

ANÁLISE QUANTITATIVA MANUAL DE FASES EM IN-CERAM® SPINELL: INFLUÊNCIA DO POLIMENTO NOS RESULTADOS¹

*Tatiana de Lima Lopes²
Daniela Barini Rodrigues Alves³
Tsuneharu Ogasawara⁴*

Resumo

Barras de pó de espinélio 1,4mm x 4 mm x 25 mm foram confeccionadas pela colagem em barbotina em molde de gesso e sinterizadas a 1120°C durante 2h, seguida de nova sinterização de 2h a 1180°C, 1210°C, 1240°C e 1270°C, respectivamente, para as amostras 1, 2, 3 e 4. As amostras receberam 20 minutos de infiltração de vidro de alumínio-silicato de lantânio a 1130°C. Após remoção do excesso de vidro e acerto dimensional, as barras foram fraturadas em teste de flexão. As seções de fratura foram analisadas quantitativamente com base em micrografias eletrônicas de varredura. No presente trabalho, esta análise ceramográfica manual foi repetida nestas seções após lixa e polimento. Os resultados indicam que o teor de vidro infiltrado decresce consistentemente com o aumento da temperatura da segunda sinterização, de maneira muito mais nítida e regular do que a proporcionada pela ceramografia anterior em superfície de fratura bruta.

Palavras-chave: In-Ceram® Spinell; Análise de fases; Cerâmica dental; Ceramografia.

MANUAL QUANTITATIVE ANALYSIS OF PHASES IN IN-CERAM® SPINELL: INFLUENCE OF THE POLISHING ON THE RESULTS

Abstract

Spinel powder bars 1.4 mm x 4 mm x 25 mm were manufactured by slip casting on special plaster mold and sintered at 1120°C for 2h, followed by a second 2h duration sintering at 1180°C, 1210°C, 1240°C and 1270°C, respectively, for samples 1, 2, 3 and 4. The samples received lanthanum silicate glass infiltration at 1130°C for 20 minutes. After removing the excess-glass and dimensional fitting, the ceramic bars were fractured under three-point flexural test. The fracture sections were evaluated by using scanning electron microscopy. In this work, the manual ceramographic analysis was repeated in these sections after sand-paper grinding and alumina paste polishing. The results indicated that amount of the infiltrated glass decreased consistently with increasing temperature in the second sintering firing, in a more clear and regular fashion than previously observed by the ceramography carried out on fractured surface.

Key words: In-Ceram® Spinell; Phase analysis; Dental ceramics; Ceramography.

¹ *Contribuição técnica ao 64º Congresso Anual da ABM, 13 a 17 de julho de 2009, Belo Horizonte, MG, Brasil.*

² *Graduanda de Odontologia, F.O./UFRJ..*

³ *Dentista, M.Sc.em Eng.Met.Mat. PEMM/COPPE/UFRJ.*

⁴ *Eng.Met.,D.Sc., Prof.Associado II, PEMM/COPPE/UFRJ..*

1 INTRODUÇÃO

A restauração de dentes anteriores é uma tarefa árdua por requerer a máxima qualidade estética possível em conjunto com suficiente resistência mecânica e, para tal, uma coroa In-Ceram® Spinell ainda é uma opção que continua sendo usada e aperfeiçoada⁽¹⁻⁹⁾ em função dos seus incomparáveis atributos de cor e translucência, e seria uma cerâmica imbatível não fosse a sua limitação de resistência mecânica e extrema dificuldade de processamento. Mas, mesmo com estas limitações mecânicas, verifica-se que 91,7% a 100% de sobrevivência clínica após 5 anos na boca do paciente,⁽²⁾ após oferecer acabamento superficial de mínima rugosidade ($1,30 \pm 0,19$) μm no final de sua fabricação,⁽³⁾ bem melhor do que outras cerâmicas concorrentes no mercado para a mesma função.

O presente trabalho é mais uma continuação da pesquisa de Mestrado realizada por Alves⁽⁷⁾ e teve por objetivo mostrar que, apesar do muito esforço experimental requerido, é essencial efetuar a análise ceramográfica quantitativa em seção polida, para se poder conclusivamente correlacionar a resistência à flexão por três pontos com as condições de sua fabricação em altas temperaturas, que gera a microestrutura específica capaz de proporcionar a referida propriedade mecânica.

2 MATERIAL E MÉTODOS

O presente trabalho consiste na continuação da análise da microestrutura de amostras In-Ceram® Spinell, duas vezes sinterizadas e a seguir infiltradas com vidro de alumino-silicato de lantânio, produzidas na pesquisa de Mestrado de Alves⁽⁷⁾, e que foram fraturadas em ensaios de flexão por três pontos. Naquele estudo original, o efeito da segunda temperatura de queima de sinterização (1.180°C, 1.210°C, 1.240°C e 1.270°C, durante 2 horas) da infra-estrutura de aluminato de magnésio estequiométrico sobre a resistência à flexão por três pontos de barras no estado como infiltrado pelo vidro de lantânio (processo realizado a 1.130°C durante 20 minutos) foi investigado.

Foram usadas Matérias-primas comerciais e processamento recomendado pelo fornecedor do mesmo (Vita In-Ceram® Spinell, onde a primeira queima de sinterização foi realizada a 1.120°C durante 2 h [ou 3h, numa receita diferente daquela do fornecedor]. As dimensões padrões⁽¹⁰⁾ das amostras foram: ($4,00 \pm 0,25$) mm de largura, 20 mm de comprimento e ($1,2 \pm 0,25$) mm de espessura. Detalhes de procedimento na preparação das barras sinterizadas/infiltradas, bem como as condições de testes flexão por três pontos já se encontram relatados em publicação anterior.⁽¹¹⁾

A superfície de fratura de cada uma das barras submetidas ao ensaio flexão foi lixada e polida com aluminas de granulometria 1 e 2 para exame ceramográfico usando microscopia eletrônica de varredura. A porcentagem de fases foi determinada usando uma impressão tamanho A3 de uma apropriada micrografia eletrônica de varredura: (a) efetuou-se a separação das 3 fases (poros, grãos de espinélio e vidro infiltrado) por corte (usando bisturi e tesoura); (b) os recortes de cada fase foram pesados numa balança analítica de 4 casas decimais; (c) este peso de (b) constituiu a integração da área parcial da fase numa amostragem de superfície de corte da barra e proporcional a l_i^2 (onde l_i é a aresta do cubo representativo do volume parcial da fase no volume total da cerâmica). Portanto, o volume de uma fase é proporcional a (Peso parcial da fase)^{3/2}. A soma dos volumes parciais das fases dá o volume total da cerâmica, $V_{\text{total}} = \text{Soma}(V_i)$. Assim a

porcentagem de vidro infiltrado = $(V_{\text{vidro}}/V_{\text{total}}) \times 100$, uma relação semelhante aplicando-se para as outras fases (poros e grãos de espinélio). Como o resultado final de interesse é porcentagem, não há problema nenhum no uso de peso como representante de l_i^2 e de seu uso na geração de $V_i = (\text{peso da fase } i)^{3/2}$. A porcentagem volumétrica de cada fase é igual a $= (V_i / V_t) \times 100$.

3 RESULTADOS

A Tabela 1 apresenta os resultados da análise ceramográfica quantitativa do presente trabalho para amostras cujo tempo da primeira queima de sinterização (a 1.120°C) foi de 2 h. Pode-se observar, pelos valores médios de cada amostra, que a % de vidro infiltrado decresce com o aumento da temperatura da segunda queima de sinterização, o que indica um fechamento gradual dos poros intergranulares com o aumento da temperatura, dificultando a infiltração do vidro de alumino-silicato de lantânio.

Tabela 1 – Resultados de porcentagens de fases presentes em cada uma das amostras cujo tempo da primeira queima de sinterização foi de 2h a 1.120°C. O tempo da segunda queima de sinterização foi sempre de 2h

No.amostra (Temperatura 2ª.Queima)	Posição na seção da amostra	Porcentagem volumétrica		
		Espinélio (%)	Poros (%)	Vidro (%)
1 (1.180°C)	Centro	91,15	0,00	8,85
	Direita	77,53	0,03	22,44
	Esquerda	81,40	0,01	15,59
	Inferior	73,67	0,00	26,33
	Superior	84,84	0,01	15,15
	MÉDIA	81,72	0,01	17,67
2 (1.210°C)	Centro	86,17	0,54	13,29
	Direita	84,34	0,10	15,56
	Esquerda	85,60	0,05	14,35
	Inferior	82,64	0,02	17,34
	Superior	80,45	0,14	19,42
	MÉDIA	83,84	0,17	15,99
3 (1.240°C)	Centro	84,47	0,38	15,15
	Direita	85,18	0,00	14,82
	Esquerda	86,97	0,02	13,01
	Inferior	88,39	0,01	11,54
	Superior	86,00	0,15	13,84
	MÉDIA	86,20	0,11	13,67
4 (1.270°C)	Centro	86,29	0,00	13,69
	Direita	89,23	0,08	10,70
	Esquerda	86,41	0,03	13,56
	Inferior	87,86	0,57	11,57
	Superior	90,87	0,00	9,13
	MÉDIA	88,13	0,14	11,73

4 DISCUSSÃO

Dentro dos objetivos do trabalho, cabe agora comparar estes resultados com aqueles anteriormente obtidos das mesmas amostras ainda no estado de superfície

de fratura (do teste de flexão por três pontos), ainda sem polimento ⁽⁹⁾. Estes resultados se encontram na Tabela 2.

A Tabela 2, conforme já conhecido da publicação anterior⁽¹¹⁾ já mostrava uma tendência forte de diminuição do teor de vidro infiltrado com o aumento da segunda temperatura de sinterização. Todavia, dava para perceber pela inversão de valores mostrados pelas amostras 3 e 4, que poderia haver um mascaramento dos resultados decorrentes de regiões escuras decorrentes de "grão arrancados" passando-se por poros, com isso reduzindo a porcentagem de grãos de espinélio e de vidro infiltrado. Se não fosse isto, a explicação estaria num complexo compromisso de redução do tamanho de poros com o aumento da temperatura da segunda sinterização e decorrente dificuldade de infiltração do vidro de lantânio, posteriormente. Isto teria que ser verificado. Agora ficou esclarecido que a dificuldade de infiltração de vidro, decorrente do fechamento dos poros é uma hipótese bem sustentada pelos resultados do presente trabalho.

Cabe agora explicar o porque da complexa variação da resistência flexural com o aumento da temperatura da segunda queima, conforme já conhecido na publicação anterior⁽¹¹⁾ e que se encontra reproduzido na Tabela 3.

Tabela 2. Porcentagem de fases presentes nas mesmas amostras do Quadro 1, conforme analisadas por MEV de superfície de fratura. Primeira Sinterização a 1.120°C (2 h); Infiltração de vidro a 1.130°C (20 minutos).

Amostra	Itens	Poros	Espinélio	Vidro	Total
GRI-1 , 2ª.Sinterização a 1.180°C (2h).	Massa(g)	0,6512	4,5646	3,4213	
	Área(µm ²)	98,71	691,92	518,61	
	Volume(µm ³)	980,73	18200,39	11810,36	
	Volume(%)	3,16	58,73	38,11	100
GRI-2, 2ª.Sinterização a 1.210°C(2h).	Massa(g)	0,4095	5,0548	2,9803	
	Área(µm ²)	62,07	766,22	451,76	
	Volume(µm ³)	489,05	21209,60	9602,11	
	Volume(%)	1,56	67,76	30,68	100
GRI-3, 2ª.Sinterização a 1.240°C(2h).	Massa(g)	0,4139	4,9802	3,0762	
	Área(µm ²)	62,74	754,91	466,30	
	Volume(µm ³)	496,96	20741,81	10069,28	
	Volume(%)	1,59	66,25	32,16	100
GRI-4, 2ª.Sinterização a 1.270°C(2h).	Massa(g)	0,2400	5,2218	2,9725	
	Área(µm ²)	36,38	791,54	450,58	
	Volume(µm ³)	219,43	22269,31	9564,43	
	Volume(%)	0,68	69,48	29,84	100

Tabela 3 – Valores médios e desvios padrões da resistência à flexão por três pontos das barras correspondentes às amostras 1 a 4 do presente trabalho

Amostras	Resist. à Flexão (MPa)	Desvio Padrão (MPa)
GRI-1	340,27	69,26
GRI-2	347,85	77,35
GRI-3	369,33	44,79
GRI-4	379,12	88,23

Considerando-se os valores significativos de desvio padrão, a Tabela 3 mostra que há uma tendência ao crescimento da resistência à flexão por três pontos com o aumento da temperatura da segunda queima de sinterização, enquanto a Tabela 1 mostra que este aumento de temperatura dificulta a infiltração do vidro de lantânio. Com isto, fica claro que o aumento da resistência à flexão por três pontos

com o aumento da temperatura da segunda queima de sinterização decorrente do aumento e fortalecimento das ligações entre os grãos de espinélio com o aumento da temperatura. De qualquer forma, de observação visual, Alves⁽⁷⁾ já tinha notado um aumento da opacidade em amostras cuja segunda queima foi feita a 1.240°C e a 1.270°C. Assim, sendo In-Ceram® Spinell continua sendo uma cerâmica mais difícil de elaboração. Mantendo a temperatura de 1.210°C com a máxima para a segunda queima de sinterização e estudando a reologia do vidro de alumino-silicato de lantânio talvez seja encontrado um caminho ainda promissor e insuficientemente explorado.

5 CONCLUSÃO

- O aumento da temperatura da segunda queima de sinterização, de fato, diminui o teor de vidro de lantânio infiltrado em amostras de In-Ceram® Spinell.
- O presente estudo mostrou que em análise ceramográfica quantitativa para correlacionamento entre microestrutura e propriedades mecânicas é essencial efetuar o polimento da seção de análise.
- Está mais evidente que o aumento da resistência à flexão por três pontos de In-Ceram® Spinell com o aumento da temperatura da segunda queima de sinterização se deve ao fortalecimento das ligações entre os grãos de espinélio.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq, à FAPERJ, ao Pronex (Proc. E-26/171.204/2003) e à CAPES, pelo suporte financeiro (direto ou indireto) à esta pesquisa.

REFERÊNCIAS

- 1 RAPTIS, N.V.; MICHALAKIS, K.X.; HIRAYAMA, H. Optical behavior of current ceramic systems. *International Journal of Periodontics & Restorative Dentistry*, v.26, n.1, p.31-41, 2006.
- 2 WASSERMANN, A.; KAISER, M.; STRUB, J.R. Clinical long-term results of VITA In-Ceram Classic crowns and fixed partial dentures: A systematic literature review. *International Journal of Prosthodontics*, v.19, n.4, p.355-363, 2006.
- 3 MATTHIAS, F.; MEHL, A.; HAFFNER, C.; HICKEL, R. Polishing and coating of dental ceramic material with 308 nm XeCl excimer laser radiation. *Dent. Mater.* v.14, p.186-193, 1998.
- 4 HEFFERMAN, M.J.; AQUILINO, S.A.; DIAZ-ARNOLD, A.M.; HASELTON, D.R.; STANFORD, C.M.; VARGAS, M.A. Relative translucency of six all-ceramic systems. Part I: Core materials. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, v.88, n.1, p. 4-9, 2002.
- 5 HEFFERMAN, M.J.; AQUILINO, S.A.; DIAZ-ARNOLD, A.M.; HASELTON, D.R.; STANFORD, C.M.; VARGAS, M.A. Relative translucency of six all-ceramic systems. Part II: Core and veneer materials. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 88, n.1, p.10-15, 2002.
- 6 SHOKRY, T.E.; SHEN, C.; ELHOSARY, M.M.; ELKHODARY, A.M. Effect of core and veneer thickness on the color parameters of two all-ceramic systems. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, v.95, n.2, p. 124-129, 2006.
- 7 ALVES, D.B.R. Efeito do Tempo e da Temperatura de Processamento na Resistência à Flexão e Microestrutura do Sistema In-Ceram® Spinell. 2007, 112p. Dissertação de

Mestrado (Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – PEMM/COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro.

- 8 ALVES, D.B.R.; OGASAWARA, T.; NÓBREGA, M.C.S.; PINTO, V.B.B. Ceramographic Quantitative Evaluation of the Porosity in Partially Sintered In-Ceram® Spinell. In. Congress of the Brazilian Society of Microscopy and Microanalysis, October 2007, Búzios-RJ, Brazil. 2p, CD-ROM.
- 9 ALVES, D.B.R.; OGASAWARA, T.; NÓBREGA, M.C.S.; PINTO, V.B.B. Ceramographic Quantitative Evaluation of the Phases Present in Lanthanum Glass-Infiltrated In-Ceram® Spinell. In. Congress of the Brazilian Society of Microscopy and Microanalysis, October 2007, Búzios-RJ, Brazil, 2p. CD-ROM.
- 10 ISO 6872: 1995(E): Dental Ceramic International Standard.
- 11 ALVES, D.B.R.; OGASAWARA, T.; NÓBREGA, M.C.S.; PINTO, V.B.B. Influência da Temperatura da Segunda Queima na Resistência à Flexão por Três Pontos de Barras de Aluminato de Magnésio Infiltradas com Vidro de Lantânio. In. 51^o. Congresso Brasileiro de Cerâmica, Salvador-Ba, Julho 2007, 12p. CD-ROM.