

OBTENÇÃO DE ESTRUTURA POROSA DE ALUMINA REFORÇADA POR VIDRO PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA

M. Z. A. A Maia ¹, E. B. Araújo ², M. A. M. Maia ³, R. R. Menezes ¹, G. A. Neves ¹,
N. M. S. Oliveira ¹, L. N. L. Santana ¹

¹ Universidade Federal de Campina Grande – UFCG/UAEMa

² Universidade Federal da Paraíba – UFPB

³ Universidade Federal de Pernambuco – UFPE

Endereço para Correspondência: Rua Aprígio Veloso, 820 – CEP 58.109-970 –
Campina Grande, PB, Brasil. E-mail: lisiane@dema.ufcg.edu.br

RESUMO

O grande potencial das cerâmicas como biomaterial está na compatibilidade com o ambiente fisiológico, isto devido à sua composição de íons como o cálcio, potássio, magnésio, sódio bem como íons com baixa toxicidade como zircônio e titânio. O objetivo deste trabalho é obter substratos porosos de alumina para conseqüente infiltração vítrea, para fins protéticos em odontologia. As amostras foram confeccionadas em uma matriz de dimensão padrão com 44,0 X 2,0 X 4,0 mm. Os corpos de prova foram sinterizados até atingir a temperatura de 1120°C, com velocidade de aquecimento de 25°C/min. A infiltração vítrea ocorreu à temperatura de 1100°C, com velocidade de aquecimento de 9°C/min. Foram realizados ensaios de resistência à flexão em três pontos nas amostras com e sem infiltração da fase vítrea. Os resultados preliminares comprovaram o aumento das propriedades mecânicas pós-infiltração vítrea, viabilizando a aplicabilidade clínica na Odontologia.

Palavras-chave: Alumina; Biomaterial; Compatibilidade

INTRODUÇÃO

Nas últimas décadas, o interesse e a valorização da odontologia estética têm sido marcados pela procura por restaurações que devolvam função, estética e a cor natural dos dentes. Uma evolução irreversível nas técnicas de restauração dental vem sendo estabelecida pelo uso de compósitos e materiais cerâmicos.

As restaurações em cerâmica foram introduzidas na odontologia no século 19, cerca de 225 anos atrás, por John Murphy na Inglaterra ⁽¹⁾, e usadas como coroas puras por Land e Taggart ⁽²⁾. Em 1808, na Itália foi produzido o primeiro dente unitário de material cerâmico. As próteses parciais fixas em cerâmica, denominadas de coroas de jaquetas, passaram a ser amplamente utilizadas, desde que foi patenteada e desenvolvida a técnica da folha de platina, ou seja, em união com a porcelana felspática uma fina estrutura de platina, promovendo uma estética superior à das executadas com as resinas disponíveis (metil-metacrilato) ⁽³⁾.

Segundo Paulillo et al. ⁽⁴⁾ e Chain et al. ⁽⁵⁾, as cerâmicas constituem-se na principal alternativa de tratamento restaurador para a estrutura dental, devido à sua biocompatibilidade, insolubilidade aos fluidos orais, resistência à compressão, condutibilidade semelhante aos tecidos dentais, baixo coeficiente de expansão térmica, radiopacidade, integridade marginal, estabilidade de cor (biomimetismo) e, principalmente, elevado potencial para simular a aparência dos dentes devido a sua translucidez e opalescência. Além disso, este material retém menos bio-filme e apresenta boa resistência à abrasão ^(6,7).

Entretanto, os materiais cerâmicos apresentam problemas relacionados com seu uso, como a formação de trincas e a pouca resistência para suportar oclusões mais fortes (mastigação acentuada). A falha destes materiais ocorre devido à propagação de fendas microscópicas, através do corpo da restauração localizada superficialmente ⁽⁸⁾.

Embora as porcelanas possuam alta resistência à compressão, apresentam friabilidade devido à sua baixa resistência à tração. Dessa forma, possuem menor capacidade de absorver impactos e são mais susceptíveis a falhas, principalmente, antes da cimentação ^(4,9). Neste contexto, o conhecimento da tenacidade das cerâmicas dentais, propriedade que determina aspectos do comportamento mecânico de materiais frágeis, é um ponto fundamental para a melhoria dos materiais cerâmicos utilizados em prótese dental ⁽¹⁰⁾.

Os sistemas cerâmicos mais recentes se fundamentam no desenvolvimento de novos copings (núcleos) em substituição ao metal, os quais, quando associados às porcelanas de cobertura (feldspáticas), podem proporcionar excelentes resultados estéticos na linha do contorno cervical da coroa protética sem comprometer o desempenho mecânico indispensável à longevidade clínica da restauração. Os novos copings cerâmicos à base de alumina de alta pureza

apresentam alta resistência mecânica à compressão e possibilitam a confecção de uma estrutura porosa, que convenientemente infiltrada com vidro, podem ser utilizadas em próteses dentárias fixas. O núcleo (coping) é produzido a partir de um modelo removível de alumina, que passa por precipitação, depois este núcleo recebe infiltração de vidro de lantanita, que preenche os espaços entre os cristais de alumina. Este procedimento permite um aumento na resistência flexural para mais de 350 MPa.

A utilização de substratos porosos de aluminas nacionais para aplicação em próteses dentárias constitui uma prática cada vez mais freqüente, no entanto, as aluminas comercializadas apresentam alto custo e diante deste contexto, o objetivo deste trabalho é avaliar o desempenho mecânico de um sistema cerâmico produzido com alumina nacional para aplicações estruturais em próteses fixas odontológicas.

MATERIAIS E MÉTODOS

Neste trabalho foram utilizados três tipos de alumina. A alumina fornecida pela empresa B será denominada AB, as aluminas fornecidas pela ALCOA serão denominadas AC (alumina calcinada) e AP (alumina para polimento). Os aditivos de processamento da empresa B foram utilizados para todos os tipos de alumina.

Foram realizadas caracterizações dos pós de alumina AP, AC e AB. Estes materiais foram submetidos à identificação das fases, realizada por difração de raios – X (Siemens/Brucker – AXS D5005) com radiação de $\text{CuK}\alpha$; com intervalo angular escolhido de $2\theta:15-80^\circ$, numa velocidade de varredura de rotação das amostras de 2° por minuto. Essa caracterização foi realizada no Laboratório de Engenharia de Materiais – LEMa/UFCG em Campina Grande – PB. As amostras foram submetidas à análise granulométrica, através de um Analisador de partículas por Difração a Laser, Microtrac 3500, no CETENE (Centro de Tecnologias Estratégicas do Nordeste).

A metodologia utilizada para obtenção das amostras de alumina foi baseada na norma estabelecida pela empresa B. O primeiro passo preconiza o preparo da barbotina da alumina e consistiu das seguintes etapas: o conteúdo do sachê que contém 38 gramas do pó de alumina necessita ser fracionada em duas porções de 19 gramas em 2 copos descartáveis. O fracionamento possibilita melhor qualidade de homogeneização da barbotina; em seguida, em um recipiente de vidro, coloca-se 5,5ml do líquido de mesclar e uma gota do aditivo, e adiciona-se aos poucos o pó de

alumina fracionado, a mistura é realizada com o auxílio do Ultra-som (VITASONIC II, für In-Ceram- Alemanha). Após a obtenção da barbotina, foi iniciado o processo de conformação dos corpos-de-prova. O molde de alumínio utilizado neste trabalho foi confeccionado de acordo com as medidas especificadas na Norma ISO 6872.

O preenchimento do molde, previamente lubrificado, pela barbotina, foi realizado com o auxílio de um pincel. Em seguida levado ao processo de secagem próximo à entrada de um forno, para retirar o excesso de umidade. Posteriormente fez-se a extração (Figura 1a) dos 6 corpos-de-prova de cada alumina estudada. Todas foram preparadas e sinterizadas no Laboratório DentaFix de Prótese dentária, localizado na cidade de Campina Grande – PB.

Após a extração das amostras (Figura 1b), estas foram levadas ao forno (Forno Vita INCERAMAT 3P) para serem submetidas à etapa de queima, segundo recomendações da empresa B. Inicialmente as amostras foram colocadas no forno a uma temperatura de 120° C, permanecendo por 6 minutos; para alcançar o segundo patamar, temperatura de 1120°C, foi estabelecida uma taxa de aquecimento de 25°C/min.; o material foi mantido nesta temperatura por duas horas e o resfriamento ocorreu dentro do forno até 400°C.

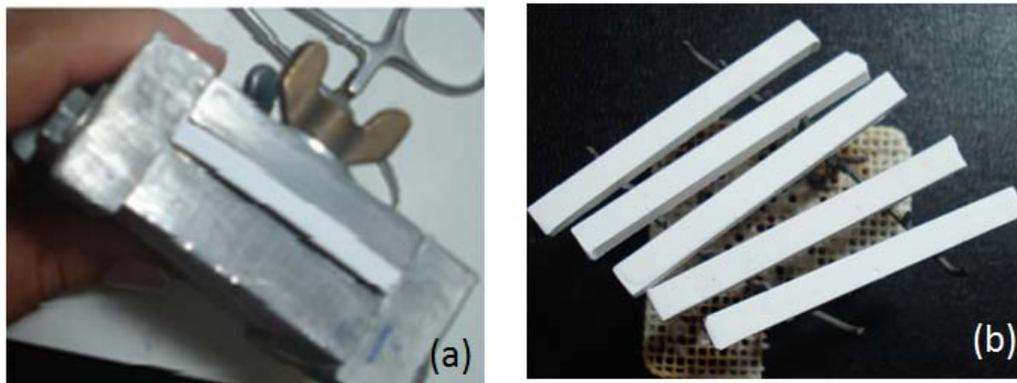


Figura 1 - Extração da amostra (a); Amostras após queima (b).

Em seguida, iniciou-se o processo de infiltração do vidro, através da mistura do pó de vidro com água destilada. Uma camada de aproximada 1 a 2 mm de vidro foi aplicada em todos os lados das amostras queimadas. Após a aplicação da pasta de vidro as amostras foram novamente levadas ao forno, em um suporte refratário, para a segunda queima. O ciclo de temperatura para infiltração iniciou também a 120°C e o material permaneceu nesta temperatura por 6 minutos. O ciclo de queima

teve continuidade chegando a 1100°C, num intervalo de 110 minutos, com taxa de aquecimento de 9°C/min. O material foi mantido nesta temperatura durante 40 minutos. As amostras infiltradas com vidro foram submetidas a etapa de acabamento para remover o excesso de vidro. Esse procedimento foi realizado com pontas diamantadas (720G) acoplados ao micro motor elétrico Beltec LB-100, a 3000rpm.

Para a análise de algumas propriedades das peças produzidas durante este trabalho foi realizado ensaio de resistência à flexão em três pontos nas amostras com e sem infiltração vítrea. Para as medidas de resistência à flexão utilizou-se uma máquina universal de ensaios marca Instron, modelo 5582. O posicionamento da amostra em dois apoios foi de acordo com a norma ISO 6872, para cerâmicas dentais e a velocidade do ensaio foi de 0,5mm/min. Os cilindros de suporte apresentavam diâmetro de 1,6mm, baseados na norma citada acima. Os ensaios foram realizados no LaMMEA (Laboratório Multidisciplinar de Materiais e Estruturas ativas – Departamento de Engenharia Mecânica - UFCG).

A análise da morfologia das amostras, obtidas com a alumina AB, queimadas e infiltradas com vidro foi realizada com o auxílio de um microscópio eletrônico de varredura. O equipamento utilizado foi um microscópio eletrônico de varredura, tendo um EDS (espectrômetro de dispersão de energia) como acessório, fabricado pela FEI, Quanta 200 FEG, pertencente ao LAMM (Laboratório de Microscopia e Microanálise) do CETENE.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

As Figuras de 2 a 4 apresentam os difratogramas das amostras de alumina AB, AP e AC, respectivamente. A Alumina AB apresentou picos específicos da alumina, mas também foram detectados picos que não característicos da alumina, que provavelmente decorrem de outros óxidos, classificados como impurezas.

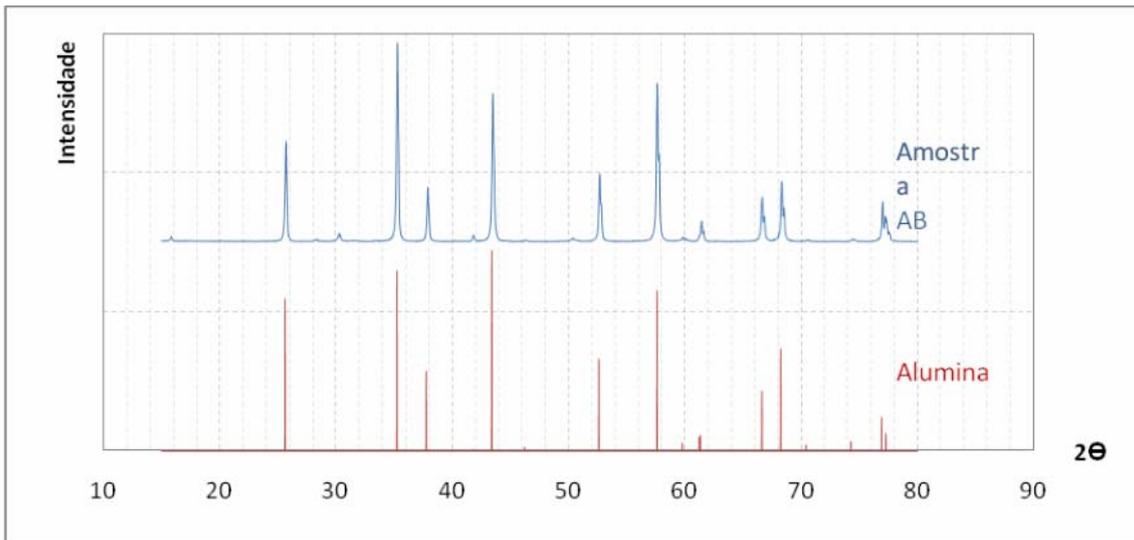


Figura 2 - Difratoograma da alumina AB.

As Figuras 3 e 4 apresentam os difratogramas das aluminas AP e AC, respectivamente. De acordo com os difratogramas, pode-se observar apenas a presença de picos característicos da alumina. Provavelmente estas aluminas apresentam um elevado grau de pureza, o que condiz com as informações do fornecedor.

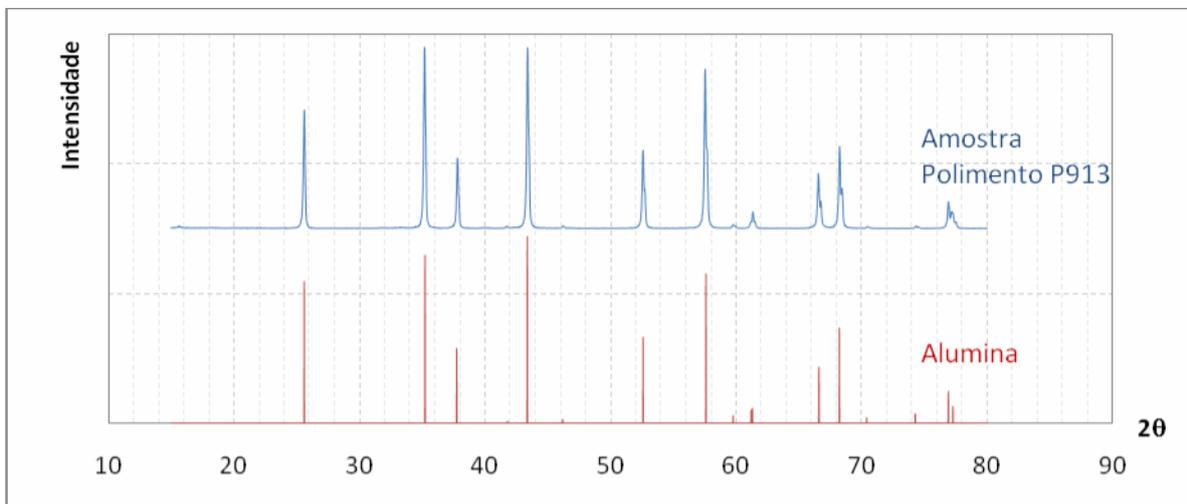


Figura 3 - Difratoograma da alumina AP.

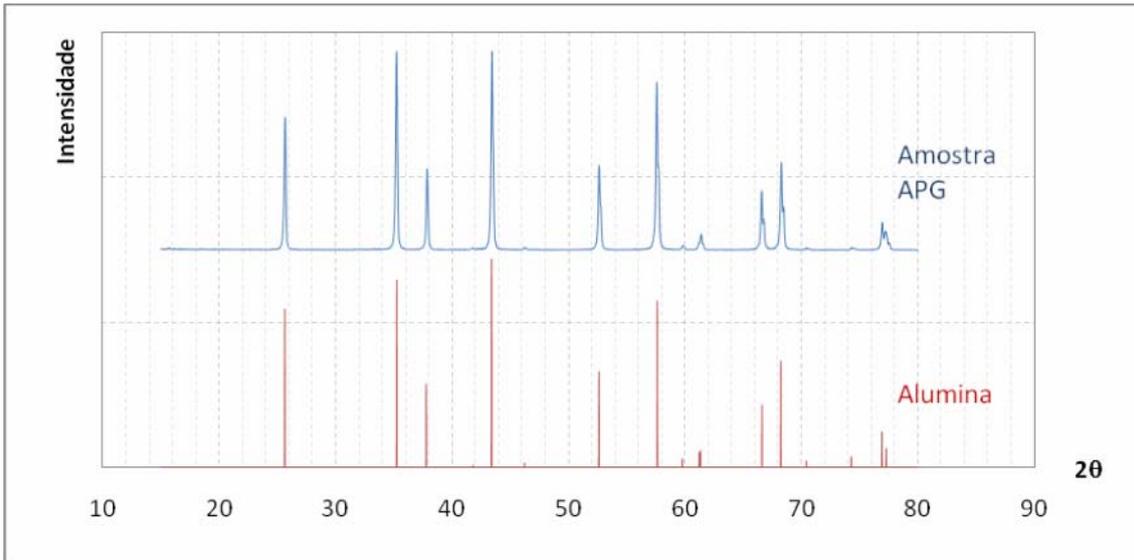


Figura 4 - Difratoograma da alumina AC.

As Figuras 5, 6 e 7 apresentam as curvas de distribuição granulométrica das aluminas AB, AP e AC, respectivamente.

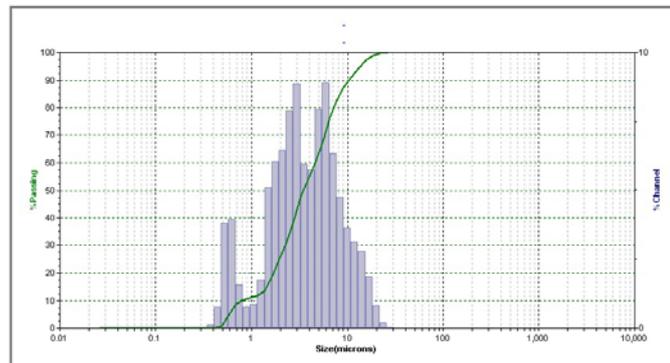


Figura 5 - Distribuição granulométrica da alumina AB.

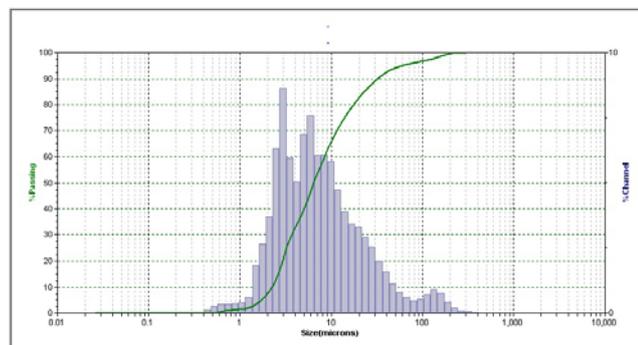


Figura 6 - Distribuição granulométrica da alumina AP.

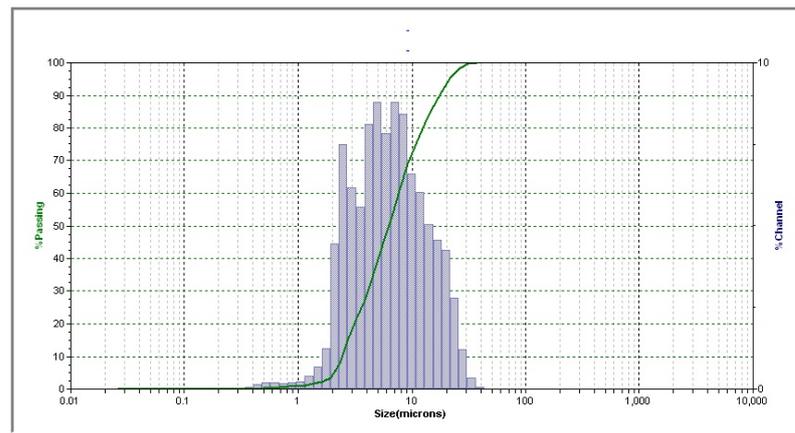


Figura 7 - Distribuição granulométrica da alumina AC.

Observa-se que a alumina AB apresenta uma distribuição granulométrica mais estreita, quando comparada com as aluminas AP e AC. Observar-se também que esta apresenta um maior teor de finos. A alumina AP apresenta uma distribuição granulométrica mais larga e a alumina AC apresenta distribuição granulométrica mais uniforme. A alumina AB apresenta partículas de diâmetro médio igual a $4,8\mu\text{m}$; a alumina AP e AC $15,93\mu\text{m}$ e $9,37\mu\text{m}$; respectivamente. O conhecimento da distribuição de tamanho de partícula e do tamanho médio são de fundamental importância para as etapas de preparação da barbotina, conformação e queima dos corpos de prova. Pós mais finos costumam ser mais reativos, densificam melhor, reduzindo também o tamanho e a quantidade de poros.

A Tabela I apresenta os resultados de resistência à flexão das amostras obtidas a partir da alumina AB, com e sem infiltração da fase vítrea, o valor médio de resistência observado foi de $243,0\text{ MPa}$. Esse valor ficou abaixo do especificado pelo fabricante, o que pode ser atribuído ao processo de conformação que foi utilizado neste experimento, que provavelmente favoreceu o aparecimento de defeitos, como poros e trincas, que são concentradores de tensão, e reduzem a resistência dos materiais. Apesar do valor de resistência estar abaixo do especificado pelo fabricante, este se encontra dentro da faixa estabelecida para cerâmicas aplicadas em prótese odontológica, conforme especificações da Norma ISO 6872⁽¹¹⁾, que estabelece 100 MPa como valor mínimo de resistência à flexão para infra-estrutura cerâmica. Os valores encontrados para as amostras sem infiltração vítrea condizem com os encontrados na literatura, aproximadamente 18 MPa ⁽¹²⁾.

Tabela I - Valores de força e de resistência à flexão dos corpos de prova obtidos a partir da alumina AB.

	Com vidro		Sem vidro	
	Máxima Carga de flexão	Máxima Tensão de flexão	Máxima Carga de flexão	Máxima tensão de flexão
	(kgf)	(MPa)	(kgf)	(MPa)
1	31,92	293,16	2,86	26,27
2	28,77	264,18	3,23	29,69
3	24,79	227,65	2,53	23,22
4	23,38	214,68	2,46	22,63
5	24,11	221,43	2,23	20,51
6	25,99	238,68	3,49	32,08
Média	26,49	243,30	2,80	25,73
Desvio	2,98	27,34	0,44	4,07

A Figura 8 apresenta a morfologia da amostra de alumina AB analisada por elétrons retroespalhados e por EDX. Com os resultados obtidos foi possível determinar a composição química qualitativa da matriz (alumina) e da fase vítrea. Pode-se observar com nitidez a presença da fase vítrea entre os cristais de alumina.

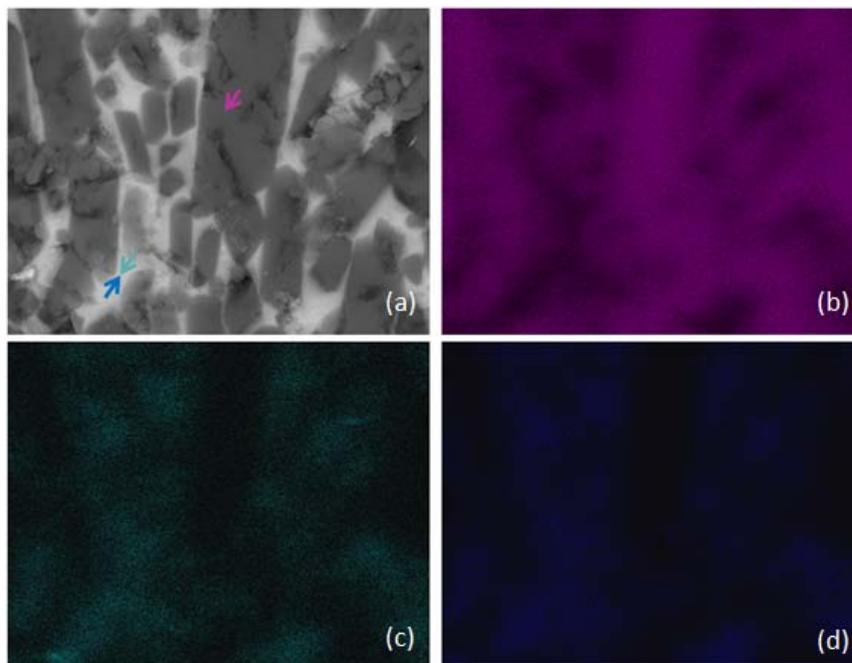


Figura 8 – Micrografia da morfologia da amostra de alumina AB por retroespalhamento e EDX; Mapa de distribuição química do Al, La e Si respectivamente (b), (c) e (d).

A Figura 9 apresenta a composição química qualitativa por EDX dos substratos porosos. Observa-se a presença de picos de alumínio e oxigênio na matriz e picos de lantânio, oxigênio, cálcio, silício, sódio e de alguns outros elementos que são componentes básicos da fase vítrea.

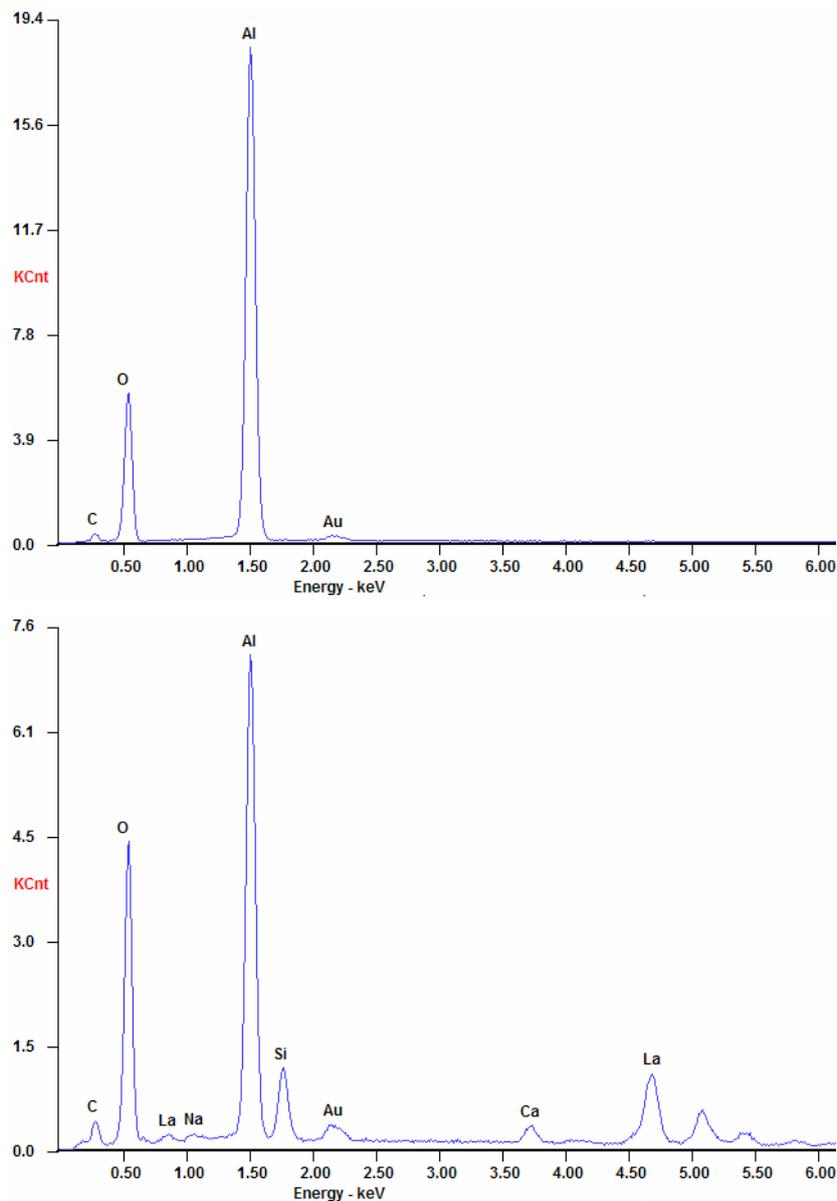


Figura 9 – Espectro da composição química qualitativa obtida por EDX, espectro da matriz (a) e espectro da fase vítrea(b).

CONCLUSÕES

Os substratos cerâmicos apresentaram valores de resistência dentro da faixa estabelecida para cerâmicas aplicadas em prótese odontológica. O processo de conformação apresentou algumas deficiências as quais favoreceram o surgimento de defeitos nos substratos e a obtenção de valores de resistência inferiores aos almejados. O processo de infiltração foi bastante eficiente, este ocasionou um aumento de aproximadamente 950% na resistência à flexão dos substratos porosos. A análise da morfologia dos substratos porosos mostrou boa dispersão da fase vítrea entre os cristais de alumina.

REFERÊNCIAS

1. DIETSCHI, D.; SPREAFICO, R. **Restaurações adesivas: conceitos atuais para o tratamento estético de dentes posteriores**. São Paulo: Quintessence, 1997. 215p.
 2. TAGGART, W.H. **A new and accurate method of making gold inlays**. Dental Cosmos, v.49, n.11, p.1117-21, Nov. 1907.
 3. FERNANDES NETO, A. J. **Avaliação da resistência de união de três sistemas de porcelana odontológica aplicadas sobre três ligas metálicas à base de níquel-cromo e uma liga à base de cromo-cobalto contendo titânio**. Tese (doutorado) Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto - USP. 1996. 103 p.
 4. PAULILLO, L.A.M.S., SERRA, M.C., FRANCISCHONE, C.E. **Cerâmica em dentes posteriores**. **ROBRAC**, Goiânia, v. 6, p.37-9, 1997.
 5. CHAIN, M.C., ARCARI, G.M., LOPES, G.C. **Restaurações cerâmicas estéticas e próteses livres de metal**. **RGO**, Porto Alegre, v.48, p.67-70, 2000.
 6. REGO, M.A., SILVA, R.C., ARAÚJO, M.A. **Restaurações de porcelana “inlay-onlay” – caso clínico**. JBC, v.1, p.45-49,1997.
 7. MIRANDA, C.C. et al. **Sistema In-Ceram Alumina**. Rev Bras Prótese Clin Lab. Curitiba, v.1, p.163-72, 1998.
 8. ROSENBLUM, M.A., SHULMAN, A.A. **A review of all-ceramic restorations**. J Am Dent Assoc, v. 128, p.297-307, 1997.
 9. GARONE NETTO, N., BURGER, R. C. **Inlay e Onlay em Dentística: Cimentações Adesiva com Cimentos Resinosos**. In: Todescan, F, F., Botino, M. A. Atualização na Clínica Odontológica, A prática da Clínica Geral. 1 ed. São Paulo: Artes Médicas, 1998.
 10. MORENA, R., LOCKWOOD, P.E. **Fracture toughness of commercial dental porcelains**. Dent Mater 1986; 2:58-62.
 11. Mc LEAN, J.W. **Evolution of dental ceramics in the twentieth century**. J Prosth Dent, v. 85, n.1, p. 61-6, 2001.
- INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, Dental Ceramic ISO Standard 6872. Geneva: ISO, 1995.
12. ROMÃO,W.J.;MALLMANN,A.**Atualização em prótese dentária**. São Paulo: Ed.Maio,2003.

OBTENTION OF POROUS STRUCTURE OF ALUMINA ENHANCED BY GLASS FOR DENTAL APPLICATION

ABSTRACT

The main potential of ceramics usage as biomaterials is the compatibility with the physiological environment, which is due to its composition of calcium, potassium, magnesium and sodium ions as well as low toxic ions such as zirconium and titanium. The objective of this project is to obtain alumina porous substrate infiltrated by a glassy phase for prosthetic use. The samples were molded in a matrix with the following dimensions: 44.0 X 2.0 X 4.0 mm. The samples were synthesized up to 1120°C (25°C/min rate). The glass infiltration occurred at 1100°C (9°C/min rate) Microhardness and 3-point flexure resistance was measured. The preliminary results confirmed the enhancement of the mechanical properties after the glass infiltration, which reinforces its viability for Dentistry application.

Keywords: Alumina, Biomaterials, Compatibility