

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

FERNANDA DE ASSIS BAIÃO MIRANDA PEREIRA

**DR. ROBERTO OLIVEIRA MAGNAGO
DR. CLAUDINEI DOS SANTOS**

Introdução:

Constante evolução do mercado e mercado odontológico.

Melhor adaptação anatômica com a tecnologia CAD/CAM

Matéria-prima: materiais cerâmicos importados.

Zircônia (ZrO_2)

Espinélio ($MgAl_2O_4$)

Objetivo:

Desenvolvimento e caracterização de uma nova cerâmica dentária a base de Espinélio, visando a aplicação como matéria-prima para confecção de próteses dentárias anteriores unitárias no sistema CAD/CAM.

Justificativa:

Possibilitar ao mercado odontológico CAD/CAM, novos materiais de menor custo.

Cerâmicas Dentárias

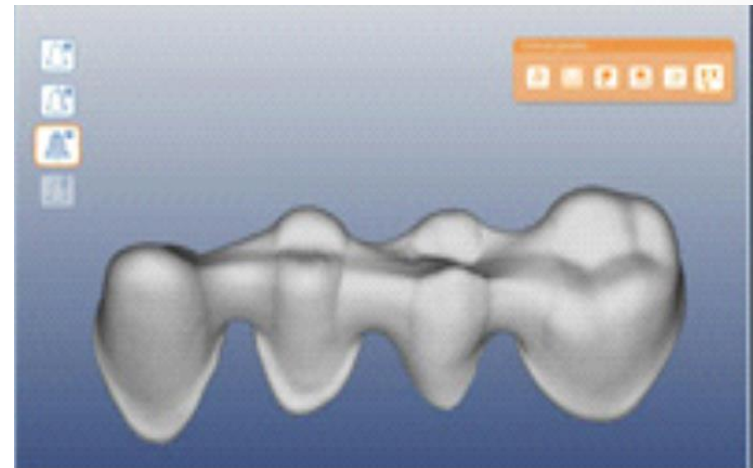
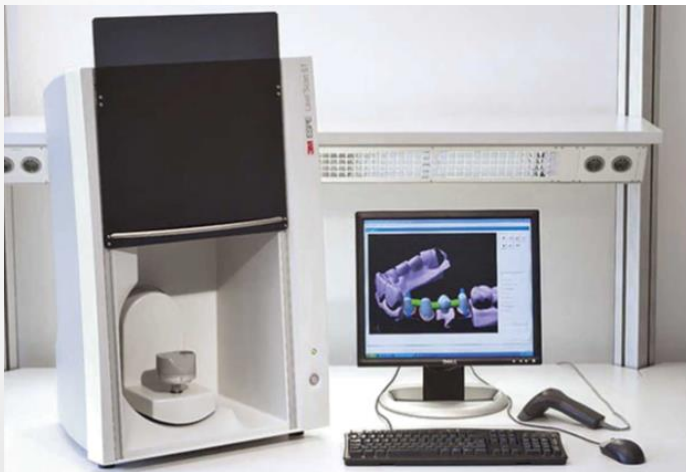
- Características como tratamento restaurados.
- Conscientização do significado estético.
- Contínuo desenvolvimento.

Sistema CAD/CAM

Computer Aided Design/ Computer Aided Manufacturing

O scanner faz a varredura das estruturas a serem copiadas

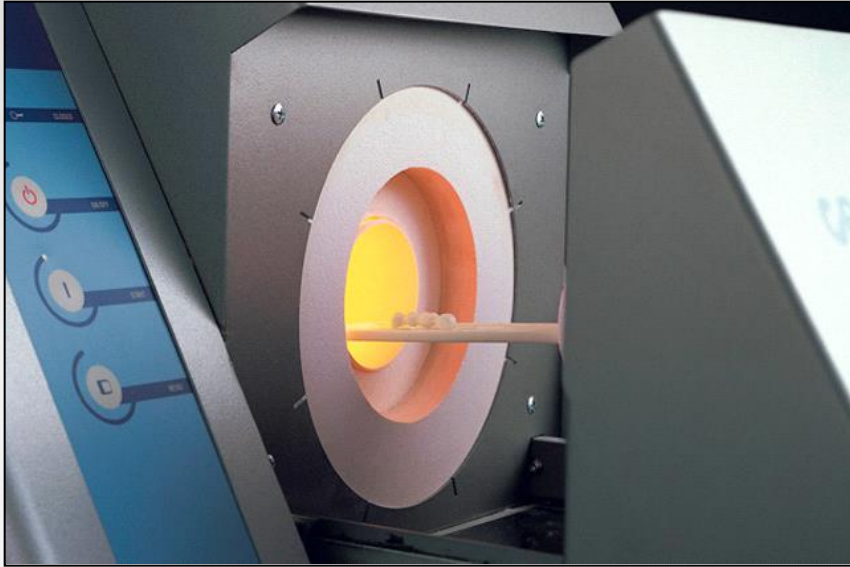
O software gerar uma imagem tridimensional



A fresadora faz a usinagem da peça que foi planejada para a reabilitação do paciente.



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



Os materiais que podem ser utilizados no CAD/CAM são diversos, entre eles: blocos de cerâmica feldspática, zircônia, dissilicato de lítio, titânio, cromo-cobalto, resinas para próteses temporárias entre outros.

Sistemas Infiltrados

- O sistema *In Ceram* ➤ cerâmica parcialmente sinterizada
- porosa e infiltrada com vidro
 - confere resistência mecânica

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

Sistema Infiltrado de Espinélio

Idealizado próteses dentarias totalmente cerâmicas

Propriedades mecânicas 300MPa a 400MPa

Translucidez, superior a cerâmicas de alumina

Indicação ➤ facetas laminadas, coroas unitárias de dentes anteriores, inlays, onlays.

Infra estrutura produzida via CAD/CAM, aumento da resistência flexural.

Infiltração de Vidro

O vidro ocupa os espaços intersticiais (poros)

Irregularidades de superfícies

Aumentando significativamente a resistência do material.

Diferença entre os coeficientes de expansão térmica .

Coeficiente de expansão térmica do vidro deve ser um pouco menor ou próximo à subestrutura.

Diminuir a quantidade de trincas

Norma ISO 6872

Referência para validação de produtos cerâmicos usados na odontologia.

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

Espinélio (MgAl_2O_4)

Um mineral natural, mas é utilizado na indústria de forma sintética

Ponto de fusão é elevado 2135°C

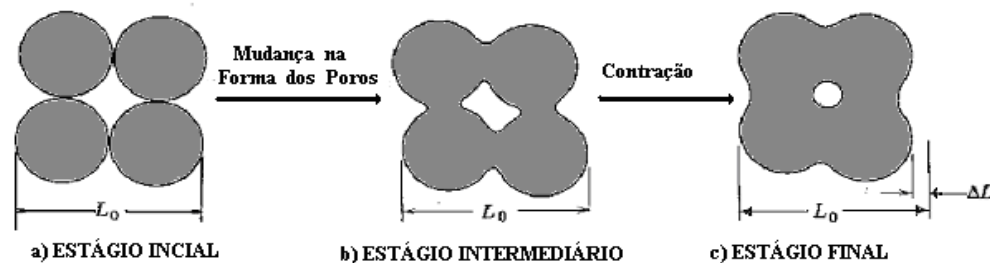
Dureza favorável mesmo em temperaturas extremas, condutividade térmica e elétrica baixa, ácido resistente, alta resistência, estabilidade química favorável, transmissão de luz

Bons resultados com o espinélio foram obtidos com a técnica In Ceram

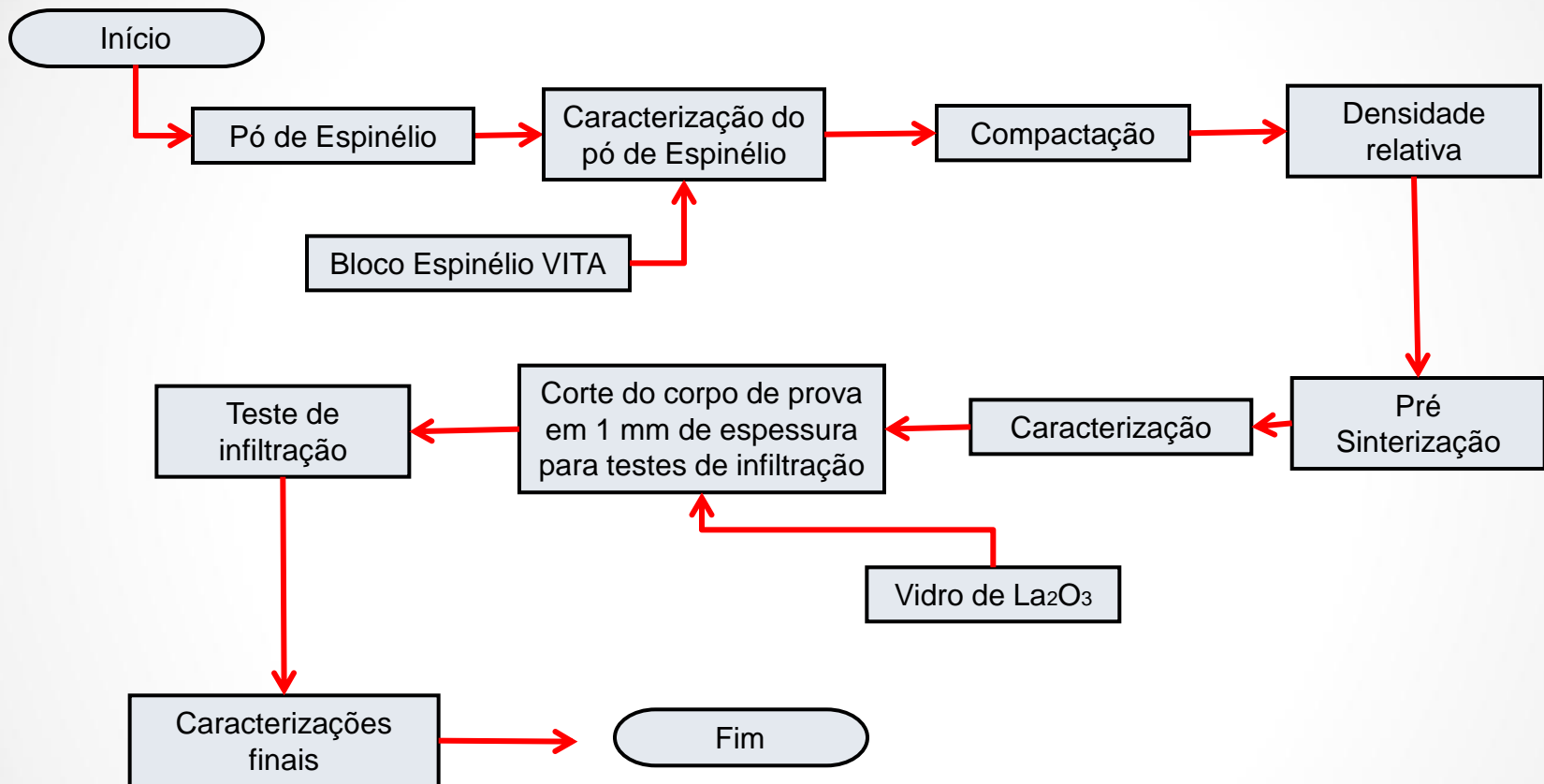


Sinterização

Processo térmico com o objetivo principal de produzir uma forte união entre as partículas quando aquecidas termicamente.



Fluxograma



Materiais e Métodos

- Materiais analisados: Pó de espinélio sintetizado CTA-IAE 99%de pureza, pó de espinélio Saint Gobain, bloco pré sinterizado comercial VITA e vidro de Lantânio da VITA.
- Blocos pré sinterizados produzidos neste trabalho a partir do pó da Saint Gobain



Métodos:

- Compactação: Prensa uniaxial sob 100MPa por 30 segundos
- Pré-sinterização: forno MAITEC 1650, com taxa de aquecimento 5°C/min atingindo temperaturas 1000°C, 1100°C, 1150°C, 1200°C, 1250°C, 1300°C, 1350°C, 1400°C, 1450°C, 1550°C e 1600°C e permaneceram por 120 minutos e taxa de resfriamento fixa de 5°C/min.



Infiltração de Vidro

CPs \Rightarrow 15x15x1mm³

1) Cortados 2) Lixados 3) Lavados em ultrassom

Pasta de vidro Lantânio com água destilada.

Forno a 1120°C - Aquecimento de 10°C/min

- Patamar de 120 minutos

- Resfriamento 5°C/min



O CPs são resfriada lentamente gerando campos de tensão e ocorre a expansão térmica entre vidro e cerâmica

➤ Vidro exerce força contraria ao crescimento da trinca

➤ Reduz a temperetura de sinterização

➤ Aumento da tenção de fratura comparando à cerâmica pura sinterizada

Métodos

Caracterização dos Materiais

➤ Determinação da Densidade Relativa: Princípio de Arquimedes

➤ Difração de Raios X: CPs pré-sinterizadas e infiltradas foram identificadas utilizando a radiação “Cu-K α ”, varredura entre 10° e 80°, passo angular de 0,05° e velocidade de 3 seg/ponto de contagem. Os picos foram identificados, através de comparação com microfichas do arquivo JCPDS.

Preparação das Amostras

Os CPs Embutidas (resina)

Desbastadas em lixas de diamante. Granulometria de de 180 a 600 mesh – AROTEC

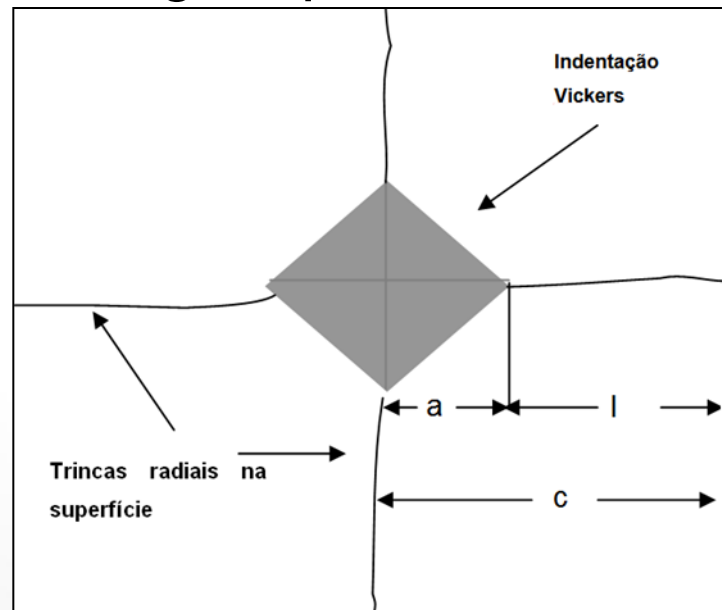
Pastas diamantadas na sequência de 15 μ m, 9 μ m, 6 μ m, 3 μ m, 1 μ m

Politriz automática - Automet 250 Marca Buehler

- MEV Marca HITACHI Modelo TM-3000 - UniFOA

Propriedade Mecânica das amostras infiltradas

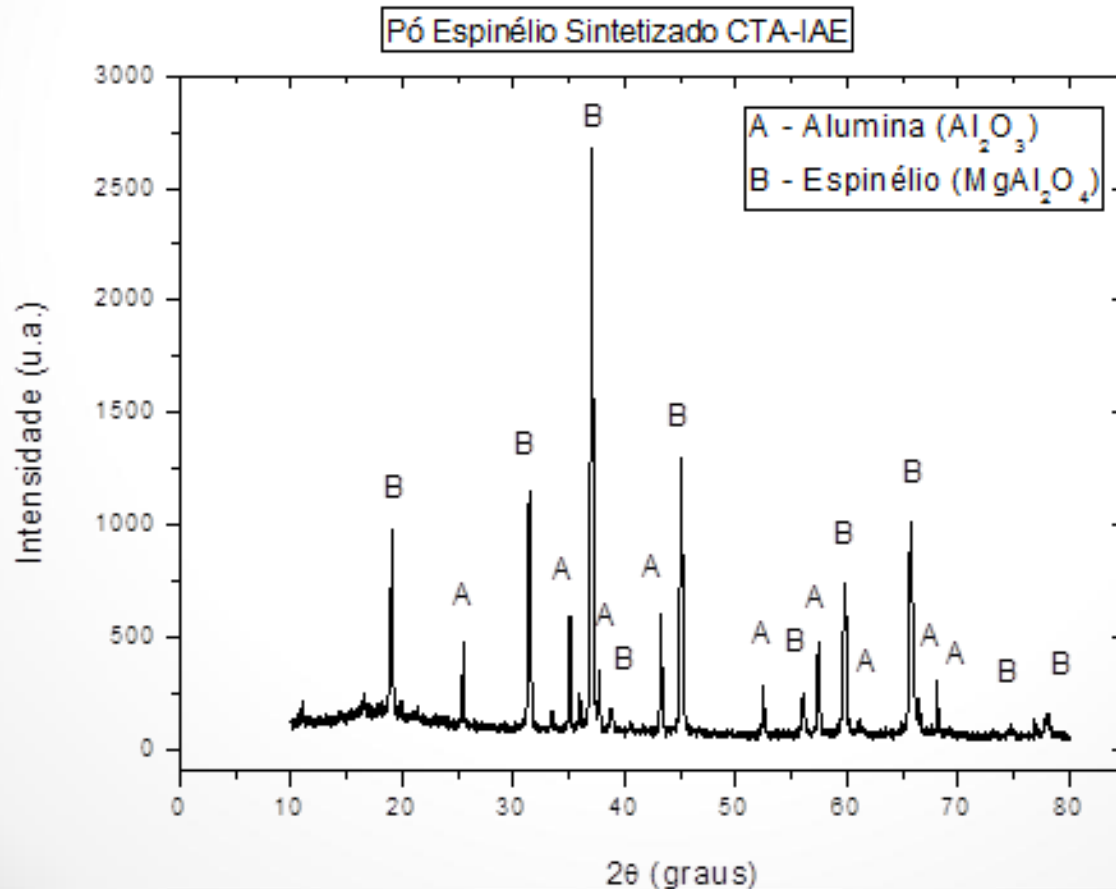
- Dureza Vickers (HV). Teste seguiu a norma ASTM-C-1327-99
- Foram realizadas 30 impressões Vickers nas superfícies de cada uma das amostras polidas, utilizando-se uma carga de 2Kgf , aplicada durante 30 segundos.

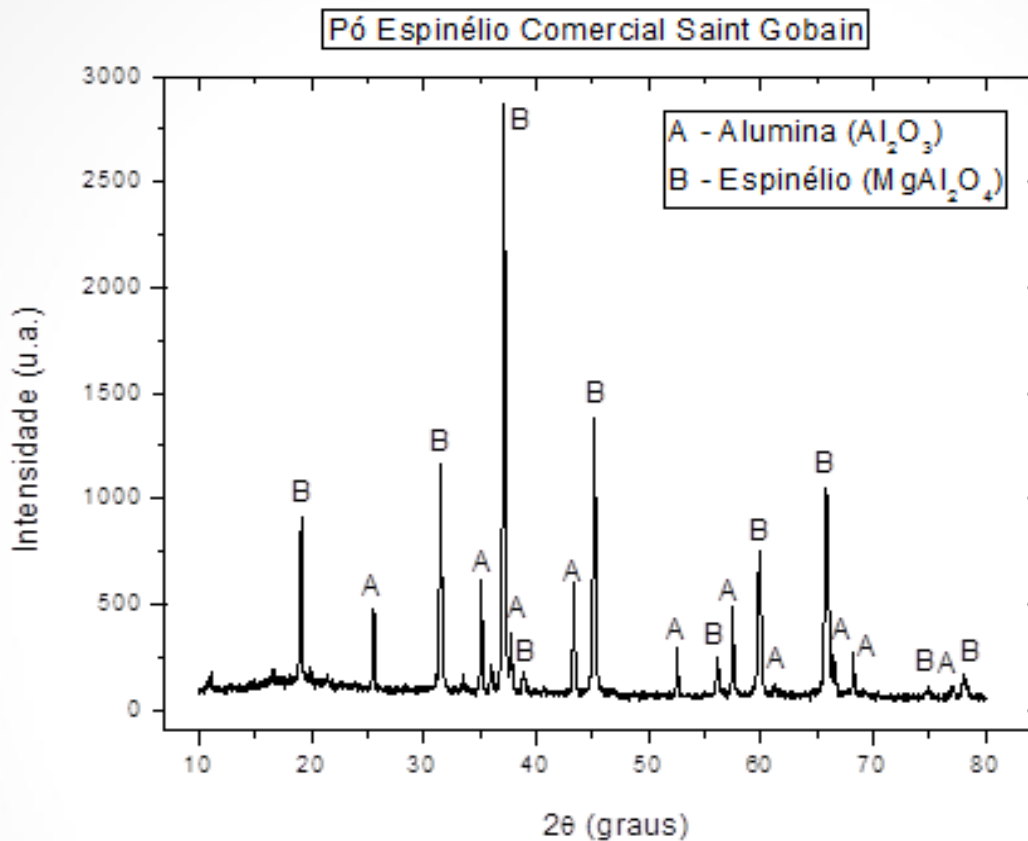


RESULTADOS E DISCUSSÃO

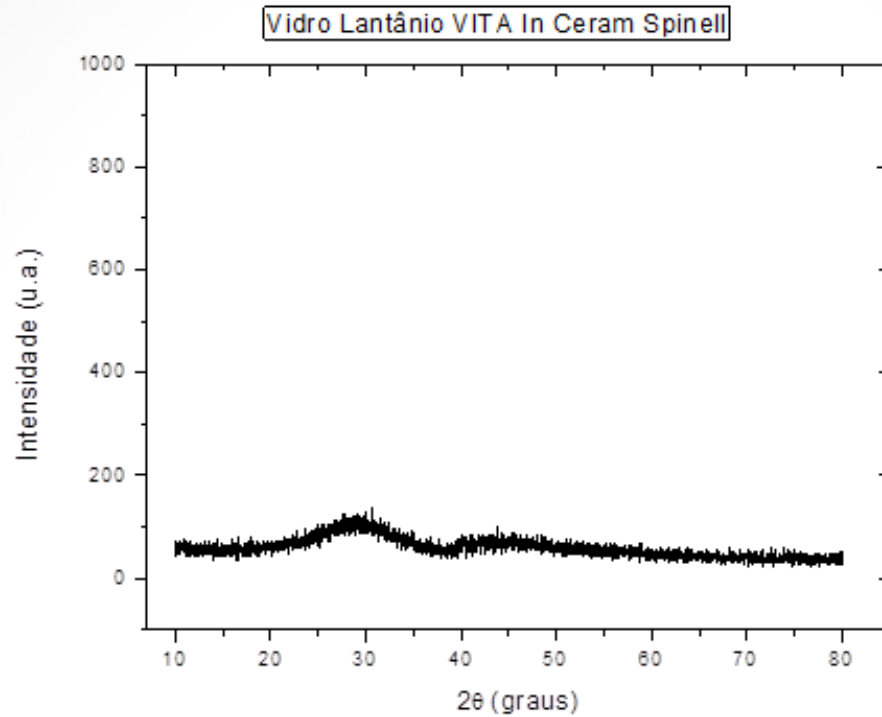
Caracterização das Matérias primas

Difratogramas de raios X



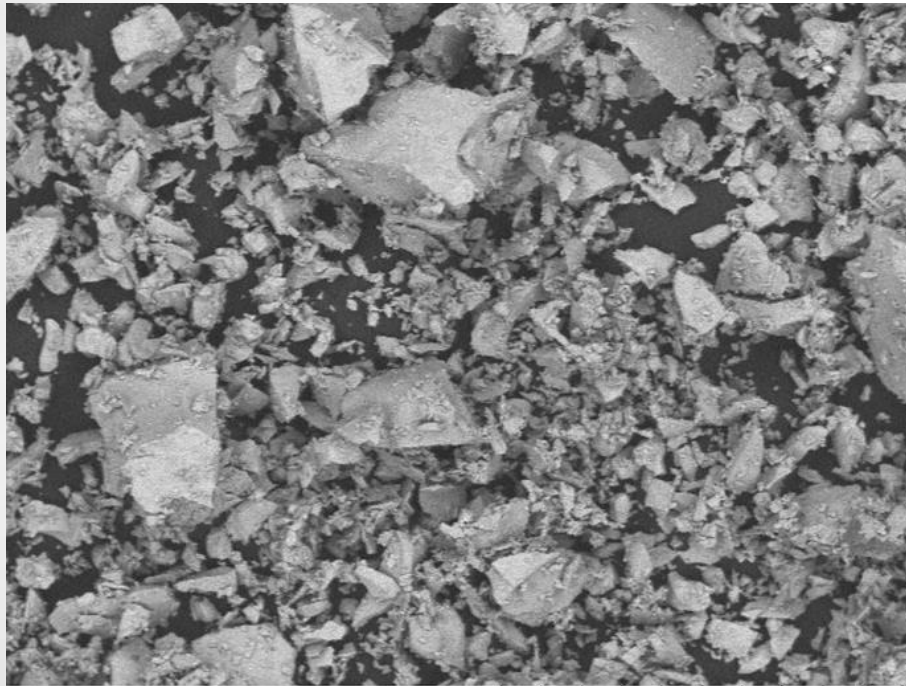


Observa-se que os pós de espinélio, características distintas em termos de cristalinidade dos pós e de picos cristalinos observados

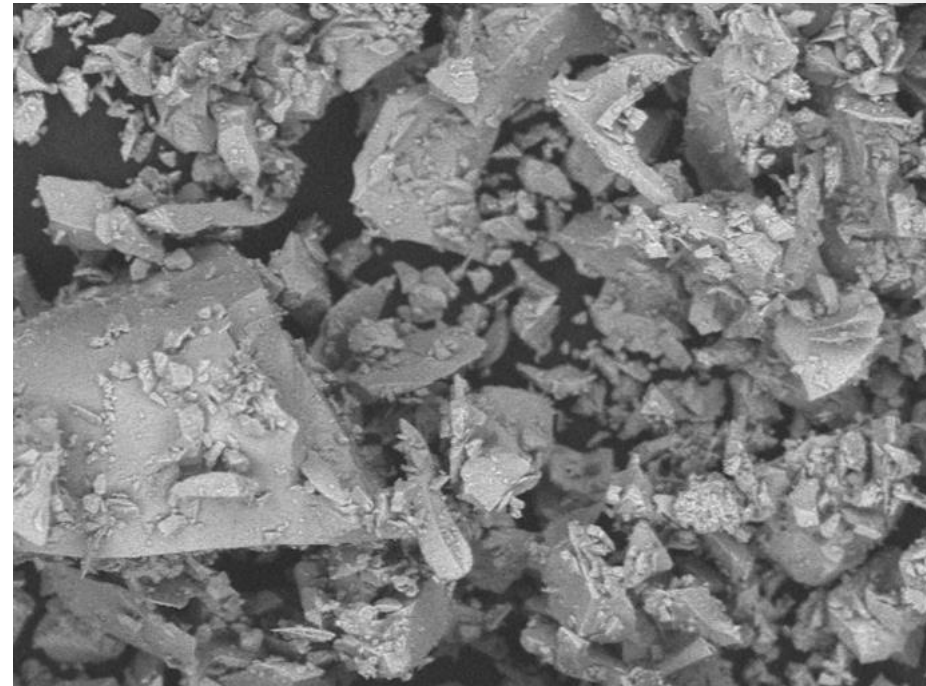


Material amorfizado, típico de comportamento compatível com material vítreo.

Morfologia dos pós de vidros de Lantânio obtidas por microscopia eletrônica de varredura.

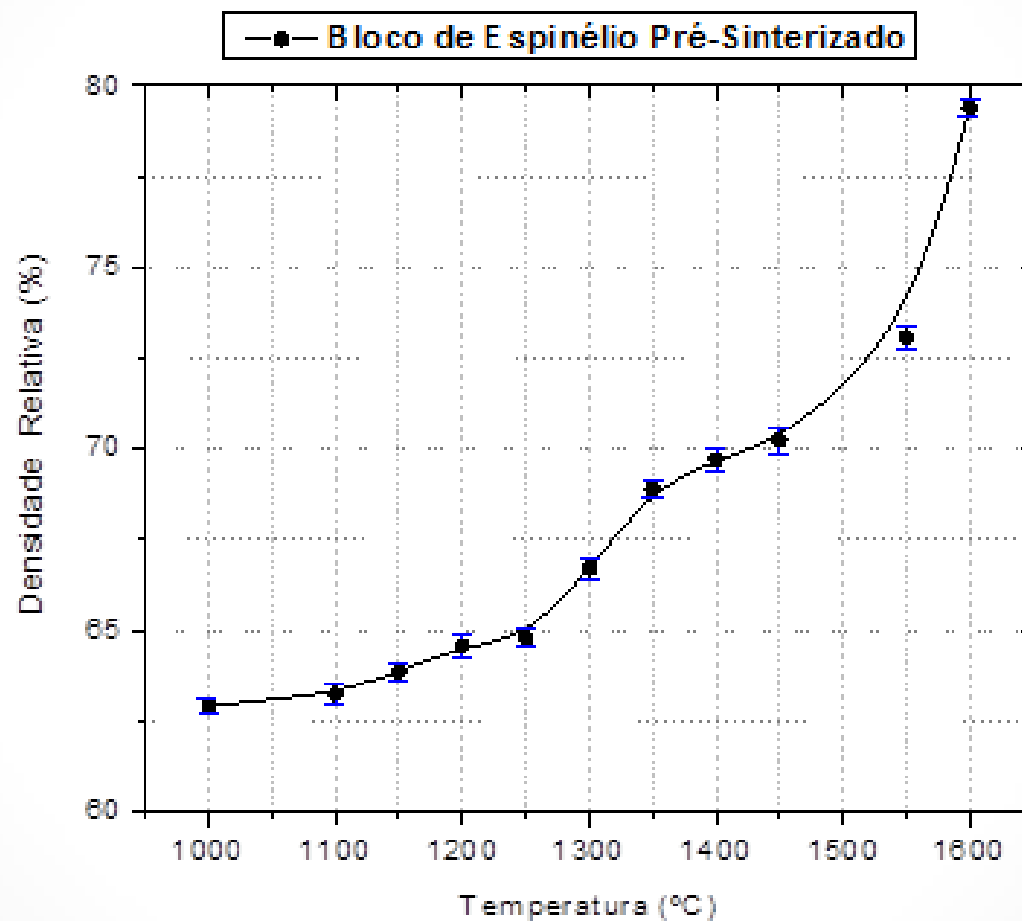


vidro La 2013/06/12 N D5,3 x150 500 um

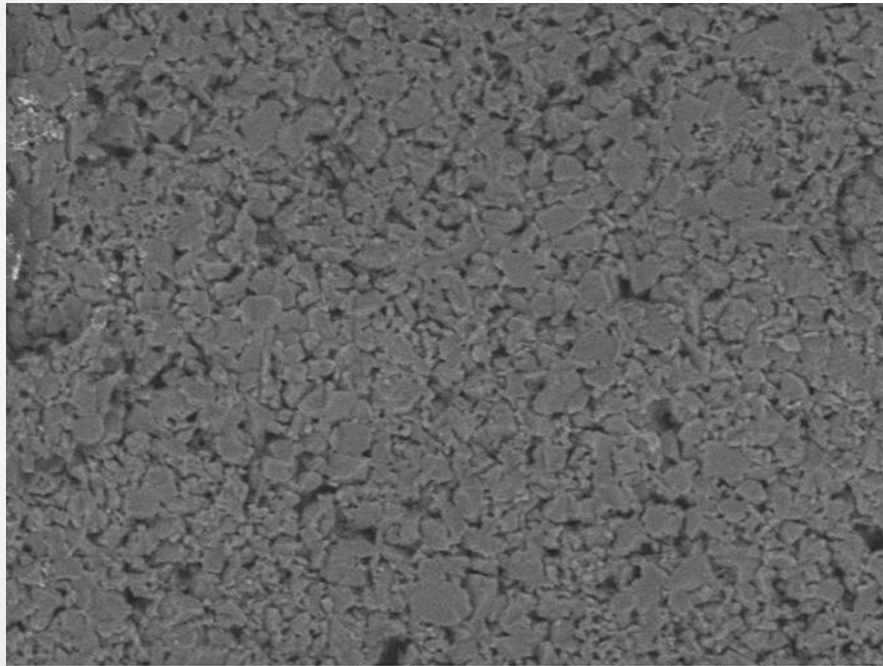


vidro La 2013/06/12 N D5,3 x500 200 um

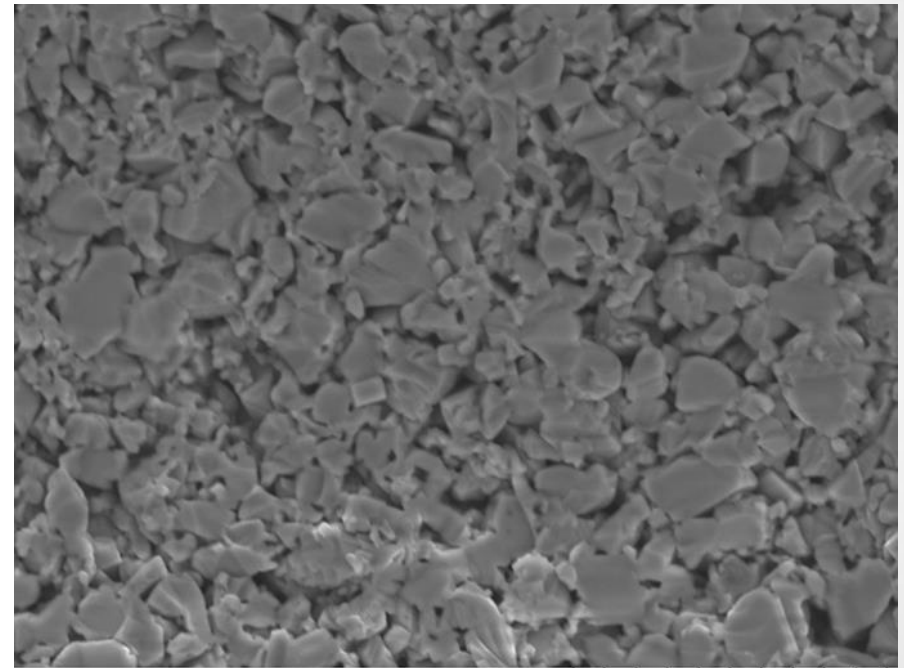
Caracterização dos Blocos Pré-Sinterizados



MEV representativas de superfícies de fratura dos blocos pré-sinterizados comerciais (VITA).



spi bloc 2013/06/12 N D5,3 x1,0k 100 um



spi bloc 2013/06/12 N D5,3 x2,0k 30 um

MEV representativas de superfícies de fratura dos blocos pré-sinterizados comerciais (VITA).



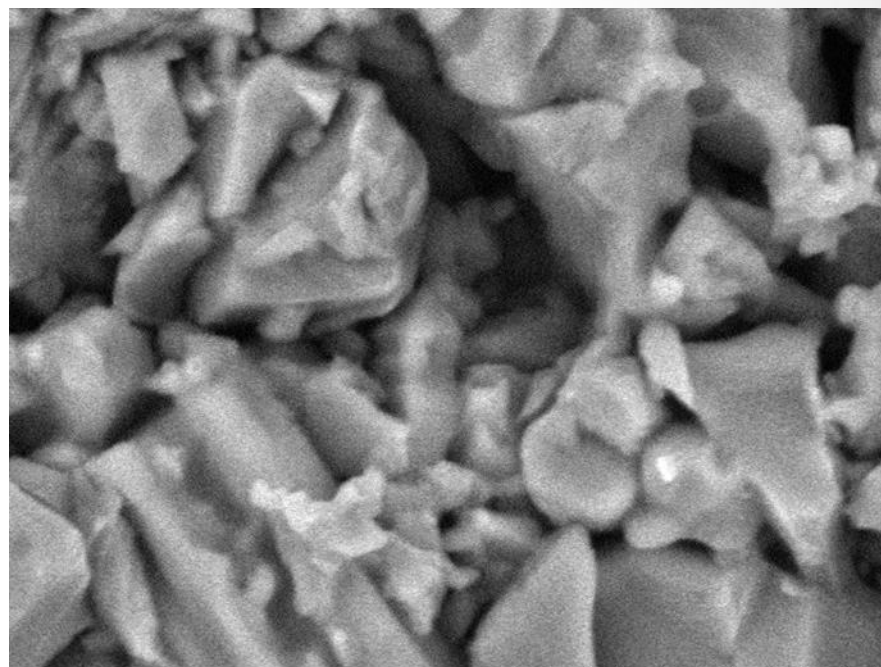
espinelio

2013/07/04

N

D6,7 x20k

3.0 um



espinelio

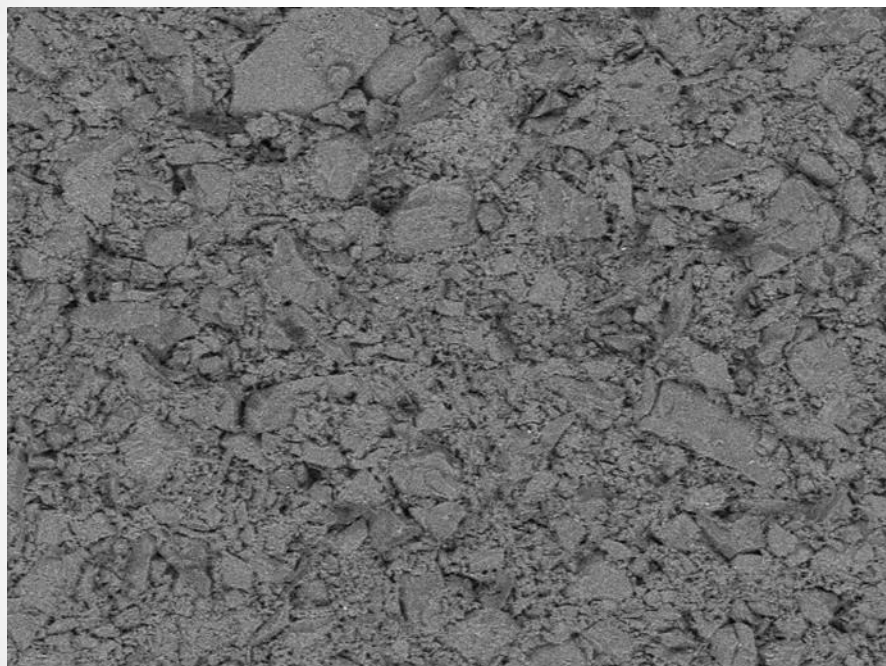
2013/07/04

N

D6,7 x7,0k

10 um

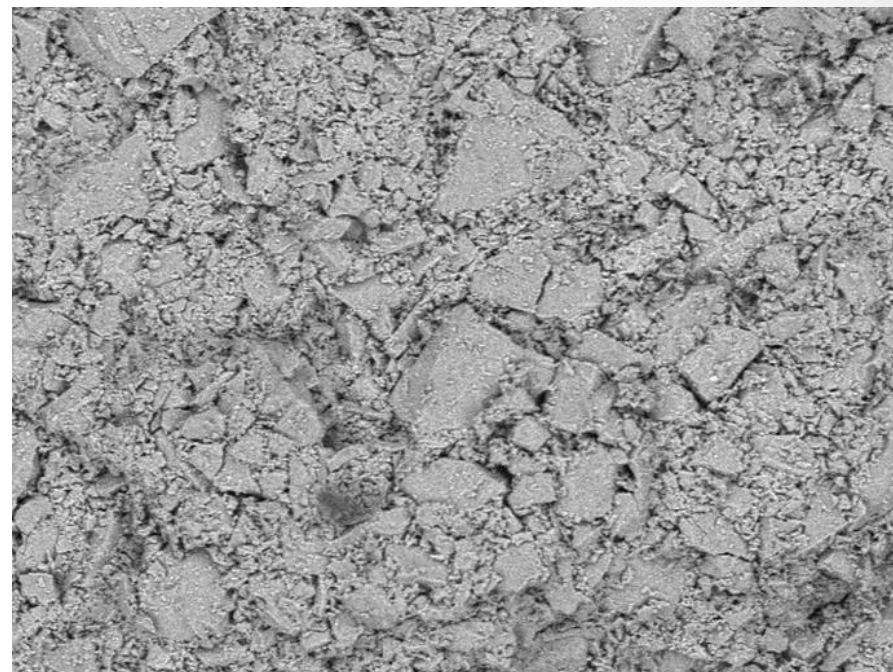
MEV representativas de superfícies de fratura dos blocos pré-sinterizados



espinelio

2013/07/04

N D6,7 x250 300 um

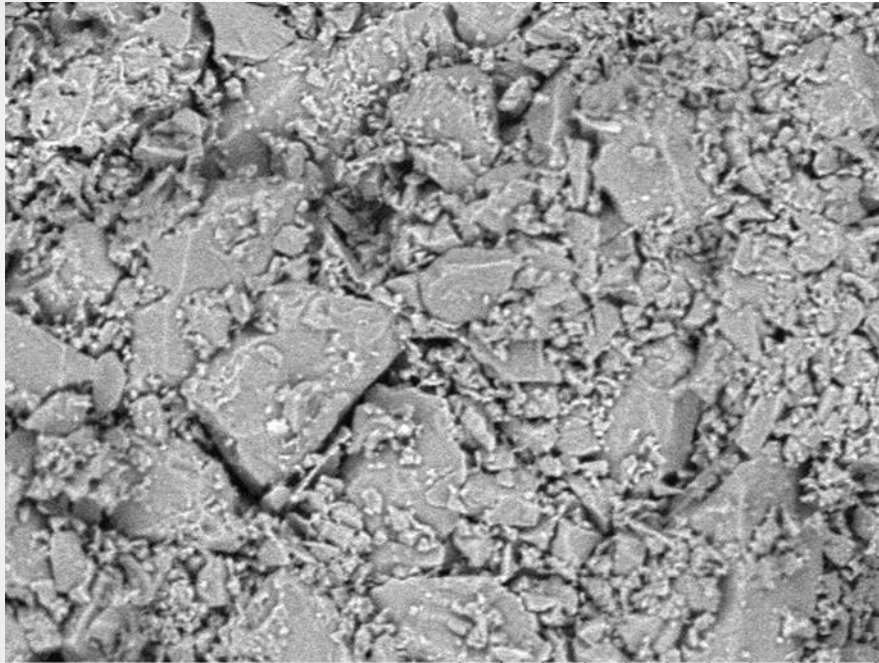


espinelio

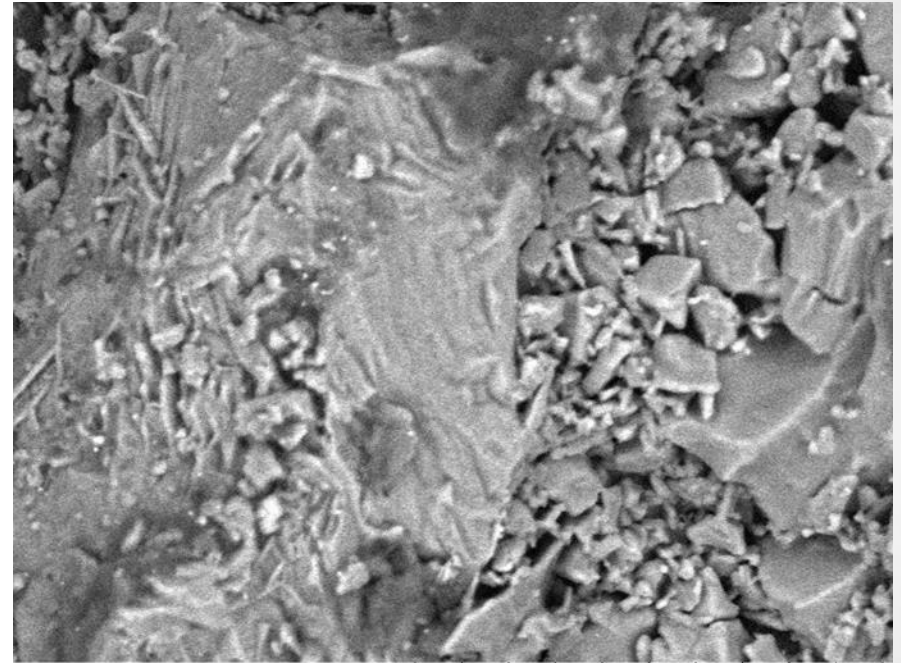
2013/07/04

N D4,6 x300 300 um

MEV representativas de superfícies de fratura dos blocos pré-sinterizados.



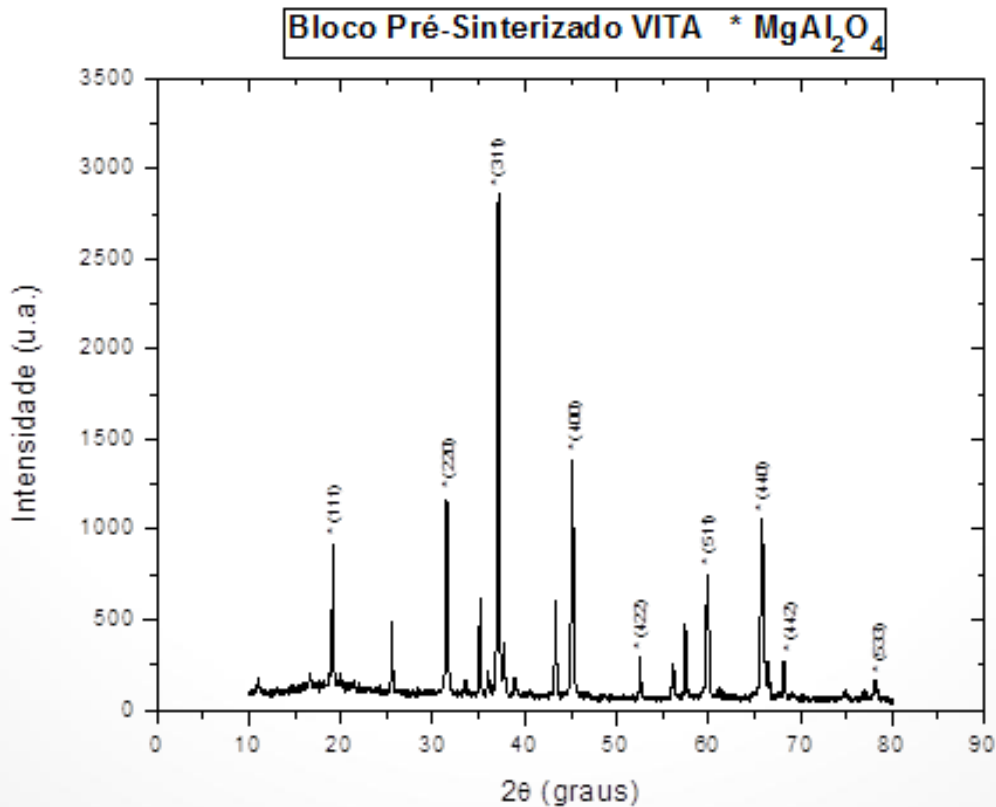
espinelio 2013/07/04 N D4,6 x800 100 um



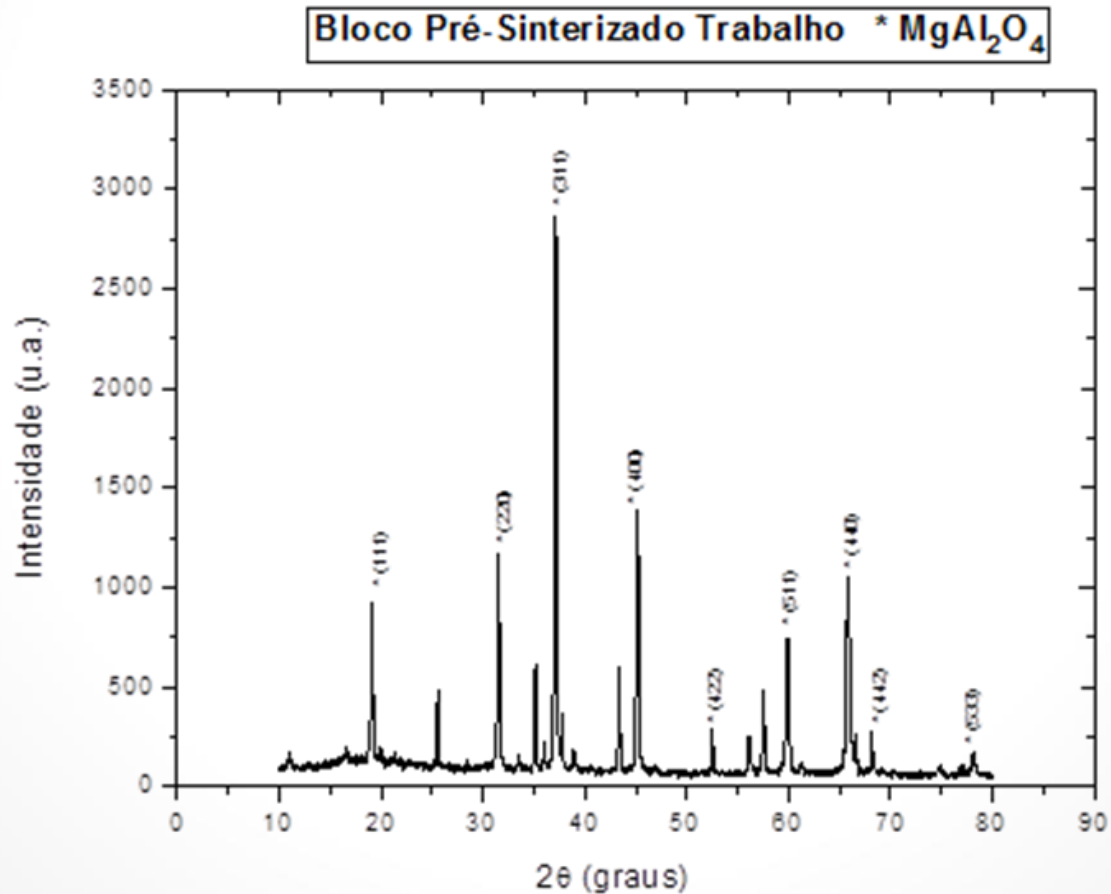
espinelio 2013/07/04 N D4,6 x1,8k 50 um

Caracterização dos produtos infiltrados

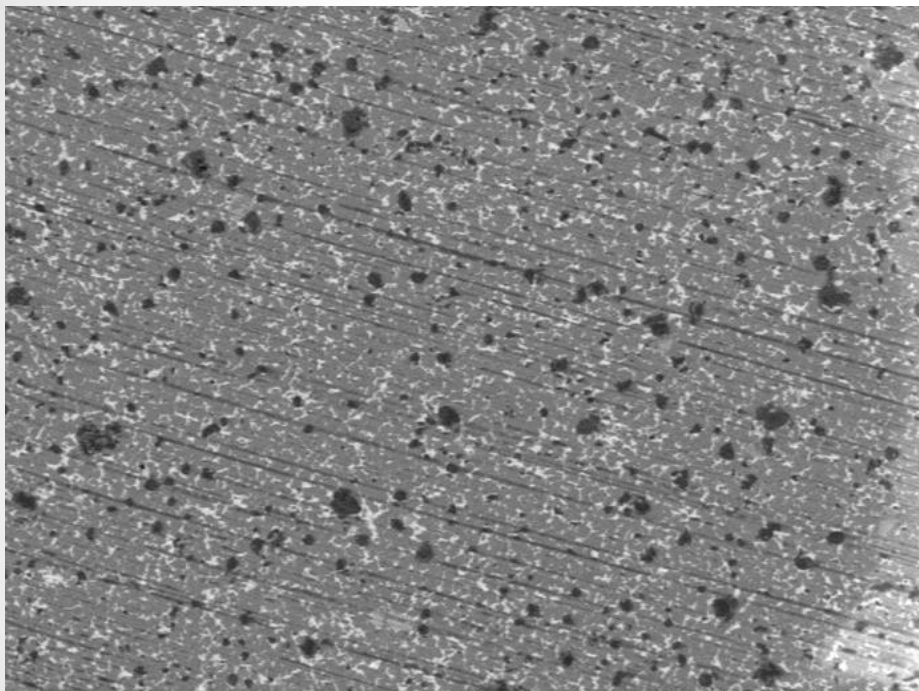
Difratogramas de raios X das amostras pré-sinterizadas apresentando apenas as fases MgAl_2O_4 .



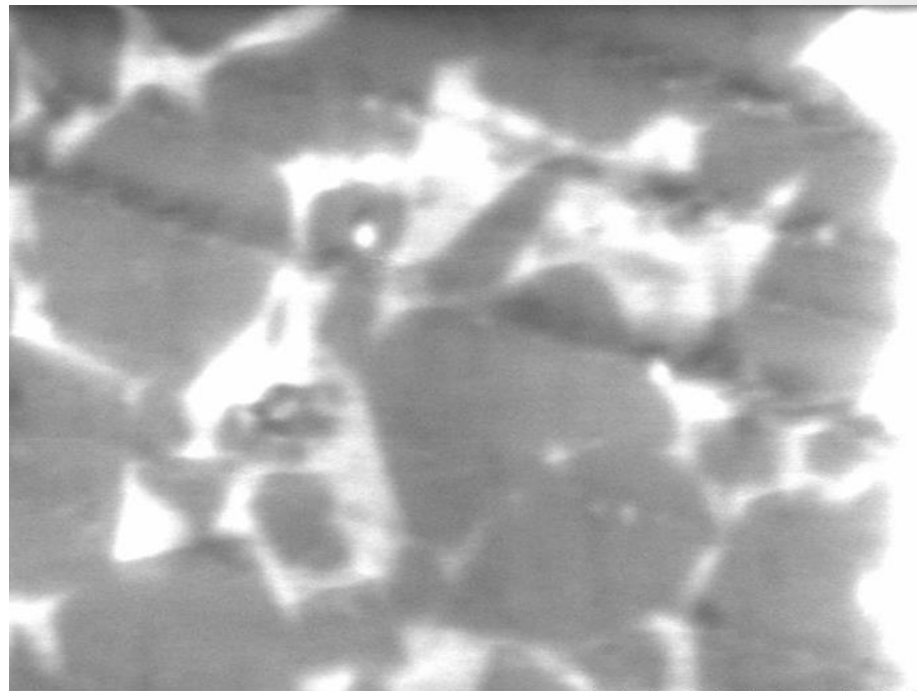
Difratogramas de raios X das amostras pré-sinterizadas apresentando apenas as fases MgAl_2O_4 .



MEV das amostras após a infiltração (produto VITA)



InfiltVITA 2013/08/13 F D4,9 x300 300 um



InfiltVITA 2013/08/13 F D4,9 x6,0k 10 um

MEV das amostras desenvolvidas neste trabalho após a infiltração

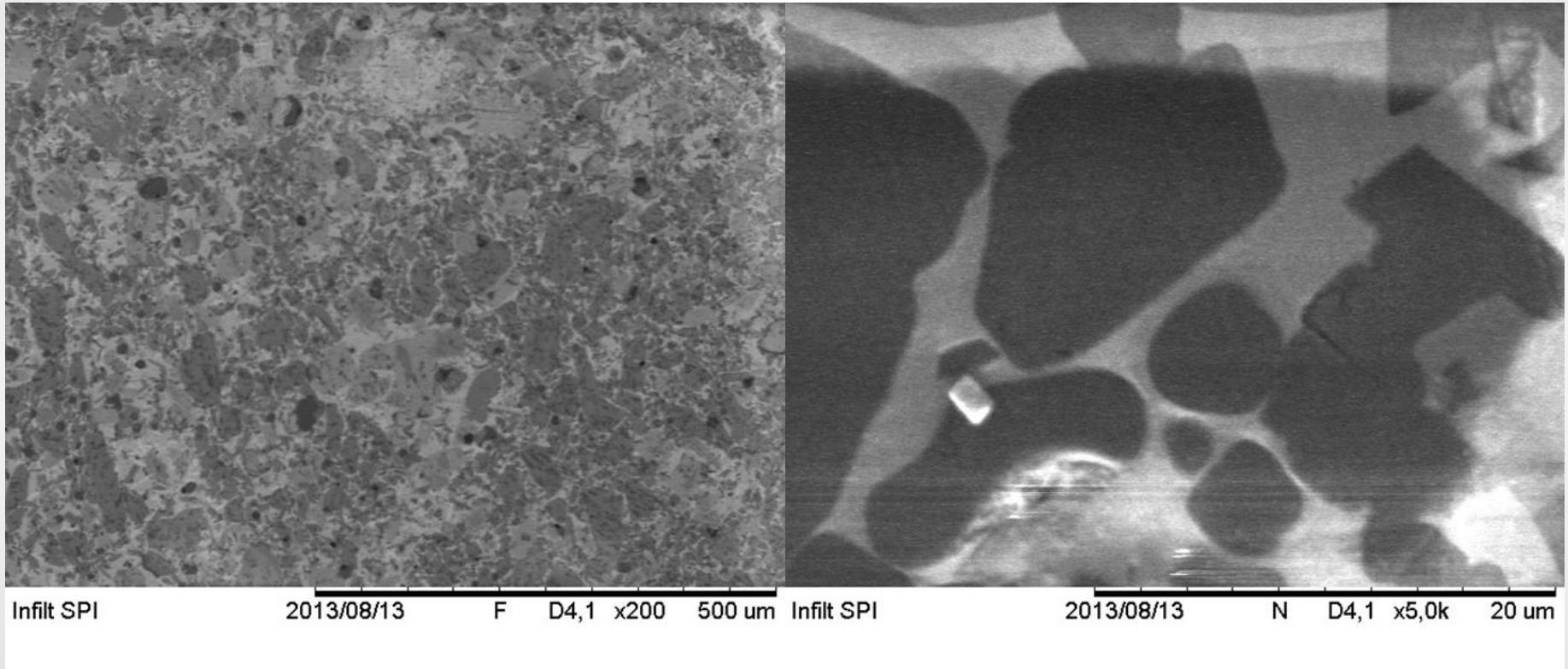


Tabela de Resultados

Produto	Densidade Relativa	Ordem de dureza	Tenacidade
Bloco Vita	92%	860HV	2,8MPa.m ^{1/2}
Nosso Bloco	94%	900HV	2,5MPa.m ^{1/2}

Conclusão

Diante dos resultados deste trabalho podemos afirmar que o nosso bloco:

- atende as exigências da ISO 6872
- apresenta características físicas e estruturais parecidas.
- apresenta menor porosidade com isso maior dureza que o comercial.

Fica comprovado assim a eficiência e a qualidade do nosso bloco. Podendo sim competir no mercado.

• REFERÊNCIAS

- [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] WEINSTEIN, 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, Vitriified Ceramics from Pre-Shaped Prtly 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.eroprotese.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”, ***Jounal 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 Metallurgy 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. PENNSILVANIA: 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).