



REALIZAÇÃO DE ENSAIOS DE VALIDAÇÃO DE NOVOS MATERIAIS DENTÁRIOS DE ACORDO COM AS NORMAS REGULARIZADORAS

Carlos Eduardo Abreu Lima de Souza

Orientador

Dr Roberto de Oliveira Magnago

Coorientador

Dr Claudinei dos Santos

Introdução

- Materiais dentários encontram-se em desenvolvimento no Brasil
- Necessidade de aprovação da ANVISA

Introdução

Normas Aplicadas

ISO6872 de 2015 – Especifica os requisitos e os métodos de ensaio correspondentes para materiais cerâmicos dentários para restaurações e próteses fixas de cerâmica total e metalocerâmica.

ISO10993-5 de 2009 – Avaliação biológica de dispositivos médicos - Parte 5: Testes de citotoxicidade in vitro

Introdução

- ▶ A categorização geral de dispositivos com base na natureza e duração do contato com o corpo;
- ▶ A avaliação dos dados relevantes existentes de todas as fontes;
- ▶ A identificação de lacunas definidas com base numa análise de risco dos dados disponíveis;
- ▶ A avaliação da segurança biológica do dispositivo médico.

Introdução

Materiais utilizados

Espinélio (10 % e 50% de ZrO_2) 300MPa e 400MPa

$MgAl_2O_4$

Dissilicato de Lítio (Importado IVOCLAR e Nacional)

Li_2O-SiO_2

Zircônia (Translúcida e Tradicional)

$ZrO_2 (Y_2O_3)$

Introdução

Testes Realizados

Citotoxicidade

Solubilidade Química

Microscopia Eletrônica de Varredura – MEV

Difração de Raios X – DRX

Coefficiente de Expansão Térmica – CET

Dureza – HV

Tenacidade – Kic

Resistência a Flexão

Objetivo

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

Evolução Social

47,3% Motivos estéticos

33,4% Motivos patológicos envolvidos com dor

19,3% Outros motivos

(Barreiros 2013)



Evolução Tecnológica e Científica

- 1929 Surge o CAD-CAM (Computer Aided Design – Computer Aided Manufacturing) Design e Manufatura Auxiliados por Computador
- 1980 Surgem os primeiros softwares 3D para CAD CAM

(Neves 2011)

Evolução Tecnológica e Científica

- Alexis Duchateau

- Nicholas Dubois

(Gomes 2008)

Material

Dissilicato de Lítio:

- Resistência a deterioração, agressão química, oxidação e a temperaturas elevadas;
- Baixa condutividade elétrica;
- Dilatação térmica próxima ao zero,
- Propriedades ópticas favoráveis
- Biocompatibilidade.

(PARTRIDGE, G., 1994; McMILLAN, 1979; MORAES, 2004)



Material

Zircônia:

- ▶ Boa estabilidade química e dimensional
- ▶ Resistência mecânica
- ▶ Dureza e um modulo de Young da mesma magnitude do aço inoxidável.
- ▶ Estética favorável quando polida.

(Chevalier 2006)

Material

Espinélio:

- ▶ Resistência elevada
- ▶ Excelente transmissão de luz
- ▶ Boa estabilidade química
- ▶ Baixa condutividade elétrica.

(RORGERO 2003)

Métodos / Testes

Microscopia Eletrônica de Varredura MEV:

- Microestrutura
- TM3000 do fabricante HITACHI, com filamento de tungstênio operando a 10kV.



Métodos / Testes

Difração de Raios X:

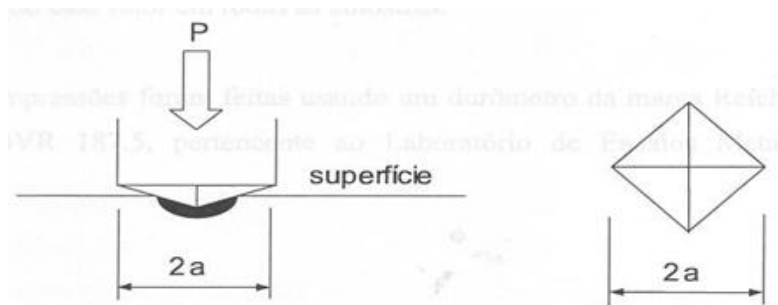
- ▶ Difratorômetro SHIMADZU XRD-6100, aplicando-se radiação Cu-K α com varredura entre 10° e 80°, com passo de 0,05° e velocidade de 3s/ponto de contagem.
- ▶ Indexação comparação fichas do JCPDS



Métodos / Testes

Dureza HV:

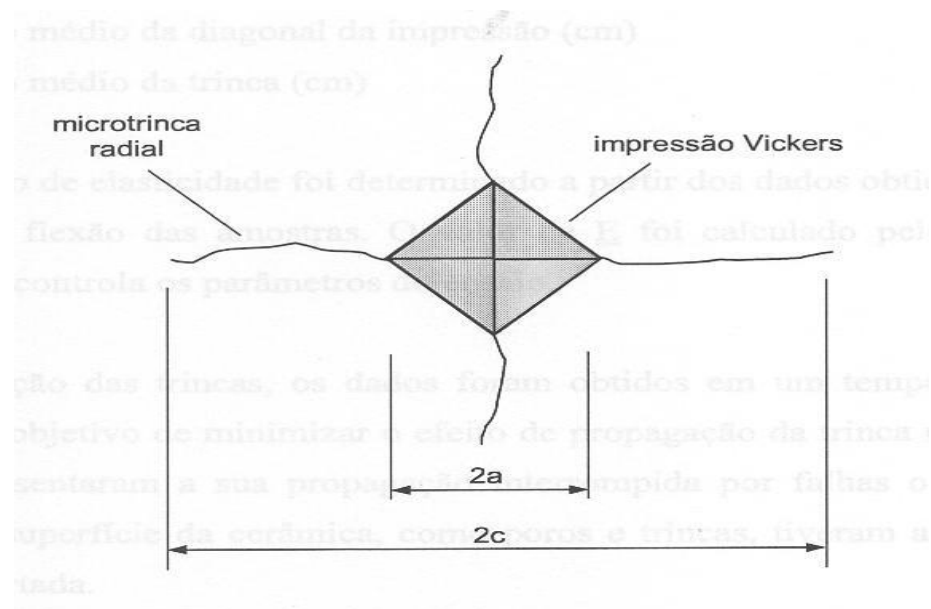
- ▶ O método de dureza Vickers, representado pela abreviação HV (Hardness Vickers)
- ▶ Penetrador de Diamante
- ▶ Carga aplicada \times Impressão na superfície do material
- ▶ Norma ASTM C 1327-99



Métodos / Testes

Tenacidade Kic:

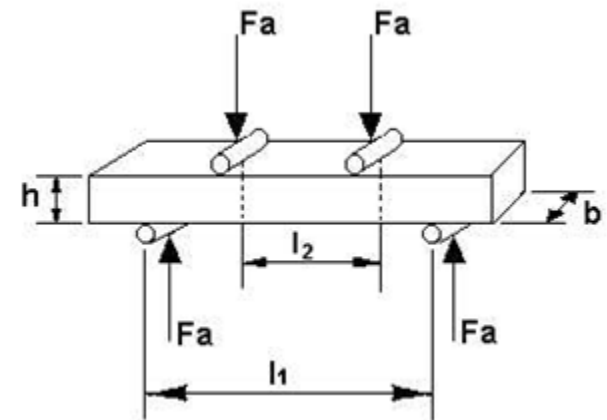
- ▶ Resistência choque mecânico, ou seja, ao impacto.
- ▶ Método de indentação vickers
- ▶ Trincas geradas nos ensaios de dureza, mediu o comprimento de trinca
- ▶ Analisador de imagens IA 3001 da LECO acoplado a um microscópio Olympus BME 3 de platina invertida, com aumento de 100X.
- ▶ Normas ASTM-C-1327-99 e ASTM-C-1421-99



Métodos / Testes

Resistência a Flexão:

- O ensaio de resistência à flexão em quatro pontos foi o escolhido para a determinação da resistência à fratura
- Valores mais confiáveis x maior incidência do fletor
- Norma DIN EM 843-1 (ASTM C 1161-90)
- Equipamento da marca EMIC



Métodos / Testes

Coeficiente de Expansão Térmica CET:

- ▶ Alteração relativa de comprimento ou volume que se produz quando um corpo sólido ou um fluido dentro de um recipiente experimenta uma alteração da temperatura experimentando uma dilatação térmica. (TIPLER, 2014\15) pesquisar

- ▶ **Este teste retiramos os resultados de outros trabalhos**

Métodos / Testes

Citotoxicidade:

- Primeiro teste a se realizar para avaliação de biocompatibilidade
- Citotoxicidade *in vitro*
- IC 50%

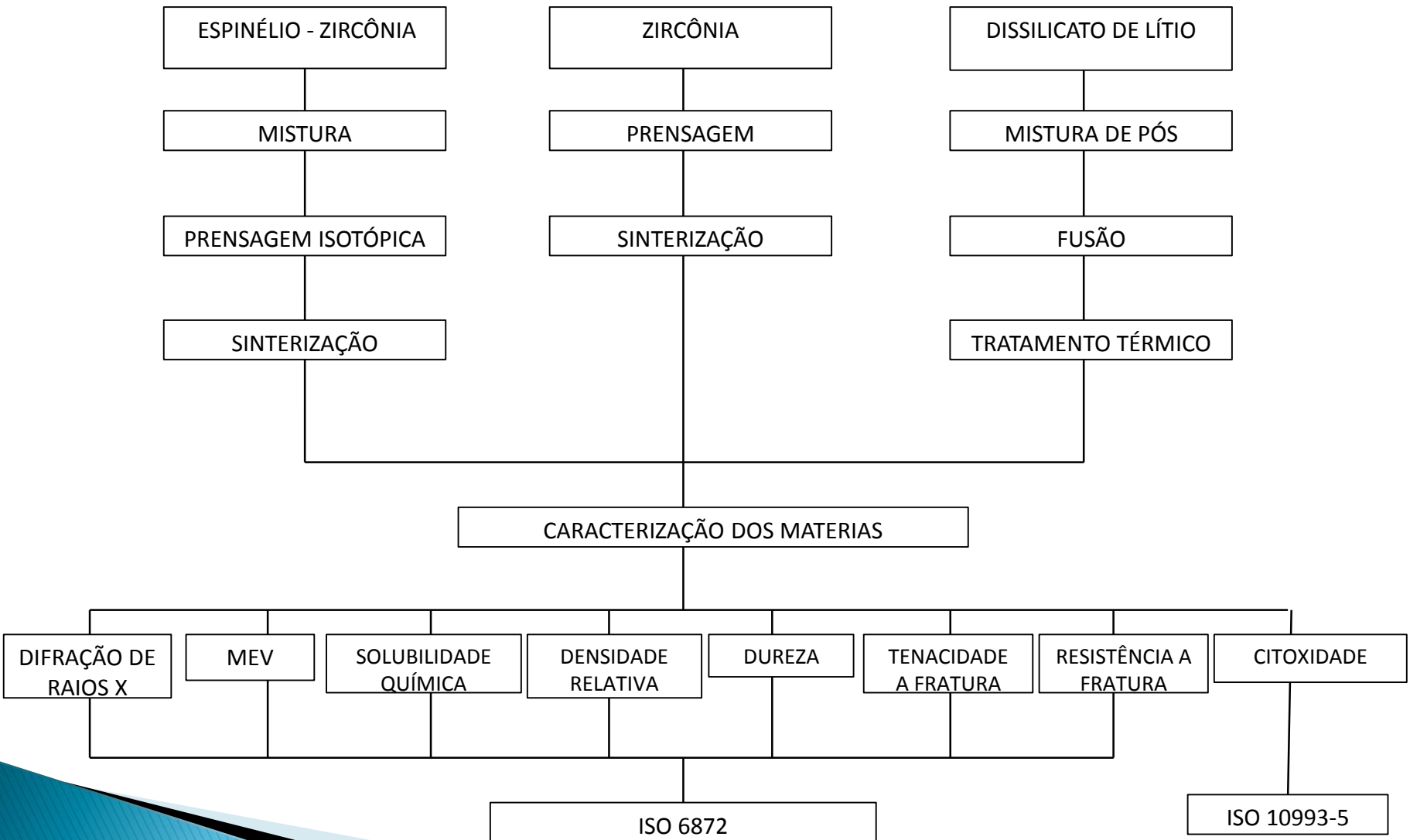
Material	Área de superfície	Amostra	Área superfície Total
Dissilicato de Lítio Importado (IVOCLAR)	5,35 cm ²	1	13,63cm ²
	4,62 cm ²	2	
	3,66 cm ²	3	
Dissilicato de Lítio Nacional	5,15 cm ²	1	12,88cm ²
	4,0 cm ²	2	
	3,73 cm ²	3	
Zircônia Translúcida	11,69 cm ²	1	11,69cm ²
Zircônia Tradicional	3,33 cm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

Métodos / Testes

Solubilidade Química:

- ▶ Neste pode-se observar a variação do material conforme sua perda de constituintes quando submersos em composto químico específico.
- ▶ Pesado material, imersas em 100ml da solução CH_3COOH 4% (ácido acético ou etanóico) a 80°C , estabilizada durante 16h. Após este procedimento as amostras foram novamente lavadas em água destilada, secas a 150°C -4h e repesadas.

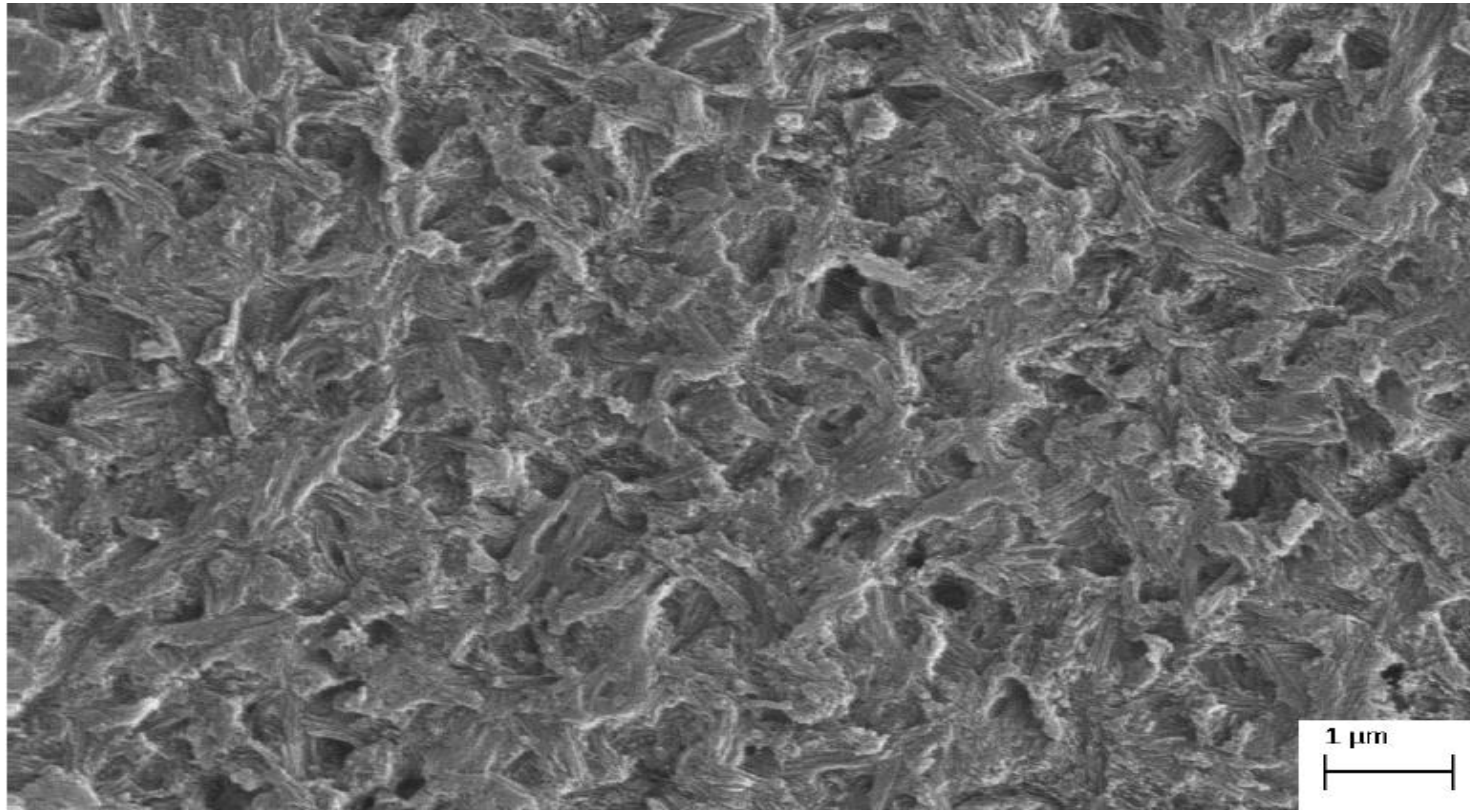
FLUXOGRAMA



Resultados

Microscopia Eletrônica de Varredura MEV

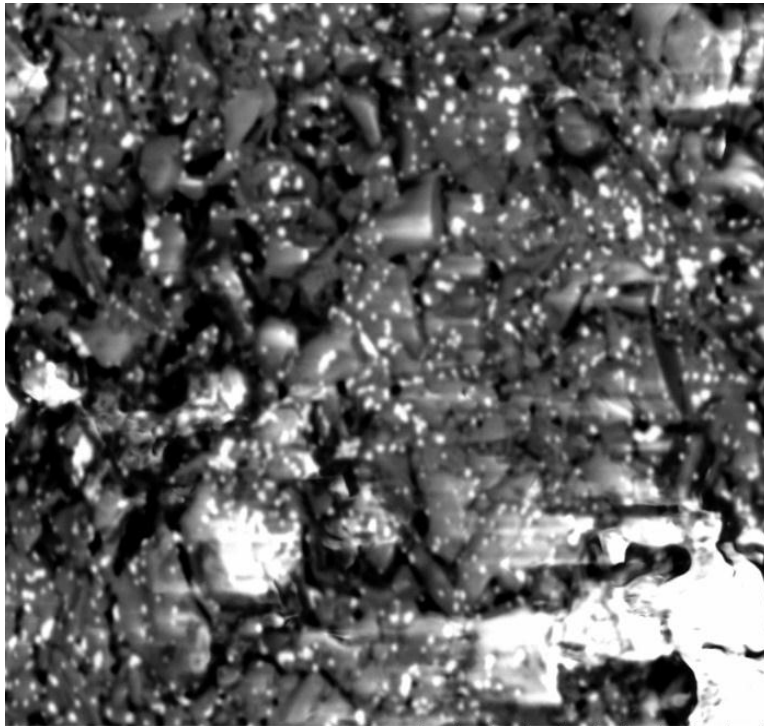
Dissilicato de Lítio



Resultados

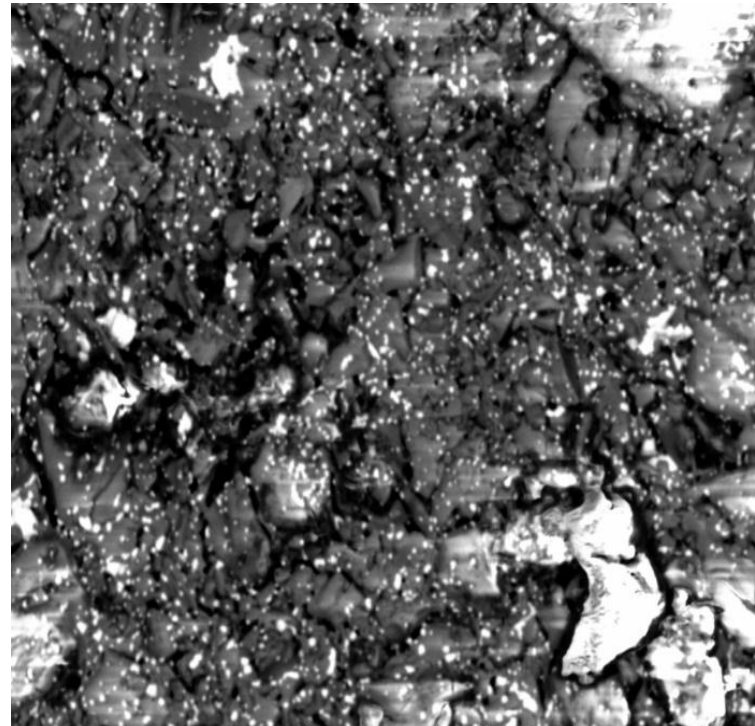
Microscopia Eletrônica de Varredura MEV

Espinélio 10% 350 MPa



ESPIN 10%

F D9.3 x1.5k 50 um



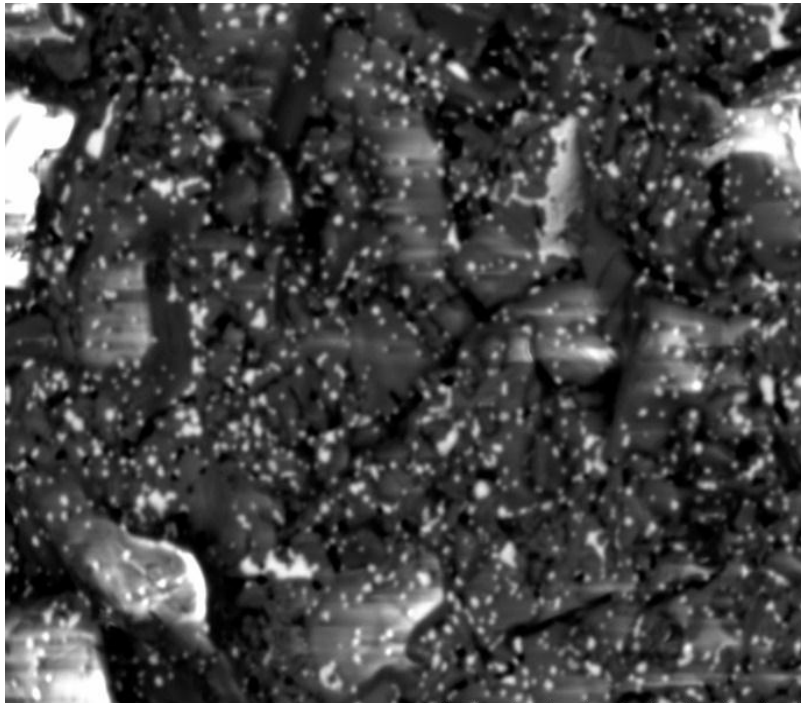
ESPIN 10%

F D9.3 x1.0k 100 um

Resultados

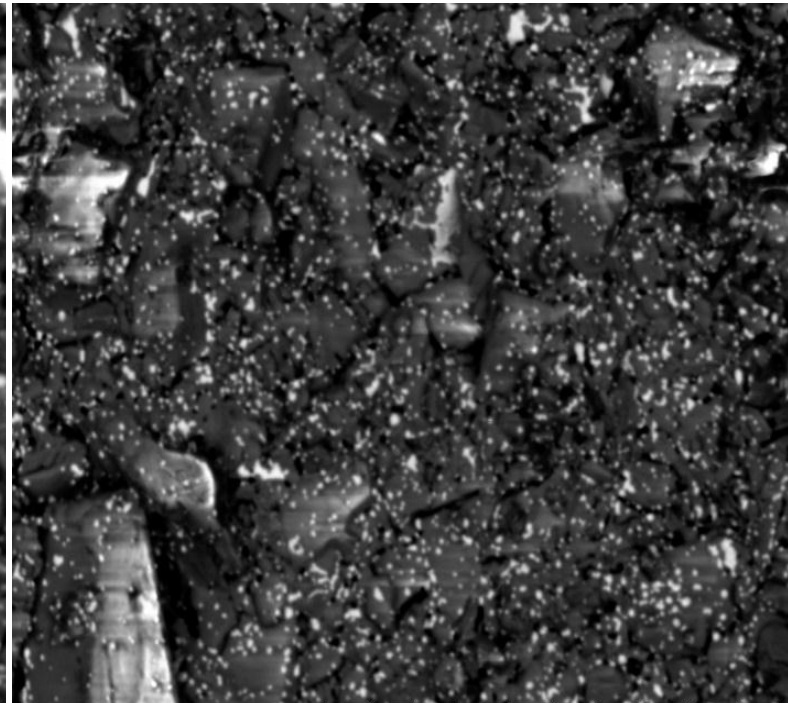
Microscopia Eletrônica de Varredura MEV

Espinélio 10% 400 MPa



ESPIN 10%

F D9.9 x1.5k 50 um



ESPIN 10%

F D9.9 x1.0k 100 um

Resultados

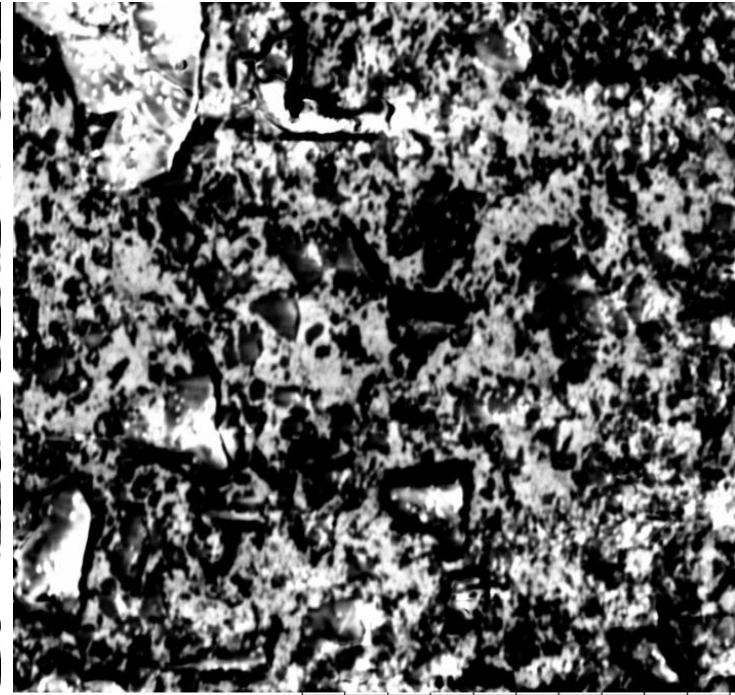
Microscopia Eletrônica de Varredura MEV

Espinélio 50 % 350 MPa



ESPIN 50%

F D10.0 x1.5k 50 um



ESPIN 50%

F D10.1 x1.0k 100 um

Resultados

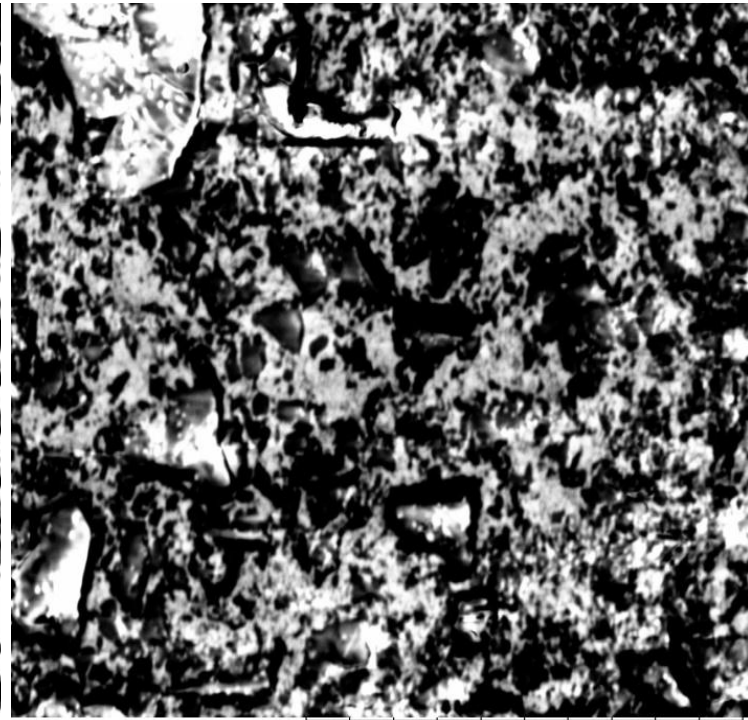
Microscopia Eletrônica de Varredura MEV

Espinélio 50 % 400 MPa



ESPIN 50%

F D10.0 x1.5k 50 um



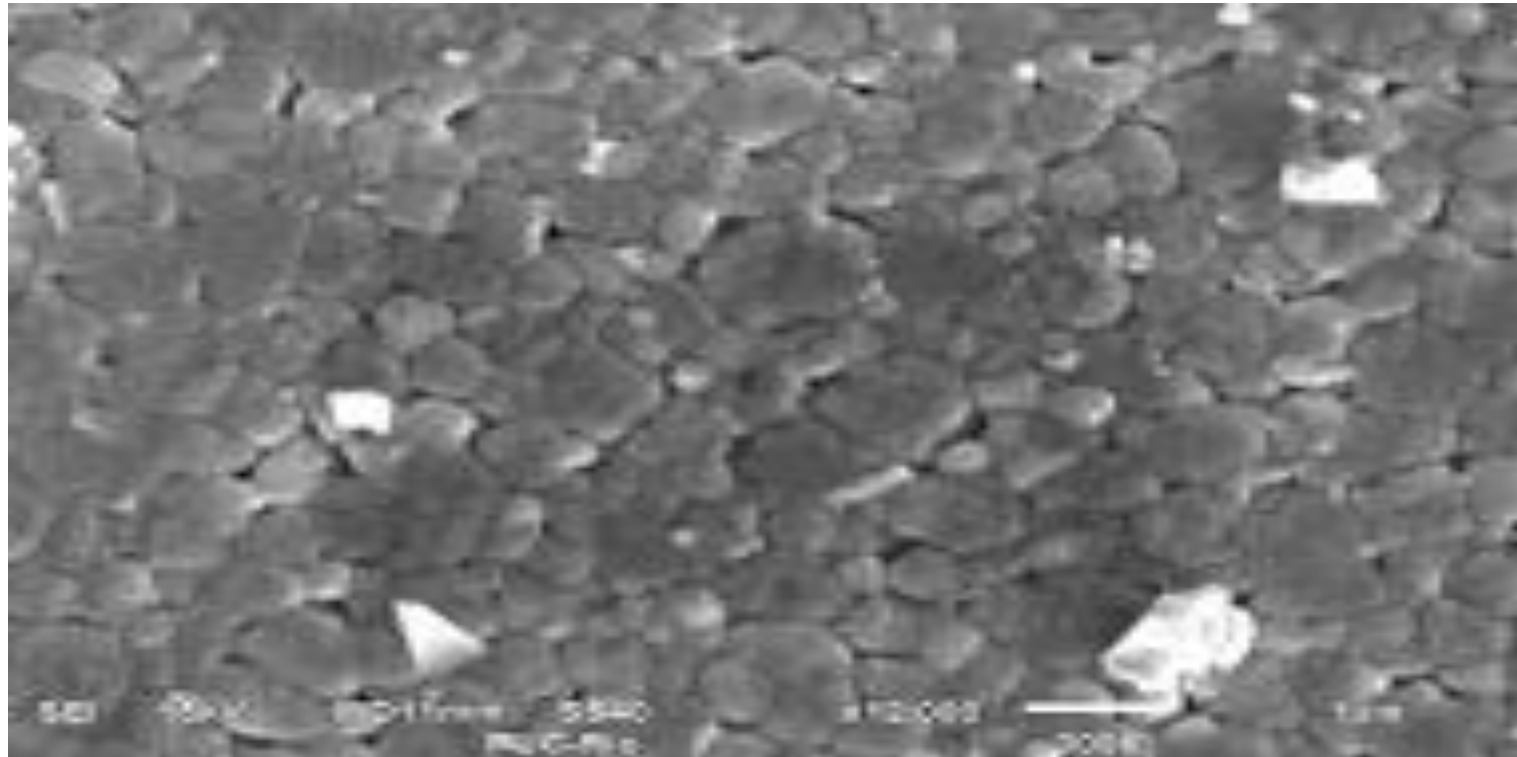
ESPIN 50%

F D10.1 x1.0k 100 um

Resultados

Microscopia Eletrônica de Varredura MEV

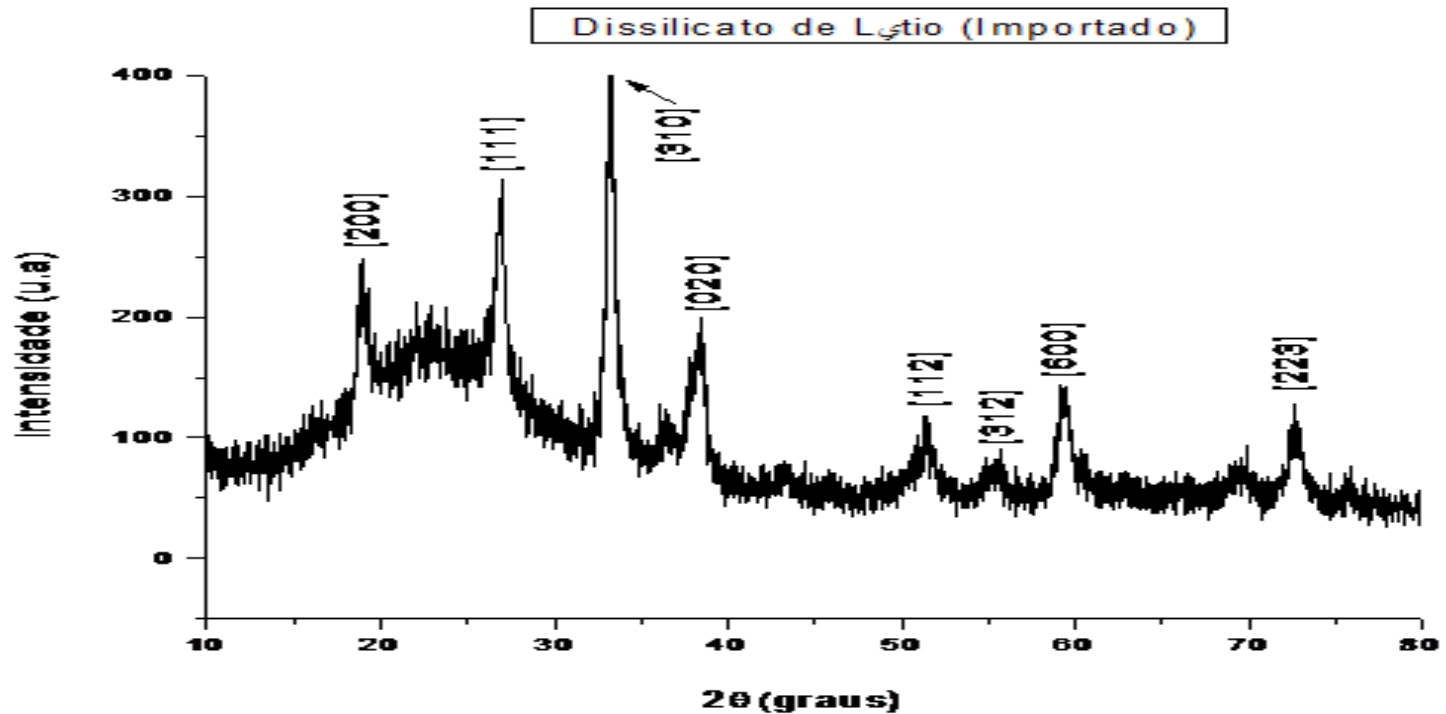
Zircônia



Resultados

Difração de Raios x

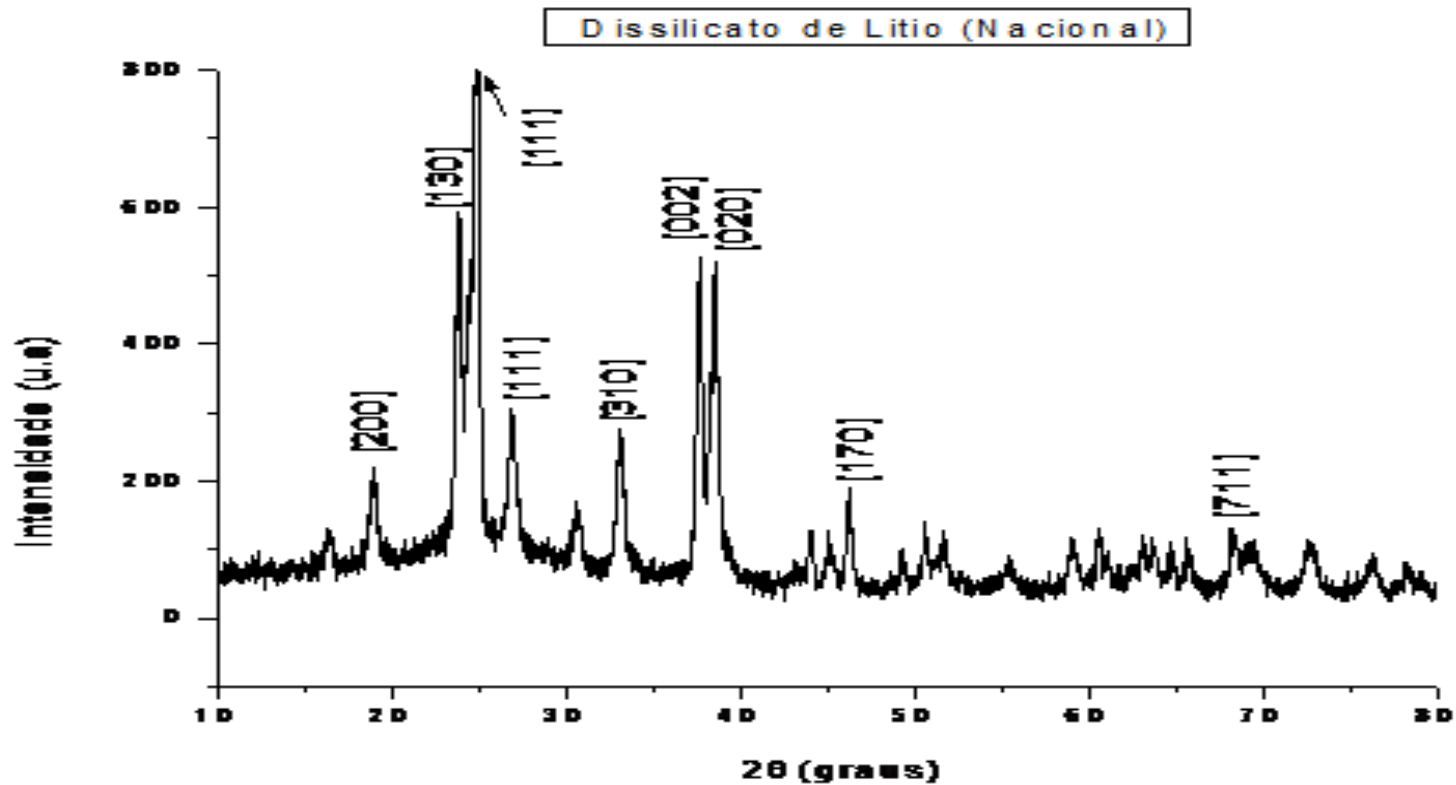
- Dissilicato de Lítio importado



Resultados

Difração de Raios x

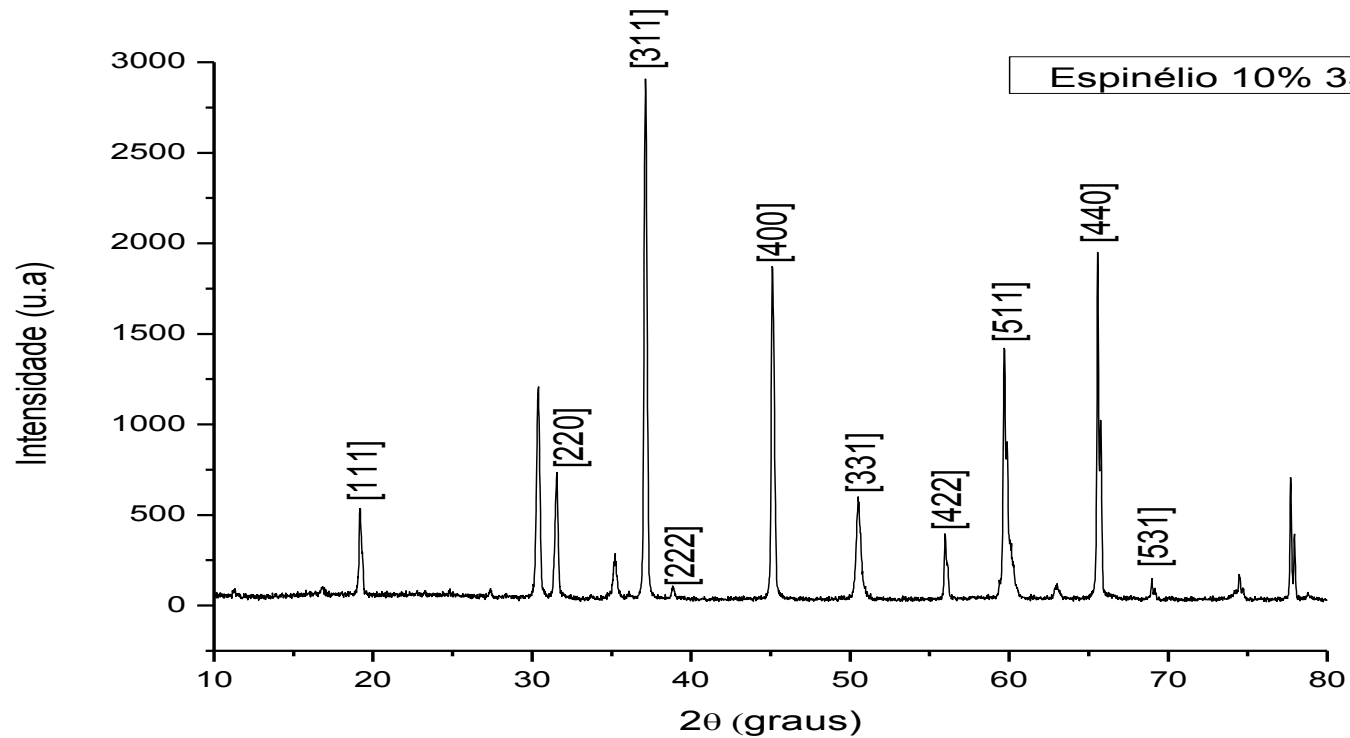
- Dissilicato de Lítio Nacional



Resultados

Difração de Raios x

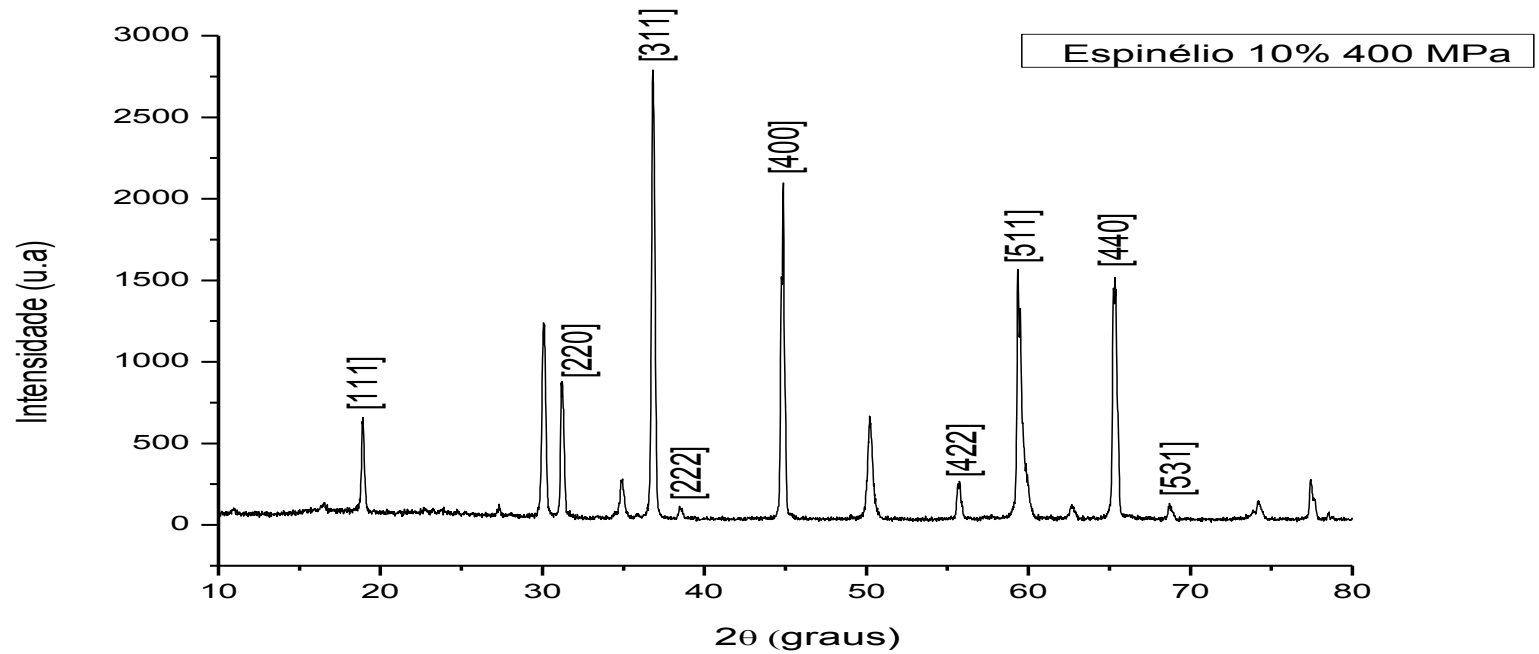
- Espinélio 10% 350 MPa



Resultados

Difração de Raios x

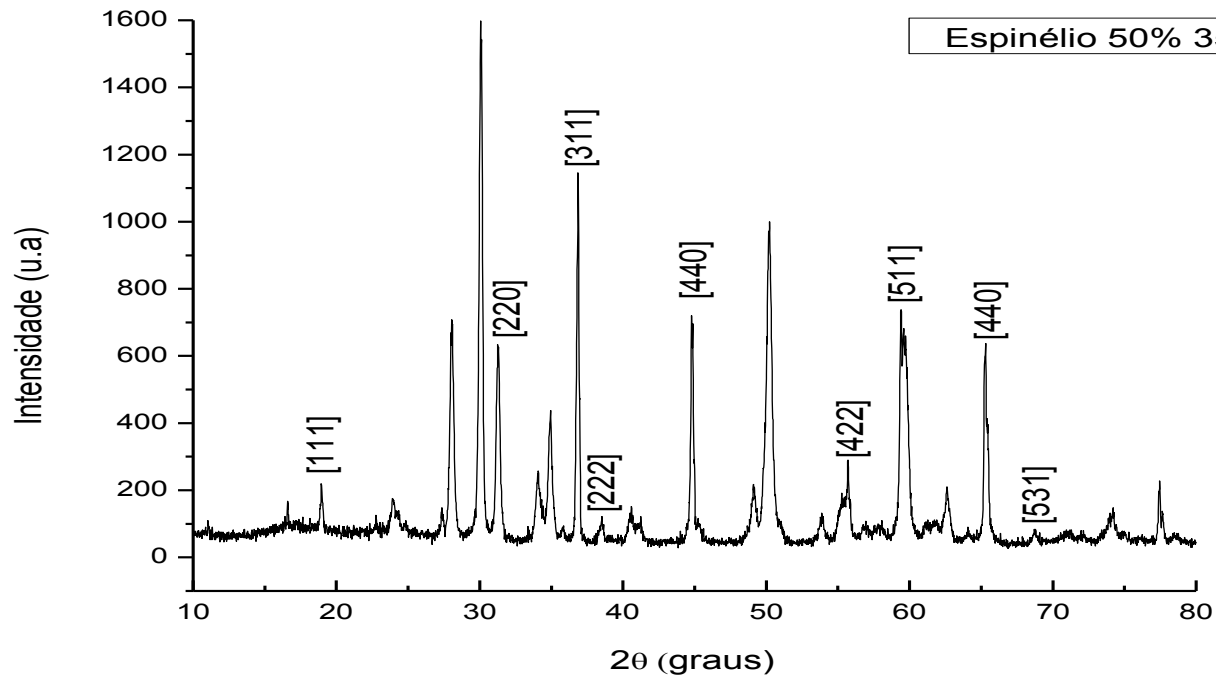
- Espinélio 10% 400 MPa



Resultados

Difração de Raios x

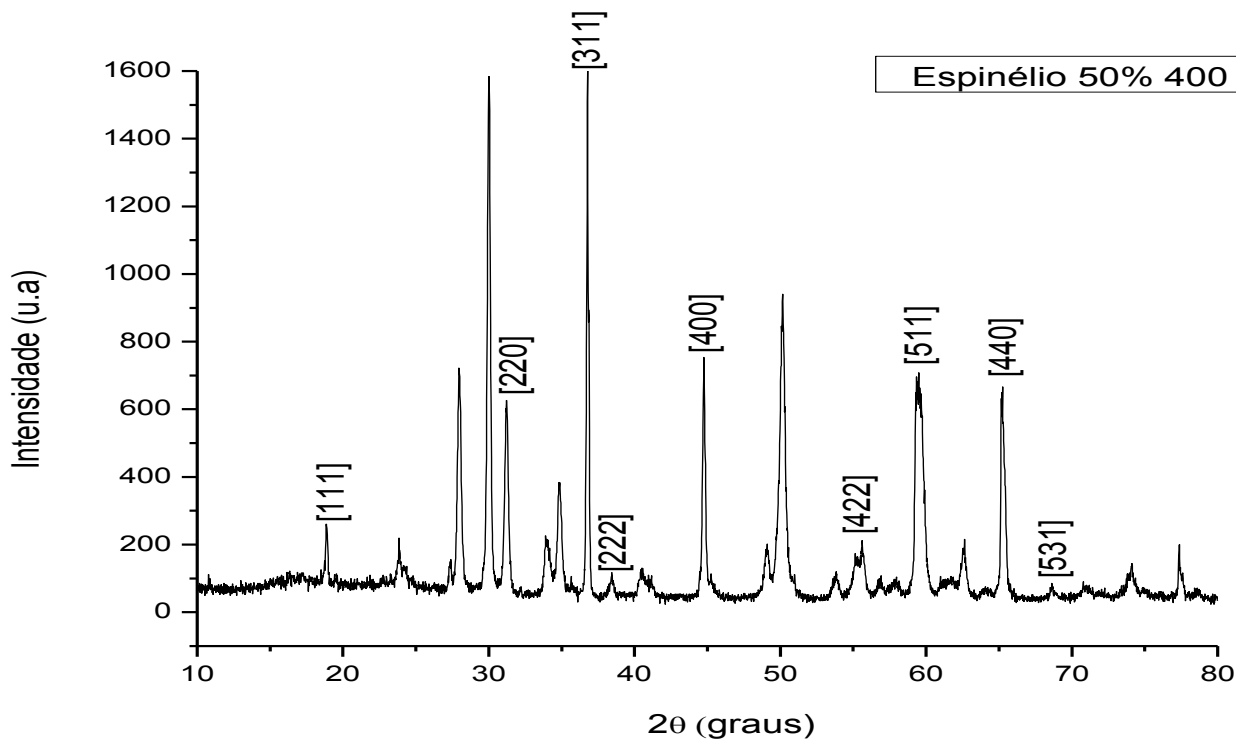
- Espinélio 50% 350 MPa



Resultados

Difração de Raios x

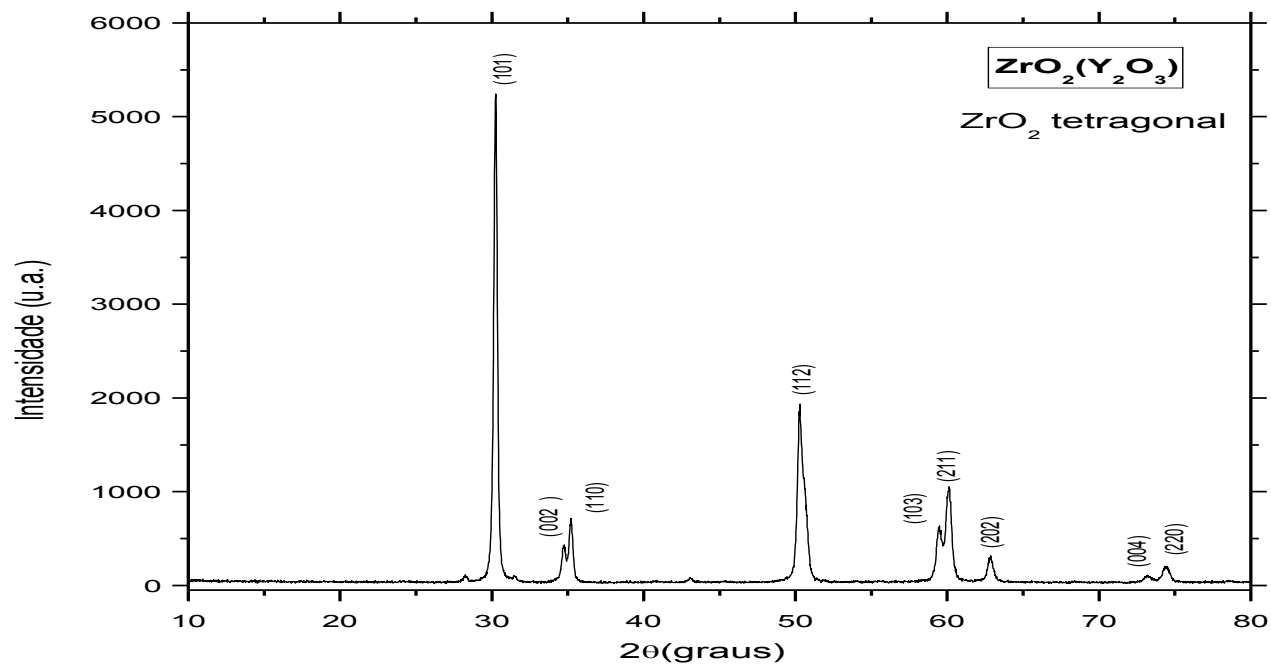
- Espinélio 50% 400 MPa



Resultados

Difração de Raios x

- Zircônia Tradicional estabilizada com ítria



Resultados

Dureza HV

Amostra	Dureza (HV _{100gF})
Li ₂ Si ₂ O ₅ importado	285 ± 23HV
Li ₂ Si ₂ O ₅ comercial(IVOCLAR)	278 ± 23HV
ZrO ₂ (Y ₂ O ₃) tradicional	1235 ± 20HV
ZrO ₂ (Y ₂ O ₃) translúcido	1290 ± 26HV
Composto Espinélio	378 ± 7HV

Resultados

Tenacidade a Fratura

Amostra	Tenacidade a fratura (K_{IC}) MPam ^{1/2}
Li ₂ Si ₂ O ₅ importado	1,98 ± 0,7
Li ₂ Si ₂ O ₅ comercial(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	2,42 ± 0,2

Resultados

Resistência a Flexão

Amostra	Resistência à fratura por flexão 4p (MPa)
$\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$	197 ± 25
$\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ comercial (IVOCLAR)	205 ± 18
$\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$	994 ± 35
$\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ translúcido	1075 ± 28
Composto Espinélio	152 ± 25

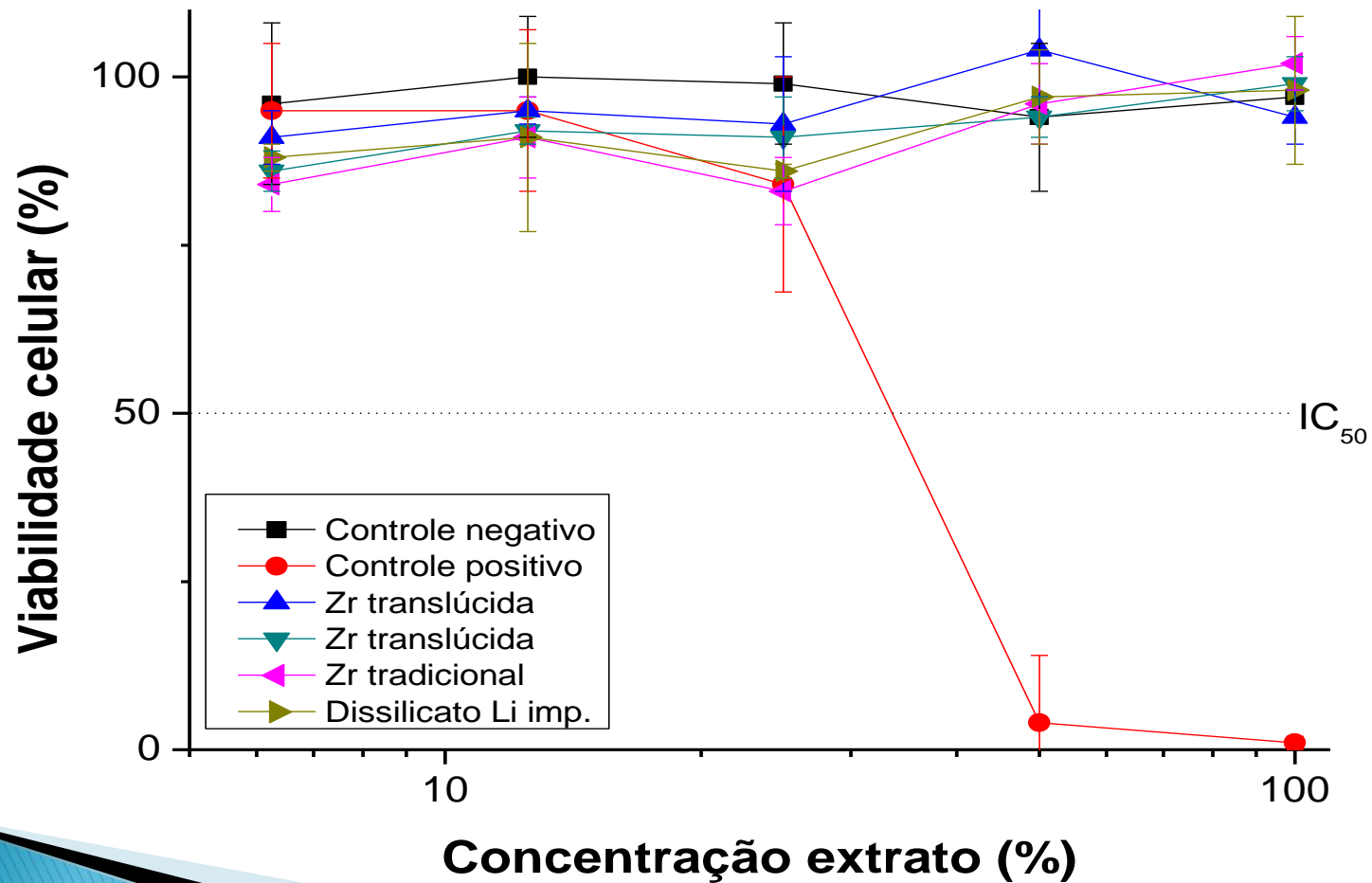
Resultados

Densidade Relativa

Amostra	Densidade Relativa (%)
$\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$	$99,1 \pm 0,4$
$\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ comercial(IVOCLAR)	$99,7 \pm 0,5$
$\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$	$99,2 \pm 0,2$
$\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ translúcido	$99,5 \pm 0,4$
Composto Espinélio	$99,3 \pm 0,4$

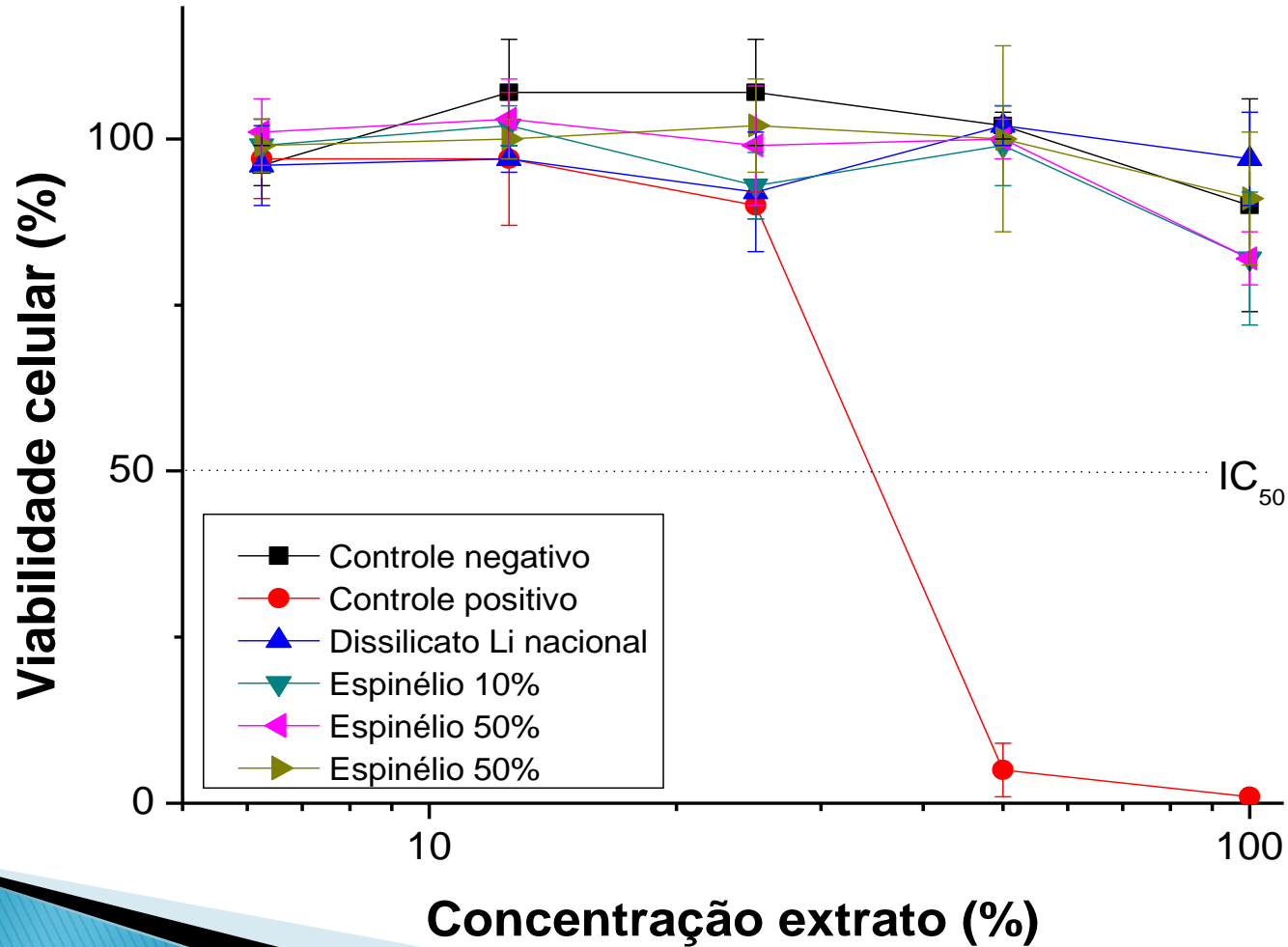
Resultados

Citotoxicidade



Resultados

Citotoxicidade



Resultados

Solubilidade Química

Descrição	Amostras	Peso(Gr)	CH ₃ COOH 4%	TEMP (150°)	TEMP (80°)	RESULTADO
Li ₂ SiO ₅	Importado	8,11	8,10	8,10	8,10	8,10
	Nacional	7,4	7,4	7,39	7,39	7,39
ZrO ₂ (Y ₂ O ₃) Translúcida	Amostra 1	10,3	10,3	10,29	10,29	10,29
	Amostra 2	10,51	10,51	10,50	10,50	10,50
	Amostra 3	8,31	8,31	8,31	8,31	8,31
Zr ₂ (Y ₂ O ₃) Tradicional	Amostra 1	2,3	2,3	2,3	2,3	2,3
	Amostra 2	2,2	2,2	2,2	2,2	2,2
	Amostra 3	2,5	2,3	2,3	2,3	2,3
	Amostra 4	2,4	2,3	2,3	2,3	2,3
Espinélio 10%	350MPA	1,11	1,10	1,10	1,10	1,10
	400MPA	1,10	1,09	1,09	1,09	1,09
Espinélio 50%	350MPA	1,0	0,99	0,98	0,98	0,98
	400MPA	1,0	0,99	0,98	0,98	0,98

Conclusão

- ▶ CAD\CAM (Computer Aided Design\ Computer Assisted Machising)
- ▶ **Dissilicato de Lítio:**
 - Translucidez e multifuncionalidade
 - Bloco ou infraestrutura dentária
 - Coroa anterior e posterior, próteses fixas de três elementos anteriores até segundo pré-molar

Conclusão

▶ Espinélio

- Dureza e baixa condutividade térmica, boa estabilidade química
- Infraestrutura dentária
- Coroa unitária anterior e posterior, inlay, onlay e faceta (LENTE)

Conclusão

▶ Zircônia:

- Boa estabilidade química e dimensional, com uma alta resistência mecânica quando estabilizada com ítria
- Baixo acúmulo de bactéria
- Coroa dentária, prótese fixa, pilares e próteses sobre implantes
- Coroas anteriores e posteriores, barras de prótese, infraestrutura de reabilitação protética de grande extensão.

Conclusão

- ▶ Averiguou-se que todos os três materiais estudados, Dissilicato de Lítio, Espinélio e Zircônia, não apresentaram alteração no teste de solubilidade química e citotoxicidade, portanto, constatou-se que estes produtos não são agressivos ao organismo humano.

TRABALHOS FUTUROS

- ▶ Realizar o teste de biocompatibilidade (Imunotoxicidade)