



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

**CERÂMICAS INFILTRADAS À BASE DE ESPINÉLIO ($MgAl_2O_4$)
PARA APLICAÇÕES ODONTOLÓGICAS**

FERNANDA DE ASSIS BAIÃO MIRANDA PEREIRA

VOLTA REDONDA

2016



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

**CERÂMICAS INFILTRADAS À BASE DE ESPINÉLIO ($MgAl_2O_4$)
PARA APLICAÇÕES ODONTOLÓGICAS**

Dissertação apresentada ao Mestrado Profissional em Materiais do Centro Universitário de Volta Redonda - UniFOA, como requisito obrigatório para a obtenção do título de mestre em Materiais sob a orientação do Prof. Dr. Roberto de Oliveira Magnago na área de Processamento e Caracterização de Materiais Reciclados, Compósitos, Nanomateriais e Biomateriais na linha de pesquisa de Materiais Cerâmicos.

Aluna: Fernanda de Assis Baião Miranda Pereira

Orientador: Prof. Dr. Roberto de Oliveira Magnago

Coorientador: Prof. Dr. Claudinei dos Santos

VOLTA REDONDA

2016

FICHA CATALOGRÁFICA

Bibliotecária: Alice Tacão Wagner - CRB 7/RJ 4316

P436c Pereira, Fernanda de Assis Baião Miranda.

Cerâmicas infiltradas à base de espinélio(MgAl₂O₄) para aplicações odontológicas. / Fernanda de Assis Baião Miranda Pereira - Volta Redonda: UniFOA, 2016.

53 p. : II

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

FOLHA DE APROVAÇÃO

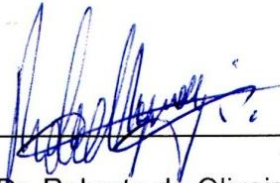
Aluna: Fernanda de Assis Baião Miranda Pereira

**CERÂMICAS INFILTRADAS À BASE DE ESPINÉLIO ($MgAl_2O_4$)
PARA APLICAÇÕES ODONTOLÓGICAS**

Orientador:

Prof. Dr. Roberto de Oliveira Magnago

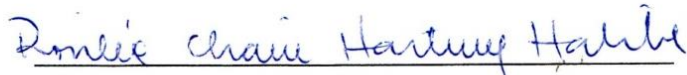
Banca Examinadora



Prof. Dr. Roberto de Oliveira Magnago



Prof. Dr. José Vitor Candido de Souza



Profa. Dra. Rosiléa Chain Hartung Habibe

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus, meus pais, José de Assis Pires de Miranda e Sônia de Cassia Baião Miranda, Gustavo de Assis Baião Miranda e José de Assis Pires de Miranda Júnior, ao meu orientador Professor Roberto Magnago, a minha companheira de projeto Paula Cipriano, ao Professor Claudinei dos Santos, exemplo e fonte de grande sabedoria e superação e ao meu amado marido Wesley Luis Rodrigues Pereira.

RESUMO

Neste trabalho foram desenvolvidos blocos cerâmicos com finalidade de suprir o mercado com matéria prima no sistema CAD/CAM e o mercado odontológico . Estes blocos foram desenvolvidos, a partir do espinélio, $MgAl_2O_4$, um material cerâmico com reconhecida translucidez. Pós de espinélio foram compactados uniaxialmente a 100MPa por 30 segundos e pré-sinterizados buscando a obtenção de blocos cerâmicos porosos. Estes blocos foram caracterizados e indicaram 80% de densidade relativa. Difração de raios X indicaram apenas a fase $MgAl_2O_4$. Amostras com 15mmx15mmx1mm foram submetidas à infiltração utilizando vidro rico em Lantânio (La) de marca e modelo VITA In Ceram Spinell. Os produtos serão caracterizados por microscopia eletrônica de varredura; as propriedades mecânicas de dureza e tenacidade à fratura foram avaliadas. Os resultados serão comparados com o produto comercial VITA In Ceram Spinell. Densidades relativas superiores a 92%, dureza em torno de 900HV e tenacidade superior a $2,5MPa.m^{1/2}$ foram obtidos para os dois sistemas analisados.

Palavras-Chave: Materiais Cerâmicos; Espinélio; Infiltração; Biocompatibilidade.

ABSTRACT

In this study were developed ceramic blocs in order to supply the market with raw material in the CAD/CAM system. These blocks were developed starting spinel, $MgAl_2O_4$, an organic material of recognizes translucency. Spinell powder were compressed uniaxially at 100MPa for 30 seconds and pre-sintered seeking to obtain porous ceramic blocks. These blocks were characterized and showed 80% of relative density. Difraccion of Rx only indicated the $MgAl_2O_4$ phase 15x15x1mm samples were subjectd to infiltration using rich glass Lanthanun (LA) brand characterized by scanning electron microscopy; merchanical properties of hardness and fracture toughness were evaluated. The results will be compared whit commercial product VITA In Ceram Spinell. Relative densities exceeding 92%, hardness of about 900HV and higher toughness $2,5MPa.m^{1/2}$ were obtained for both systems examined.

Keywords: Dental Materials; Spinell; Characterization; Infiltration; Mechanical Properties.

LISTA DE TABELA

Tabela 1 - Tabela de resultados obtidos neste trabalho.....	48
---	----

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Scanner da máquina CAD/CAM	19
Figura 2 - Imagem virtual	20
Figura 3 - Peça sendo usinada	20
Figura 4 - Peça após a usinagem	21
Figura 5 - Modelo de prótese fixa de 4 elementos após a aplicação da porcelana ..	21
Figura 6 - Catálogo de sugestão de aplicação de cerâmica de infraestrutura de produto VITA.....	23
Figura 7 - Propriedades da Cerâmica de Espinélio Comercial Infiltrada	24
Figura 8 - Propriedades Exigidas para Aplicações de Cerâmicas Dentárias de Acordo com a Norma ISO 6872.....	25
Figura 9 - Variação da porosidade e consequente retração durante o processo de Sinterização via Estado Sólido.....	27
Figura 10 - Mecanismos de transporte de massa durante a sinterização sólida	28
Figura 11 - Mecanismo de transporte de Material durante o crescimento do pescoço na SFS.....	29
Figura 12 - Fluxograma de atividades realizadas neste trabalho	30
Figura 13 - Produtos comerciais utilizados em sistemas de infiltração	31
Figura 14 - Detalhe da aplicação do vidro na superfície da estrutura cerâmica pré-sinterizada (antes da infiltração)	33
Figura 15 - Desenho esquemático da Indentação Vickers	36
Figura 16 - Difratogramas de raios X das matérias-primas utilizadas neste trabalho: a) Espinélio sinterizado; b) espinélio comercial (Saint Gobain); c) Vidro rico em Lantânio	39
Figura 17 - Morfologia dos pós de vidros obtidas por microscopia eletrônica de varredura	41
Figura 18 - Densidade relativa dos blocos de espinélio em função da temperatura de pré-sinterização	42
Figura 19 - MEV representativas de superfícies de fratura dos blocos pré-sinterizados comerciais (VITA)	43
Figura 20 - MEV representativas de superfícies de fratura dos blocos pré-sinterizados obtido neste trabalho.....	44

Figura 21 - Difratoograma de raios X das amostras pré-sinterizadas	45
Figura 22 - MEV das amostras após infiltração (produto VITA)	46
Figura 23 - MEV das amostras desenvolvida neste trabalho após infiltração	47

LISTA DE ABREVIATURAS

ANVISA	Agência Nacional de Vigilância Sanitária
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
CAD / CAM	<i>Computer Aided Design / Computer Aided Manufacturing</i> (Desenho Auxiliado por Computador / Fabricação Assistida por Computador)
DCTA – IAE – AMR	Centro Tecnológico da Aeronáutica Instituto Aeroespacial divisão de Materiais
HV	<i>Hardness Vickers</i> (Dureza Vickers)
In Ceram	Sistema Comercial de Infiltração de Vidro da Empresa VITA
ISO	<i>International Standard Organization</i> (Organização Internacional para Padronização)
La	Lantânio
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
SFS	Sinterização via Fase Sólida
SFL	Sinterização por Fase Líquida
VPL	Valor Presente Líquido
K_{Ic}	Tenacidade à Fratura

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	13
2	OBJETIVOS	15
3	JUSTIFICATIVA	16
4	REVISÃO BIBLIOGRAFICA	17
4.1	Cerâmicas dentárias	17
4.2	Sistema CAD/CAM	18
4.3	Sistemas Infiltrados	21
4.4	Sistema Infiltrado de Espinélio.....	23
4.5	Infiltração de Vidro.....	24
4.6	Normatização de Cerâmicas Dentárias – Norma ISO 6872	24
4.7	Espinélio.....	25
4.8	Sinterização.....	27
5	MATERIAIS E METÓDOS.....	30
5.1	Materiais.....	31
5.1.1	Caracterização das Matérias Primas	31
5.2	Processamento.....	32
5.2.1	Compactação	32
5.2.2	Pré-sinterização.....	32
5.2.3	Procedimentos de Infiltração de Vidro	32
5.2.4	Determinação da Densidade	34
5.2.5	Difração de Raios X.....	35
5.2.6	Análise Microestrutural	35
5.2.7	MEV	35
5.2.8	Dureza Vickers (HV) - Ensaio de Microdureza	36
5.2.9	Tenacidade à Fratura (K_{IC})	37
6	Resultados e Discussão	39
6.1	Caracterização das matérias - primas	39
6.2	Caracterização dos blocos pré-sinterizados	42
6.2.1	Densidade relativa a verde	42
6.2.2	Caracterização dos produtos infiltrados.....	44
6.3	Resultados Blocos Infiltrados.....	46

7	CONCLUSÕES	49
	REFERÊNCIAS	50

1 INTRODUÇÃO

A busca pelo novo cresce a cada dia. Atualmente o mercado está preparado para adequações e mudanças na tecnologia, que criem e reciclem produtos a fim de aumentar a competição pelo melhor preço sem perder a qualidade. Essas mudanças estão em todos os setores, sejam eles automobilísticos, alimentícios, estéticos ou até mesmo nos setores odontológicos ^[1].

No ramo da odontologia existe um mercado bem aquecido para o uso de próteses e implantes. As próteses dentárias estão cada vez mais modernas e mais adaptadas anatomicamente devido ao uso das máquinas CAD/CAM que significam *Computer Aided Design* (Desenho Auxiliado por Computador) / *Computer Aided Manufacturing* (Fabricação Assistida por Computador). Isto significa projetar um componente qualquer na tela do computador e transmitir a informação por meio de interfaces de comunicação entre o computador e um sistema de fabricação ^[2].

Hoje o país conta com cerca de 600 máquinas para a produção dessas próteses, as quais são capazes de produzir cerca de 50 elementos (unidades de próteses dentárias) por dia. Anualmente, é observado um crescimento de cerca de 30% ao ano em máquinas, que correspondem ao mesmo crescimento em insumos (materiais dentários para confecção de próteses) ^[3].

Para atender a esses sistemas CAD/CAM existem diferentes materiais cerâmicos usados como matérias-primas para a fabricação das próteses. Os materiais cerâmicos majoritariamente importados sofrem severas dificuldades para conseguir registros na ANVISA, o que competitivamente favorece as empresas nacionais. Assim há mercado aberto a ser estudado, pois hoje o Brasil possui apenas poucas empresas registradas, que fabricam cerâmicas dentárias pelo sistema CAD/CAM, dentre elas estão VIPI e ANGELUS ^[2].

A matéria prima mais utilizada atualmente para fabricação das próteses dentárias cerâmicas é a Zircônia (ZrO_2). Este material possui excelente resistência a fratura (900MPa), tenacidade ($8MPa.m^{1/2}$) que comparada a outras cerâmicas tais como alumina (Al_2O_3) que possui resistência a fratura de 300MPa com tenacidade

de $3\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, indicam que pode ser utilizada em aplicações mais nobres com maior confiabilidade do produto. Em contrapartida, este material possui um alto custo ^[4].

Analisando esses dados observa-se no Espinélio (MgAl_2O_4) uma possibilidade em aplicá-lo como matéria prima para produção de próteses dentárias para dentes anteriores afim de obter boas propriedades e um menor custo no valor final do produto. A composição química do espinélio apresenta propriedades, como alto ponto de fusão em torno de 2135°C , alta resistência a ataque químico, boa resistência mecânica a temperatura ambiente e em temperaturas elevadas, baixa constante dielétrica, baixa expansão térmica, boas propriedades catalíticas, e uma excelente translucidez ^[5].

2 OBJETIVOS

O objetivo deste trabalho foi o desenvolvimento e caracterização de uma biocerâmica à base de Espinélio ($MgAl_2O_4$), uma cerâmica de baixo custo, visando a aplicação como matéria-prima para confecção de próteses dentárias utilizando técnica de prototipagem CAD/CAM. A proposta foi criar um produto no formato de blocos porosos ricos em espinélio que, após a confecção de prótese, foi submetida à infiltração de um vidro de Lantânio que tem uma alta resistência mecânica, visando gerar infraestrutura, para aplicação de porcelana, para conferir-lhe forma, função estética e conseqüentemente a criação de próteses dentárias, para aplicação nos dentes anteriores.

3 JUSTIFICATIVA

O espinélio é um material biocompatível estético, ideal para a confecção de próteses unitárias em dentes anteriores, possui excelente translucidez é produto de baixo custo. A justificativa é possibilitar ao mercado odontológico em grande expansão um material alternativo para sistema CAD/CAM, pois os materiais existentes no mercado possuem um alto custo. Seu processo de fabricação por infiltração é mais barato que o de usinagem de ZrO_2 e no país não há produto similar fabricado.

4 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

4.1 Cerâmicas Dentárias

As cerâmicas se apresentam como excelente alternativa de tratamento restaurador da estrutura dental, devido à sua biocompatibilidade, resistência à compressão, condutibilidade térmica semelhante aos tecidos dentais, radiopacidade, integridade marginal, estabilidade de cor e, principalmente, excelente potencial para simular a aparência dos dentes ^{[6][7][8]}.

Embora o emprego rotineiro de cerâmicas em odontologia restauradora seja um fenômeno recente, o desejo por um material estético e durável é antigo ^[9]. A introdução da arte de difundir porcelana, cerca de 200 anos atrás, deve ser vista como um dos desenvolvimentos históricos mais importantes e significantes na ciência dos materiais dentários ^[10].

O desenvolvimento das porcelanas obtidas a vácuo por e a união da porcelana às ligas áuricas, introduzidas por Weinstein *et. al.* ^[11] no início dos anos 60, foi um divisor de águas em estética dental, uma vez que a porcelana a vácuo tornou dentistas e técnicos mais conscientes do significado estético da transmissão de luz e das mudanças no índice de refração e reflexão das porcelanas opacas e, sua união ao metal permitiu que a infraestrutura em ouro fosse ocultada esteticamente pela porcelana aderida ^{[12][13]}.

Nos últimos 20 anos, refinamentos no sistema metalo-cerâmico dominaram a pesquisa em cerâmica dental e resultaram na melhoria de ligas, adesão da porcelana ao metal e diferentes porcelanas ^[11]. Embora as restaurações metalo-cerâmicas venham sendo empregadas com boa margem de sucesso clínico, preocupações quanto às limitações em relação a biocompatibilidade e qualidades óticas tem impellido ao desenvolvimento e aplicação de restaurações totalmente cerâmicas ^[14].

As restaurações dentais devem preencher três requisitos principais: resistência, adaptação e estética. A porcelana feldespática é a cerâmica dental mais

comumente utilizada, porém, embora altamente estética, representa características estruturais e mecânicas pobres, fazendo-se necessário o uso de uma infraestrutura de reforço ^{[12][15]}.

O contínuo desenvolvimento dos materiais cerâmicos e das técnicas de fabricação, somados aos avanços nos materiais e métodos de processamento, conduziram a introdução de sistemas totalmente cerâmicos contendo infraestrutura e recobrimento, ambos cerâmicos ^[16].

Apesar das vantagens apresentadas pelas restaurações totalmente cerâmicas, incluindo estética, biocompatibilidade, durabilidade, capacidade de ser condicionada e resistência em meio oral por longo tempo sem se deteriorar, clinicamente estes materiais apresentam algumas desvantagens. Seu potencial para fratura catastrófica e desgaste abrasivo dos dentes antagonistas é considerado um ponto problemático quanto ao seu uso ^{[17][18][19]}.

Para a confecção de infraestruturas, também chamados de núcleos, são utilizados núcleos de espinélio, quando a translucidez é uma característica exigida. Este é uma alternativa a infraestrutura de alumina, quando há opacidade da coroa final. O espinélio inicialmente trabalhado pela técnica de colagem por barbotina hoje são desenvolvidos por pré-sinterização desenvolvidos blocos para usinagem CAD/CAM, posteriormente, o bloco usinado recebe a infiltração de vidro de lantânio para melhorar sua resistência à flexão e uma adequada translucidez, estando pronto para receber a porcelana para lhe conferir função e forma estética de um dente natural. A vantagem desta técnica é a precisão dimensional, pós-infiltração, a qual permite perfeita adaptação na boca do paciente ^[20].

4.2 Sistema CAD/CAM

O sistema CAD/CAM é uma tecnologia que corresponde à integração das técnicas CAD e CAM num sistema único e completo. Consiste em projetar um componente qualquer na tela do computador e transmitir a informação por meio de interfaces de comunicação entre o computador e um sistema de fabricação. Este

conjunto de equipamentos e ferramentas trabalha por prototipagem é usada na fabricação das peças, estruturas e componentes empregados em várias aplicações. Na odontologia, o início do emprego dos sistemas CAD/CAM ocorreu no final da década de 70 e início da década de 80 [21].

Os sistemas comerciais CAD/CAM utilizados para confecção de próteses odontológicas são compostos por um dispositivo para a leitura (scanner) para a captação da forma do modelo ou troquel, pelo *software* específico para manipular a imagem virtual obtida pelo scanner e lida no computador, essas informações são direcionadas a unidade de usinagem e posteriormente para o sistema de sinterização. A figura 1 apresenta uma imagem representativa de um scanner dental [21].

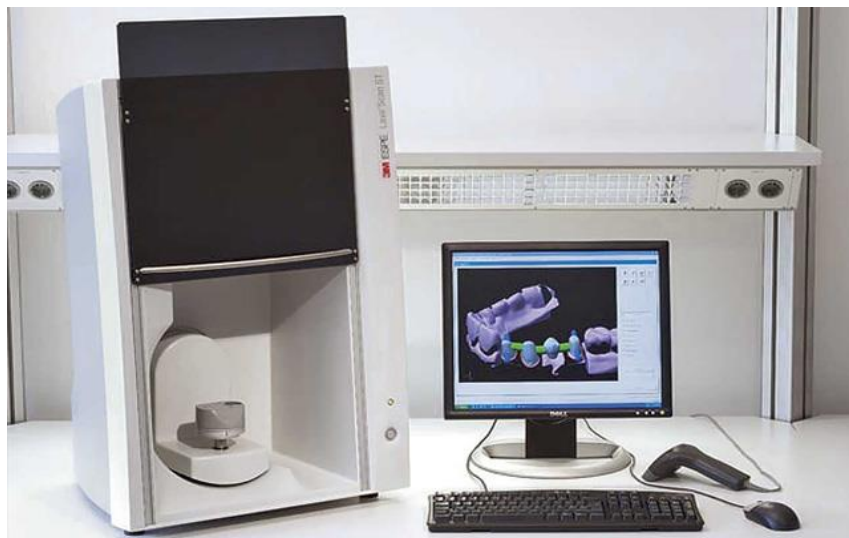


Figura 1 - Scanner da maquina CAD/CAM.

Fonte: [22]

A sequência a seguir, figuras 2, 3, 4 e 5, apresentam ilustrações de uma prótese digitalizada de uma peça cerâmica sendo fresada, de uma prótese fixa de quatro elementos .



Figura 2 - Imagem virtual.

Fonte: [22]



Figura 3 - Peça sendo usinada.

Fonte: [22]

Após usinagem a prótese é submetida à sinterização, ou infiltração de vidros e em seguida sofre aplicação de porcelana de recobrimento.



Figura 4 - Peça após a usinagem

Fonte: [23]



Figura 5 - Modelo de prótese fixa de quatro elementos após a aplicação da porcelana

Fonte: [22]

Na comparação com as técnicas existentes, o sistema CAD/CAM tem um melhor desempenho no que se diz respeito à rapidez, durabilidade, biocompatibilidade, dispensa a realização dos modelos refratários, elimina o uso do metal deixando uma estética mais próxima da natural, baixa taxa de fraturas devido à alta qualidade dos blocos cerâmicos ^[21].

4.3 Sistemas Infiltrados

Os sistemas infiltrados foram introduzidos em 1987 a partir do processamento refinado de colagem de barbotina (*slipcasting*). O sistema *In Ceram* é um sistema

que consiste na confecção de uma cerâmica parcialmente sinterizada, porosa e infiltrada com vidro, o que lhe confere resistência mecânica compatível com a demanda mastigatória ^[24] ^[25].

Uma das dificuldades para aplicação das cerâmicas estruturais de uma maneira geral é a confiabilidade inerente ao próprio material. Dentre as formas de se obter uma maior confiabilidade está a otimização das etapas de processamento cerâmico ^[25]. Peças cerâmicas estão sujeitas à presença de defeitos superficiais e internos, inerentes ao processo de fabricação, os quais comprometem seu desempenho mecânico. Porém suas propriedades não são influenciadas unicamente pelo processamento, condensação, fusão, solidificação e cristalização, mas são também, fortemente dependentes das habilidades individuais dos operadores ^[26].

A Figura 6 indica as diferentes aplicações de cerâmicas aplicadas por sistema de infiltração ou CAD/CAM, em função da composição química do produto. O material que confere mais indicações por sua resistência mastigatória é o VITA In Ceram que é recomendado desde um *copping*, subestrutura, coroa total anterior, até uma prótese fixa de quatro elementos. O VITA In Ceram Zircônia está recomendado à coroa total unitária a prótese fixa de três elementos posteriores e prótese fixa com três elementos anteriores que é possível também utilizá-lo em coroa total unitária anterior. O VITA In Ceram Alumina tem indicação para coroa total unitária em dentes anteriores, coroa total em dentes posteriores e prótese fixa com até três elementos anteriores. E o In Ceram Espinélio que está recomendado para prótese total unitária anterior e é possível ser utilizadas em blocos *onlay*, (com envolvimento de cúspide), e *inlay* (sem envolvimento de cúspide), e coroa total posterior ^[26].

Indicação										
Variante do material										
VITA In-Ceram® Classic SPINELL	○	○	—	—	●	○	—	—	—	—
VITA In-Ceram® Classic ALUMINA	—	—	—	—	●	●	●	—	—	—
VITA In-Ceram® Classic ZIRCONIA	—	—	—	—	○	●	●	●	—	—
VITA In-Ceram® Classic YZ-CUBES	—	—	—	●	●	●	●	●	●	●

- recomendado
- possível

Figura 6 - Catalogo de sugestão de aplicação de cerâmica de infraestrutura de produto VITA

Fonte: [27]

4.4 Sistema Infiltrado de Espinélio

O sistema infiltrado com matriz de espinélio foi idealizado para utilização de próteses dentárias totalmente cerâmicas, apresentando boas propriedades mecânicas, em torno de 300MPa a 400MPa depois de infiltrado, possui boa translucidez, boa adaptação e agilidade na confecção do trabalho. O espinélio é indicado somente para facetas laminadas, coroas unitárias em dentes anteriores, *inlays* e *onlays*. Ele possui translucidez superior as cerâmicas a base de alumina porque o índice de refração de sua fase cristalina é mais próxima ao do vidro e sua infiltração a vácuo permite menor porosidade, sendo portanto indicado em situações onde se deseja maior translucidez da estrutura. Estes materiais são contra indicados para coroa de dentes posteriores ^[20].

A infraestrutura In Ceram é produzida via CAD/CAM pela fresagem de blocos pré-sinterizados da cerâmica. Quando comparada com a técnica em barborina apresentam menor número de macro poros nos blocos e a estrutura porosa aberta é mais homogênea, acarretando aumento da resistência flexural ^[28]. A figura 7 apresenta as propriedades do espinélio infiltrado.

Figura 7 - Propriedade da Cerâmica de Espinélio Comercial Infiltrada

Propriedades Físicas e Químicas	Valores Tabelados
Coeficiente de Expansão Térmica CTE (20-500°C)	$7,710^{-6}/k$
Solubilidade Química (ISO 6872)	$1025\mu g/cm^2$
Densidade Infiltrada	$3,57g/cm^3$
Resistência Flexural (ISO 6872)	400Mpa
Módulo de Elasticidade (Método da Ressonância)	185GPa

Fonte: [28]

4.5 Infiltração de Vidro

É um processo de infiltração onde o vidro ocupa os espaços intersticiais (poros) e diminui a quantidade de trincas e irregularidades de superfícies, aumentando significativamente a resistência do material. Um aspecto favorável do processo de infiltração refere-se à diferença entre os coeficientes de expansão térmica que, no caso da matriz de espinélio e de vidro, gera forças compressivas e tensão residual na interface espinélio vidro, neutralizando parte das forças de tração que atuam sobre a infraestrutura cerâmica, limitando a propagação de trincas. Basicamente, o coeficiente de expansão térmica do vidro deve ser um pouco menor, ou próximo à subestrutura, para permitir maior resistência aos impactos. Os vidros de alumino-silicato de lantânio possuem elevada estabilidade química e a incorporação de aditivos como ítria melhora a durabilidade aquosa dos vidros de silicato de lantânio [27] [28] [29] [30].

4.6 Normatização de Cerâmicas Dentárias – Norma ISO 6872

A norma ISO 6872 é referência para validação de produtos cerâmicos usados na odontologia. A figura 8 apresenta as exigências mínimas dos materiais cerâmicos aplicados em próteses dentárias [31]. Os produtos são divididos em classes, diferenciadas por recomendações de casos clínicos e indicam valores mínimos de

resistência à flexão e máximo para solubilidade química. O produto desenvolvido neste trabalho se encaixa pela classificação da tabela na Classe 4a.

Figura 8 - Propriedades exigidas e aplicações de Cerâmicas dentárias de acordo com a norma ISO 6872.

Classe	Indicações Clínicas Recomendadas	Propriedades Químicas e Mecânicas	
		Tensão 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	50	100
	b) Cerâmica estética: próteses unitária anterior, veneer, inlay ou onlay		
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	a) 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 três elementos não envolvendo restauração de molar		
5	a) Subestrutura cerâmica para prótese de três elementos envolvendo restauração de molar	500	2000
6	a) Subestrutura cerâmica para prótese envolvendo quatro ou mais elementos	800	100

Fonte: [31]

4.7 Espinélio

O espinélio com fórmula química dada por MgAl_2O_4 , é um mineral natural, encontrado na areia em conjunto com pedras calcárias e dolomitas. Cristais de espinélio apresentam simetria cúbica bem desenvolvida, são incolores ou pigmentados, transparentes, brilhantes ou turvos, nos quais se observam com frequência a formação geminada ^[27].

Em razão das colorações inconstantes, a composição do espinélio natural varia muito. Por este motivo, o espinélio utilizado na indústria é produzido de forma

sintética. A princípio eram misturados óxidos de magnésio (MgO) com óxidos de alumínio (Al_2O_3) numa proporção de 1:1 e transformados em espinélio em temperaturas superiores 1600°C . Este processo por ser muito dispendioso, em razão da necessidade de altíssimas temperaturas, fez com que outras técnicas fossem desenvolvidas para a obtenção do espinélio sintético, por exemplo, a divisão térmica de misturas de sais ou evaporação e divisão de nitratos ^[27]^[20].

O espinélio estequiométrico funde-se a 2135°C . Pelo método empírico de sinterização, a temperatura mínima de pré-sinterização é de 1275°C que corresponde a 60% da temperatura de fusão do espinélio estequiométrico. Já a temperatura máxima de sinterização possível para densificação é de aproximadamente 1922°C , que corresponde a 90% da temperatura de fusão do espinélio estequiométrico ^[20].

O espinélio apresenta propriedades de materiais excepcionais, que são muito respeitadas na indústria. Em razão do seu ponto de fusão elevado (2135°C), tem dureza favorável (mesmo em temperaturas extremas) e condutividade térmica baixa, é aplicado como material resistente ao fogo, por exemplo, no revestimento de fornos ou tubos protetores para termo elementos. A indústria de joias se aproveita da transmissão de luz favorável, brilho alto, bem como da possibilidade de obter cores diversas com o acréscimo de determinados óxidos metálicos, para produzir pedras preciosas sintéticas. Resistência elevada, estabilidade química favorável, transmissão de luz excepcional e condutividade elétrica baixa são propriedades que também chamaram a atenção na prótese dentária ^[32].

Uma área de atuação, onde não somente os materiais aplicados precisam ter qualidade, bem como apresentar e produzir uma estética natural. Boas experiências neste campo já foram obtidas com a técnica In Ceram, na qual os pós de alumina e zircônia, bem como espinélio, são aplicados como material base na confecção de subestruturas. O pó de espinélio foi ajustado perfeitamente para a técnica comercial e o recobrimento na sequência com uma cerâmica de estrutura fina de expansão térmica compatível. A cor da subestrutura é modulada no inicial pó branco de espinélio, pela infiltração de vidros especiais cromatizados ^[33].

4.8 Sinterização por fase Sólida

O processo de sinterização pode ser entendido como um processo térmico cujo objetivo principal é produzir uma forte união entre partículas quando ativadas termicamente. A sinterização ocorre a temperaturas abaixo do ponto de fusão do material cerâmico, usualmente acima de 50% da temperatura de fusão (medida em escala absoluta), através do transporte difusional de massa e calor, dito Sinterização via Fase Sólida (SFS) [34].

De acordo com as propriedades requeridas, é importante o controle do grau de porosidade dos materiais cerâmicos, pois para certas propriedades como, condutividade térmica, translucidez e alta resistência mecânica, uma baixa porosidade é requerida; ao passo que, em propriedades como permeabilidade, materiais com alta porosidade são exigidos. Assim, a escolha do processo de sinterização também se deve ao grau de porosidade pretendido nos corpos sinterizados. A Figura 9 ilustra esquematicamente a mudança de porosidade, durante o processo de sinterização.



Figura 9 - Variação da porosidade e conseqüente retração, durante o processo de sinterização no estado sólido

Fonte: [35]

Durante o processo de sinterização por fase sólida, prevalece o transporte de massa, que tem por conseqüência a diminuição da área superficial e a redução da energia do sistema [21].

Os caminhos de transportes de massa, responsáveis pela sinterização devem incluir fenômenos como difusão volumétrica, difusão através do contorno de grãos, evaporação/condensação ou qualquer combinação das mesmas. Em todos os casos, a força termodinâmica é a responsável pela redução da energia superficial, pois ela é induzida, pelo excesso de energia superficial, a transportar material durante a sinterização. Na consideração dos mecanismos de transporte durante a sinterização devem-se incluir, além dos caminhos, a fonte e o sumidouro de massa [34].

Na Figura 10 são apresentados, basicamente, seis possíveis mecanismos para transporte de massa, durante a sinterização em fase sólida, detalhados na Figura 11. Verifica-se que todos os mecanismos levam a um crescimento do pescoço. No mecanismo de difusão através do contorno de grão, a massa origina-se no próprio contorno e acaba por se depositar na interseção do contorno de grão com a superfície de pescoço. Isto somente será possível através de uma redistribuição superficial da massa que chega à interseção do contorno de grão com a superfície do pescoço. Portanto, o mecanismo de difusão através do contorno de grão dá-se em dois estágios consecutivos: difusão de material através do contorno de grão, seguido de uma redistribuição superficial [21] [34].

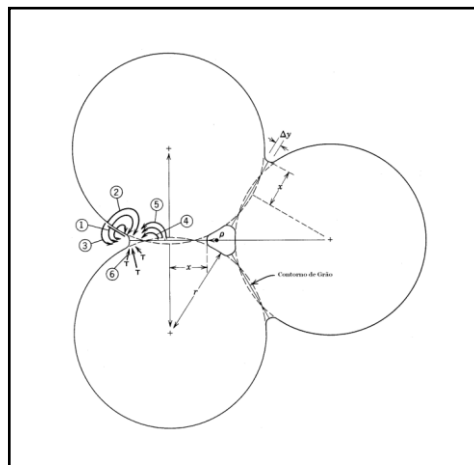


Figura 10 - Mecanismos de transporte de massa durante a sinterização sólida.

Fonte: [36]

Onde: r = raio inicial da partícula; ρ = raio de curvatura do pescoço; x = altura do pescoço; Δy = parâmetro de aproximação dos centros; T = discordâncias.

Figura 11 - Mecanismos de transporte de material durante o crescimento do pescoço na SFS.

Mecanismo	Caminho de Transporte	Fonte do material	Sumidouro
1	Difusão pela superfície	Superfície	Pescoço
2	Difusão pelo volume	Superfície	Pescoço
3	Evaporação-Condensação	Superfície	Pescoço
4	Difusão pelo contorno de grão	Contorno do grão	Pescoço
5	Difusão pelo volume	Contorno de grão	Pescoço
6	Difusão pelo volume	Discordâncias	Pescoço

Fonte: [36]

5 MATERIAIS E METÓDOS

A Figura 12 apresenta um fluxograma resumido das atividades realizadas neste trabalho.

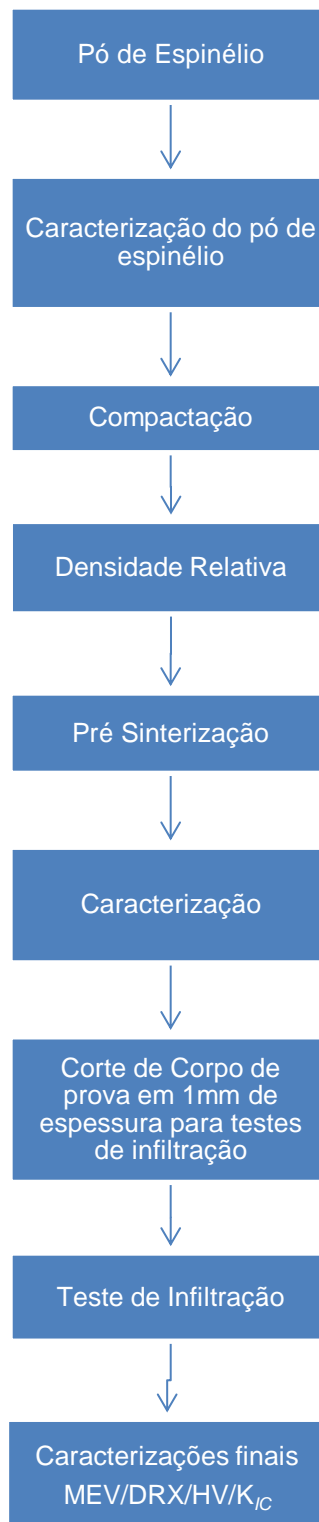


Figura 12 - Fluxograma de atividades realizadas neste trabalho.

5.1 Materiais

A matéria-prima utilizada nos experimentos foi o pó de espinélio sintetizado fornecido pelo DCTA – IAE – AMR com 99% de pureza. Bloco pré sinterizado e o vidro de Lantânio da VITA também foram caracterizados. Os materiais são apresentados na Figura 13.



Figura 13 - Produtos comerciais utilizados em sistemas de infiltração. *Esquerda*: Bloco pré-sinterizado de espinélio para usinagem CAD/CAM. *Direita*: Vidro comercial rico em lantânio para infiltração.

5.1.1 Caracterização das Matérias Primas

A massa específica foi determinada pelo método geométrico. As amostras foram medidas em paquímetro com precisão de 0,01mm, e posteriormente pesadas em balança analítica de precisão igual a 10^{-5} g. Para maior grau de confiabilidade foram realizadas três medidas em cada amostra para obter-se um valor médio confiável.

5.2 Processamento

5.2.1 Compactação

As compactações foram realizadas em matrizes de geometrias cilíndricas e cúbicas de aço temperado de 15mm e de seção de $20 \times 15 \text{mm}^2$ e $15 \times 15 \times 20 \text{mm}^3$ respectivamente em prensa uniaxial sob 100MPa de pressão com 30 segundos de compactação. As paredes das matrizes foram lubrificadas com estearina (ácido esteárico) visando minimizar os efeitos do atrito.

5.2.2 Pré-sinterização

Amostras foram pré-sinterizadas no forno MAITEC F1650, com taxa de aquecimento de $5^\circ\text{C}/\text{min}$, atingindo temperaturas de 1000°C , 1100°C , 1150°C , 1200°C , 1250°C , 1300°C , 1350°C , 1400°C , 1450°C , 1550°C e 1600°C . Nestas temperaturas, os materiais permaneceram por um período de 120 minutos. O material foi resfriado com taxa de resfriamento fixa de $5^\circ\text{C}/\text{min}$. Sinterizações foram realizadas no Laboratório de Materiais e Processos da Faculdade da Tecnologia da Universidade do Estado do Rio de Janeiro (LMP-FAT-UERJ) localizado no município de Resende - RJ. Optou-se por pré-sinterizar blocos com pó comercial (Saint Gobain), em temperaturas de 1600°C , 120 minutos e avaliar sua densidade relativa, comparativamente com os blocos pré-sinterizados da VITA.

5.2.3 Procedimentos de Infiltração de Vidro

Na dimensão de $15 \times 15 \times 1 \text{mm}^3$ de espessura foram cortados e lixados, sendo em seguida, lavados em ultrassom. Em seguida uma pasta de vidro Lantânio com água destilada foi preparada e depositada sobre o substrato. O material foi colocado

em forno a 1120°C, com taxa de aquecimento de 10°C/min e patamar de 120 minutos. A taxa de resfriamento utilizada nesta etapa foi de 5°C/min até a inércia do forno. A figura 14 ilustra etapas de infiltração realizada neste trabalho.



Figura14 - Detalhe da aplicação do vidro na superfície da estrutura cerâmica pré-sinterizada (antes da infiltração).

O pó de vidro tem finas partículas que foram misturadas a água destilada até a obtenção de uma massa de consistência fluida. Com auxílio de um pincel, foi aplicada uma camada de aproximadamente 2mm de espessura ao redor da cerâmica, deixando a parede inferior livre para permitir a saída de ar no interior da estrutura.

O pó de vidro foi fundido e infiltrado durante a pré-sinterização pela abertura da porosidade aberta uma vez que a infiltração do vidro ocorre por um processo de capilaridade, passando pelo interior da estrutura porosa para garantir completa utilização do vidro durante sinterização.

O corpo foi resfriado lentamente gerando campos de tensão devido à diferença do coeficiente de expansão térmica entre os materiais, matriz cerâmica e vidro. Estes campos de tensão e o volume físico são suficientes para que o vidro exerça uma força contrária ao crescimento da trinca, oferecendo resistência à sua

propagação. Deste processo resulta na redução da temperatura de sinterização e aumento da tensão de fratura, em relação à cerâmica pura sinterizada.

5.2.4 Determinação da Densidade Relativa

O cálculo da massa específica das amostras infiltradas foi realizado utilizando-se o Princípio de Arquimedes, ou seja, com a imersão do corpo-de-prova por um fio de nylon, utilizando água destilada a 20°C como veículo. Foram realizadas cinco medições por amostra utilizando balança com precisão de 10^{-5} g e cujos valores foram aplicados na Equação 1.

$$\rho_{SINT} = \frac{W_1 \times \rho_{H_2O}}{W_1 - (W_2 - W_f)} \quad (1)$$

onde: ρ_{SINT} = massa específica das amostras sinterizadas (g/cm^3); W_1 = massa da amostra seca (g); ρ_{H_2O} = massa específica da água a 20°C (g/cm^3); W_2 = massa da amostra imersa (g); W_f = massa do fio imerso (g).

A determinação da massa específica da água (ρ_{H_2O}) foi obtida mediante a aplicação da Equação 2, como função da temperatura absoluta.

$$\rho_{H_2O} = 1,0017 - 0,0002315 \times T \quad (2)$$

A densidade relativa (ρ_{REL} em %) foi então calculada pela relação entre a massa específica da cerâmica sinterizada (ρ_{SINT}) e a massa específica teórica de cada composição estudada (ρ_T), obtida por picnometria de He. Como é mostrado na Equação 3.

$$\rho_{REL} = \left(\frac{\rho_{SINT}}{\rho_T} \right) \times 100 \quad (3)$$

5.2.5 Difração de Raios X - DRX

As fases presentes nas amostras pré-sinterizadas e infiltradas foram identificadas por Difração de Raios X (DRX), utilizando radiação “Cu-K α ” com varredura entre 10° e 80°, passo angular de 0,05° e velocidade de 3 segundos por ponto de contagem. Equipamento disponível no laboratório de caracterização de materiais do Centro Universitário de Volta Redonda (UniFOA). Os picos foram identificados, através de comparação com microfichas do arquivo JCPDS^[37].

5.2.6 Análise Microestrutural

Para observação da microestrutura, as amostras foram lixadas e polidas conforme procedimento mencionado a seguir. Após o embutimento das amostras em resina, foi realizado o desbaste automático em lixas diamantadas, com granulometria, em mesh, de 180 até 600, para a remoção total do material de embutimento e obtenção de uma superfície plana para análise. Esta etapa foi realizada em politriz manual modelo AROTEC. Em seguida as amostras foram polidas com pastas de diamante na sequência de 15 μ m, 9 μ m, 6 μ m, 3 μ m, 1 μ m. Foi utilizada politriz automática modelo Automet 250 da marca Buehler, encontrada no laboratório do UniFOA.

5.2.7 Microscópio Eletrônico de Varredura – MEV

As micrografias foram obtidas em um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) da marca HITACHI e modelo TM-3000, usando elétrons secundários. Equipamento do UniFOA. As amostras foram fixadas em um suporte com auxílio de fita de carbono autocolante dupla face. Foram obtidas imagens e realizadas análises

microestruturais nas diferentes regiões da amostra, aplicando-se diferentes ampliações.

5.2.8 Dureza Vickers

A metodologia utilizada para a determinação dos valores de dureza das amostras seguiu a norma ASTM-C-1327-99, ^[38] a qual fornece o método de teste padrão para a obtenção da Dureza Vickers de cerâmicas avançadas.

Por razões estatísticas, foram realizadas 30 impressões Vickers nas superfícies de cada uma das amostras polidas, utilizando-se uma carga de 2Kgf , aplicada durante 30 segundos. A Figura 15: forma esquemática uma indentação Vickers. As impressões foram realizadas de tal forma que a distância entre os centros das impressões seja de quatro vezes a diagonal da indentação (4d).

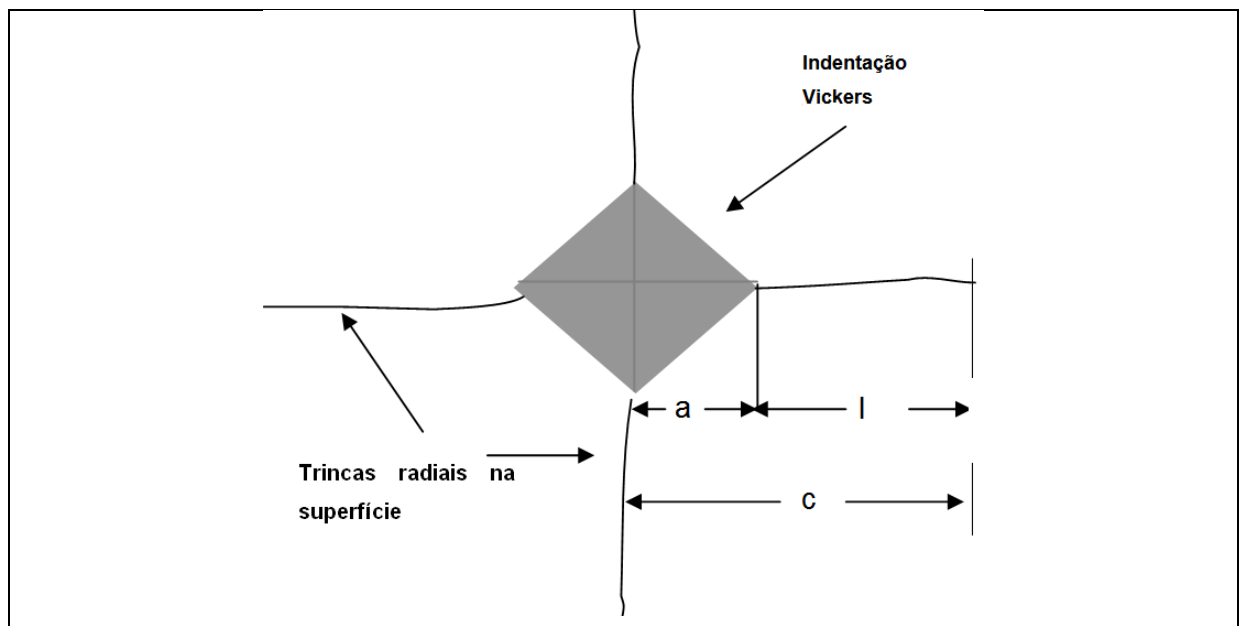


Figura15 - Desenho esquemático da Indentação Vickers.

Fonte: [21]

Após a medição das diagonais de impressão, foram calculados os valores da Dureza Vickers do material, conforme a Equação 4:

$$HV = 1,8544 \times \frac{P}{d^2} \quad (4)$$

onde: HV = Dureza Vickers (GPa); P = carga aplicada (N); d = média aritmética do comprimento das duas diagonais (mm).

5.2.9 Tenacidade à Fratura - K_{IC}

Dureza e tenacidade à fratura foram avaliadas, utilizando método de indentação Vickers, baseando-se nas normas ASTM-C-1327-99^[38] e ASTM-C-1421-99^[39]. Os resultados foram correlacionados com a densificação, quantidade de fase tetragonal e microestrutura.

Cada impressão Vickers apresenta dois pares de trincas radiais, (Figura 14) o que geram um total de 60 pares de trincas. Nos cálculos, serão utilizados para cada amostra pelo menos 30 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 será 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.

Os valores de tenacidade à fratura serão calculados com base na equação (5) proposta por Antis [40]:

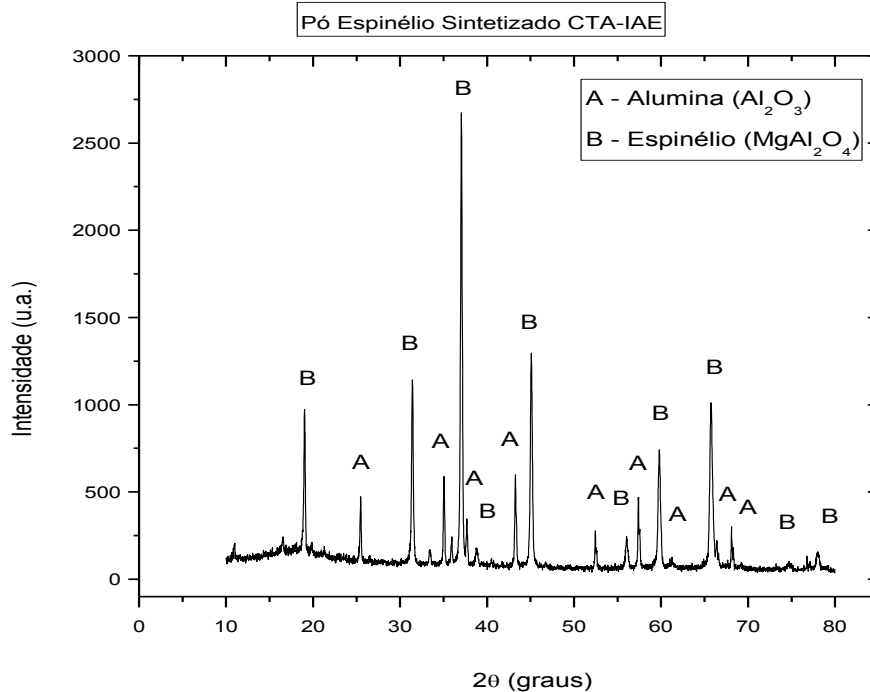
$$K_{IC} = 0,016 \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} \frac{P}{c^{3/2}} \quad (5)$$

onde: K_{IC} =tenacidade à fratura do material ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$); P = carga aplicada (N); E = módulo de elasticidade do material, calculado pela regra das misturas (GPa); H = dureza do material (GPa); a = semi-diagonal da impressão Vickers (m); l = comprimento da trinca(m); $c = l + a$ (m).

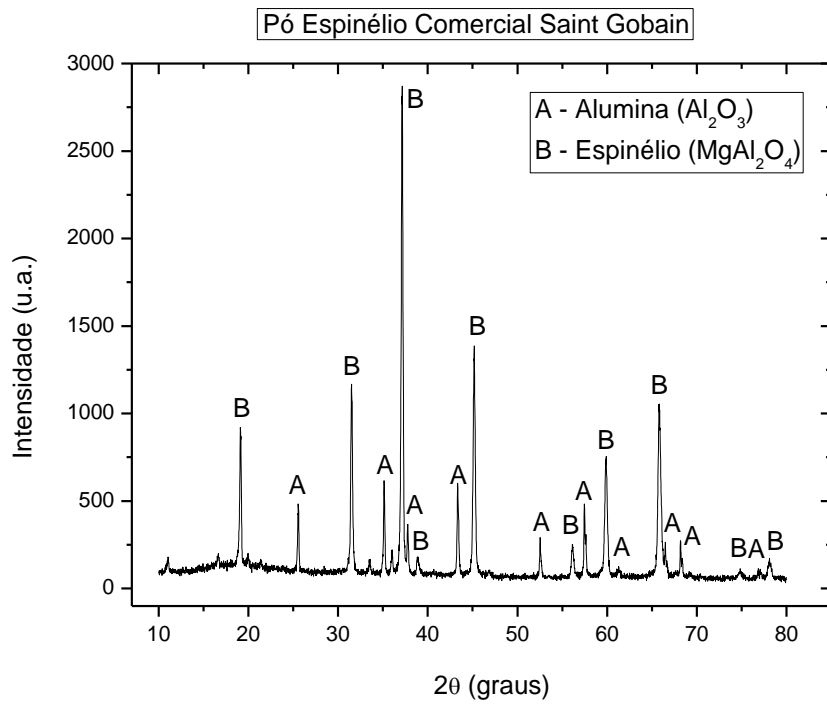
6 RESULTADOS E DISCUSSÃO

6.1 Caracterização das Matérias-Primas

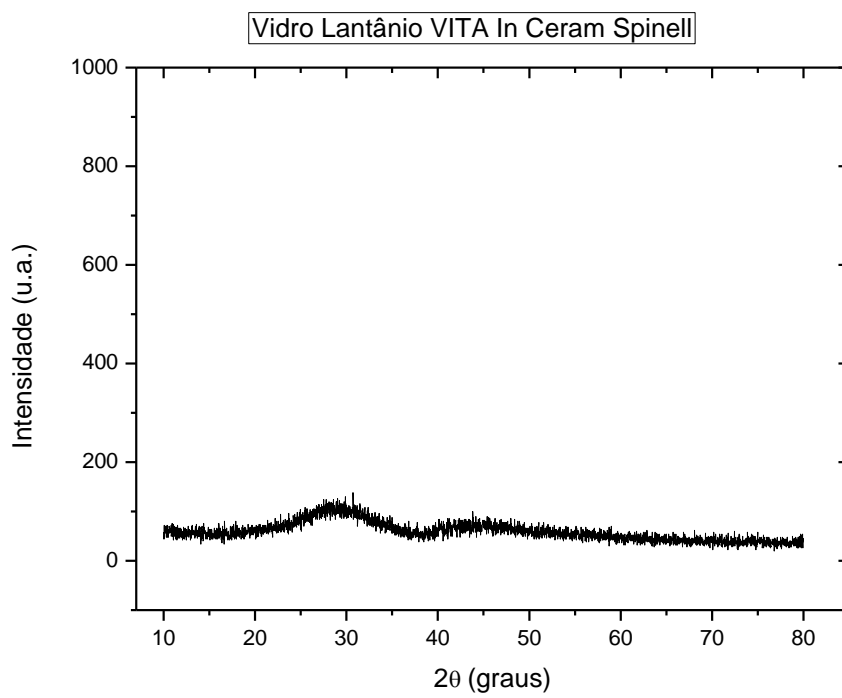
A Figura 16 apresenta difratogramas de raios X do espinélio sintetizado fornecido pelo DCTA-IAE AMR, dos pós de espinélio (MgAl_2O_4) sintético comercial da marca Saint Gobain e do vidro rico em Lantânio comercial da empresa VITA. Observa-se que os pós de espinélio, Figura 16 (a) e (b), possuem características distintas em termos de cristalinidade dos pós e de picos cristalinos observados. Os pós-sintetizados possuem menor intensidade relativa dos picos em relação ao produto comercial. De uma forma geral, o produto comercial apresenta ainda maior número de reflexões que o pó sinterizado. Uma análise de microfichas identificou que o produto sintetizado apresenta a fases cristalina MgAl_2O_4 assim como o produto comercial. A Avaliação do difratograma do vidro comercial rico em lantânio (VITA) indica total amorfização do material avaliado, típico comportamento compatível com um material vítreo comprovado na Figura 16 (c).



(A)



(B)



(C)

Figura 7 - Difratoformas de raios X das matérias-primas utilizadas neste trabalho: a) Pó de Espinélio Sintetizado (CTA-IAE); b) Pó de Espinélio Comercial (Saint Gobain); c) Vidro rico em Lantânio.

A Figura 17 apresenta microscopia eletrônica de varredura do vidro comercial utilizado nos estudos.

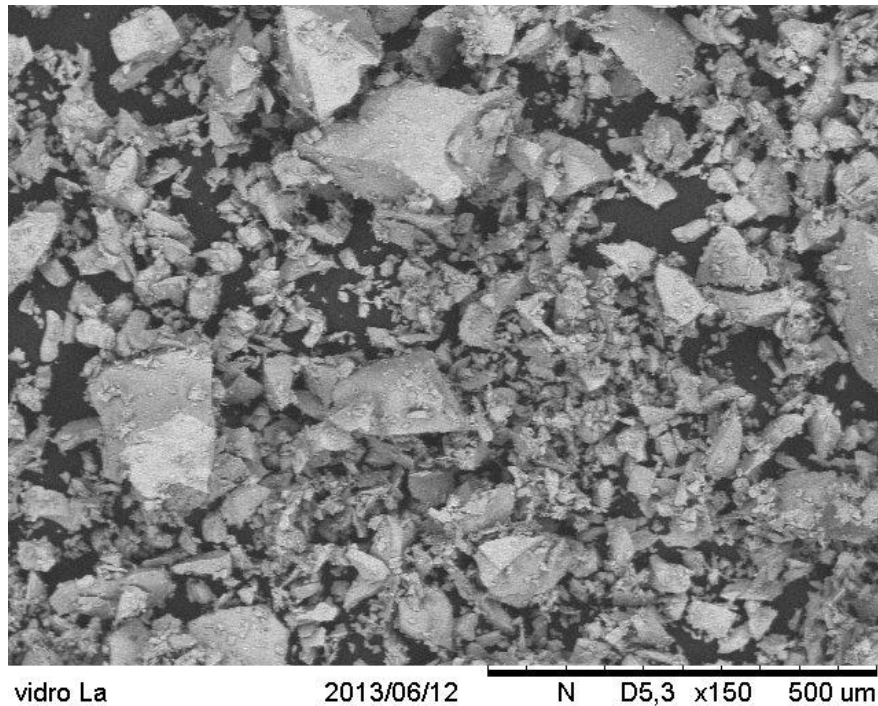


Figura 17 - Morfologia dos pós de vidros obtidas por microscopia eletrônica de varredura.

Como podemos observar na Figura 17, foi verificado que os pós de vidro comercial possuem grande variação de tamanho e forma de partículas, podendo atingir variações de tamanho que alcancem até $200\mu\text{m}$. Baseado no fato que este vidro será infiltrado há uma grande preocupação em como esta variação de tamanhos de partículas poderia interferir na eficiência da infiltração no substrato de espinélio. As análises de difração de raios X apresentados na Figura 16 (c) indicam que o material é totalmente amorfo, assim sendo, o vidro sofreria redução de viscosidade suficiente nas temperaturas e patamares de infiltração, sugeridas pelo fabricante do vidro, para preencher totalmente os poros do substrato cerâmico.

6.2 Caracterização dos Blocos Pré-Sinterizados

6.2.1 Densidade Relativa

A Figura 18 apresenta resultados de densidade relativa em função da temperatura de pré-sinterização utilizada no desenvolvimento de substratos para infiltração de vidro.

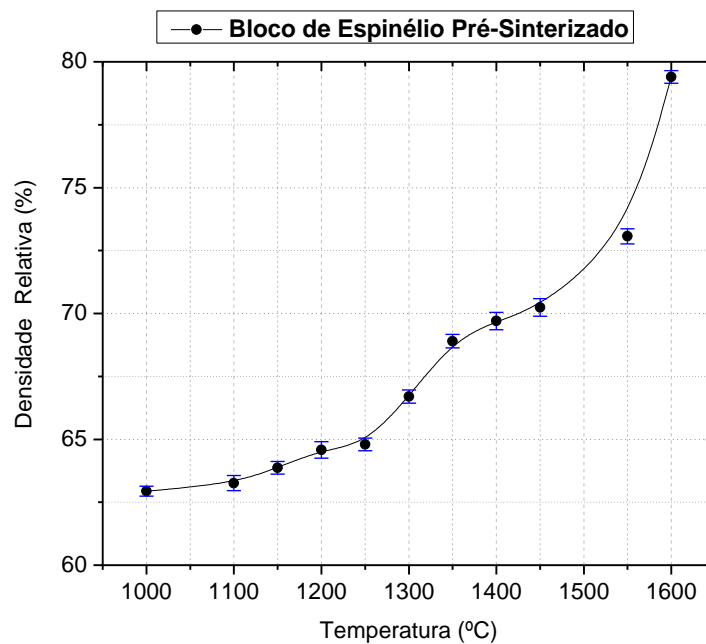


Figura 18 - Densidade relativa dos blocos de espinélio em função da temperatura de pré-sinterização.

Os resultados indicam um crescente aumento da densidade relativa em função do aumento da temperatura de pré-sinterização. Em temperaturas de 1400°C, no patamar de 120 minutos os substratos atingem densidade relativa da ordem de 70%, ao passo que atingindo temperaturas de 1600°C, a densificação alcança valores da ordem de 79,4%.

Os blocos pré-sinterizados comerciais (VITA) apresentaram densidade relativa média obtida pelo método geométrico, de 79,7%. Os blocos pré-sinterizados escolhidos para os testes de infiltração apresentaram densidade relativa de 79,4%, resultados bem próximos aos produtos comerciais.

Os aspectos da porosidade aberta nos substratos porosos foram avaliados por MEV, e os resultados são apresentados nas Figuras 19 e 20, que apresentam micrografias de superfícies de fratura de ambos os blocos pré-sinterizados.

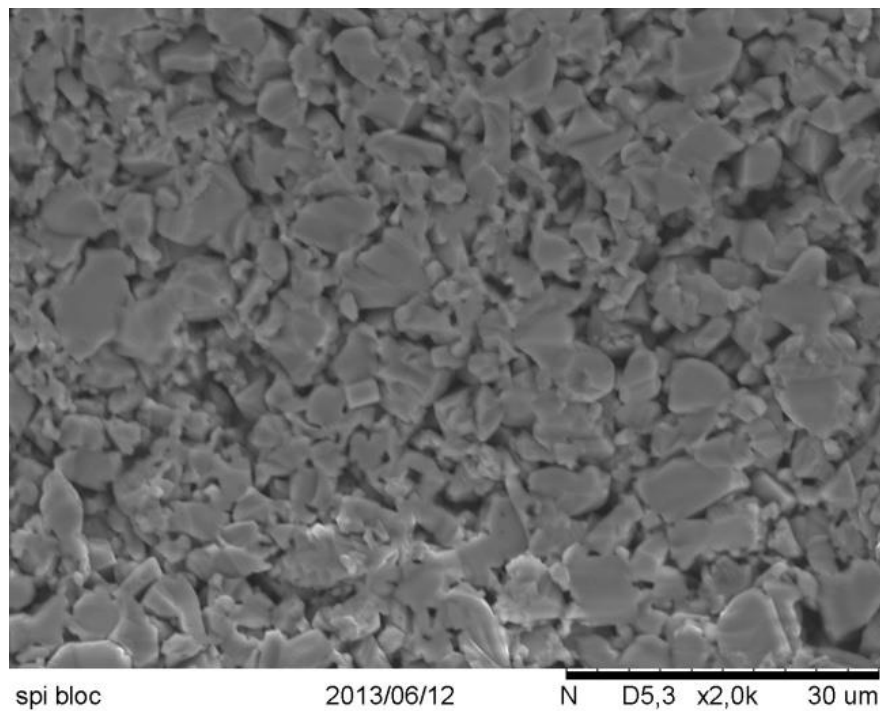


Figura 19 - MEV representativa de superfície de fratura dos blocos pré-sinterizados comerciais (VITA).

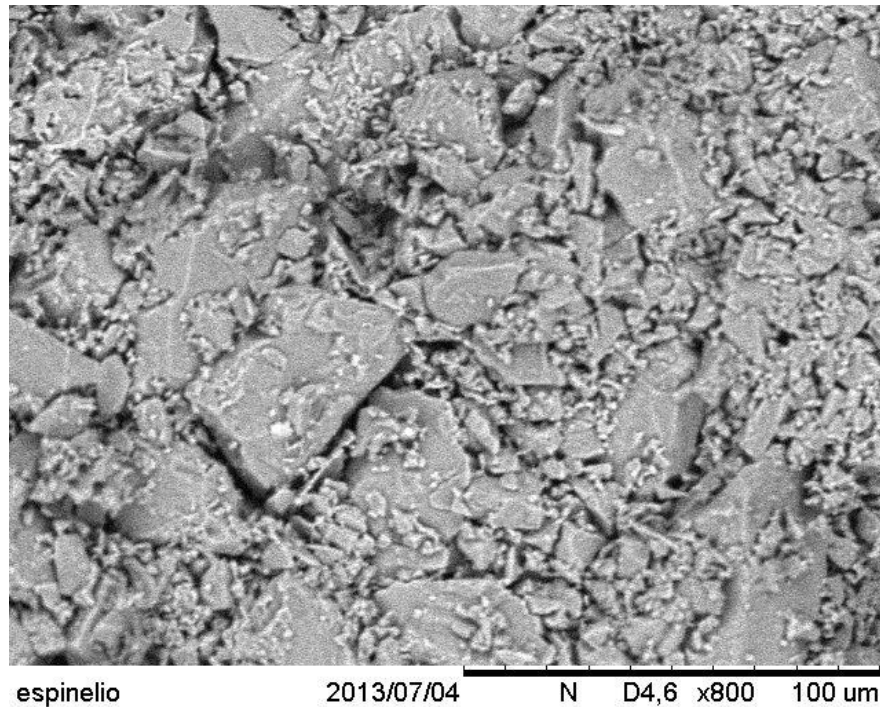


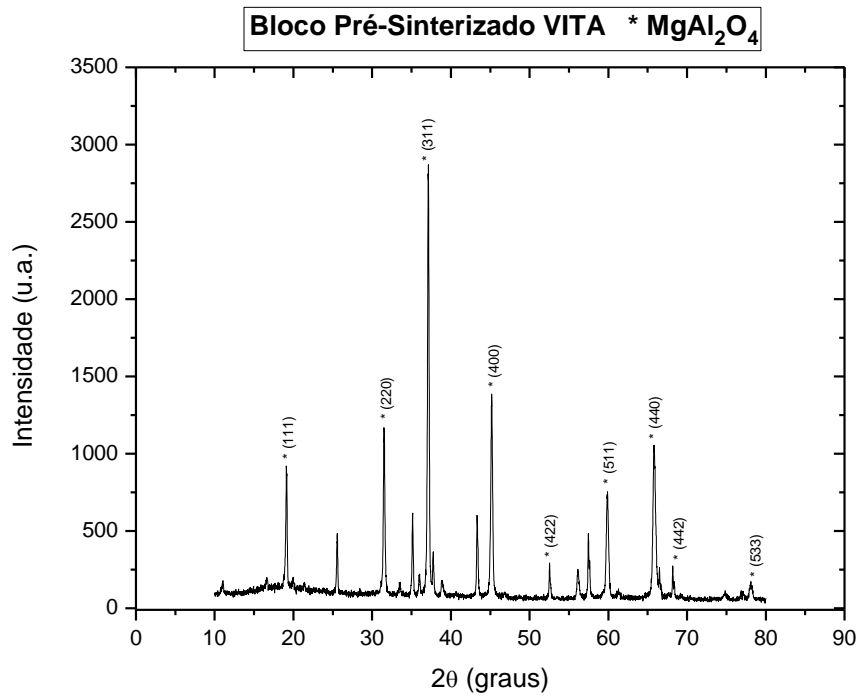
Figura 20 - MEV representativa de superfície de fratura dos blocos pré-sinterizados, obtido neste trabalho

Os aspectos morfológicos indicam que ambos os blocos porosos não possuem densificação completa, de acordo com os resultados de densidade relativa. Os vazios são preenchidos pela fase vítrea a ser preenchida durante a infiltração após a confecção da prótese desejada, assim, poros de tamanhos maiores e abertos permitirão este comportamento, como se pode ver nos resultados apresentados.

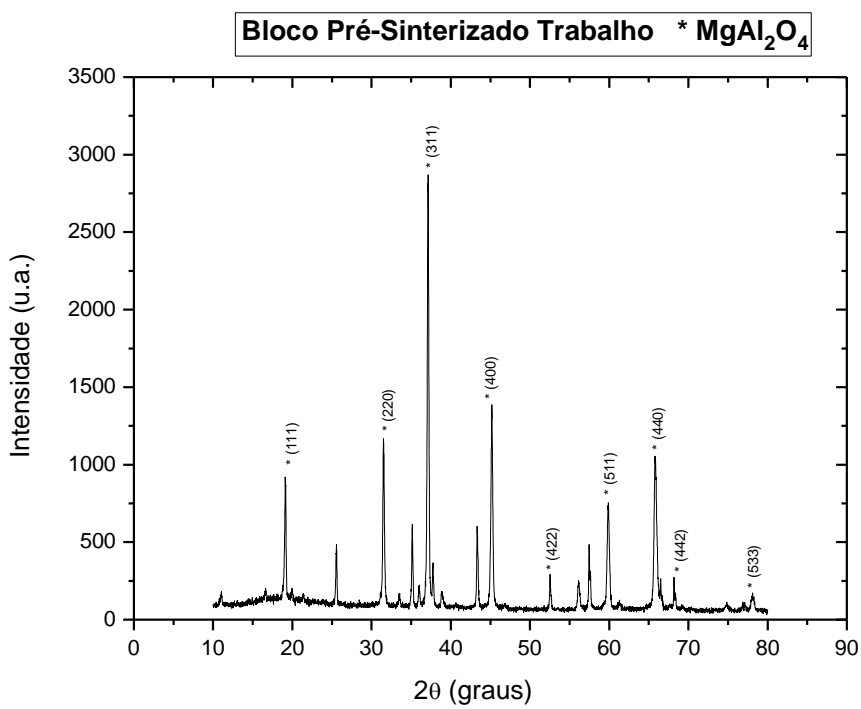
6.2.2 Caracterização dos Produtos Infiltrados

A Figura 21 (A) e (B) apresenta os difratogramas de raios X das amostras pré-sinterizadas apresentando apenas as fases $MgAl_2O_4$.

Nota-se claramente na Figura 21 que ambos os materiais, comercial e desenvolvido neste trabalho, possuem a mesma fase cristalina. O material analisado e o desenvolvido aqui apresentam somente diferença de intensidade nos picos de cristalinidade identificados.



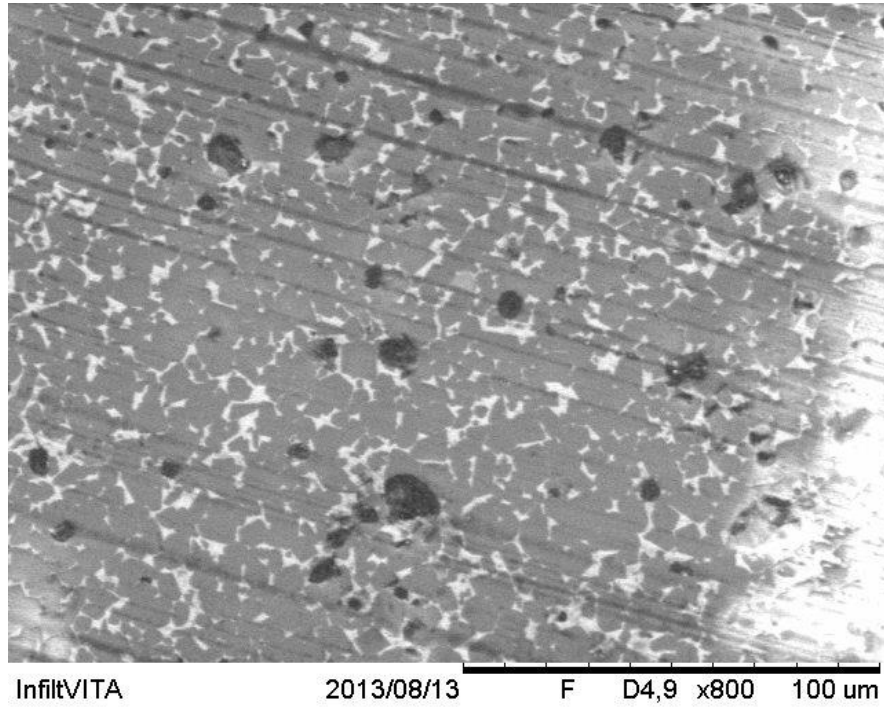
(A)



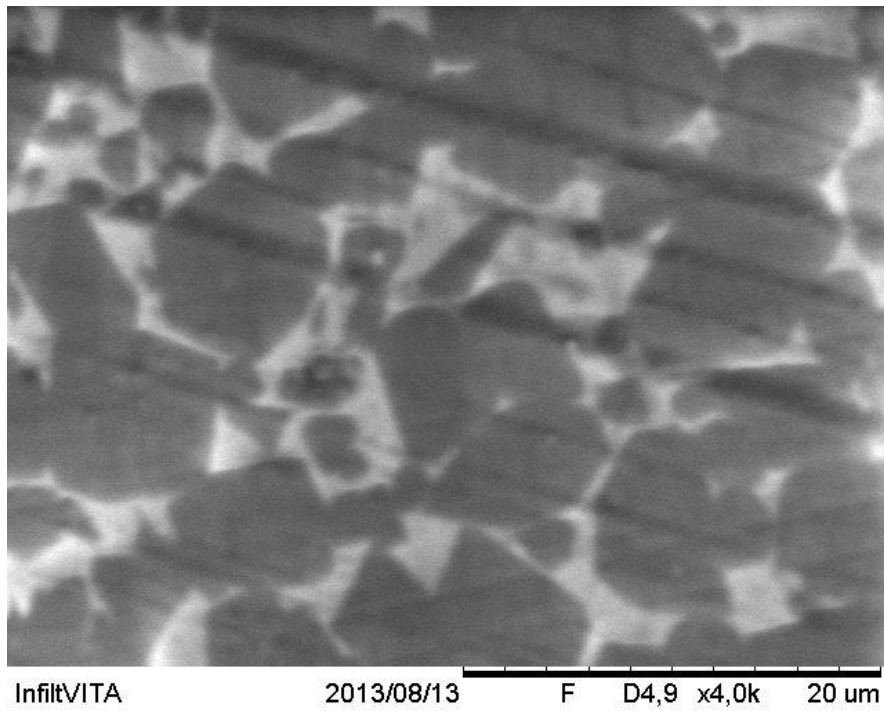
(B)

Figura 21 - Difratomogramas de Raios X: **(A)** Bloco pré-sinterizado a 1600°C da VITA. **(B)** Bloco pré-sinterizado a 1600°C desenvolvido neste trabalho.

6.3 Resultados Blocos Infiltrados

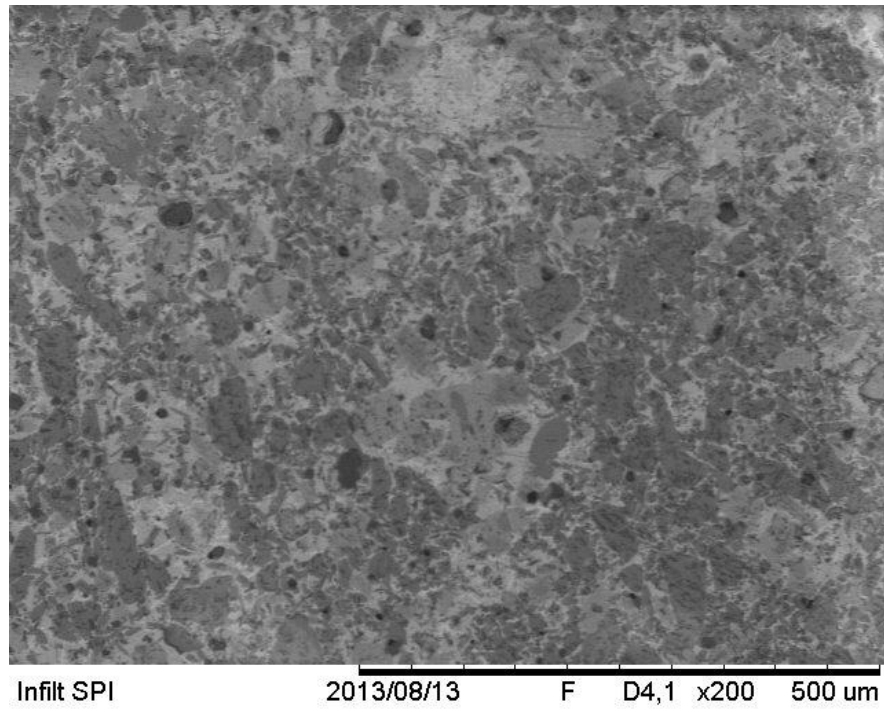


(A)

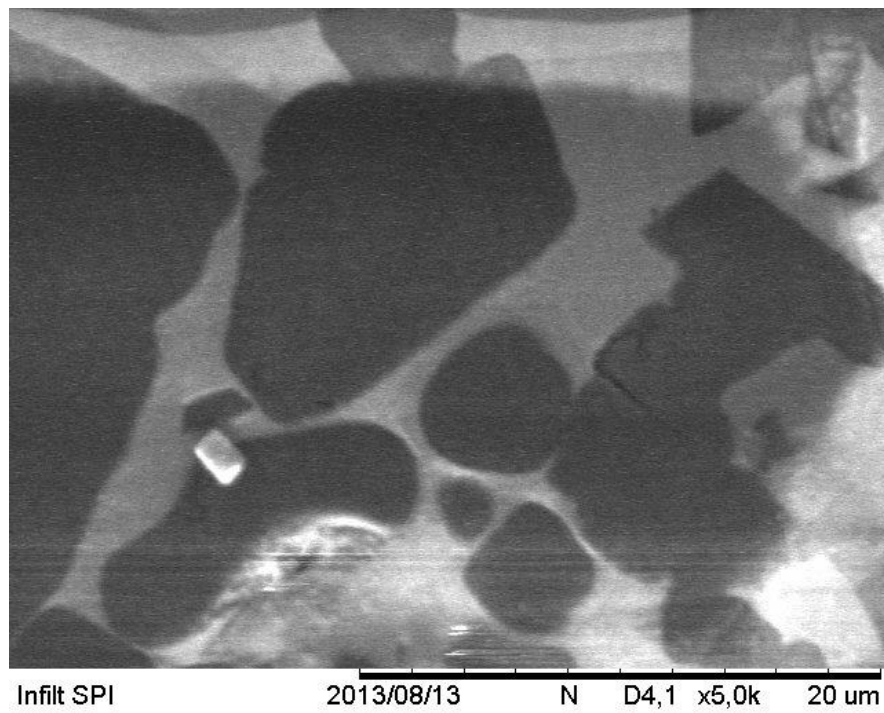


(B)

Figura 22 (A) e (B) - MEV das amostras após infiltração (produto VITA)



(A)



(B)

Figura 23 (A) e (B) - MEV das amostras desenvolvidas neste trabalho após infiltração.

Os resultados indicam que as estruturas possuem similaridade e que de uma forma geral, há um leve índice de porosidade nas amostras comerciais da VITA.

A densidade relativa dos produtos infiltrados foi da ordem de $92,7\pm 0,8\%$ para o sistema VITA e de $94,4\pm 0,5\%$ sistema desenvolvido neste trabalho, o que indica que a infiltração foi eficiente para ambos os casos analisados. Os resultados de difração de raios X na Figura 21 das amostras pré-sinterizadas apresentou apenas as fases $MgAl_2O_4$.

As Figuras 22 e 23 apresentam micrografias de amostras infiltradas. Os resultados indicam que as estruturas possuem similaridade e que de uma forma geral, há um leve índice de porosidade nas amostras comerciais da VITA, conforme já mencionado.

As propriedades mecânicas medidas, indicam dureza da ordem de $860\pm 40HV$ para os produtos VITA e $920\pm 30HV$ e o fabricado neste trabalho. As medidas de tenacidade à fratura indicaram tenacidade de $2,8\pm 0,6MPa.m^{1/2}$ e $2,5\pm 0,6MPa.m^{1/2}$ respectivamente. Os resultados se mostraram satisfatórios e dentro das especificações exigidas pela norma ASTM-C-6872-543.

Produto	Densidade Relativa	Dureza	Tenacidade
Bloco VITA	92%	860HV	$2,8MPa.m^{1/2}$
Nosso Bloco	94%	900HV	$2,5MPa.m^{1/2}$

Tabela 1- tabela de resultados obtidos neste trabalho.

A tabela 1 apresenta os resultados de densidade relativa, dureza e tenacidade para os blocos comerciais e o desenvolvido neste trabalho.

7 CONCLUSÕES

Com os resultados obtidos, indica-se que o material atende a todas as exigências da ISO 6872, sendo possível utilizá-lo para confecção de próteses dentarias com a finalidade de melhorar a estética.

Concluiu-se que o material desenvolvido neste trabalho apresenta características físicas e estruturais parecidas com o material comercial, com menor porosidade e por isso apresentando maior dureza e praticamente mesma tenacidade, sendo um material importante para a obtenção de subestrutura de coroa total para dentes anteriores.

Diante análise comparativa do produto existente no mercado (VITA In Ceram Spinell) e o produzido neste trabalho ficou comprovado a eficiência e a qualidade do mesmo. Podendo sim competir mercado com o existente.

REFERÊNCIA

- [1] GLOBALIZAÇÃO EM DEBATE – SCIELO, disponível em: www.scielo.br/scielo.phd acesso em 2016.
- [2] CAD/CAM UMA VISÃO ATUAL – INPN, disponível em www.inpn.com.br/material/index/1166 acesso em 2016.
- [3] SILVA, PAULA CIPRIANO DA. “Blocos metálicos biocompatíveis de Co-Cr-Mo-W para confecção de próteses dentárias por prototipagem CAD/CAM”. / Paula Cipriano da Silva. - Volta Redonda: UniFOA, pp.15 2015.
- [4] L. H. P. Teixeira , C. Santos , J. K. M. F. Daguano, M. H. Koizumi , C. N. Elias Sinterização e propriedades mecânicas do compósito Y-TZP/Al₂ O₃ – Rio de Janeiro 2007 disponível em www.scielo.br acessado 2016.
- [5] SILVA, PAULA CIPRIANO DA, SILVEIRA.FREDERICO SOUZA DA “Análise de Viabilidade Técnica e Econômicas do Desenvolvimento de blocos para a confecção de Próteses Dentárias” Volta Redonda, pp.12 2013
- [6] ROCHA, S. S., ANDRADE, G. S., SEGALLA, J. C. M., “Sistemas In Ceram de Infraestruturas Totalmente Cerâmicas”, *Ver. Fac. Odontol*, Piracicaba, v. 16, n.1, pp. 7-12, 2004.
- [7] CHAIM, M.C., ARCARI, G.M., LOPES, G.C.; “Restaurações Cerâmicas Estéticas e Próteses Livres de Metal”, *RGO*, v.48, n.2, pp. 67-70, 2000[10] LAMS, P., SERRA, M.C.; FRANSCICONE, C.E.; “Cerâmicas em Dentes Posteriores”, *ROBRAC*, v.6, pp. 37-39, 1997.)
- [8] LAMS, P., SERRA, M.C.; FRANSCICONE, C.E.; “Cerâmicas em Dentes Posteriores”, *ROBRAC*, v.6, pp. 37-39, 1997.)
- [9] KELLY, J.R., NISHIMURA, I., CAMPBELL, S.D., “Ceramics in Dentistry: Historical Roots and Current Prospectives”, *J Prosthet Dent*, v.75, n.1, pp. 18-32, 1996.).
- [10] JONES. D.W.; “Desenvolvimento da Cerâmica Odontológica – Uma Perspectiva Histórica”, *ClinOdontolAm Norte – Simpósio sobre Cerâmicas*, pp. 1-26, 1988.),
- [11] WEINSTEIM, M., KATZ, S., WEINSTEIN, A.B.; “Fused Porcelain-to-Metal Teeth”, US PATENT 3052, 982, 1962.
- [12] MCLEAN, J.W., “Evolution of Dental in the Twentieth Century”, *J Prosthetic Dentistry*, v. 85, n.1, pp. 62-66, 2001.
- [13] VINES, R.F.; SEMMELMAN, J.O., LEE, P.W.; FONVIELLE, F.D.; “Mechanisms Involved in Securing Dense, Vitrified Ceramics from Pre-Shaped Partly Crystalline Bodies”, *J Am Ceram Soc*, v.41, pp. 304-308, 1958.

[14] GIORDANO, R.A.; PELLETIER, L., CAMPBELL, S., POBER, R.; “Flexural Strength of an Infused Ceramic, Glass Ceramic and Feldspathic Porcelain”, *J Prosthetic Dentistry*, v.73, n.5, pp. 411-418, 1995.

[15] ROSENBLUM, M.A.; SCHULMAN, A.; “A Review of All-Ceramic Restorations”, *J Am Dental Assos*, v. 128, pp.297-307, 1997.

[16] KERN, M.; DOUGLAS, W.H.; FECHTIG, T., STUB, J.R., DELONG, R., “Fracture Strength of All-Porcelain, Resin-Bonded Bridges After Testing in an Artificial Oral Environment”, *J Dent*, v.21, pp. 117-121, 1993.

[17] MCLEAN, J.W.; HUGHES, T.H.; “The Reinforcement of Dental Porcelain[58] KRELL, A., “Improved Hardness and Hierarchic Influences on Wear in Submicron Sintered Alumina”, *Mat SciEngin*, v. 209, n.4, pp. 156-163, 1996.

[18] CRONIN, R.J.; CAGNA, D.R.; “An Update on Fixed Prosthodontics”, *J Am Dental Assos*, v.128, pp. 425-436, 1997.

[19] BINDL, A.; MORMANN, W.H., “An Upto 5-Yaer Clinical Evaluation of Posterior In Ceram CAD/CAM Core Crown”, *Int J Prosthodont*, v. 15, pp. 451-456, 2002.

[20] LOURENÇO, A.A.C; “Produção, Processamento e Caracterização de Espinélio para aplicação na Odontologia. pp.89, 2008

[21] HABIBE, C. H, Avaliação de propriedades de uma cerâmica dentaria nacional à base de Zircônia estabilizada com ítria ($ZrO_2-Y_2O_3$), dissertação de mestrado UNIFOA, 56p, 2011.

[22] CAD/CAM – “ERO PROTESE”, disponível em: www.eroptese.com.br/tecnologiacadcam.pdh acesso 2013

[23] SWISS ESTHETIC DENTIST – disponível em www.zahnaerztezuerrich.ch acesso em 2016

[24] HASELTON, D., R., DIAZ-ARNOLD, A., M., HILLIS, S., L., “Clinical Assessment of High-Strangh All-Ceramic Crowns”. *J ProstheticDentistry*, v.83, n.4, pp.396-401, 2000

[25] ROCHA, S. S., ANDRADE, G. S., SEGALLA, J. C. M., “Sistemas In Ceram de Infraestruturas Totalmente Cerâmicas”, *Ver. Fac. Odontol*, Piracicaba, v. 16, n.1, pp. 7-12, 2004.

[26] CHEN, H.Y., HICKEL, R., SETCOS, J.C., KUNZELMANN, K,H,. “Effects of surface finhsh and fatigue testing on fracture os CAD-CAN and pressed-ceramic crowns”, *J Prosthetic Dentistry*, v.82, n.4, pp. 468-475, 1999.

- [27] VITA In - Ceram Classic Spinell – Art Dental Lab: Manual de Instruções:confecção de subestruturas pela técnica barbotina. Disponível em www.artdentallab.com.br/pdf/manual/spinell_va.pdf acesso em 2013
- [28] ANUSAVICE, K., J.; “Phillips Materiais Dentários”, 11ª edição, Elsevier Editora Ltda, Rio de Janeiro, 2005.
- [29] EVANS, D.B., O'BRIEN,, W.F. “Fracture strength of glass infiltrated –magnesia core porcelain”. *International Journal Prosthodontic*, v.12, pp. 38-44, jan/fev 1999
- [30] KRELL, A., “Improved Hardness and Hierarchic Influences on Wear in Submicron Sintered Alumina”, *Mat SciEngin*, v. 209, n.4, pp. 156-163, 1996
- [31] ISO 6872, INTERNATIONAL STANDARD, thirdedition, DENTISTRY,CERAMIC MATERIAIS 2008.
- [32] BOIS, L., BARRÉ, N., GUILLOPÉ, S., GUITTET, M,J., SOYER-GAUTIER, M., DURAUD, J,P., TROCELLIER, P., VERDIER, P., LAURENT,Y. “Dissolution of lanthanide alumino-silicate oxynitrite glasses”, *Journal of Nuclear Materials*, v.277, pp.57-66, 2000.
- [33] POUJADE, J.M.; ZERBIB, C.; SERRE, D.; “Céramiques Dentaires”; *EMC Dentisterie*, v.1, pp. 101-117, 2004.
- [34] GERMAN, M.R., Powder Metalurgy Science. 2nd. Ed. Princeton: Ed. Metal Powder Industries Federation, 472p, 1994German, R.M., Sintering Theory and Practice. New York: John Wiley and Sons, 550p, 1996.) referencias
- [35] Reed, J. S., Principles of Ceramics Processing. New York: John Wiley, 658p, 1995.
- [36] Kingery, W. D., Bowen, H. K., Uhlmann, D. R., Introduction to Ceramics. 2nd. ed. New York: John Wiley, 1032p, 1976.
- [37] JCPDS – JOINT COMMITTEE ON POWDER DIFFRACTION STANDARD. INORGANIC MATERIALS. PENSILVANIA: INTERNATIONAL CENTRE FOR DIFFRACTION DATA SWARTHMORE. 2004.
- [38] ASTM: C 1327-99. Standard test method for vickers indentation hardness of advanced ceramics, pp. 1-8, 1999.
- [39] ASTM: C 1421-99. Standard test method for determination of fracture toughness of advanced ceramics at ambient temperature, pp. 1-32, 1999.
- [40] ANSTIS, G. R., CHANTIKUL, P., LAWN, B. R., and 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).