

## TRANSLUCIDEZ EM PRÓTESES DENTÁRIAS A BASE DE ZIRCÔNIA ESTABILIZADA COM ÍTRIA: EFEITO DOS PARÂMETROS DE SINTERIZAÇÃO

C. Santos<sup>1,2</sup>; L. Costa<sup>3</sup>, R.H. Habibe<sup>3</sup>; J.V.C.Souza<sup>3,4</sup>; C.H.Habibe<sup>3</sup> O.M.M.Silva<sup>5</sup>

<sup>1</sup> EEL - USP (Escola de Engenharia de Lorena-Universidade de São Paulo) -Lorena, SP, Brasil

<sup>2</sup> ProtMat Materiais Avançados LTDA, Volta Redonda-RJ, Brasil

<sup>3</sup> UNIFOA- MeMAT (Centro Universitário de Volta Redonda - Pró-Reitoria de Pesquisa e Extensão) - V. Redonda- RJ, Brasil

<sup>4</sup> INPE (Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais) – São José dos Campos-SP Brasil

<sup>5</sup> CTA-IAE;AMR – Centro Técnico Aeroespacial – SJ.Campos-SP, Brasil

[Claudinei@demar.eel.usp.br](mailto:Claudinei@demar.eel.usp.br)

### RESUMO

*Uma das propriedades mais importantes a serem avaliadas em próteses dentárias restauradoras, é a translucidez, a qual interfere na estética final do produto. Neste trabalho, a translucidez de cerâmicas a base de zircônia estabilizada com ítria foi avaliada em função das variações realizadas nos parâmetros de sinterização.. Blocos cerâmicos com 15x15x1mm, foram submetidos a sinterização, em temperaturas entre 1450 e 1600 graus, com patamar variando de 0 a 4h. Os corpos sinterizados, foram submetidos a avaliação de densidade relativa. Amostras sinterizadas a 1450 apresentaram densidade relativa inferior a 95% e amostras sinterizadas em temperaturas superiores se aproximaram da densidade completa. As análises em MEV indicaram crescimento de grão em função do aumento da temperatura de sinterização. Medidas realizadas em luxímetro indicaram que a passagem de luz é mais influenciada pela densificação que pelo crescimento de grão, e que há um efeito direto da temperatura com o aumento da translucidez.*

Palavras-chave: Zircônia, próteses dentárias, translucidez, sinterização

## 1. INTRODUÇÃO

Nos últimos anos o mercado mundial de próteses dentárias vem sofrendo constante transformação, seja no ramo das técnicas de fabricação quanto no tipos de materiais dentários utilizados. No campo das técnicas de fabricação, há grande interesse nas evoluções destinadas primariamente ao ramo da mecânica, pelo uso de diferentes técnicas de prototipagem e que hoje são realizadas dentro do ramo da odontologia<sup>(1)</sup>.

No campo dos materiais dentários, há cerca de 5 anos, é observado um crescente consumo de materiais cerâmicos, principalmente relacionado a cerâmicas oxidas (dissilicato de lítio, alumina, porcelanas feldspáticas e zircônia). A zircônia tem sido empregada devido a sua resistência mecânica e tenacidade, propriedades impares entre outros materiais cerâmicos<sup>(2-6)</sup>. Sendo assim cada vez mais são necessários estudos que correlacionem propriedades de interesse dessa cerâmica, estrategicamente tão importantes no contexto mercadológico da odontologia.

Uma propriedade muito importante da zircônia está relacionada a sua translucidez, o qual permite aprimorar o apelo estético que uma prótese confeccionada com este material pode ter, quando comparada com outros materiais a base de ligas metálicas tais como Ni-Cr ou Co-Cr-Mo. O domínio desta propriedade está ligado intimamente ao sucesso de uma prótese e é tão importante quanto as características mecânicas que ela apresenta. Muitos estudos tem sido direcionados ao efeito de parâmetros de sinterização nas propriedades mecânicas da zircônia, mas poucos relacionam as características de translucidez com os parâmetros de sinterização e tentam propor ou sugerir condições otimizadas de sinterização em função de ambas propriedades. Neste trabalho, investigou-se o comportamento da zircônia estabilizada com ítria ( $ZrO_2-3\%Y_2O_3$ ) em diferentes condições de sinterização, correlacionando suas propriedades com a translucidez do produto final.

...

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

Os materiais utilizados nesta pesquisa foram blocos pré-sinterizados de  $ZrO_2(3\%Y_2O_3)$  modelo *ProtZircon* da Empresa ProtMat®, com dimensões de 40x15x15mm. Estes blocos,

utilizados exclusivamente em sistemas SiRONA-CEREC InLab, foram cortados em espessura de 1mm, obtendo fatias com 15x15x1mm. Após corte, dezenas de corpos-de-prova foram retificados visando dar regularidade e uniformidade a espessura, e em seguida, foram submetidos à sinterização.

Lotes de amostras foram sinterizados em temperaturas de 1450, 1500, 1530 ou 1600°C, com dois diferentes patamares, de 2h ou 4h. As amostras foram sinterizadas em forno, com resistência de MoSi<sub>2</sub>, ao ar, com taxa de aquecimento de 10°C/min até atingir temperatura de 1200°C. Posteriormente a taxa foi reduzida a 8°C/min até atingir a temperatura final de sinterização. Os materiais foram resfriados com taxa de 10°C/min, até a temperatura ambiente.

As amostras sinterizadas foram lixadas e polidas até padronização da sua rugosidade e sua espessura, que ficou invariavelmente na ordem de 0,80±0,05 mm. Esta é uma espessura comum na confecção de casquetes de próteses dentárias e que possibilita aproximar as condições de teste às condições reais de confecção de próteses dentárias. Os materiais foram caracterizados quanto a sua densidade relativa, utilizando método de Arquimedes. Além disso, difração de raios X e Microscopia eletrônica de varredura foram realizadas nas amostras sinterizadas. Os procedimentos realizados nestas técnicas são descritas com mais detalhes em trabalhos anteriores<sup>(7)</sup>

A translucidez foi determinada em dispositivo composto de caixa isolada composta de duas câmaras: uma das câmaras é totalmente escura com luz negra, e outra com fonte de luz independente. O recipiente possui um orifício por onde obrigatoriamente a luz passa, e onde as amostras foram fixadas com presilhas em uma posição padronizada. Com isso, na câmara escura, o luxímetro foi instalado e após fixação das amostras, foi medida a translucidez dos materiais. As medidas foram realizadas por tempo padronizado de 30s, e o aparelho identifica a translucidez máxima e mínima. Em cada condição de sinterização duas amostras foram medidas e as medidas foram feitas em duplicatas.

Os resultados desta medida foram determinados e discutidos em função das condições de sinterização e dos seus respectivos resultados de densificação e microestrutura.

### **3. RESULTADOS E DISCUSSÃO**

A Figura 1 apresenta os resultados de densidade relativa dos materiais sinterizados como função da temperatura de sinterização e do tempo de patamar utilizado.

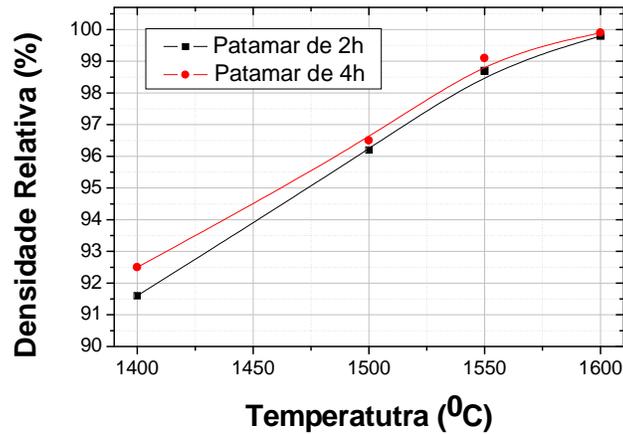


Figura 1. Densidade relativa das amostras sinterizadas em função dos parâmetros de sinterização.

É demonstrado que há aumento da densificação em função do aumento da temperatura de sinterização e do tempo utilizado como patamar. Note que os maiores valores de densificação são possíveis em temperaturas de 1550 e 1600 °C. Nestas temperaturas os mecanismos de sinterização por fase sólida atuam com mais facilidade e possibilitam a eliminação quase total dos poros presentes nas amostras<sup>(8)</sup>.

A Figura 2 apresenta os resultados de análises de difração de raios X realizadas em diferentes condições de sinterização.

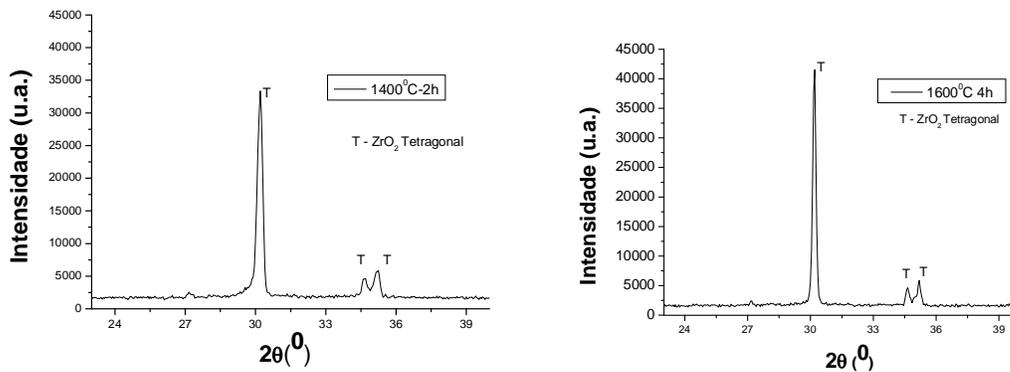
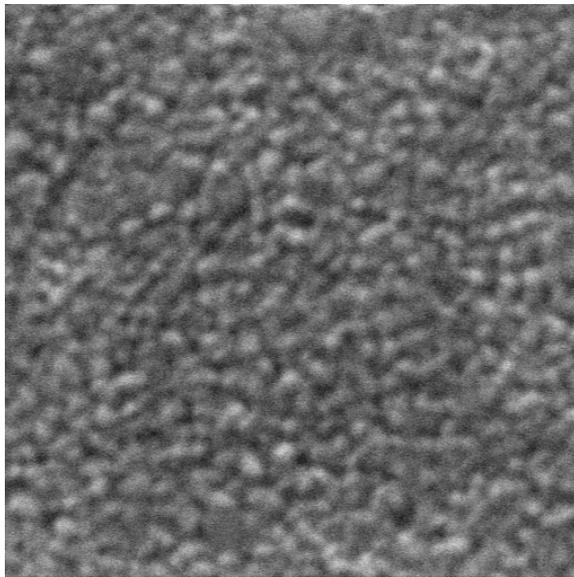


Figura 2. Difração de raios X das amostras sinterizadas a 1400°C-2h e 1600°C-4h.

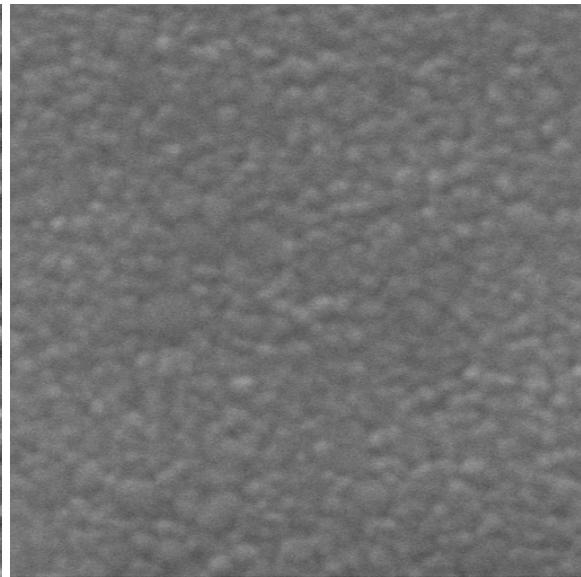
São apresentados aqui os dois extremos de condições realizadas neste trabalho, com temperaturas de 1450°C-2h e 1600°C-4h. Independentemente da condição de

sinterização utilizada, em todas as condições estudadas, somente a fase tetragonal foi observada como fase cristalina. Medidas de difração foram realizadas em todas as outras condições porém, não foram observadas diferenças entre os materiais.

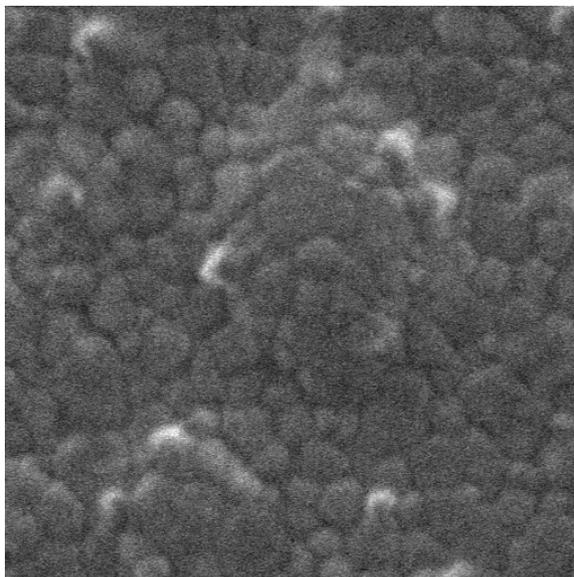
A Figura 3 apresenta resultados das caracterizações realizadas por microscopia eletrônica de varredura.



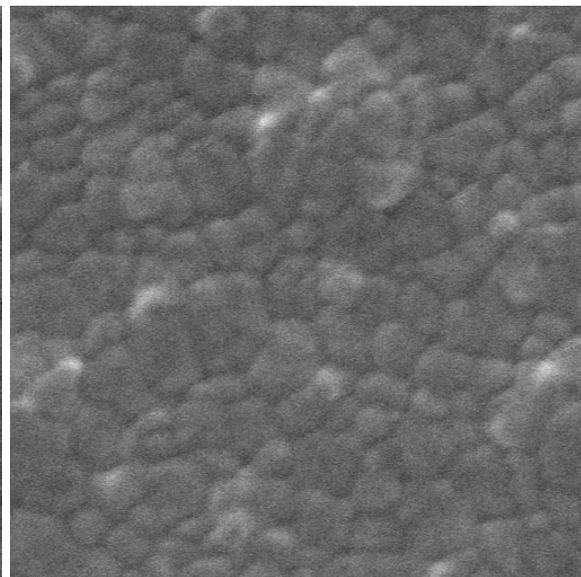
a)1450°C-2h



b)1450-4h



c)1500-2h



d)1500-4h

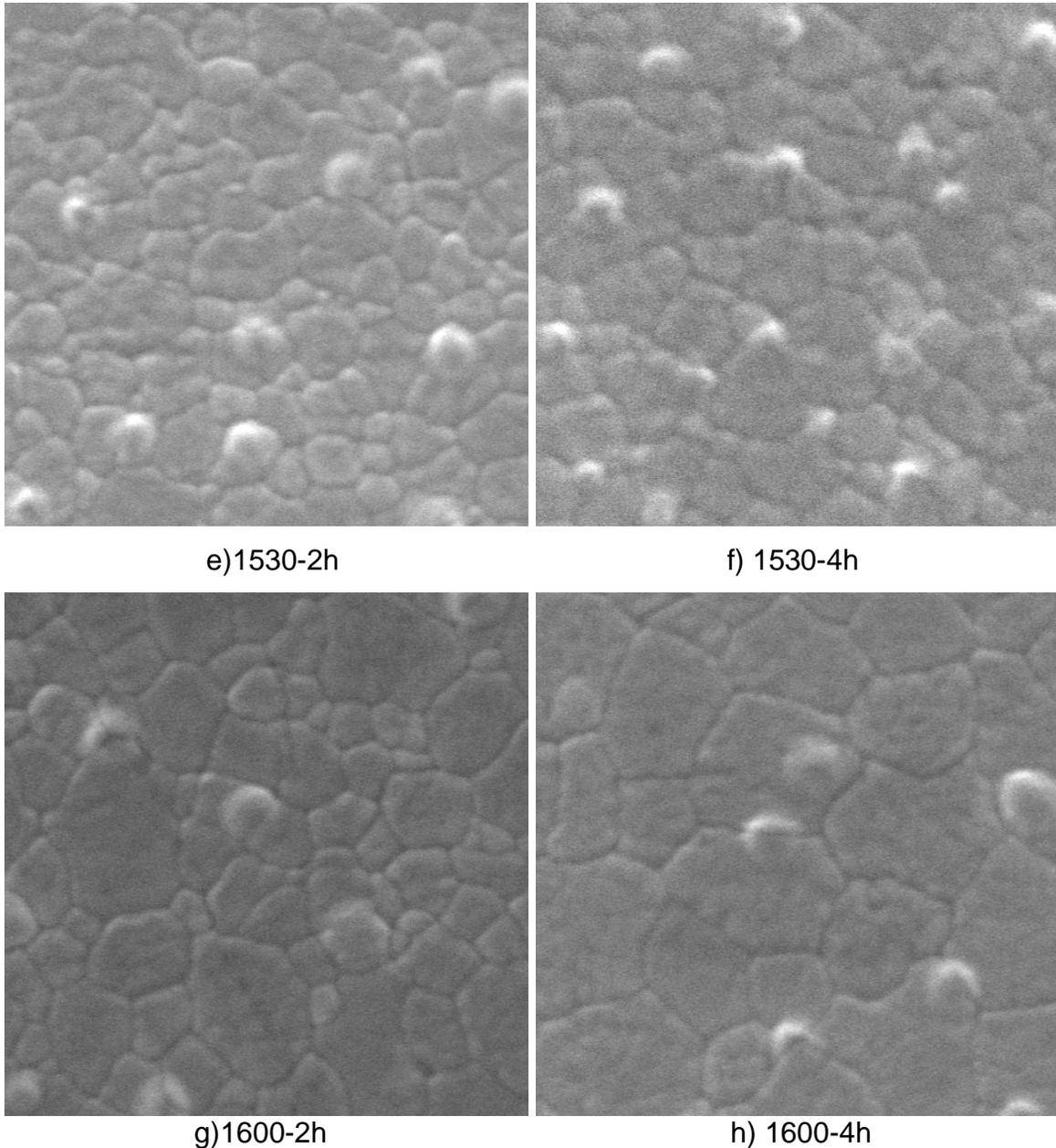


Figura 3. Micrografias obtidas por MEV que revelam a microestrutura de cerâmicas a base de  $ZrO_2(3\%Y_2O_3)$  sinterizadas em diferentes condições.

Observa-se um crescente aumento do tamanho de grão, em função do aumento da temperatura de sinterização utilizada. Quando se compara os diferentes tempos de sinterização, não observam-se diferenças significativas. Porém, em temperaturas mais elevadas, tais como  $1530^{\circ}C$  e  $1600^{\circ}C$ , o tempo tem influencia mais significativa no crescimento de grão, levando a grãos com crescimento exagerado, como observado na Figura 3.h.

Os valores médios das medidas de translucidez são apresentadas na Figura 4.

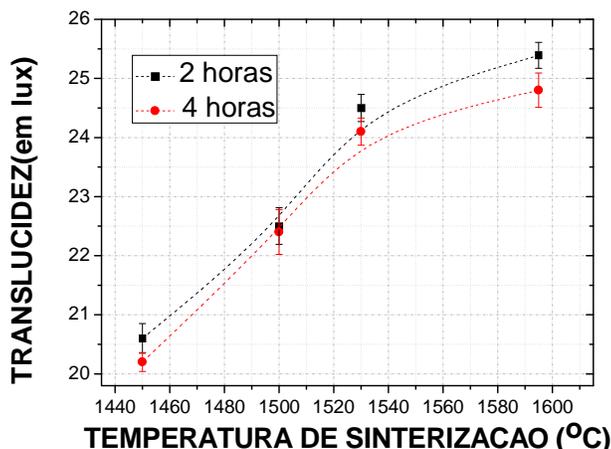


Figura 4. Translucidez em função da temperatura e do tempo de sinterização.

Os resultados indicam um efeito significativo do aumento da temperatura nos valores de translucidez. A presença de porosidade nas amostras sinterizadas a 1450°C e 1500°C, inferida pelos resultados de densificação apresentados na Figura 1, que são da ordem de 8% e 4% respectivamente, representam considerável bloqueio a passagem de luz do material analisado, indicando que nestes casos a translucidez fica comprometida dentro de um determinado limite. Nas condições de menores temperaturas, 1450°C e 1500°C, não há percepção de grandes ganhos de translucidez relacionados aos tempos de sinterização utilizados. Na Figura 4 pode-se ainda ser observado que as temperaturas de 1530°C e 1600°C possuem maiores valores de translucidez e que assim como a temperatura, o tempo de patamar influencia os valores finais medidos. É fato que nestas condições há densificação praticamente completa, como mostra a Figura 1, e verifica-se ainda um grande aumento do tamanho médio dos grãos tanto com o aumento da temperatura quanto do tempo, sendo assim, esta eliminação quase total dos poros e o crescimento dos grãos beneficiam as propriedades finais de translucidez do material.

Do ponto de vista de aplicação odontológica, deve ser salientado que estes resultados também estão sob influência da espessura da parede do casquete que está sendo fabricado. Além disso deve ser lembrado que existe uma série de aplicações posteriores de porcelana em diferentes camadas e cores, que poderão influenciar este

resultado estético. Sendo assim, o profissional de próteses dentárias deve estar atento às características mecânicas do material que está sendo desenvolvida, pois os parâmetros de sinterização são fortemente influenciados por eles. Em estudos anteriores<sup>(9)</sup>, foi demonstrado que o aumento da temperatura de sinterização reduz a confiabilidade das cerâmicas, parâmetro este medido pelo uso da Estatística de Weibull, indicando que amostras sinterizadas a 1500<sup>0</sup>C, 1530<sup>0</sup>C e 1600<sup>0</sup>C possuem redução do módulo de Weibull, que é da ordem de 10,4, 10,2 e 9,8 respectivamente. Um outro fato a ser considerado é que o tamanho dos grãos influencia a degradação da zircônia em meio a saliva<sup>(10)</sup> como também foi demonstrado anteriormente.

Sendo assim, os profissionais que trabalham o efeito estético da zircônia nas próteses dentárias, deve levar em consideração as condições onde esta cerâmica irá desempenhar suas funções, levando em consideração a geometria das próteses, além dos esforços mecânicos aos quais ela estará sujeita. Pode-se propor que em casos unitários e/ou de dentes anteriores (responsáveis pela trituração dos alimentos e pelo sorriso) de até três elementos, pode-se otimizar os efeitos estéticos, sinterizando os materiais em temperaturas superiores, pois as cargas mastigatórias são consideravelmente menores que nos dentes posteriores (responsáveis pelo esmagamento dos alimentos e as maiores cargas mastigatórias), e os dentes ficarão menos expostos a ação da saliva. Porém, em casos relativos aos dentes posteriores, tais como pontes fixas, onde vários elementos podem ser conduzidos em uma mesma prótese, sugerimos trabalhos com temperaturas de sinterização menores, mas que otimizam as propriedades mecânicas e garantam maior confiabilidade das próteses desenvolvidas.

## **CONCLUSÕES**

As cerâmicas de zircônia desenvolvidas neste trabalho possuem aumento da densidade relativa em função do aumento da temperatura e do tempo de sinterização utilizados. Esse comportamento também é observado nos aspectos microestruturais que indicam que o tamanho de grão da zircônia é consideravelmente maior em materiais

sinterizados a 1530<sup>0</sup>C e 1600<sup>0</sup>C. Com a redução da porosidade e o aumento do tamanho de grão, notável aumento da translucidez é observada nos materiais sinterizados, o que indica que a ascensão dos valores de translucidez está diretamente relacionada a diminuição dos contornos de grão e da porosidade dos materiais, condições que inibem a passagem de luz entre uma superfície. Por outro lado, em aplicações deste materiais no ramo da odontologia, os aspectos mecânicos devem ser considerados na hora de definir condições de sinterização visando aumento da confiabilidade dos materiais como próteses dentárias.

## **AGRADECIMENTOS**

Os autores agradecem ao Centro Universitário de Volta Redonda, pelo apoio financeiro para confecção do dispositivo de medição de translucidez. Gostaria de agradecer ainda, ao CNPq e FAPESP pelo apoio financeiro dado a esta pesquisa.

## **REFERÊNCIAS**

1. ANUSAVICE, K. J., Phillips Materiais Dentários., 11a Ed., Rio de Janeiro, Elsevier Editora, 2005.
2. STEVENS, R., An introduction to zirconia: Zirconia and zirconia ceramics. [S.L.]. 2nd Ed Twickenham: Magnesium elektrum, 1986.
3. STEVENS, R., Zirconia: second phase particle transformation toughening of ceramics. Trans Brit Ceram Soc, v.80, p. 81-85, 1981.
4. PICCONI, C., MACAURO, G., Zirconia as a Ceramic Biomaterial., Biomaterials v.20, p. 1-25, 1999.
5. HENCH, L.L. Introduction to biomaterials. *Anales de Quimica*, v. 93, p. S3-S5, 1997.
6. MORAES, M. C. S. B., Microestrutura e Propriedades Mecânicas de Compósitos Alumina-Zircônia para Próteses Dentárias. 258p. Tese (Doutorado), Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2004.
7. SIMBA, B.G.. COSTA, L., FERREIRA, B. , SÁ, L.F.C., SANTOS, C., Protocolo de tratamentos térmicos visando recuperação da fase tetragonal em infraestruturas de próteses

dentárias a base de  $ZrO_2(3-Y_2O_3)$  para fresagem em sistemas CAD/CAM ou pantógrafos, 55 Congresso Brasileiro de Cerâmica, Porto de Galinhas-PE, 2001, no prelo.

8. KINGERY, W.D., BOWEN, H.K., UHLMANN, D.R.; Introduction to Ceramics. 2<sup>nd</sup>. ed. New York: John Wiley, 1976 p. 1032.

9. SILVA, C. P., SILVA, C.R.M., SANTOS, F. A., PALMEIRA, A. A. SANTOS, L. A., SANTOS C., ELIAS, C.N, Sinterização de cerâmicas nanoestruturadas a base de  $ZrO_2$  estabilizado com  $Y_2O_3$  para aplicações odontológicas em sistemas CAD/CAM, Congresso Brasileiro de Ciência e Engenharia de Materiais, CBECIMAT, 2008, Foz do Iguaçu.

10. MUKAEDA, L. E. , ROBIN, A., SANTOS, C., IZARIO FILHO, H. J. , SALAZAR, R. F. TAGUCHI, S. P.. Estudo da degradação de cerâmicas de zircônia em saliva artificial. 6th Latin American Congresso of Artificial Organs and Biomaterials, Gramado-RS, 2010.

## TRANSLUCENCE IN DENTAL PROSTHESIS BASED ON ZIRCONIA CERAMICS: EFFECT OF THE SINTERING PARAMETERS

### ABSTRACT

*In this work the translucence of Zirconia dental ceramics was evaluated as function of sintering conditions (temperature and isothermal holding time). Samples with 15x15x1mm, were sintered at 1450 to 1600<sup>o</sup>C, with holding of 2h or 4h. Sintered samples were characterized by relative density, crystalline phases and microstructural aspects. Full density was obtained in samples sintered at 1530 and 1600<sup>o</sup>C, which presented higher grain sizes. Na increasing of translucence was observed in samples sintered at 1530 and 1600, correlating these properties with increasing of density and grain size of the samples.*

Key-words: Zirconia, dental prosthesis, translucence, sintering.