uma amostra avaliada de dissilicato foi da marca importada IVOCLAR[®]. A outra amostra de dissilicato foi produzida por este grupo de pesquisa em laboratório e com a mesma composição química da importada. A Zircônia estabilizada com ítria foram avaliadas em amostras translúcidas e tradicionais. O compósito espinélio foi avaliado em quatro amostras com as seguintes características, espinélio (matriz) com inserção de zircônia em diferentes composições. As porcentagens aqui estudadas de inserção de zircônia foram de 10% e 50%. As amostras foram prensadas sob pressão de 350 Mpa e 400 Mpa. Estes materiais serão caracterizados a seguir.

4.1.1 Dissilicato de Lítio ($\text{Li}_2\text{O-SiO}_2$)

Usou-se neste trabalho dois compostos de Dissilicato de lítio, sendo um importado (IVOCLAR[®]) e outro nacional. Este material importado possui o coeficiente de expansão térmica de $10,6 \times 10^{-6}/\text{K}$. O dissilicato de lítio nacional possui a mesma composição química do importado. As amostras de dissilicato de lítio foram tratadas termicamente a $840^\circ\text{C}/10$ min. A tabela 1 apresenta as características do dissilicato de lítio importado (IVOCLAR[®]).

Tabela 1 – Composição química do dissilicato de lítio ($\text{Li}_2\text{O-SiO}_2$) importado (IVOCLAR)

Composição Química	(% peso)
SiO_2	56 a 64 %
Li_2O	15 a 21 %
K_2O	1 a 4 %
P_2O_5	3 a 8 %
Al_2O_3	1 a 4 %
ClO_2	0 A 4 %

4.1.2 Zircônia Estabilizada com Ítria (ZrO_2 3% Y_2O_3)

Este material utilizado foi disponibilizado em duas características, sendo uma translúcida e outra não.

A zircônia translúcida utilizada neste trabalho foi em placa de zircônia (ZrO_2) estabilizada com (3 % mol) de ítria (Y_2O_3), contendo ligante depositado por spray-drier, que foi adquirido da empresa TOSOH (Japão). A zircônia foi sinterizada a $1530^\circ C - 2h$ e $1600^\circ C - 4h$ conforme MAITECF- 1650C, com taxa de aquecimento de $10^\circ C/min$. O quadro 1 apresenta as características químicas e físicas fornecidas pelo fabricante.

Tabela 2 – Especificações do pó de ZrO_2 TOSOH 3Y-E

Propriedades	Valores
% Y_2O_3	3% mol.
Fases cristalinas	90% tetragonal/ 10% monoclinica
Tamanho do cristalito	30 nm
Área superficial específica	$20 \pm 5 m^2/g$
Tamanho médio de partículas	$0,17 \pm 0,02 (\mu m)$
Pureza	99,9%
Densidade Teórica	$6,05 g/cm^3$
Outras características	Pó com morfologia esférica apresentando 3% de ligante
Coefficiente de Expansão Térmica	$10,68 \times 10^{-6}/K$

4.1.3 Espinélio ($MgAl_2O_4$)

As amostras de espinélio foram disponibilizadas em pequenos blocos prensados em 350 MPa e 400 MPa. Todas as amostras estão misturadas com um devido percentual de zircônia. Neste trabalho utilizar-se-á os compósitos com a

matriz de 10% e 50% de zircônia em substituição. Sendo assim temos amostras de espinélio com 10% de zircônia em 350 MPa e 400 MPa, e outra parte em espinélio com 50% de zircônia em 350 MPa e 400 MPa. O espinélio foi sinterizado a 1530°C – 2h e 1600°C – 4h conforme MAITECF- 1650C, com taxa de aquecimento de 10°C/min. A tabela 3 apresenta as características do espinélio utilizado neste estudo.

Tabela 3 – Propriedades do Espinélio

Massa Específica (ρ)	3,58g/cm ³	Resistência à Flexão (σ)	200~250MPa
Condutividade Térmica (κ)	5,0W.m/K	Dureza (HV)	15GPa
Coefficiente de Expansão Térmica (α)	10,2x10 ⁻⁶ /°C	Tenacidade (K_{IC})	1,72MPa.m ^{1/2}
Módulo de Elasticidade (E)	277GPa	Módulo de Weibull	19,5m

4.2 MÉTODOS

4.2.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A Microscopia Eletrônica de Varredura foi o método utilizado para avaliação microestrutural dos corpos-de-prova, foram realizados no Laboratório do Centro de Estudos do UniFOA. As imagens foram obtidas em um microscópio eletrônico de varredura modelo TM3000 do fabricante HITACHI, com filamento de tungstênio operando a 10kV.

4.2.2 Difração de Raios X (DRX)

O teste de Difração de Raios X deste trabalho foi realizado no laboratório do UniFOA. As fases presentes foram identificadas utilizando difratômetro

SHIMADZU XRD-6100, aplicando-se radiação Cu-K α com varredura entre 10° e 80°, com passo de 0,05° e velocidade de 3s/ponto de contagem.

Devido às limitações do programa Trieste, a indexação dos picos observados nos difratogramas foi feita através de comparações com as fichas do JCPDS. Foram analisadas as superfícies sinterizadas e retificadas das cerâmicas.

A análise quantitativa das fases tetragonal (t) e monoclinica (m) é muito importante para o estudo da transformação de fases característica das cerâmicas, considerando a sua relação com a tenacidade à fratura dos materiais. Para a determinação da quantidade de fase “t→m” transformada foram utilizadas as intensidades de reflexão obtidas nos difratogramas de raios X.

A quantificação de fração volumétrica da fase monoclinica (F_m) foi calculada a partir das intensidades integradas dos picos monoclinicos ($\bar{1}11$)_m e (111)_m e, ainda, do pico tetragonal (101)_t, pelo uso da seguinte expressão:

$$F_m = \frac{1,311 X_m}{1 + 0,311 X_m} \quad (1)$$

para a qual:

$$X_m = \frac{(\bar{1}11)_m + (111)_m}{(\bar{1}11)_m + (111)_m + (101)_t} \quad (2)$$

onde: X_m = fração de fase monoclinica presente;

I_m (111) = intensidade do plano monoclinico (111);

I_m ($\bar{1}11$) = intensidade do plano monoclinico ($\bar{1}11$);

I_t (101) = intensidade do plano tetragonal (101);

4.2.3 Dureza (HV)

O uso da técnica de micro dureza Vickers determinou a dureza superficial das cerâmicas. Nesta técnica, a determinação da dureza está baseada no tamanho da impressão causada na superfície do material pela carga aplicada no penetrador de diamante. Este penetrador tem formato piramidal, com seção quadrada.

HV se concerne na resistência que o corpo de prova oferece à penetração de uma pirâmide de diamante de base quadrada e ângulo entre fases de 136° , sob uma determinada carga. O valor de dureza Vickers (HV) é o quociente da carga aplicada F pela área de impressão A deixada no corpo ensaiado.

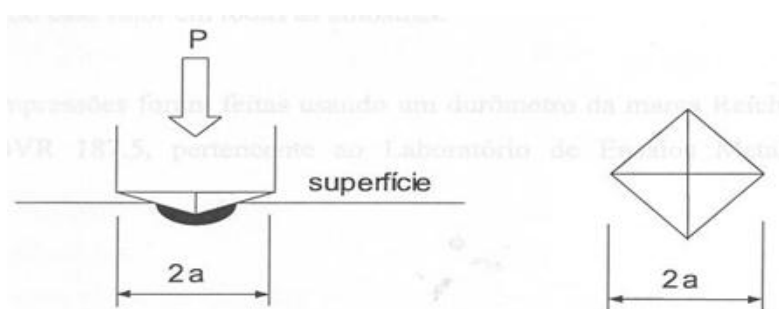


Figura 3: Técnica de impressão Vickers para a medida de dureza na superfície de materiais.

A máquina que faz o ensaio Vickers não fornece o valor da área de impressão da pirâmide, mas permite obter, por meio de um microscópio acoplado, as medidas d_1 e d_2 formadas pelos vértices opostos da base da pirâmide.

Conhecendo as medidas das diagonais pode-se utilizar a calcular a área da pirâmide de base quadrada (A), utilizando-se a equação:

$$A = \frac{d^2}{2 * \text{sen}\left(\frac{136^\circ}{2}\right)} \quad (3)$$

Com a equação para cálculo da HV, e substituindo A pela Equação de área da pirâmide, tem-se:

$$HV = \frac{F}{A} \Rightarrow HV = \frac{F}{\frac{d^2}{2 * \text{sen } 68^\circ}} \Rightarrow HV = \frac{F * 2 * \text{sen } 68^\circ}{d^2} \Rightarrow HV = \frac{0,0018544 * F}{d^2} \quad (4)$$

Na Equação de HV, a força deve ser expressa em Newton (N) e d corresponde à diagonal média, ou seja,

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2} \quad (5)$$

e deve ser expresso em milímetro (mm). Se a máquina der o resultado em micron (μ), esse valor deve ser convertido em milímetro.

A metodologia utilizada para a determinação dos valores de dureza das amostras seguiu a norma ASTM C 1327-99, a qual fornece o método de teste padrão para a obtenção da dureza Vickers de cerâmicas avançadas [64].

As impressões foram realizadas de tal forma que a distância entre os centros das impressões fosse de no mínimo cinco vezes a medida da semi-diagonal de indentação mais o tamanho da trinca (5c) ou de quatro vezes a diagonal da indentação (4d).

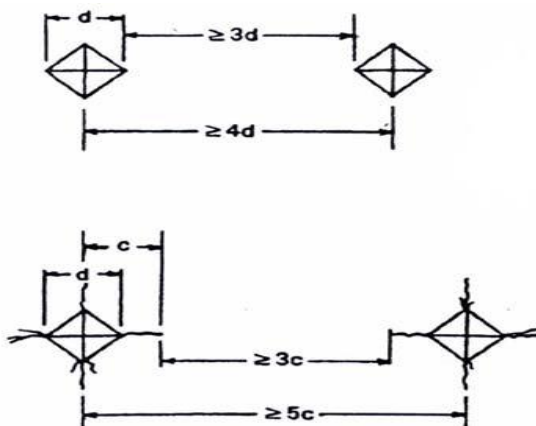


Figura 4: Distância entre as endentações Vickers conforme norma ASTM C-1327-99.

Somente as diagonais de impressão consideradas aceitáveis dentro dos padrões da norma tiveram medidas utilizando o microscópio ótico, e analisador de imagens, com aumento de 100x.

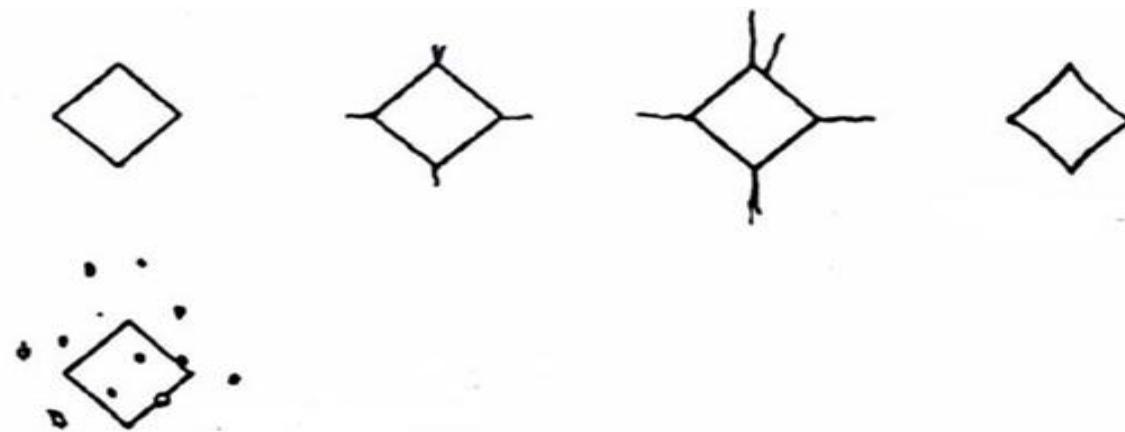


Figura 5: Distância As endentações Vickers aceitáveis conforme a norma ASTM C-1327-99.

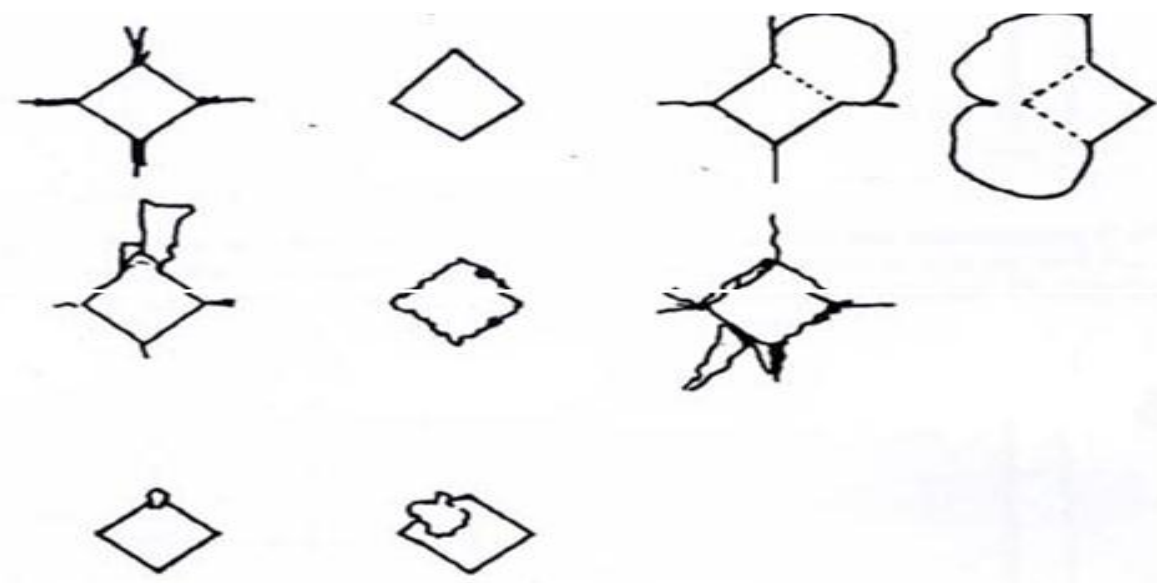


Figura 6: Distância As endentações Vickers não aceitáveis conforme a norma ASTM C-1327-99.

Após a medição das diagonais de impressão, foram calculados os valores da dureza Vickers do material (GPa), conforme a Equação de HV.

4.2.4 Tenacidade à Fratura K_{IC}

Para a determinação da tenacidade à fratura das cerâmicas sinterizadas foi utilizado o método da impressão Vickers. Esse método permite a avaliação da

tenacidade da superfície do material. No ensaio, um penetrador Vickers é empregado para produzir trincas radiais à impressão feita na superfície da cerâmica.

A metodologia utilizada para a determinação dos valores de tenacidade à fratura por endentação Vickers das amostras segue a norma ASTM C 1421-99, a qual fornece o método de teste padrão para a obtenção da tenacidade à fratura de cerâmicas avançadas em temperatura ambiente [65].

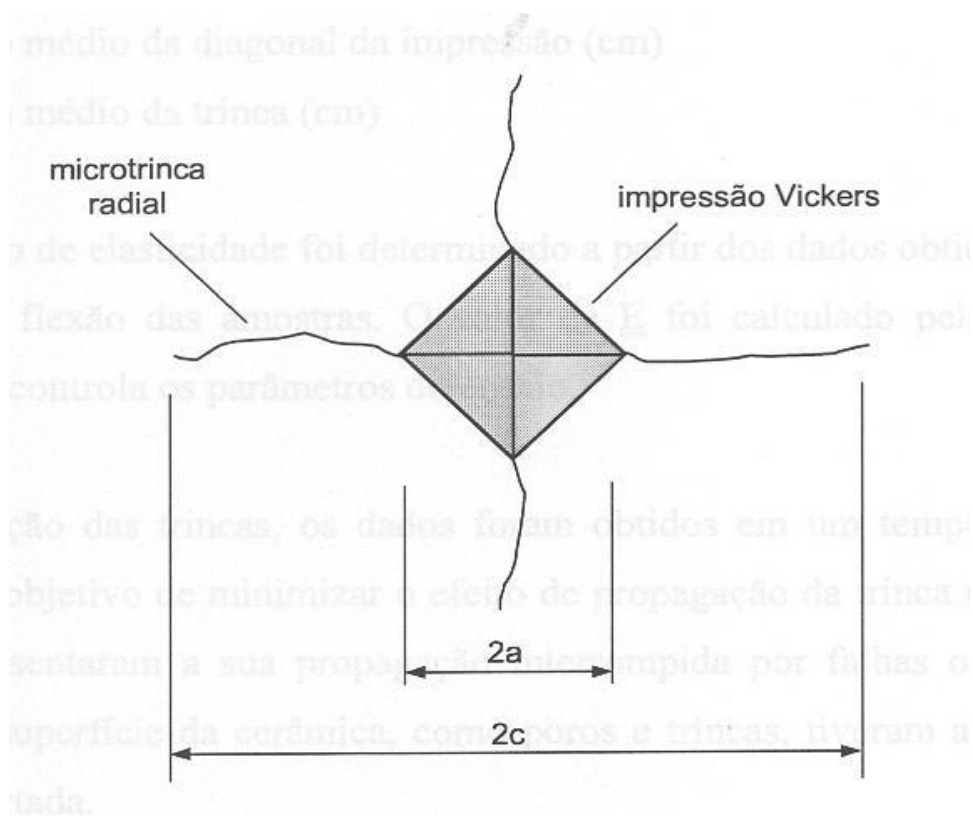


Figura 7: Distância Representação esquemática das microtrincas radiais originadas na superfície da cerâmica decorrente da impressão Vickers.

Conforme descrito no item anterior, foram realizadas 5 impressões Vickers nas superfícies de cada uma das amostras, as quais já estavam embutidas e polidas. Cada impressão apresentava dois pares de trincas radiais, o que gerou um total de 10 pares de trincas.

Nos cálculos, foram utilizados para cada amostra, pelo menos 5 pares de trincas perfeitas, ou seja, aquelas que não apresentarem interações com

imperfeições de polimento e desvios da trajetória da trinca nucleada a partir dos vértices das indentações.

A medida do comprimento das trincas foi realizada logo após o ensaio de dureza, buscando evitar o crescimento lento de trinca após a impressão, iniciado pelo campo de tensão que atua após o carregamento.

As trincas foram medidas e sua geometria observada com o auxílio do analisador de imagens IA 3001 da LECO acoplado a um microscópio Olympus BME 3 de platina invertida, com aumento de 100X.

Medindo-se o comprimento de trinca em cada vértice das indentações piramidais foi levantado o comprimento médio das trincas para obtenção da tenacidade das amostras (K_{IC}), utilizando a Equação abaixo.

$$K_{IC} = 0,016 \left(\frac{E}{H_V} \right)^{1/2} * P * b^{-3/2} \quad (6)$$

onde: K_{IC} = Tenacidade à fratura ($\text{MPa.m}^{1/2}$);

E = Módulo de elasticidade (GPa) = 240 GPa

H_V = Dureza Vickers (GPa),

P = Carga de indentação (MPa);

b = Comprimento médio de trinca (m).

Os valores de tenacidade à fratura encontrados neste trabalho foram corrigidos levando-se em conta a densidade do material, uma vez que o aumento da porosidade reduz a tenacidade por diminuição da área resistente e pelo efeito de concentração de tensão nos poros. A correção foi realizada a partir da seguinte equação:

$$K_{ICp} = K_{ICd} * e^{-bp} \quad (7)$$

onde:

K_{ICp} = Tenacidade à fratura do material corrigida, considerando a porosidade ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$);

K_{ICd} = Tenacidade à fratura do material suposto denso ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$);

b = $5,3 \pm 0,4$ (Nos cálculos, adotou-se $b = 5,3$);

p = porosidade aparente do material.

4.2.5 Resistência à Flexão

O ensaio de flexão consiste na aplicação de uma carga P no centro de um corpo de prova específico, apoiado em dois pontos. A carga aplicada parte de um valor inicial igual a zero e aumenta lentamente até a ruptura do corpo de prova. O valor da carga aplicada versus o deslocamento do ponto central é a resposta do ensaio.

Se no ensaio for utilizada uma barra biapoiada com aplicação de carga no centro da distância entre os apoios, ou seja, se existirem três pontos de carga, o ensaio é chamado de ensaio de flexão a três pontos. Se o ensaio consistir em uma barra biapoiada com a aplicação de carga em dois pontos equidistantes dos apoios, ou seja, se existirem quatro pontos de carga, o ensaio será chamado de ensaio de flexão em quatro pontos.

Trata-se de um ensaio bastante aplicado em materiais frágeis ou de elevada dureza, como no caso de ferro fundido, aços-ferramenta, aços rápidos e cerâmicos estruturais, pois esses materiais, devido à baixa ductilidade, não permitem ou dificultam a utilização de outros tipos de ensaios mecânicos, como, por exemplo, a tração.

Durante o ensaio ocorrem esforços normais e tangenciais na seção transversal do corpo, gerando um complicado estado de tensões em seu interior.

Entretanto, é possível admitir algumas hipóteses que simplifiquem o problema, quais sejam:

- a) corpo de prova inicialmente retilíneo;
- b) material homogêneo e isotrópico;
- c) validade de lei de Hooke – material elástico;
- d) consideração de Bernoulli – as seções planas permanecem planas;
- e) existência de uma linha neutra no interior do corpo de prova, que não sofre tensão normal ($\sigma = 0$); esta linha encontra-se no centro de gravidade da seção transversal do corpo de prova, e não se desloca durante a flexão;
- f) distribuição linear da tensão normal na seção transversal, com a máxima compressão na superfície interna do corpo de prova e a máxima tração na superfície externa.

O ensaio de resistência à flexão em quatro pontos foi o escolhido para a determinação da resistência à fratura. O fato de resultar em valores mais confiáveis devido a uma maior região de incidência do momento fletor foi decisivo.

Na configuração do ensaio de flexão em quatro pontos, o corpo de prova é apoiado em dois pontos e a carga é aplicada em dois pontos, como dito anteriormente, permitindo que um volume maior do corpo seja submetido ao carregamento e criando uma região na qual a tensão e o momento fletor são máximos.

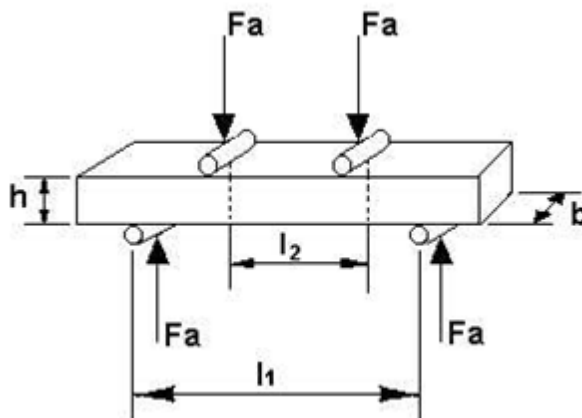


Figura 8: Representação esquemática do ensaio de resistência à flexão em 4 pontos (face polida voltada para baixo).

A resistência à flexão (σ_f) foi avaliada pela carga de colapso do corpo de prova, determinada em 4 pontos, seguindo as especificações ditadas pela norma DIN EM 843-1 (ASTM C 1161-90) à temperatura ambiente[66].

Os ensaios de flexão foram realizados em 25 corpos de prova sinterizados para as amostras de cada fabricante, sendo utilizada a velocidade de aplicação da carga de 0,5 mm/min com espaçamentos de 40 e 20 mm entre os roletes de apoio e de aplicação de carga, l_1 e l_2 respectivamente, utilizando-se uma máquina universal de ensaios mecânicos MTS-250KN.



Figura 9: Máquina Universal de Ensaios com adaptador para Fadiga a Flexão – USP-EEL-Demar. À direita fotografia do Kit para ensaios de flexão/fadiga.

Por meio do ensaio de flexão é possível obter importantes informações sobre o comportamento dos materiais quando submetidos a esforços de flexão. Dentre estas se destacam o módulo de ruptura (σ_{fu}), o módulo de elasticidade (E), o módulo de resiliência (U_{rf}) e o módulo de tenacidade (U_{tf}).

4.2.6 Densidade Relativa

A densidade das cerâmicas sinterizadas foi determinada a partir das dimensões e da massa das amostras. Foram seguidos dois métodos para avaliação da densidade das amostras: o método geométrico e o método de Arquimedes.

Para a medição das dimensões do corpo cerâmico foi utilizado um paquímetro de precisão $\pm 2,0 \times 10^{-2}$ mm. A massa foi medida para o método geométrico com o uso de uma balança comum com aproximação de $1,0 \times 10^{-2}$ g e para o método de Arquimedes com o uso de uma balança analítica com aproximação de $1,0 \times 10^{-5}$ g.

Nas amostras que foram selecionadas para a medição, tornou-se o cuidado de evitar que as mesmas apresentassem algum tipo de defeito que pudesse induzir a erros, como, por exemplo, o empenamento. O valor da densidade representa a média das medições destas amostras.

Com o método geométrico, após a verificação das dimensões e da massa dos corpos de prova, a massa específica foi determinada utilizando-se a Equação.

$$\rho_v = \frac{\text{massa}_{\text{amostra}}}{\text{volume}} \quad [\text{g/cm}^3] \quad (8)$$

Com o método de Arquimedes, os corpos de prova foram imersos com um fio de nylon em água destilada a 20°C. Foram realizadas 10 medições na balança analítica, e os resultados aplicados à Equação

$$\rho_{Sint} = \frac{W_1 \times \rho_{H_2O}}{W_1 - (W_2 - W_f)} \quad (9)$$

onde:

ρ_{Sint} = Massa específica das amostras sinterizadas [g/cm³]

W_1 = massa da amostra seca [g]

ρ_{H_2O} = massa específica da água a 20 °C [g/cm³]

W_2 = massa da amostra imersa [g]

W_F = massa do fio imerso [g]

O valor da massa específica da água (ρ_{H_2O}) foi corrigido utilizando-se a Equação:

$$\rho_{H_2O} = 1,0017 - 0,0002315.T \quad (10)$$

A densidade relativa foi obtida pela relação entre a massa específica da cerâmica sinterizada (ρ_{Sint}) e a massa específica teórica de cada grupo estudado (ρ_T), como indicado na Equação:

$$\rho_{Rel} = \left(\frac{\rho_{Sint}}{\rho_T} \right) \times 100 \text{ [%]} \quad (11)$$

4.2.7 Citotoxicidade

O teste de Citotoxicidade deste trabalho foi realizado no Ipen (Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, em São Paulo) pelo método de incorporação do vermelho neutro.

Neste teste foram utilizados os extratos das amostras preparados de acordo com a norma ISO10993-5, que foram colocados em contato com uma cultura de células de mamíferos, em microplacas de 96 poços e o resultado é

apresentado em índice de citotoxicidade (IC50) que significa a concentração do extrato do material que provoca 50% de morte na população celular.

A linhagem celular utilizada foi a NCTC-clone L929 de tecido conectivo de camundongo, originária da *American Type Culture Collection* [ATCC-(CCL1)] e o meio de cultura foi o Meio de Eagle (MEM) com adição de 10% de soro fetal bovino, amino ácidos não essenciais e piruvato de sódio (MEM-uso) [54].

A preparação da microplaca para o ensaio foi feita no Núcleo de Culturas Celulares do Instituto Adolfo Lutz. O cultivo das células foi realizado em garrafas de cultura, em meio-uso e após o crescimento das mesmas as células foram destacadas e a suspensão celular foi acertada para $3,5 \times 10^5$ células/mL. 200 μ L da suspensão obtida foi distribuída em cada poço da microplaca de 96 poços e a placa foi mantida em incubadora úmida à 37°C e atmosfera com 5% CO₂ por cerca de 24h, para atingir a confluência desejada.

Os extratos das amostras e dos controles foram preparados em MEM-uso, na proporção de 1cm² de área superficial ou 0,5g por ml do meio de cultura, incubados em estufa 37°C durante 48h. Foi utilizada como controle negativo a alumina e como controle positivo o látex de borracha natural. Os extratos foram submetidos à diluição seriada com MEM-uso obtendo-se concentrações de 100, 50, 25, 12,5 e 6,25%.

O controle negativo, material que não causa toxicidade, é utilizado para demonstrar a resposta celular e o controle positivo, material que demonstra resposta citotóxica reprodutível, é utilizado com o propósito de demonstrar uma resposta apropriada ao sistema do teste.

No ensaio propriamente dito foram depositados 200 μ L de cada diluição tanto das amostras como dos controles em contato com as células aderidas em cada poço.

A placa mantida em estufa úmida a 37°C e atmosfera com 5% CO₂ por 24h. Decorrido este período os meios trocados por MEM-uso sem soro, contendo 50 μ g do corante vermelho neutro/ml e a placa incubada por mais 3h para a

incorporação do corante. Após esta etapa a placa deve ser lavada duas vezes com PBS e uma vez com a solução de lavagem e em seguida cada poço deve receber 200 μ L da solução de extração. Após agitação por 10 minutos deve ser feita leitura da densidade óptica da microplaca em espectrofotômetro leitor de ELISA Sunrise da Tecan, em 540nm e filtro de referência de 600nm.

Para a realização deste teste foram encaminhadas seis amostras dos materiais conforme descrito no quadro abaixo:

Tabela 4: Medidas de área total dos materiais utilizados para o teste de Citotoxicidade.

Material	Tamanho	Amostra	Área Total
Dissilicato de Lítio Importado	5,35cm ²	1	13,63cm ²
	4,62cm ²	2	
	3,66cm ²	3	
Dissilicato de Lítio Nacional	5,15cm ²	1	12,88cm ²
	4,0cm ²	2	
	3,73cm ²	3	
Zircônia Translúcida	11,69cm ²	1	11,69cm ²
Zircônia Tradicional	3,33cm ²	1	6,56cm ²
	3,23cm ²	2	
Composto Espinélio 10% 350 MPa	2,68cm ²	1	5,55cm ²
Composto Espinélio 10% 400 MPa	2,87cm ²	2	
Composto Espinélio 50% 350 MPa	2,55cm ²	1	5,10cm ²
Composto Espinélio 50% 400 MPa	2,55cm ²	2	

4.2.8 Solubilidade Química

Conforme descrito na ISO6872 (2015) o teste de solubilidade química é um dos necessários para validação de material cerâmico dentário.

Os testes de solubilidade química foram realizados no Laboratório do UniFOA em triplicata, conforme roteiro determinado pela ISO6872 (2008). Utilizou-se uma solução de ácido acético (4% em volume) em água destilada. As amostras foram lavadas com água destilada e em seguida, secadas a 150°C-4h. Após período de secagem, as amostras foram então pesadas em balança analítica (precisão de 0,1mg), sendo posteriormente imersas em 100ml da solução a 80°C, estabilizada durante 16h. Após este procedimento as amostras foram novamente lavadas em água destilada, secas a 150°C-4h e repesadas. A diferença de massa entre as amostras antes e após os testes de solubilidade química indica a solubilidade química do material.

5 RESULTADOS

Este trabalho apresenta os materiais vitrocerâmicos aplicados na indústria odontológica. Cada um destes materiais possui características distintas, que devem ser observadas para cada tipo de aplicação odontológica. Os resultados são decorrentes dos testes realizados em três tipos de cerâmicas, espinélio, dissilicato de lítio e zircônia. Os testes aplicados nas amostras seguem com seus devidos resultados descritos a seguir.

5.1 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

Na figura 10 apresenta-se o MEV do dissilicato de lítio utilizado neste trabalho. Como não houve alteração nas micrografias do material nacional e o outro importado (IVOCLAR®), optou-se por apresentar somente uma imagem para representar o material com duas procedências. Pode-se observar a superfície do material que as partículas encontram-se próximas, com presença de sulcos.

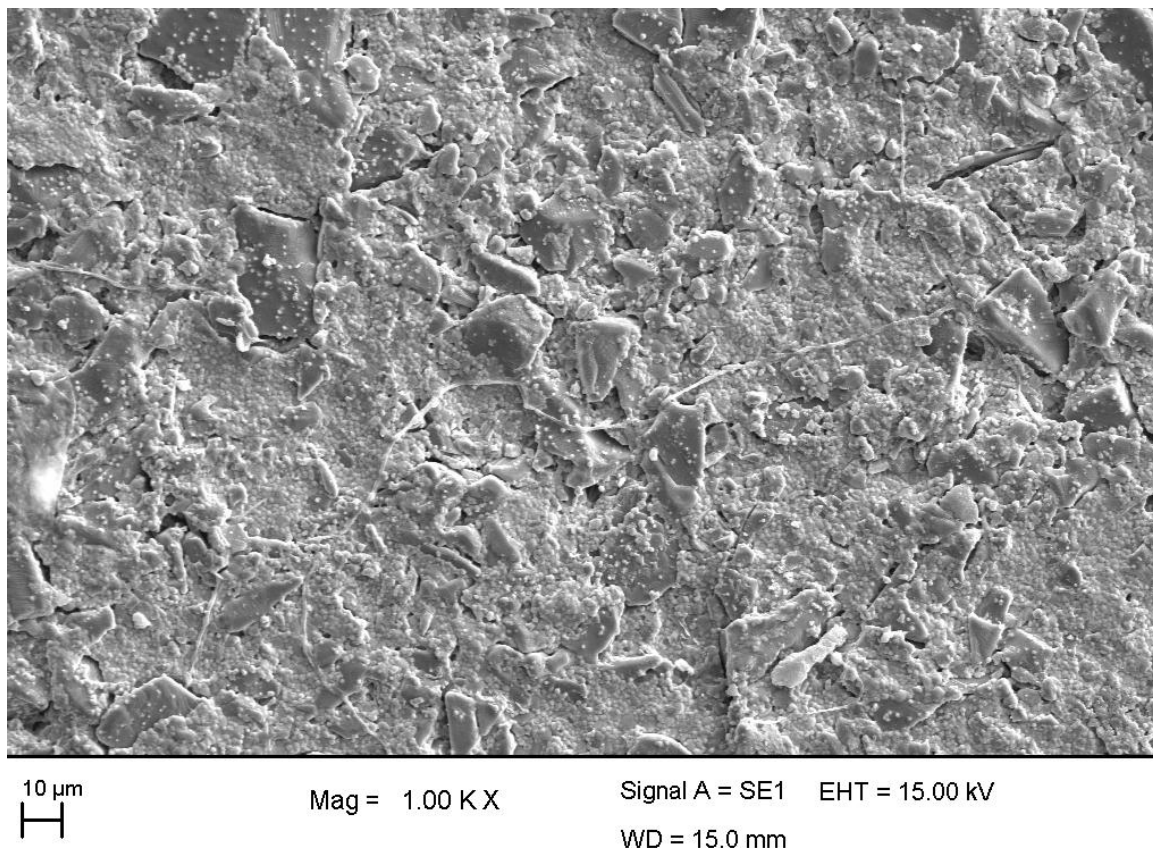


Figura 10: Microscopia Eletrônica de Varredura do Material Dissilicato de Lítio

Na figura 11 é apresentado o espinélio com adição de 10% de zircônia em prensão de 350 Mpa. Quando comparamos estas se pode observar que não há evidências de diferenças distributivas de partículas brancas nas micrografias, dispersos na matriz de espinélio, isto se deve ao fato de ambas apresentarem a mesma composição de zircônia. Quanto ao fator de prensão, este não traz alteração morfológica significativa para diferenciação das mesmas. Montazerianetal et. al [67] apontou que a reação por dispersão de partículas de ZrO_2 foi um mecanismo predominante para melhorar as propriedades mecânicas, enquanto a transformação por endurecimento teve um pequena contribuição para o aumento da dureza.

(A) (B)

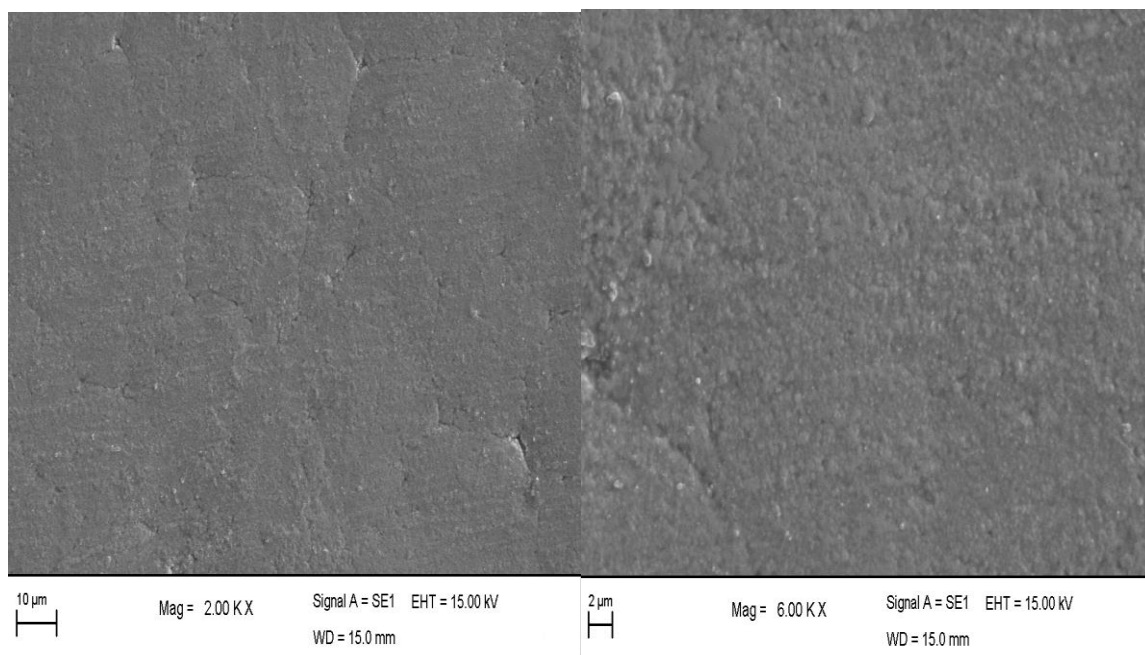


Figura 11: Microscopia eletrônica de varredura do material espinélio 10% 350 MPa. (A) ampliação de 2000x e (B) ampliação de 6000x

Observar-se que as partículas brancas se fazem mais presentes nestas imagens de micrografias quando comparadas com as figuras 10 e 11. Quanto ao fator de prensão, este não traz alteração morfológica significativa para diferenciação das mesmas.

A homogeneidade da zircônia entre os grãos de espinélio foi observada em todas as figuras, isto é desejado para que possa fornecer ao material os efeitos da tenacificação por transformação de fases para o crescimento de trincas. Rasim et al. [68] incorporou ZrO_2 em compósitos de MgO-spinélio e os refratários apresentaram as propriedades mecânicas de resistência e choque térmico melhorados.

Na figura 12 apresenta-se o MEV do corpo de prova da zircônia. Como não se observou alteração significativa nas micrografias do material translúcido e tradicional, optou-se por apresentar somente uma imagem da zircônia tradicional a fim de representação do material com duas procedências já citadas.

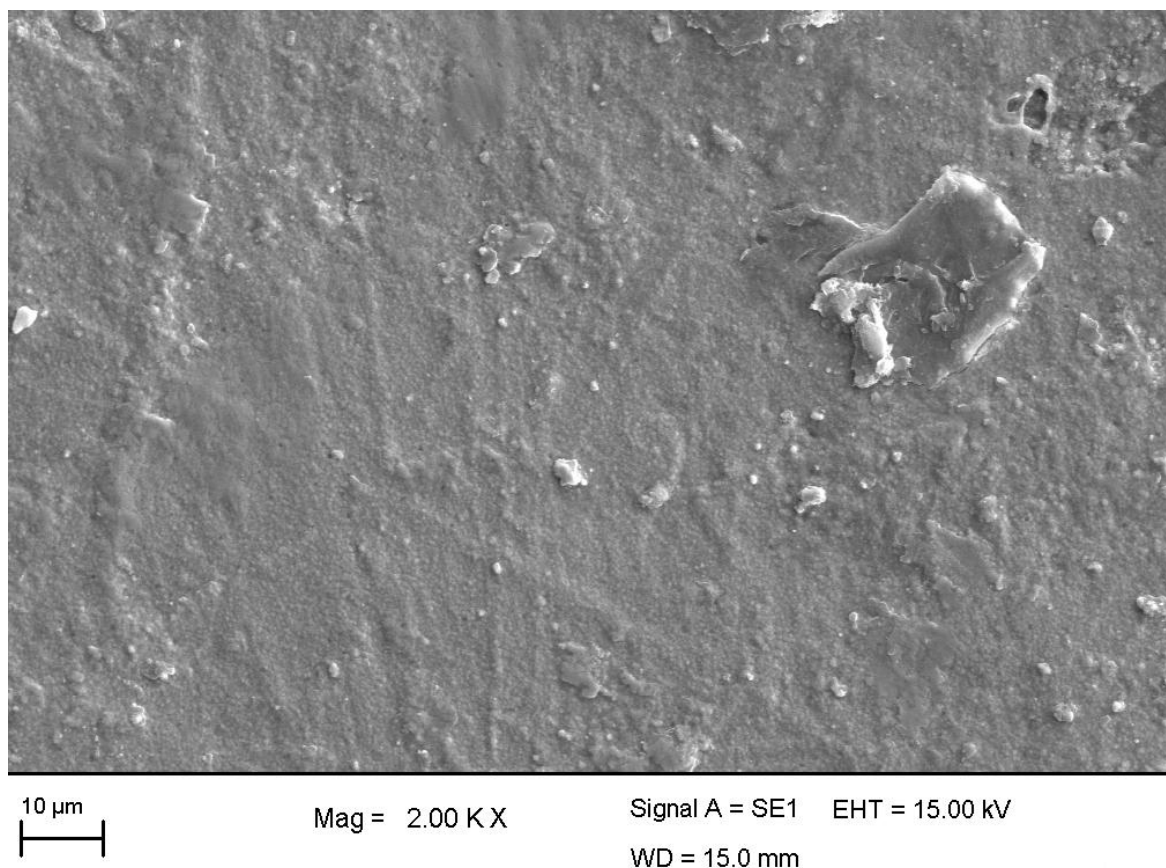


Figura 12: Microscopia Eletrônica de Varredura do Material Zircônia

Como apresentado na Figura 12 pode-se observar na superfície do corpo de prova da zircônia que há uma granulometria irregular, com partículas de formas e tamanhos diferentes, o que torna a porosidade mais fácil de ser observada e, devido a essa irregularidade, pode-se avaliar que a propagação de trincas se prolongaria com maior facilidade.

Zirconia (ZrO_2) é um bom refratário natural devido a sua resistência ao ambiente agressivo [69,70]. Sabe-se que o mecanismo de aquecimento de ZrO_2 é principalmente baseado segundo a forma tetragonal monoclinica para transformação martensítica com microfissuras [71,72]. Durante a fase de resfriamento, os locais de campos de tensão resultam de diferenças entre os coeficientes de variação dos constituintes podendo ser relaxados e propagando as fissuras. A transformação de ZrO_2 pode absorver a energia propagada evitando a microfissura da cerâmica.

5.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX)

Nas difratometrias do dissilicato de lítio pode-se observar que ambos os corpos de prova possuem característica de material vítreo, devido à ausência de picos cristalinos em seus respectivos difratogramas. Trata-se, portanto de material cristalino.

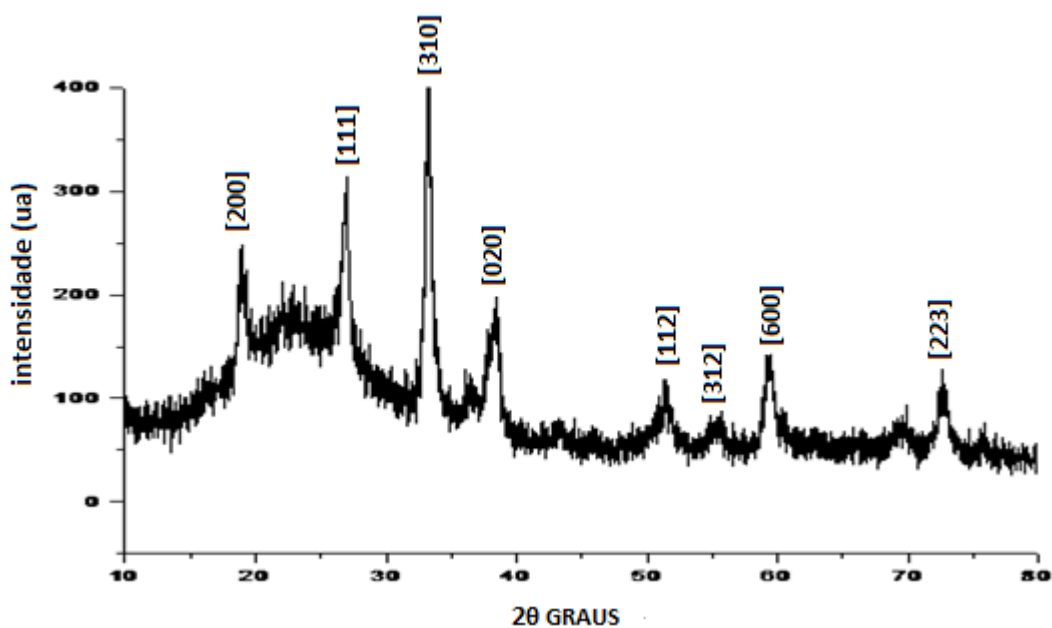


Figura 13: Difração de Raios X do material Dissilicato de Lítio Importado.

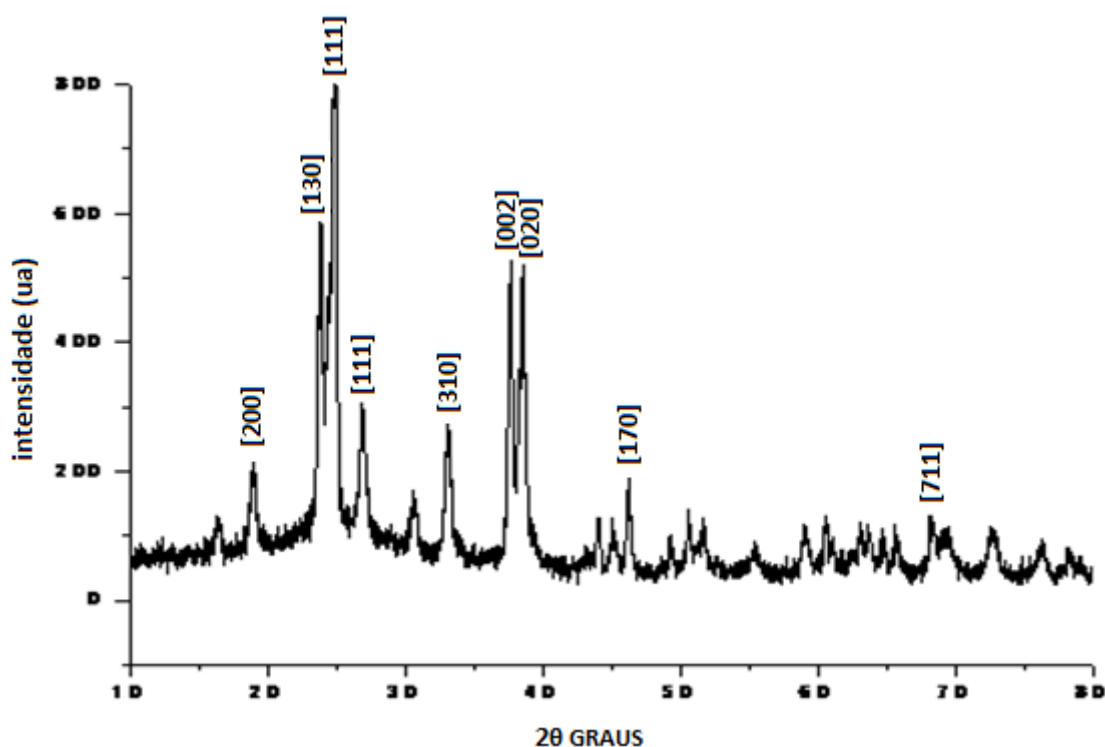


Figura 14: Difração de Raios X do material Dissilicato de Lítio Nacional.

No difratograma da figura 13 temos o espinélio compósito de zircônia em 10%. Nas figuras 15 e 16 a composição infiltrada de zircônia é de 50%, sendo com pressões distintas de 350 MPa e 400 MPa seguidamente.

Observa-se que em todas as figuras de difratometria do espinélio, os resultados de fases analisados foram semelhantes em termos de fases presentes, mesmo com diferenças de pressão e de compactação, porém em intensidades diferentes. Pode-se dizer que isto é devido ao fato de tratarem-se do mesmo material, ainda que estejam em porções de zircônia e peso distintos.

Identificou-se, portanto que o espinélio apresenta as fases cristalinas $MgAl_2O_4$, em todas suas composições e pressão de compactação.

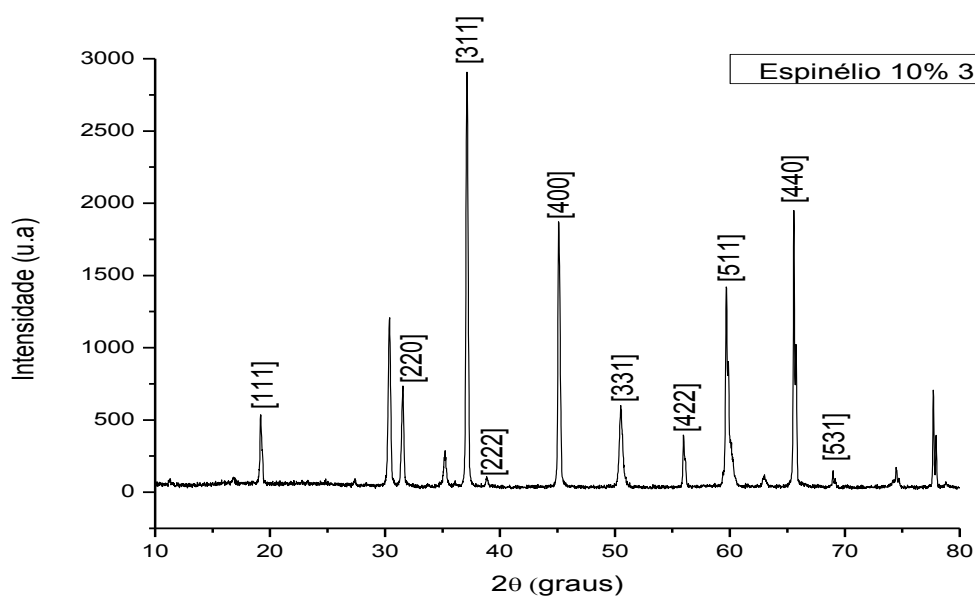


Figura 15: Difração de Raios X do material Espinélio 10% 350 MPa

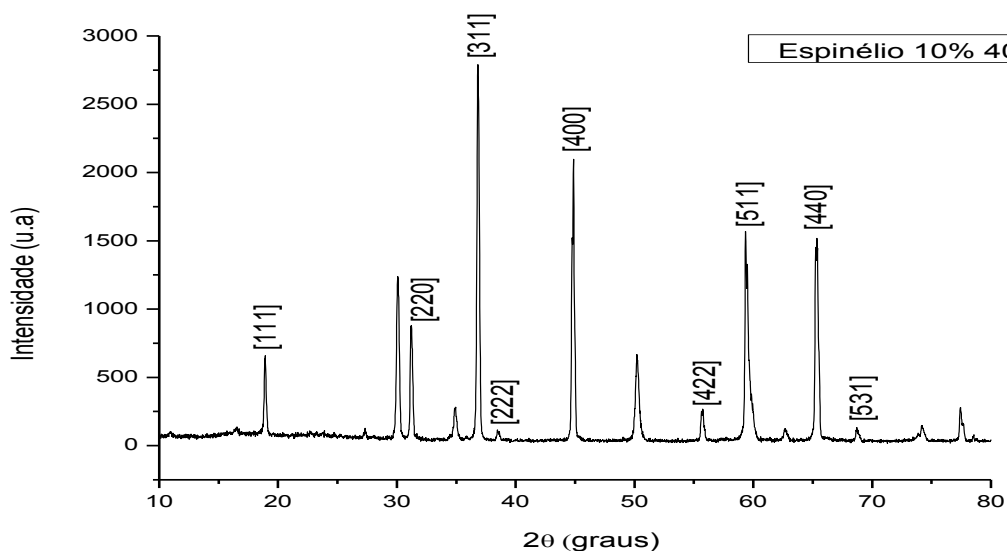


Figura 16: Difração de Raios X do material Espinélio 10% 400 MPa

Em respeito a uma estabilidade das fases MgAl_2O_4 e $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$, presentes, indicando que as fases possuem estabilidade e permanecem inertes nas condições de sinterização utilizadas neste trabalho. Verifica-se na fase $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$, os difratogramas apresentados a fase monoclinica não é observada,

independente da composição analisada, indicando total estabilização da fase tetragonal.

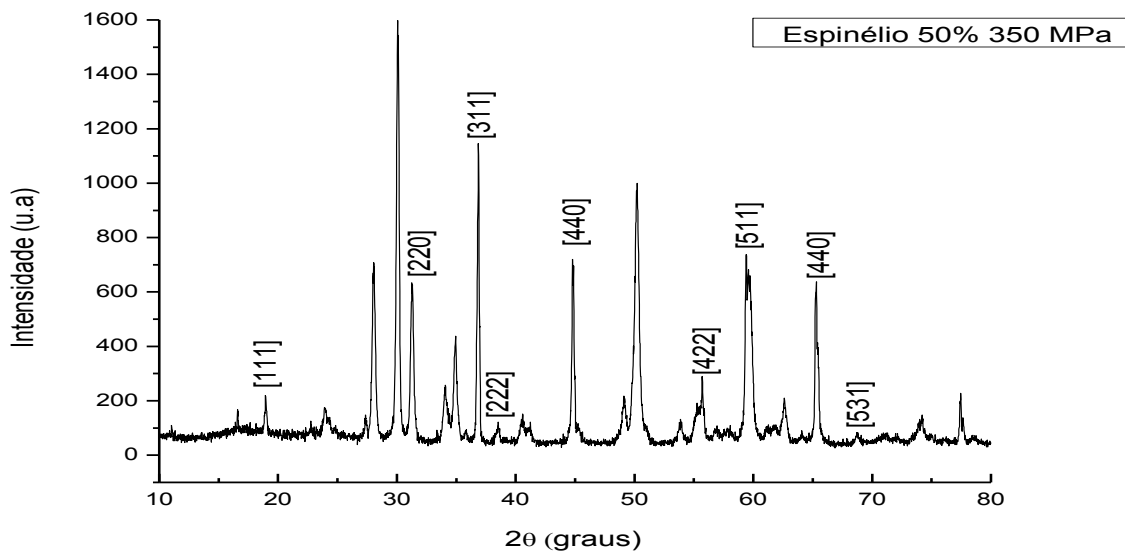


Figura 17: Difração de Raios X do material Espinélio 50% 350 MPa

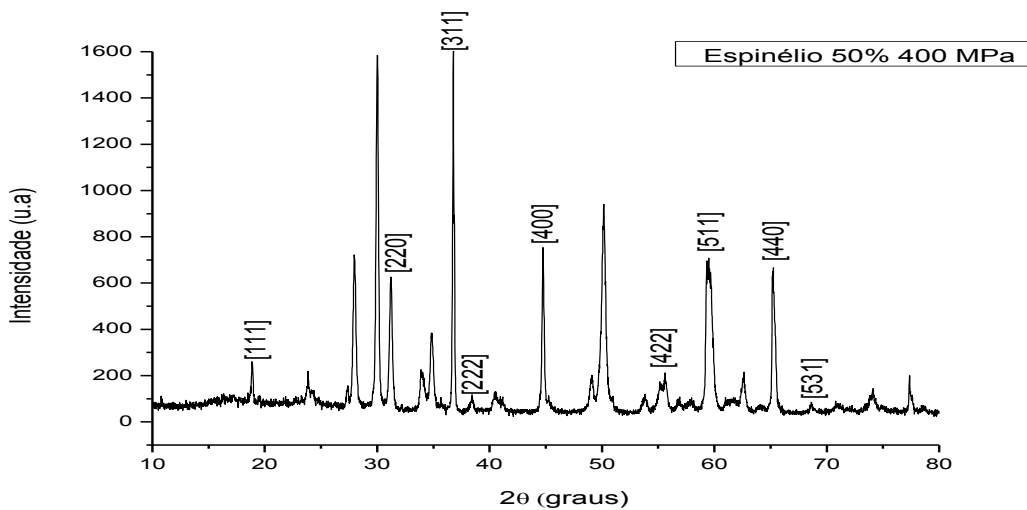


Figura 18: Difração de Raios X do material Espinélio 50% 400 MPa

No difratograma apresentados na Figura 19, observa-se a presença de picos de ZrO_2 monoclinica e também de ZrO_2 tetragonal, a proporção de ZrO_2 -t

em maior presença. Um material nanocrystalino é característico do difratograma que possui alargamento da base do pico. Percebe-se também que, dentro do limite de detecção do difratômetro de raios X, não há contaminação dos materiais de partida, por outros materiais cristalinos. Conforme descrito por Stevens (1981) a Zircônia tetragonal confere maior tenacidade à fratura do material, aumentando, assim, sua confiabilidade para aplicação estrutural [50].

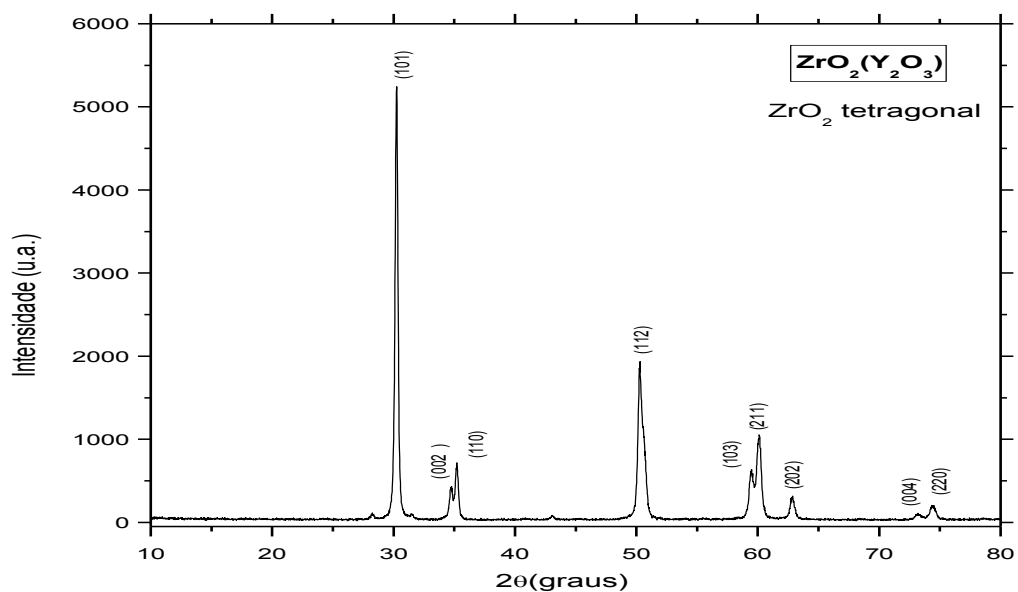


Figura 19: Difração de Raios X do material Zircônia Tradicional estabilizada com ítria.

5.2 DUREZA (HV)

A tabela 5 apresenta os resultados obtidos após avaliação de Dureza HV.

Tabela 5: Resultados de Dureza HV das amostras avaliadas.

Amostra	Dureza (HV_{100gF})
Li ₂ Si ₂ O ₅ Nacional	285±23HV
Li ₂ Si ₂ O ₅ Importado (IVOCLAR)	278±23HV
ZrO ₂ (Y ₂ O ₃) tradicional	1235±20HV
ZrO ₂ (Y ₂ O ₃) translúcido	1290±26HV
Composto Espinélio 10%	300±7HV
Composto Espinélio 50%	378±7HV

De acordo com a tabela é possível notar-se que o vitrocerâmico de dissilicato de lítio nacional apresenta maior dureza comparado ao mesmo material importado (IVOCLAR), porém esta diferença é muito pequena, podendo ser tratada como irrelevante. É importante observar que a zircônia tradicional apresenta uma dureza HV superior ao mesmo material translúcido, porém, é ainda mais relevante esta comparação quando se remete aos biomateriais de dissilicato de lítio, pois a zircônia é de dureza muito superior, o que contribui na redução da possibilidade de propagação de trincas, aumentando a tenacidade à fratura.

O composto Espinélio possui dureza inferior ao dissilicato de lítio e superior à zircônia, observa-se que quanto maior a adição de zircônia no composto espinélio maior sua dureza se apresenta.

5.3 TENACIDADE À FRATURA

Ao avaliar os resultados obtidos em conformidade com a descrição registrada na tabela 6, e levando-se em consideração a importância da tenacidade à fratura que é o único nível de tensões que causa a fratura (nível crítico de intensidade de tensões) e que o microtrincamento é responsável pelo aumento da energia de absorção durante a propagação da trinca aumentando conseqüentemente à tenacidade do corpo cerâmico, com a condição ótima atingida, quando as partículas são grandes o suficiente para sofrerem transformação, mas pequenas o suficiente para promover um microtrincamento limitado.

Tabela 6: Resultados de Tenacidade a Fratura das amostras avaliadas.

Amostra	Tenacidade a fratura (K_{IC}) MPam ^{1/2}
Li ₂ Si ₂ O ₅ Nacional	1,98±0,7
Li ₂ Si ₂ O ₅ Importado (IVOCLAR)	2,27±0,8
ZrO ₂ (Y ₂ O ₃) tradicional	8,9±0,3
ZrO ₂ (Y ₂ O ₃) translúcido	8,7±0,2
Composto Espinélio 10%	1,37±0,4
Composto Espinélio 50%	2,42±0,2

Observa-se os seguintes aspectos nos vitrocerâmicos avaliados quanto a tenacidade à fratura.

Para as amostras de dissilicato de lítio o vitrocerâmico importado que se apresenta maior tenacidade à fratura. Porém, destes materiais, o que obteve melhor eficiência a este teste foi a zircônia, sendo este composto com características translúcidas e, também, apresentando-se como um biomaterial

resistente, conforme apresentado na tabela. Quanto ao espinélio ficou evidente que quanto maior o percentual de presença da zircônia, maior também é sua capacidade de tenacidade a fratura.

O aumento de teor de zircônia no espinélio leva a melhoria da tenacidade pela atuação de agentes tenacificantes por transformação de fases [55].

5.4 RESISTÊNCIA À FLEXÃO

Tabela 7: Resultados de Resistência à Flexão das amostras avaliadas.

Amostra	Resistência à fratura por flexão 4p.(MPa)
Li ₂ Si ₂ O ₅ Nacional	197±25
Li ₂ Si ₂ O ₅ Importado (IVOCLAR)	205±18
ZrO ₂ (Y ₂ O ₃) tradicional	994±35
ZrO ₂ (Y ₂ O ₃) translúcido	1075±28
Composto Espinélio	152±25

Com os resultados de resistência à flexão realizado pela carga de colapso do corpo de prova, determinada em 4 pontos, observou-se os seguintes aspectos dos corpos de prova:

O Dissilicato de lítio importado e o nacional apresentaram resultados de resistência à flexão próximos, podendo ser considerados materiais com menor resistência, assim como o espinélio quando comparados à Zircônia Translúcida e tradicional, que dentre elas também possuem resultados com pequena variação.

Foi observado em um estudo que há aumento da resistência à flexão no espinélio com o aumento da temperatura de sinterização de 1500°C para 1600°C, mas também há uma queda da resistência à flexão com o aumento da temperatura de sinterização de 1600°C para 1700°C [55, 45].

5.5 DENSIDADE RELATIVA

Tabela 8: Resultados de Densidade Relativa das amostras avaliadas.

Amostra	Densidade Relativa (%)
Li ₂ Si ₂ O ₅ Nacional	99,1± 0,4
Li ₂ Si ₂ O ₅ Importado (IVOCLAR)	99,7± 0,5
ZrO ₂ (Y ₂ O ₃)	99,2 ± 0,2
ZrO ₂ (Y ₂ O ₃) translúcido	99,5 ± 0,4
Composto Espinélio 10%	99,3± 0,4
Composto Espinélio 50%	99,4± 0,4

Observa-se que a densidade relativa do Dissilicato de lítio, tal qual da zircônia e espinélio, apresentam variações próximas. Dessa forma, pode-se considerar que estes materiais possuem densidade relativa praticamente comum dentre eles.

Os materiais Cerâmicos apresentam um crescente aumento da densidade relativa em função do aumento da temperatura de pré-sinterização.

Este trabalho visou apenas avaliar a densidade relativa para caracterização do material e não objetivou reconhecer as variáveis a partir da temperatura de sinterização.

5.6 CITOTOXICIDADE

Com a média das leituras de densidade óptica calcula-se a porcentagem (%) de sobrevivência das células em cada diluição pela comparação com a média do controle de células (100%). Na curva obtida pela projeção da % de sobrevivência em função da diluição do extrato em gráfico (curva de viabilidade celular) pode-se encontrar o índice de citotoxicidade (IC50%) do material. IC50% significa a

concentração do extrato que lesa ou mata 50% da população celular no ensaio de citotoxicidade.

As curvas de viabilidade celular das amostras que se encontram acima da linha de 50% e que apresenta na concentração de 100% do extrato a viabilidade celular $\geq 70\%$, são consideradas não citotóxicas e as que cruzarem esta linha ou estiverem abaixo dela, são consideradas citotóxicas e o IC50% é obtido na intersecção da curva de viabilidade celular e a linha de 50%.

O controle do ensaio é realizado também pelo controle de células, onde a medida de DO deve ser $\geq 0,3$. Na checagem da qualidade da concentração-resposta, o IC50% deverá estar entre duas ou três respostas de inibição da incorporação do vermelho neutro, entre 10-90% de viabilidade celular.

Tabela 9: Resultados do Ensaio de Citotoxicidade pelo método de incorporação do vermelho neutro.

Concentração Extrato (%)	% Viabilidade celular					
	Controle negativo	Controle Positivo	Zr translúcida	Zr translúcida	Zr tradicional	Dissilicato Li import.
100	97 \pm 0	1 \pm 1	94 \pm 4	99 \pm 4	102 \pm 4	98 \pm 11
50	94 \pm 11	4 \pm 10	104 \pm 7	94 \pm 3	96 \pm 6	97 \pm 7
25	99 \pm 9	84 \pm 16	93 \pm 10	91 \pm 6	83 \pm 5	86 \pm 1
12,5	100 \pm 9	95 \pm 12	95 \pm 2	92 \pm 2	91 \pm 6	91 \pm 4
6,25	96 \pm 12	95 \pm 10	91 \pm 4	86 \pm 3	84 \pm 4	88 \pm 2

Tabela 10: Resultados do Ensaio de Citotoxicidade pelo método de incorporação do vermelho neutro.

Concentração Extrato (%)	% Viabilidade celular					
	Controle negativo	Controle Positivo	Dissilicato Li nacion.	Espinélio 10%	Espinélio 50%	Espinélio 50%
100	90±16	1±0	97±7	82±10	82±4	91±10
50	102±2	5±4	102±3	99±6	100±3	100±4
25	107±8	90±2	92±9	93±5	99±9	102±7
12,5	107±8	97±10	97±2	102±3	103±6	100±3
6,25	96±3	97±6	96±6	99±4	101±5	99±4

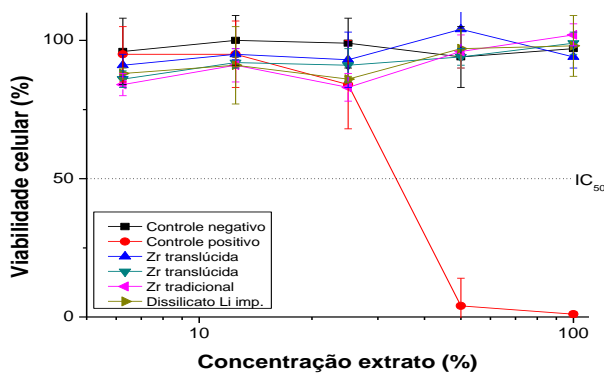


Figura 20: Curvas de Viabilidade Celular obtidas no Ensaio de Citotoxicidade pelo método de incorporação do vermelho neutro.

IC_{50%} Controle positivo = 34

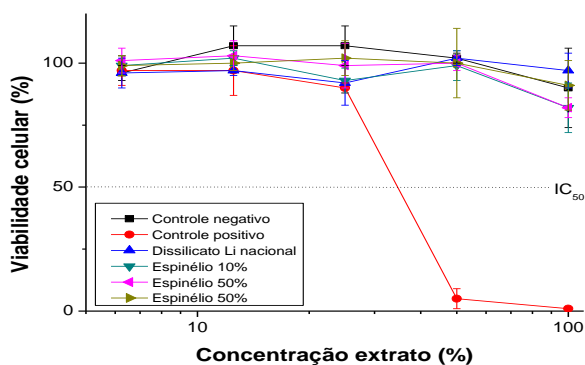


Figura 21: Curvas de Viabilidade Celular obtidas no Ensaio de Citotoxicidade pelo método de incorporação do vermelho neutro.

IC_{50%} Controle positivo = 34

Todas as amostras mostraram comportamento semelhante ao controle negativo, portanto, não citotóxicas. Somente o controle positivo mostrou citotoxicidade de 34%, ou seja, o extrato do controle positivo na concentração de 34% provocou morte em 50% da população celular no ensaio. O índice de citotoxicidade (IC50%) é encontrado na intersecção da curva de viabilidade celular e a linha de 50% de viabilidade, nos gráficos das figuras 1 e 2.

A amostra que apresentar curva de viabilidade celular acima da linha de 70% é considerada não citotóxica e a que mostrar curva de viabilidade abaixo da linha de 50% é considerada citotóxica.

5.7 ENSAIO DE SOLUBILIDADE QUÍMICA

O quadro 3 apresenta o resultado do teste de solubilidade química para as amostras que foram disponibilizadas para o mesmo. Lembrando que foram utilizadas para este teste 2 amostras de Li_2SiO_5 (importada e nacional), três amostras de $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$, quatro amostras de $\text{Zr}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ sendo, duas amostras de espinélio 10% sendo uma com 350MPa e outra com 400MPa, finalizando com duas amostras de espinélio 50% sendo uma com 350MPa e outra com 400MPa.

*Vide tabela na próxima página.

Tabela 11 Apresenta o resultado do teste de solubilidade química.

Descrição	Amostras	Peso(Gr)	CH3COO H 4%	TEMP (150°)	TEMP (80°)	RESULTADO
Li₂SiO₅	Importado (IVOCLAR)	8,11mg	8,10	8,10	8,10	8,10mg
	Nacional	7,4mg	7,4	7,39	7,39	7,39mg
ZrO₂(Y₂O₃) Translúcida	Amostra 1	10,3mg	10,3	10,29	10,29	10,29mg
	Amostra 2	10,51mg	10,51	10,50	10,50	10,50mg
	Amostra 3	8,31mg	8,31	8,31	8,31	8,31mg
Zr₂(Y₂O₃) Tradicional	Amostra 1	2,3mg	2,3	2,3	2,3	2,3mg
	Amostra 2	2,2mg	2,2	2,2	2,2	2,2mg
	Amostra 3	2,5mg	2,3	2,3	2,3	2,3mg
	Amostra 4	2,4mg	2,3	2,3	2,3	2,3mg
Espinélio 10%	350MPa	1,11mg	1,10	1,10	1,10	1,10mg
	400MPa	1,10mg	1,09	1,09	1,09	1,09mg
Espinélio 50%	350MPa	1,0mg	0,99	0,98	0,98	0,98mg
	400MPa	1,0mg	0,99	0,98	0,98	0,98mg

A diferença de massa entre as amostras antes e após os testes de solubilidade química indica a solubilidade química do material.

Os resultados apresentados em níveis mínimos de solubilidade química dos vitrocerâmicos estudados neste trabalho demonstram que são estáveis, sem perda significativa de massa, portanto, dando ao material uma característica biológica inofensiva.

6 CONCLUSÃO

Com base na metodologia de análise e resultados obtidos neste trabalho, considera-se que a viabilidade da utilização dos materiais apresentados. Cada uma destas etapas foi estudada e seus impactos foram analisados. De forma geral ainda, pode-se destacar os seguintes pontos:

- As propriedades mecânicas de dureza (HV), tenacidade a fratura K_{IC} , resistência a flexão para a zircônia apresenta maior propriedade quando comparada ao espinélio e dissilicato de lítio.
- O coeficiente de expansão térmica para os três materiais cerâmicos se equivalem.
- O dissilicato de lítio se destaca por nuclear e cristalizar homogeneamente, não necessitando de agentes nucleantes. Outra grande vantagem está em sua translucidez e multifuncionalidade, podendo ser utilizado como bloco ou infraestrutura dentária.
- O dissilicato de lítio tem como principal indicação clínica odontológica para seu uso como coroa anterior e posterior, próteses fixas de três elementos anteriores até segundo pré-molar.
- O espinélio é um material que apresenta grande capacidade de dureza e baixa condutividade térmica, boa estabilidade química. Este material é muito utilizado na indústria odontológica para confecção de infraestrutura dentária.
- O espinélio indicação clínica própria para coroa unitária anterior e posterior, inlay, onlay e faceta.
- A zircônia possui boa estabilidade química e dimensional, com uma alta resistência mecânica quando estabilizada com ítria. Pode-se destacar também seu baixo acúmulo de bactéria. É um material muito utilizado para coroa dentária, prótese fixa, pilares e próteses sobre implantes.
- A zircônia estabilizada com Ítria tem boa aplicação clínica para coroas anteriores e posteriores, barras de prótese, infraestrutura de reabilitação protética de grande extensão.
- Não apresentaram alteração no teste de solubilidade química e

citotoxicidade para o Dissilicato de Lítio, Espinélio e Zircônia, portanto, constatou-se que estes produtos não são agressivos ao organismo humano.

Conclui-se então que estes materiais podem ser utilizados largamente na odontologia. Salieta-se ainda que, que os materiais avaliados possuem características que permitem que os mesmos sejam aplicados no sistema CAD/CAM (*Computer Aided Design* \ *Computer Assisted Machissing*) para, posteriormente, serem utilizados na ortodontia.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] CONSELHO NACIONAL DE DESENVOLVIMENTO CIENTÍFICO E TECNOLÓGICO (CNPq). **Estatísticas**. Disponível em www.cnpq.br. Acesso em: 16 mai 2011.
- [2] MARTINS, L. M. **Comportamento Biomecânico das Cerâmicas Odontológicas**. Cerâmica, São Paulo, v. 56, n. 338, p. 148-155, Abr./Junho 2010
- [3] ABDOLLAHZADEH, S. H. et al. **Antibacterial and antifungal activities of *Punica granatum* peel extracts against oral pathogens**. Journal of Dentistry (Tehran), v. 8, n. 1, p. 1-6, 2011.
- [4] ARAUJO, A. R. et al. **Antibacterial, antibiofilm and cytotoxic activities of *Terminalia fagifolia* Mart. extract and fractions**. Annals of clinical microbiology and antimicrobials, v. 14, n. 1, p. 1, 2015. Disponível em: < <http://annclinmicrob.biomedcentral.com/articles/10.1186/s12941-015-0084-2>>. Acesso em: 21 agos. 2015. *PMC*. Web. 18 Abr. 2016.
- [5] BOREFREUND, P. **A Simple Quantitative Procedure using Monolayer Cultures for Cytotoxicity Assay (HTD/NR-90)**, Journal of Tissue Culture Methods, v. 9, p. 7-9, 1984. Disponível em: <<http://link.springer.com/article/10.1007%2F01666038>>. Acesso em: 25 mar. 2016.
- [6] HENCH, L. L.; WILSON, J. An Introduction to Bioceramic. **Singapura: World Scientific**, (1), 1993,1-23. (Advanced Series in Ceramics, 1).
- [7] ANUSAVICE, K. J. Phillips' Science of Dental Materials. 11th Edition, 832p, **Elsevier**, UK, 2003.
- [8] MORAES, M.C.C.S.B. de; ELIAS, C.N.; DUALIBI FILHO, J.; OLIVEIRA, L.G. de. Mechanical Properties of Alumina-Zirconia Composites for Ceramic Abutments. **Materials Research**, Vol. 7, No. 4, 643-649, 2004.

- [9] SANTOS, C.; SOUZA, R. C.; HABIBE, A. F., MAEDA, L. D., BARBOZA, M. J. R., ELIAS, C. N. Mechanical properties of Y-TPZ ceramics obtained by liquid phases inter ingusing bioglass as additive. **Materials Science and Engineering A** **478** (2008) 257–263.
- [10] SOUZA, R. C.; SANTOS, C. dos; BARBOZA, M. S. J. R.; BAPTISTA, C. A. R. P.; STRECKERB, K.; ELIAS, C. N. Performance of 3Y-TZP Bioceramics under Cyclic Fatigue Loading. **Materials Research**, Vol. 11, No. 1, 1-00, 2008.
- [11] STEVENS, R. Zirconia: second phase particle transformation toughening of ceramics. **Trans Brit Ceram** Vol. 80 (1981) p.81-85.
- [12] GUPTA, T. K.; BECHTOLD, J. H.; KUZNICK, R. C.; CADOFF, L. H.; ROSSING, B. R. Stabilization of tetragonal phase in polycrystalline zircônia. **J Mater Science**, 12, 2421-2426, 1977.
- [13] CARVALHO, R. L. A.; FARIA, J. C. B.; CARVALHO, R. F.; CRUZ, F. L. G.; GOYATÁ, F. R. **Indicações, adaptação marginal e longevidade clínica de sistemas cerâmicos livres de metal**: uma revisão da literatura. *Int J Dent*, Recife, 11(1):55-65, jan/mar, 2012.
- [14] BERNARDES, S. R.; TIOSSI, R.; MATTIAS, I. A. A. M.; SARTORI, G. T. **Tecnologia CAD/CAM aplicada à prótese dentária e sobre implantes**: o que é, como funciona, vantagens e limitações. Revisão crítica da literatura. *Jornal ILAPEO*. Volume 06, nº 01, Jan. Fev. Mar. 2012.
- [15] GOHARIAN, P.; NEMATI, A.; SHABANIAN, M.; AFSHAR, A. Properties, crystallization mechanism and microstructure of lithium disilicate glass–ceramic. **Journal of Non-Crystalline Solids journal**. Article history: Received 20 May 2009. Received in revised form 24 October 2009. Available online 4 January 2010. Disponível em: homepage: www.elsevier.com/locate/jnoncrysol.
- [16] KELLY JR, B. P. Ceramic materials in dentistry: historical evolution and current practice. **Aust Dent J**. 2011; 56(1): 84-96.

[17] GOMES, E. A.; ASSUNÇÃO, W.G.; ROCHA, E.P.; SANTOS, P.H. **Cerâmicas odontológicas**: o estado atual. Ceramic in dentistry: current situation. *Cerâmica*. 319-325, 2008.

[18] L.L. HENCH, J. WILSON, **An Introduction to Bioceramic**. Singapura: World Scientific, (1), 1993,1-23. (Advanced Series in Ceramics,1).

[19] ANUSAVICE, K.J., Phillips' **Science of Dental Materials**, 11th Edition, 832p, 2003, Elsevier, UK.

[20] HARDER, S.; WOLFART, S.; ESCHBACH, S.; KERN, M. Eighty ear out come of posterior inlay-retained all ceramic fixed dental prostheses. **J Dent**. 2010; 38(11): 875-81.

[21] FASBINDER, D. J.; DENNISON, J. B.; HEYS, D.; NEIVA, G. A clinical evaluation of chairside lithium disilicate CAD/CAM crowns: a two-year report. **J Am Dent Assoc**. 2010; 141 Suppl2:10S-4S.

[22] KELLY JR, BENETTI P. **Ceramic materials in dentistry: historical evolution and current practice**. *Aust Dent J*. 2011; 56(1): 84-96.

[23] J. W. MCLEAN, **The science and art of dental ceramics, vol II: bridge design and laboratory procedures in dental ceramics**, Ed. Rio de Janeiro:Quintessence, Rio de Janeiro, RJ (1980).

[24] SCHMITT, J.; WICHMANN, M.; KARL, M.; GÖLLNER, M.; LOHBAUER, U.; HOLST, S. Surface characteristics of zirconia-based posterior restorations: clinical and scanning electron microscopic analysis. **J Can Dent Assoc**. 2011; 77: b31.

[25] ISO. International Organization for Standardization. **Environmental management - the ISO family of international standards. 2007**. Disponível em: <<http://www.iso.ch>>. Acesso: 10 nov. 2015.

[26] EISENBURGER, M.; MACHE, T.; BORCHERS, L.; STIESCH, M. Fracture stability of anterior zirconia crowns with different core designs and veneered using the layering or the press over technique. **European Journal Of Oral Sciences**. 2011; 119: 253-7.

[27] KINA, S. **Cerâmicas dentárias**. R Dental Press Estét. 2005; 2(2): 112-28.

[28] ISO 6872 – **Dentistry – Ceramic materials**. Thirde dition 2008-09-01.

[29] MAGNAGO, R.O.; SANTOS, C.; MARCKZUK, V.C. **Avaliação das Propriedades de uma zircônia estabilizada com ítria de uso odontológico**. Article Full Dent Sci 2013 -5 (17); 117 – 122 pg.

[30] ROGERO, S. O.; HIGA, O. Z.; SAIKI, M.; CORREA, O. V.; COSTA, I. **Toxicology in Vitro**, v. 14, n. 6, p. 497-504, 2000.

[31] ISO 10993-5 - Biological evaluation of medical devices part 5: Test of *in vitro* cytotoxicity. **Third edition** 2009-06-01.

[32] MASSARDO, S. B. **Nanoindentação em vitrocerâmicas de dissilicato de lítio – fractografia e propriedades mecânicas**. Tese apresentada como requisito parcial à obtenção do grau de Mestre, pelo Curso de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais, do Setor de Ciências Exatas da Universidade Federal do Paraná. Orientador: Prof. Dr. Carlos Maurício Lepienski. Curitiba. 2011.

[33] PARTRIDGE, G. An overview of glass ceramics. Part 1. Development and principal bulk applications. **Glass technology**, v. 35, 1994, pp. 116 -127.

[34] BARBATO, C. N. *et al.* **Produção da vitrocerâmicas feldspática reforçada com leucita utilizando o feldspato contidos no pegmatito da região Borborema Seridó.** Rio de Janeiro, 2013.

[35] BARREIROS, M. M. *et al.* **Dissilicato de lítio: propriedades físicas, biológicas e estéticas.** 2013. Disponível em: <<https://www.omd.pt/congresso/2013/apresentacoes/p112>> Acesso em: 15/01/2014.

[36] SANTOS, C.; ELIAS, C.N.; MELO, A.M.; MONTEIRO, S.N. Zirconia block properties used for CAD/CAM dentistry restorations. **Materials Science Forum**, 2012, 727-728: 804-808.

[37] SOUBIÈS, F. *et al.* **Mobilidade do zircônio na bauxitização de rochas alcalinas do maciço de Poços de Caldas, Minas Gerais.** Revista Brasileira de Geociências. São Paulo, 1991.

[38] MARTINS, L.M. **Comportamento biomecânico das cerâmicas odontológicas.** Cerâmica, 2010; 56 (338): 148-155.

[39] MUKAEDA, L.E.; SANTOS, C.; BORGES, S.P.T.; ROBIN, A.L. Effect of phand flúor ideon be havior of dental ZrO₂ceramicsinartificial saliva. **Materials Science Fórum**, 2010, 660-661:879-884.

[40] CHEVALIER, J. What future for zirconia as a biomaterial? **Biomaterials**, 2006; 27: 535-43.

[41] SOARES, P.C.; LEPIENSKI, C.M. Residual estresse determination on lithium disilicate glass-ceramic by Nano indentation. **Journalof Non-CrystallineSolids**, v.348, 2004, pp. 139–143.

[42] Manual Vita 2009; Volume 07, **Manual de instrução de utilização de cerâmicas dentárias.** publicação em 03/2010.

[43] PACHECO, F. R.; CARDOSO, C.; SANTOS, M. M.; FERREIRA, G. **Estratégia para Restabelecimento de Dimensão Vertical de Oclusão com**

Mini-Jig Estético - Relato de Caso Clínico. Rev Odonto Bras Central 2012;21(56).

[44] BOZZOLA, J. J.; RUSSELL, L. D. Electron Microscopy. 2. ed. Jones and **Bartlett Publishers**, Boston – USA, 1992.

[45] PINI, N. P.; AGUIAR, F. H. B.; LIMA, D. A. N. L.; LOVADINO, J. R.; TERADA, R. S. S; PASCOTTO, R. C. Advances in dental veneers: material, applications, and techniques. **Clinical, Cosmetsc and Investigational Dentistry**.Vol. 4, pág. 9 – 16, February 2012.

[46] BLEICHER, L.; SASAKI, J. M. **Introdução à difração de raios-x em cristais**. Ceará, 2000.

[47] JCPDS – International center for diffraction data 2000, Advances in X Ray, Analysis.

[48] RITTER, R. G.; REGO, N. A. Material considerations for using lithium disilicate as a thin veneer option. **Journal of Cosmetic Dentistry**. Vol. 25, nº 3, pág. 11 – 117, 2009.

[49] SÁ, L.F.C. **Técnicas e implementação de rotinas para caracterização microestrutural de materiais com grãos equiaxiais**. Dissertação (Mestrado) Centro Universitário de Volta Redonda, Volta Redonda-RJ, 2011, 123p

[50] MARCHI, J. **Estudo de sinterização de cerâmicas à base de nitretos de silício utilizando-se como aditivos óxidos de cério e alumínio**. 1999. Dissertação (Mestrado em Ciências na área de Tecnologia Nuclear – Materiais) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 1999.

[51] CONRAD HJ, SEONG WJ, PESUN IJ. **Current ceramic materials and systems with clinical recommendations**: A systematic review. J Prosthet Dent. 2007; 98(5): 389-404.

[52] DAGUANO, J. K. M. F. “**Biovidros e vitrocerâmicos bioativos do sistema 3CaO.P2O5-SiO2-MgO para aplicações biomédicas: processamento e caracterizações estruturais, mecânicas e biológicas**”, tese doutorado Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais-PPGEM, Escola de Engenharia de Lorena – EEL, Universidade de São Paulo – USP, São Paulo, 2010.

[53] TOMPSON, J. Y; STONER, B. R.; PIASCIK JR. **Ceramics for restorative dentistry: critical aspects for fracture and fatigue resistance**. Mater Sci Eng. 2006; 5: 327-34.

[54] TINSCHERT, J.; ZWEZ, D.; MARX, R.; ANUSAVICE, K. J. Structural reliability of alumina-, feldspar-, leucite-, mica- and zirconia-based ceramics. **J Dent**. 2000; 28:529-35.

[55] SANTOS, C.; ELIAS, C.N. **Comparação das propriedades e biocompatibilidade de blocos de zircônia nacionais e importados para uso em prótese dentárias**. Rev. Bras. Implant, 2007, 13 (3): 13-16.

[56] CADIOLI, L.P.; BAITILO, L. G. **Materiais cerâmicos**: um estudo sobre vitro cerâmico. Revista de Ciência e Tecnologia. 2009, v. 4, nr. 4, pp. 147 – 161.

[57] CÂNDIA, M. A. F.; GASPAR, J. C.; SZABÓ, G. A. J. **A interação de cromo-espínlio com fases silicáticas nos processos metamórficos**. Revista Brasileira de Geociências. São Paulo, 1999.

[58] TIPLER, P. A.; MOSCA, G. **Física para Cientistas e Engenheiros**. V. I, 6ª edição, Ed. LTC, Santa Catarina, Brasil, pp. 670. 2009.

[59] SILVA, M. A.. **Dilatação térmica e a Calorimetria**. Brasil escola. Disponível em:<<http://www.brasilecola.com/fisica/dilatacao-termica-calorimetria.htm>> Acesso em: 27/12/2013.

[60] STEVENS, R. Zirconia: second phase particle transformation toughening of ceramics. **Transactions and Journal of the British Ceramic Society**, v.80, p81-85, 1981.

[61] ANSTIS, G. R.; CHANTIKUL, P.; LAWN, B. R.; MARSHALL, D. B. "A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I. Direct Crack Measurements". **J. Amer. Ceram. Soc.** 64 [9], 533-538 (1981).

[62] BETANCOURT-CANTERA, J. A.; SANCHEZ-DE JESUSA, F.; TORRES-VILLASENOR, G.; BOLARIN-MIRO, A. M.; CORTES-ESCOBEDO, C. A. **Extended solid solubility of a Co-Cr system by mechanical alloying. Journal of Alloys and Compounds.** Disponível em: www.elsevier.com/locate/jallcom

[63] BUSCHINELLI, J. T.; KATO, M. **Manual para interpretação de informações sobre substâncias químicas.** São Paulo: Funda centro, 2012.

[64] ASTM: C1327-99. **Standard test method for vickers indentation hardness of advanced ceramics.** pp. 1-8, 1999.

[65] ASTM: C-1421-99. **Standard test method for determination of fracture toughness of advanced ceramics at ambient temperature.** pp. 1-32, 1999.

[66] ASTM: C-1161-90. **Standard test method for flexural strength of advanced ceramics at ambient temperature.** pp. 333-339, 1998.

[67] M.Montazerian,P.Alizadeh,B.EftekhariYekta, **Pressure lesss intering and mechanical propertie sofmica glass-ceramic/Y-PSZcomposite**,J.Eur.Ceram. Soc. 28(14)(2008)2687–2692.

[68] R.Ceylantekin,C.Aksel,**Improvements on the mechanical properties and thermal shock behaviours of MgO-spinel composite refractories by ZrO2 incorporation**, Ceram.Int.38(2)(2012)995–1002.

[69] D.Baghmar,**Structural phase transitions and elastic properties of zirconia**, **Phase Trans.**86(8)(2013)811–823.

[70] E.Y.Fogaing,Y.Lorgouilloux,M.Huger,C.P.Gault,Young'smodulusofzirconia at hightemperature,J.Mater.Sci.41(22)(2006)7663–7666.

- [71] M.Ipek,S.Zeytin,C.Bindal,**Effect of ZrO₂ on phase transformation of Al₂O₃**, Ceram. Int.36(3)(2010)1159–1163.
- [72] M.Szutkowska,**Fracture resistance behavior of alumina-zirconia composites**, J. Mater.Process.Technol.153–154(2004)868–874.