

Produção e Processamento de Blocos Sinterizados Semi-porosos de Espinélio para CAD-CAM com Infiltração de Vidro de Lantânio para Aplicações Dentárias

A.A.C. Lourenço¹, T.Ogasawara¹, C.A.Costa Neto¹, F.V.C. Santos¹

¹UFRJ-COPPE/PEMM, Av. Horácio Macedo, 2030 – Bl. F sala F207 CT/UFRJ,
Rio de Janeiro-RJ, CEP 21941-972 – E-mail:ogasawat@metalmat.ufrj.br

RESUMO

O objetivo desta pesquisa foi obter a síntese/sinterização de espinélio pela mistura de pós para fabricação cerâmica CAD-CAM. Pós de alumina e de magnésia (71,8%Al₂O₃ e 28,2%MgO) foram misturados com 5% em peso de ligantes PVA e PEG e homogeneizados em moinho de bolas (12h), foram desaglomerados e submetidos à prensagem uniaxial em discos e placas (54 a 221,96 MPa), isostaticamente prensadas (186,03 MPa) e sinterizadas a 1500°C(GrI) , 1600°C(GrII) e 1700°C(GrIII). Caracterizações: DRX, densidade e resistência à flexão por 4 pontos e (no GrIII) módulo de elasticidade e microdureza Vickers. Infiltrou-se vidro de La em amostras dos três grupos. Conclusões: (1) Pleno sucesso do método de produção; (2) Obtenção de máxima densidade no GrIII, melhor resistência mecânica no GrII (comparável àquela do produto comercial), sendo o mais indicado para fabricação pela técnica CAD-CAM/In-Ceram®; (3) A resistência à flexão do GrI poderá melhorar após a infiltração do vidro de La.

Palavras-chave: espinélio, síntese-sinterização, densidade, porosidade, resistência à flexão.

INTRODUÇÃO

O sistema In-Ceram® Spinell (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) constitui um sistema cerâmico empregado em situações onde a translucidez é a característica mais exigida em coroas dentárias. Uma das alternativas para a confecção da infra-estrutura de coroa dental é o uso de Cerec Vitablocs de Spinell, que consiste basicamente em blocos pré sinterizados para usinagem através do sistema CAD-CAM ⁽¹⁾. Esses blocos, depois de fresados, recebem infiltração de vidro de lantânio, melhorando a sua resistência à flexão e a resultante infraestrutura de In-Ceram® Spinell exibe adequada translucidez ⁽²⁾. Após polimento e jateamento, a subestrutura infiltrada é recoberta com uma porcelana feldspática para conferir-lhe forma, função e estética de um dente natural ⁽³⁾.

A presente pesquisa consiste no estudo da síntese-sinterização direta de bloco de aluminato de magnésio (espinélio) utilizando o método da mistura de pós de alumina e de óxido de magnésio ⁽⁴⁾. O objetivo foi conseguir fabricar preformas (blocos) de espinélio apropriadas para a fresagem por CAD-CAM, visando um melhor entendimento e domínio da técnica de sua produção.

MATERIAIS E MÉTODOS

As características dos materiais usados, bem como do processamento cerâmico, já foram descritas no trabalho anterior ⁽⁵⁾, apresentado no 52º. Congresso Brasileiro de Cerâmica. Resumidamente, foram usados alumina ALCOA APC3017G e MgO P.A. Vetec, Polivinil-álcool e Polietileno-glicol como ligantes (0,5 a 5%), mistura em moinho de bolas de alumina com água durante 12h; secagem em estufa a 70°C durante 24h. Após trituração, para desaglomeração, a mistura de pó seco foi passado em peneira de 0,210 µm de abertura. Após prensagem uniaxial (216MPa), foi feita a prensagem isostática a frio (186 MPa). Após lento e gradual aquecimento até 600°C, para eliminação de orgânicos, a sinterização foi feita 1500 ou 1600 ou 1700°C, concomitante à reação de síntese. A difração de raio-X atestou a conversão completa da mistura à fase espinélio (aluminato de magnésio) em qualquer destas três temperaturas e as densidades dos produtos sinterizados foram determinadas por pesagem e geométricas ⁽⁵⁾.

A resistência à flexão por quatro pontos das barras extraídas das placas sinterizadas, por corte seguido e polimento com grau de acabamento fino (retífica),

foi determinada seguindo Norma ASTM C-1161-94. A microestrutura das barras no estado sinterizado (em todas as três temperaturas estudadas) foi analisada por intermédio de microscopia eletrônica de varredura, a seção transversal da barra teve a sua micrografia com ampliação de 3000x tomada em cada uma das seguintes posições: as bordas superior e inferior, as bordas esquerda e direita e o centro da seção. Usando Image Pro-Plus 4.0, as porcentagens de grãos de espinélio e de poros foram determinadas em cada uma destas posições.

Após o teste de flexão, três corpos de prova de cada Grupo, que sofreram a ruptura no teste, foram submetidos à infiltração de vidro de lantânio para avaliar a infiltrabilidade dos espécimes. Eles foram pesados antes e depois da infiltração para se verificar a porcentagem de infiltração que os três diferentes grupos sofreram. Os corpos de prova foram cobertos por uma lama de vidro com água bidestilada e levados ao forno. O ciclo térmico da infiltração de vidro foi o mesmo utilizado e sugerido pela Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha, para o Sistema In Ceram® Spinell e pode ser visto a seguir na Figura 1.

Nesta etapa foi usado o forno Vacumat (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha).

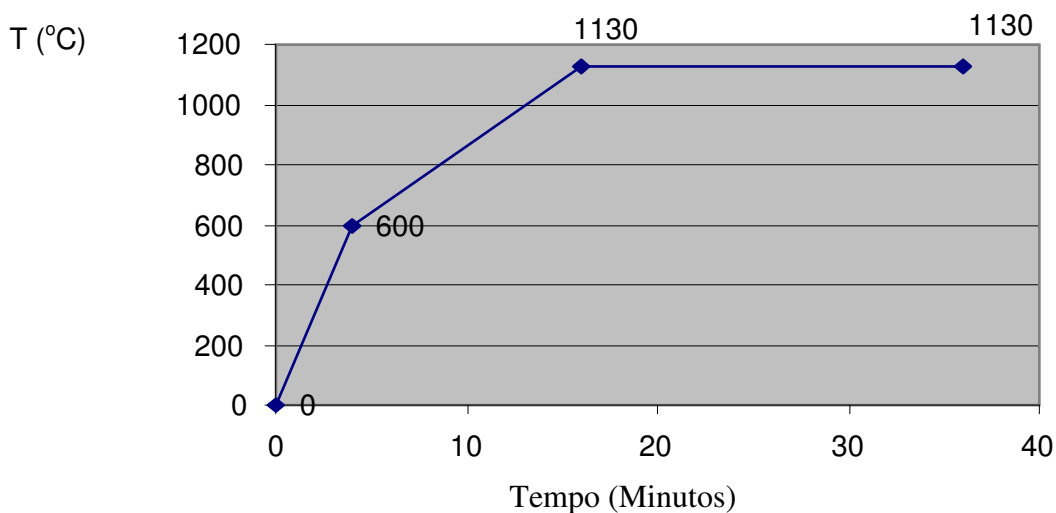


Figura 1. Histórico térmico da infiltração de vidro em barras sinterizadas de espinélio

Após o processo de infiltração, o excesso de vidro foi removido com pedra diamantada para desgaste em cerâmica (SuperMax 9001.140HP - Edenta) em micromotor (W&HMF) de 20.000 rpm. Logo após, houve jateamento das superfícies

com esferas de óxido de alumínio de 50 μ m a uma pressão de 3,0 bar para remover o excesso de vidro residual e, em seguida os corpos de prova foram polidos e cortados perpendicularmente ao seu longo eixo para avaliação microestrutural qualitativa (MEV, com elétrons retroespalhados) e quantitativa (EDS).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

O quadro 1 apresenta os resultados de densidade média e correspondente desvio padrão para os produtos sinterizados nas três temperaturas estudadas. Pode-se observar um grande aumento de densificação quando a temperatura de sinterização foi aumentada de 1600 para 1700°C.

Quadro 1 – Média e desvio padrão da densidade após a sinterização.

Grupo (Temperatura de Sinterização, °C)	Densidade (g/cm ³)	
	Média	Desvio Padrão
1500 (GRI)	2,43	0,31
1600 (GRII)	2,87	0,20
1700 (GRIII)	3,45	0,04

O quadro 2 apresenta os resultados de porcentagens de grãos de espinélio e de poros em 5 posições da seção transversal de barras sinterizadas 1500, 1600 e 1700°C. Pode-se observar que a porosidade média decresce acentuadamente com a elevação da temperatura de sinterização de 1500 (43,95%) para 1600°C (13,48%), enquanto o desvio padrão da porosidade entre as posições da seção transversal da barra se mantém aproximadamente constante nestas duas temperaturas de sinterização (5,89% para 1500°C e 5,75% para 1600°C). A queda da porosidade média com a elevação da temperatura de sinterização de 1600 (13,48%) para 1700°C (10,13%) é relativamente pequena, mas o desvio padrão da porosidade de barra sinterizada a 1700°C (8,86%) é bem maior do que aquele da barra sinterizada a 1600°C (5,75%). Isto é uma indicação de que na sinterização a 1700°C devem acontecer fenômenos inexistentes a 1600°C, merecendo uma investigação complementar.

Quadro 2 – Porcentagens de grãos de espinélio e de poros em seção transversal de barras sinterizadas a 1500, 1600 e 1700°C.

Grupo (Temperatura de sinterização)	Posição da micrografia na seção da barra	Espinélio (% volumétrica)	Poros (% volumétrica)
1500°C (GRI)	Borda superior	57,59	42,41
	Borda esquerda	51,40	48,60
	Borda inferior	65,40	34,51
	Borda direita	51,20	48,80
	Centro	54,59	45,41
	MÉDIA	56,05	43,95
1600°C (GRII)	Borda superior	80,42	19,58
	Borda esquerda	84,76	15,24
	Borda inferior	82,23	17,67
	Borda direita	91,63	8,37
	Centro	93,47	6,53
	MÉDIA	86,52	13,48
1700°C (GRIII)	Borda superior	93,53	6,47
	Borda esquerda	75,94	24,06
	Borda inferior	86,68	13,32
	Borda direita	98,33	1,67
	Centro	94,88	5,12
	MÉDIA	89,87	10,13

O quadro 3 apresenta os resultados de ensaio de resistência à flexão por quatro pontos. Pode-se notar que há aumento da resistência à flexão com o aumento da temperatura de sinterização de 1500 para 1600°C, mas também uma queda da resistência à flexão com o aumento da temperatura de sinterização de 1600 para 1700°C. A análise de variância mostra ⁽⁴⁾ que há diferença estatisticamente significativa entre as resistências à flexão das três diferentes temperaturas de sinterização estudadas. Assim, embora melhore a densificação, o aumento da temperatura de sinterização de 1600 para 1700°C é prejudicial à resistência à flexão do produto sinterizado. Isto quer dizer, que sinterização à

1600°C é a melhor opção para a resistência à flexão (comparável aos 150MPa de In-Ceram® Spinell^(6, 7)).

Quadro 3 – Média e desvio padrão da resistência à flexão por 4 pontos.

Grupo (Temperatura de Sinterização, °C)	Resistência à Flexão (MPa)	
	Média	Desvio Padrão
1500 (GRI)	40,87	5,67
1600 (GRII)	152,76	25,10
1700 (GRIII)	135,90	17,83

A infiltração de vidro ocorreu diferentemente nos três grupos, conforme se esperava, uma vez que havia a densidade (porosidade) da barra sinterizada alterou-se acentuadamente com a elevação da temperatura de sinterização. O exame microestrutural (MEV) com análise elementar (EDS) demonstrou essa diferença de comportamento na infiltração de vidro de lantânio. As massas aferidas antes e depois da infiltração demonstram a diferença da quantidade de vidro infiltrado, conforme visto no Quadro 4.:

Quadro 4 - Resultados de infiltração de vidro de lantânio nas amostras dos 3 grupos

Grupos (Temperatura de Sinterização, °C)	Massa sem vidro (g)	Massa com vidro (g)	% infiltrada
1500 (GRI)	0,4398	0,8008	45,08
1600 (GRII)	0,6112	0,8603	28,96
1700 (GRIII)	0,8309	0,9002	7,70

Numa análise da superfície das amostras dos três grupos, observou-se que houve infiltração de vidro nos três grupos. Porém os cristais de espinélio aparecem impregnados de uma massa branca, que é o vidro, em quantidades maiores no grupo 1500 pouco menores no grupo 1600 e quase inexistentes no grupo 1700, conforme ilustrado na Figura 2. Assim, a sinterização a 1700°C não é uma boa opção para coroas de espinélio infiltradas com vidro de lantânio.

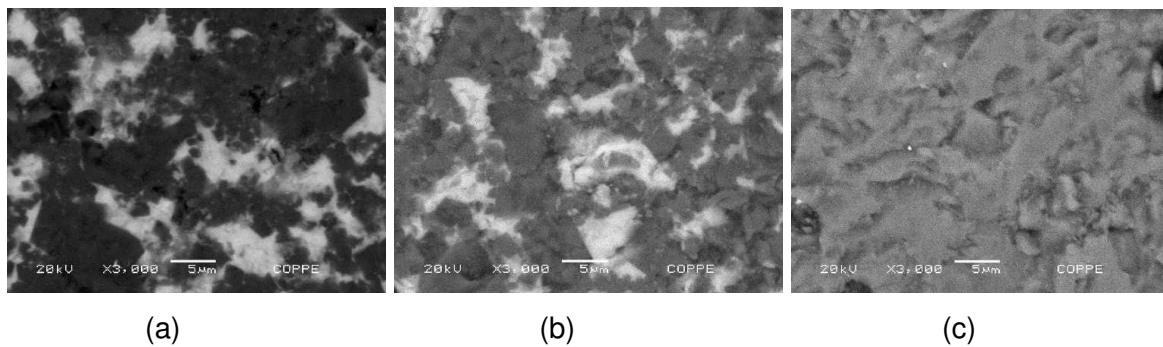


Figura 2 - MEV da infiltração de vidro em barras sinterizadas a (a) 1500°C, (b) 1600°C e (c) 1700°C.

A microfotografia da Figura 3 mostra a interface até onde infiltrou o vidro de lantânio conseguiu infiltrar-se numa barra de espinélio sinterizada a 1600°C num tempo de infiltração comparável àquele utilizado em Vita In-Ceram® Spinell. O caso merece investigação adicional, quanto à adequação para a obtenção de coroas dentárias pela técnica tipo Vita In-Ceram® Spinell por CAD-CAM.

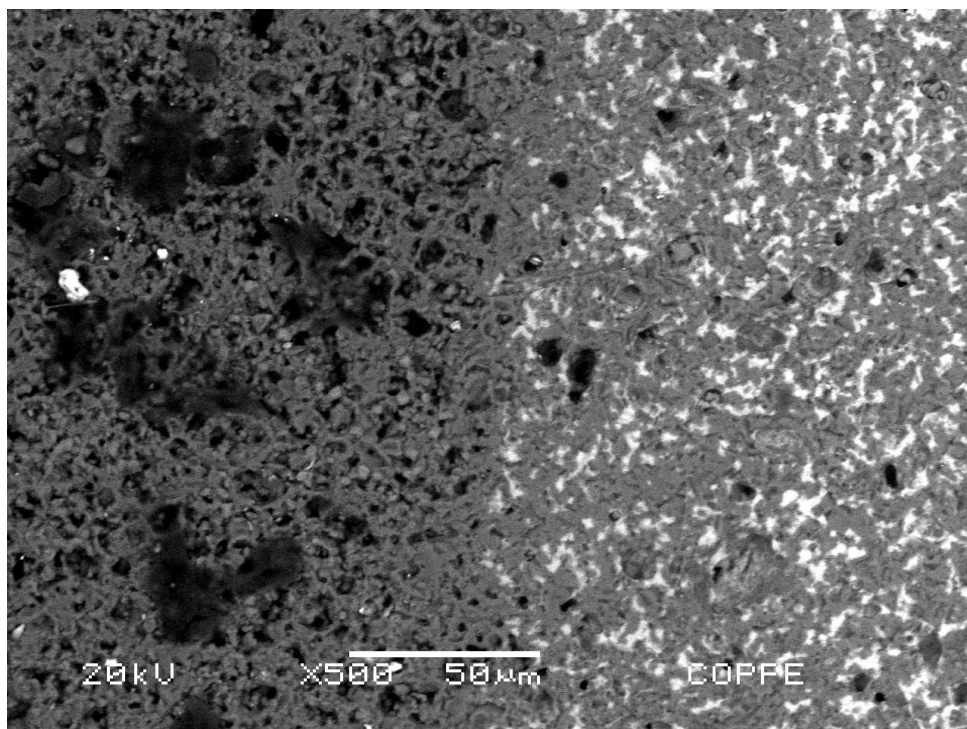


Figura 3- Infiltração limitada do vidro de lantânio na seção transversal de barra de espinélio sinterizada a 1600°C.

A temperatura máxima de sinterização de 1700 °C é 80% da temperatura de fusão do espinélio estequiométrico, mas Sarkar & Banerjee ⁽⁸⁾ já tinham observado que, nem a moagem prolongada do espinélio, nem a sinterização acima de 1600 °C, tinham efeito significativo sobre a densidade final do produto sinterizado. Temperaturas bem maiores que 1500 °C teriam que ser usadas na sinterização juntamente com o uso de um pó de espinélio enriquecido com MgO, que dão solução sólida acima de 1400 °C e resultam em maior densificação na sinterização a 1600 °C durante 2h ⁽⁹⁾ No entanto, para o contexto do sistema In Ceram[®] Spinell, sistema comercial utilizado como base deste estudo, as temperaturas utilizadas não são tão elevadas, pois haveria contração da subestrutura o que acarretaria falta de adaptação da coroa cerâmica ao dente do paciente, além da necessidade da peça ser porosa para a infiltração de vidro de lantânio.

CONCLUSÕES

(a) As barras de espinélio obtidas pela sinterização a 1600 °C são os mais bem dotados dentre todas as barras sintetizadas no presente trabalho, pois possuem uma resistência mecânica próxima daquela de coroas In-Ceram[®] Spinell, ao mesmo tempo que possuem um nível de porosidade promissor para usinagem CAD-CAM e infiltração do vidro de alumino-silicato de lantânio.

(b) Os valores de resistência à flexão do grupo 1500 estão muito aquém para aplicações dentárias, mas mereceriam ser melhor investigadas quanto ao seu comportamento no estado plenamente infiltrado com vidro de alumino-silicato de lantânio.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CNPq (307.482/2006-5), CAPES, FAPERJ, pelo suporte financeiro.

REFERÊNCIAS

1. THIEL, N., DATZMANN, G., Process for manufacturing Dental Prosthetics Based on Ceramics, United States Patent no. 5,910,273, USA, June 8, 1999.
2. XIAO-PING, L., JIE-MO, T., YUN-LONG, Z., LING, W. Strength and Fracture Toughness of MgO-modified Glass Infiltrated Alumina for CAD/CAM, **Dental Materials**, v.18, pp. 216-20, 2002.
3. APHOLT, W., BINDL, A., LÜTHY, H., MÖRMANN, W.H. Flexural Strength of Cerec 2 Machined and Jointed InCeram-Alumina and InCeram-Zirconia Bars, **Dental Materials**, v.17, n.3, pp. 260-267, May, 2001.
4. LOURENÇO, A.A.C. **Produção, Processamento e Caracterização de Espinélio para Aplicação Odontológica**, 2008, x + 79p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, UFRJ-COPPE/PEMM.
5. OGASAWARA, T.; LOURENÇO, A.A.C.; NETO, C.A.C. Contribuição à Produção de Blocos Sinterizados Semi-porosos de Espinélio para CAD-CAM e Infiltração de Vidro de Lantânio. In: 52^o. CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, Florianópolis, SC, 2008. **Anais...** São Paulo, ABC, 2008, p.1-11. Ref. Disponível em: http://www.abceram.org.br/52cbc/52cbc_inicial.htm. Acesso em: 21 de março de 2008.
6. ANUSAVICE, K, J., **Materiais Dentários** Rio de Janeiro, RJ, Editora Elsevier., 2005.
7. TYSBLAT, M. Process for the Preparation of a Dental Prosthesis by Slight Solid Phase Friting of a Metal Oxide Based Infrastructure; United States Patent no. 4,772,436, USA, September 20, 1988.
8. SARKAR, R., BANERJEE, G., The Effect of Compositional Variation and Fineness on the Densification of MgO-Al₂O₃ Compacts, **Journal of the European Ceramic Society**, v.19, pp. 2893-2899, 1999.
9. Kny, H., Tadashi, O, and Zenbee, N., Effect of starting materials and calcining temperature on the sintering of spinel ceramics., Rep. Res. Lab. Eng. Mater., Tokyo Inst. Tech., 1977, 2, 85-94.

Production and Processing of Spinel Semi-porous Sintered Blocks to CAD-CAM with Lanthanum-Glass Infiltration for Dental Applications

A.A.C. Lourenço¹, T.Ogasawara¹, C.A.Costa Neto¹, F.V.C. Santos¹
¹UFRJ-COPPE/PEMM, Av. Horácio Macedo, 2030 – Bl. F sala F207 CT/UFRJ,
Rio de Janeiro-RJ, CEP 21941-972 – E-mail:ogasawat@metalmat.ufrj.br

ABSTRACT

The objective of this research was to obtain direct synthesis and sintering spinel by using powder mixing method for CAD-CAM ceramics manufacturing. Powders of alumina and magnesia (71.8 wt% Al₂O₃ and 28.2 wt% MgO) were mixed with 5 wt% of PVA and PEG binders and homogenized using ball mill (12h), then deagglomerated and submitted to uniaxial pressing into discs and plates (54 to 221.96 MPa), followed by isostatic pressing (186.03 MPa) and sintering at 1500°C(GrI) , 1600°C(GrII) and 1700 °C(GrIII). Characterizations: XRD, density and four-point flexural strength and (for GrIII) elasticity modulus and Vickers micro-hardness. Lanthanum-glass was infiltrated into samples from all three Groups. Conclusions: (1) Plenty success for the production method; (2) Maximum density achieved for GrIII, best mechanical strength for GrII (compared to that of commercial product), this last one being the most indicated for In-Ceram® manufacturing via CAD-CAM route; (3) The flexural strength of GrI might be improved a lot after Lanthanum-glass infiltration.

Key-words: spinel, synthesis-sintering, density, porosity, flexural strength.