Revista de acesso livre no site www.ufcg.edu.br

Revista Eletrônica de Materiais e Processos, v. 10, n. 2 (2015) 77–83
ISSN 1809-8797

REMAP

Matrizes cerâmicas à base de alumina infiltradas com poli (metacrilato de metila) com perspectiva para aplicação em prótese dentária

O. C. da Silveira[1]*, H. L. Lira[2], R. R. Menezes[2]

[1]Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Campina Grande – UFCG
[2]Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Campina Grande – UFCG
*Aprígio Veloso 882, Bodocongó, Campina Grande, PB – CEP 58429 – 900

(Recebido em 08/04/2015; aceito em 07/08/2015)
(Todas as informações contidas neste artigo são de responsabilidade dos autores)

Resumo:
O objetivo do estudo foi avaliar a microestrutura e a resistência mecânica de substratos cerâmicos de alumina e infiltrados com poli (metacrilato de metila) para possíveis aplicações em próteses fixas odontológicas. Inicialmente as aluminas foram caracterizadas quanto à composição mineralógica e granulométrica. Corpos de prova foram confeccionados e submetidos à infiltração em baixa e alta pressão por períodos de 6 h e 12 h. As amostras infiltradas foram analisadas com relação à porosidade, densidade aparente e morfologia da superfície de fratura por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os corpos de prova também foram submetidos a ensaios mecânicos de resistência a flexão. A infiltração do polímero no substrato poroso com alumina da Alglass por um período de 12 h obteve os melhores resultados, com redução de porosidade em torno de 45,24%, densidade de 2,66 ± 0,03 g/cm^{3}e aumento da resistência mecânica em torno de 68% em relação à alumina Alcoa infiltrada nas mesmas condições e da Alglass infiltrada por um período de 6 h quando comparados com a as aluminas do grupo controle. Pode-se concluir que a infiltração do PMMA melhora as propriedades dos substratos cerâmicos, formando um material promissor para aplicação em infra estrutura odontológica, no entanto os substratos de alumina pesquisado com e sem infiltração de PMMA apresentaram resistência a flexão abaixo dos valores recomendados na norma ISO 6872.

Palavras-chave: Compósitos; infiltração; PMMA.

Abstract:
The aim of this study is to evaluate the microstructure and the mechanical resistance of ceramic substrates of alumina and infiltrated with poly (methyl methacrylate) for possible applications in fixed dental prostheses. Initially the alumina samples were characterized as to particle size and mineralogical composition. Specimens were prepared and subjected to infiltration at low and high pressure for periods of 6 and 12 hs. The infiltrated specimens were analyzed with respect to porosity, bulk density and fracture surface morphology by scanning electron microscopy (SEM). The specimens were also subjected to mechanical tests of bending resistance. The infiltration of the polymer in the porous substrate with Alglass alumina sample for a period of 12 hs obtained the best results, with reduction of porosity close to 45.24%, density of 2.66 ± 0.03 g/cm^{3}and increased mechanical resistance close to 68% in relation to the Alcoa alumina sample infiltrated under the same conditions and to the Alglass alumina samples infiltrated by a period of 6h when compared with the alumina without polymer. It can be concluded that the infiltration of PMMA improves the properties of ceramic substrates, forming a promising material for use in dental infrastructure; however the alumina substrates used in this study with and without infiltration of PMMA presented flexural resistance below to the recommended values in ISO 6872 standard.

Keywords: Infiltration; composites; PMMA.

1. Introdução

As cerâmicas odontológicas podem ser definidas como materiais compostos por sólidos inorgânicos, formados por uma combinação de elementos metálicos e não metálicos. Esses materiais são utilizados para confecção de restaurações indiretas que visam a substituição de elementos dentais perdidos, devido as vantagens apresentadas por esse material, como a elevada resistência a compressão, estabilidade de cor, baixa condutibilidade térmica e elétrica, radiopacidade, estabilidade química, excelentes propriedades mecânicas, biocompatibilidade, versatilidade, coeficiente de expansão térmica próximo ao da estrutura dentária e excelente potencial para simular a aparência dos dentes naturais. As cerâmicas apresentam-se como um dos principais materiais na ciência e arte da reconstrução dentária [1]. As restaurações mais tradicionais são as metalocerâmicas , em que uma infra estrutura ou "coping" de liga metálica é confeccionado e

*Email: olimpiacsilveira@hotmail.com (O. C. da Silveira)

recoberto por camadas de porcelanas, no entanto há grandes limitações no que se refere à dificuldade de se conseguir adesão ao metal e o comprometimento da cinta metálica na região cervical prejudicando desta forma a estética, o que impulsiona o desenvolvimento de novos materiais e sistemas de infraestruturas totalmente cerâmicos que podem ser utilizados como indicação para restaurações unitárias e prótese fixa de pequena extensão [2].

A cerâmica, embora seja o material sintético que melhor reproduz a estrutura dos dentes, apresenta friabilidade, devido a sua baixa resistência à tração, característica dos materiais cerâmicos, que atua como fator de limitação [3]. A limitação do uso de coroas unitárias na região anterior, devido à baixa resistência mecânica das porcelanas existentes no mercado, conduziu a novos estudos visando a descoberta de reforços internos para estas estruturas, o que têm melhorado, significativamente, esta propriedade [3-5]. As cerâmicas reforçadas por cristais de alumina foram introduzidas por pesquisadores [6] o que possibilitou que estes materiais apresentassem o dobro da resistência quando comparadas às cerâmicas feldspáticas convencionais, sendo possível confeccionar coroas livres de metal. Considerado um caminho promissor, a incorporação de óxido de alumínio (Al_2O_3), continuou sendo pesquisada, pois estava evidente, que sua adição às cerâmicas melhorava suas propriedades mecânicas.

Os *copings* aluminizados infiltrados por vidro começaram a serem introduzidos, com cerca de 97% de óxidos de alumínio, criando um sistema de alta resistência [8]. Os novos *copings* cerâmicos à base de alumina de alta pureza apresentam também alta resistência mecânica à compressão e possibilitam a confecção de uma estrutura porosa, que convenientemente infiltrada com vidro, podem ser utilizadas em próteses dentárias, coroas anteriores e posteriores, pontes fixas anteriores com até três elementos, *inlays*, *onlays* e coroas sobre implantes [7,9]. Além disso, os sistemas com alto teor de alumina podem ser conformados por diferentes métodos de processamentos incluindo a técnica da barbotina e o sistema CAD/CAM promovendo, desta forma, uma melhora em suas características mecânicas e estéticas [10]. Atualmente a busca por novos materiais para infiltração em substratos porosos de alumina vem sendo utilizado, dentre eles o poli (metacrilato de metila). Esse polímero apresenta boas características ópticas e elevada resistência mecânica e sua aplicação vem sendo utilizada em diversas áreas [11] .

O objetivo deste trabalho é contribuir com o processo de desenvolvimento de substratos porosos de alumina, submetidos a infiltração polimérica visando aumentar a resistência mecânica desses materiais com perspectiva para aplicação em prótese dentária

2. Materiais e Métodos

Neste estudo foram utilizadas duas amostras de alumina, denominadas de Alglass (fornecida pelaCelmat, Brasil) e Alcoa (fabricada pela Alcoa e com referencia APC-3017G). Foi utilizado o monômero metacrilato de metila (adquirido da Neon) e peróxido de benzoila (fornecido pela Vetec).

As amostras de alumina foram submetidas à caracterização por difração de raio X (SHIMADZU, modelo XRD 6000, radiação CuKα). A análise química foi realizada por fluorescência de raios-X (SHIMADZU, modelo EDX 720). A morfologia foi analisada com um MEV (SHIMADZU, modelo SSX-550) e a distribuição granulométrica foi realizada em um granulômetro da MALVERN (modelo MASTERSIZER 2000).

O pó de alumina fornecido pela Alcoa foi misturado com 0,5% de poliacrilato de amônia, acido oleico, hidróxido de amônia e agua destilada. Foi feita a homogeneização manualmente e em seguida inseridas no liofilizador para a secagem da mesma. Para a alumina Alglass, foi utilizado o procedimento fornecido pelo fabricante, ou seja, adicionou-se 3 gotas do ligante e 3 ml do dispersante e em seguida homogeneizados em um *becker* de vidro. Após a secagem dos pós de alumina no liofilizador , a mistura com os componentes foram desaglomeradas em malha ABNT nº325 (aberturade 45 µm).

Foram confeccionadas corpos de prova para cada tipo de alumina em estudo, com formato retangular, com as seguintes dimensões: 30 mm x 5 mm x4 mm de acordo com a Norma ISO 6872 [12], sendo conformada em prensa hidráulica a uma pressão de 66 MPa, por prensagem uniaxial. Os corpos de prova foram sinterizados em forno elétrico com taxa de aquecimento de 5ºC/min e patamar de queima de 2h, até a temperatura máxima de 1400 ^{o}C. O resfriamento dos corpos ocorreu em forno fechado até a temperatura ambiente. As amostras foram dividas em grupos (n=10), onde dois grupos foram usados como controles e os demais foram submetidos a infiltração com o metacrilato de metila.

A infiltração dos corpos de prova foi realizada em um Becker com o monômero metacrilato de metila e o iniciador peroxido de benzoila, na proporção de 1% v/p.

A infiltração do monômero na matriz cerâmica foi realizada em uma câmara adaptada para baixo vácuo e alta pressão. Inicialmente os corpos de prova foram submetidos a um vácuo de-750 mm de Hg, seguida de imersão no monômero com o catalizador e logo após submetidos a uma pressão de 100 psi (7 bar). A etapa de aplicação de pressão foi realizado em tempos diferentes de 6 e 12 h. Posteriormente, as amostras foram armazenadas em vidros hermeticamente fechados e até o processo de polimerização do material infiltrante em estufa a 60 ^{0}C. Os corpos produzidos foram caracterizados por microscopia eletrônica de varredura, porosimetria e determinação da resistência à flexão de acordo com a norma ISO 6872 [12]. A Tabela 1 apresenta um resumo das condições de preparacao das amostras com suas respectivas referencias.

3. Resultados e Discussão

Na tabela 2 tem-se a analise química semi quantitativa das amostras de alumina. Observa-se que ambas as amostras têm como constituinte principal a alumina. Há também presença de vários outros óxidos, mas em quantidades discretas. Portanto, as aluminas AC e AG apresentam

significativa pureza, com a amostra da Alcoa discretamente mais pura.

Tabela 1. Resumo das condições de preparação das amostras com suas respectivas referências

Referência	Fornecedor	Condições da amostra	Tempo de Aplicação de Pressão (h)
AC	Alcoa	Sem infiltracao	-
AG	Alglass	Sem infiltração	-
ACI6H	Alcoa	Com infiltração	6
AGI6H	Alglass	Com infiltração	6
ACI12H	Alcoa	Com infiltração	12
AGI12H	Alglass	Com infiltração	12

Tabela 2. Analise química semi quantitativa das amostras de alumina

	Composição dos Óxidos (%)					
	Al_2O_3	SiO_2	Fe_2O_3	Na_2O	NbO	Outros[a]
AC	99.814	0,047	0,052	0,021	-	0.066
AG	99.661	0,244	0,078	-	0.010	0.007

[a] Outros óxidos

A Figura 1 apresenta as curvas de difração de raios X das amostras de alumina AC e AG. Foram detectados picos característicos da fase da α-alumina (ficha padrão PDF 10-0173), não sendo detectada a presença outras fases cristalinas

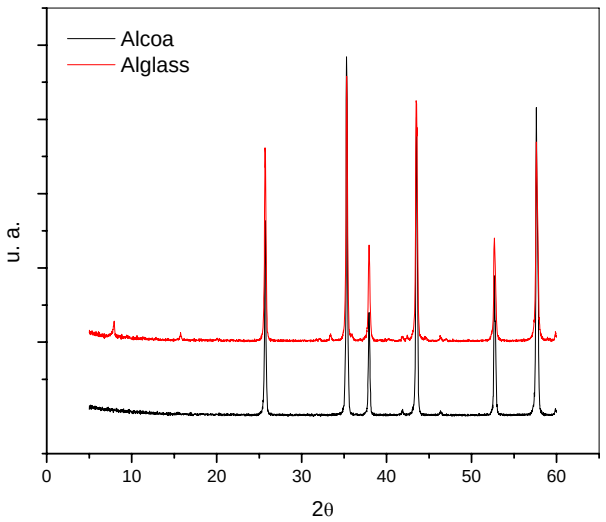


Figura 1. Curvas de difração de raios X das aluminas da AC e AG

A Figura 2 apresenta as curvas de distribuição granulométrica da amostra AC. A distribuição de tamanhos de particulas apresenta diâmetro de partículas variando de 0,04 a 23 µm, configurando-se em uma faixa mais estreita de distribuição de tamanho de partícula quando comparado com a AG. O diâmetro médio tem máximos em 0,9 e 8 µm, com uma distribuição bimodal, embora com uma porção reduzida de partículas com diâmetros em torno de 1 µm.

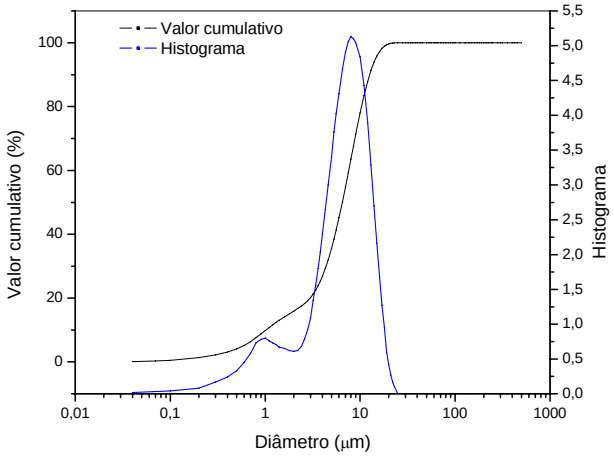


Figura 2. Histograma e distribuição tamanhos de partículas cumulativa do pó micropartículado da alumina AC

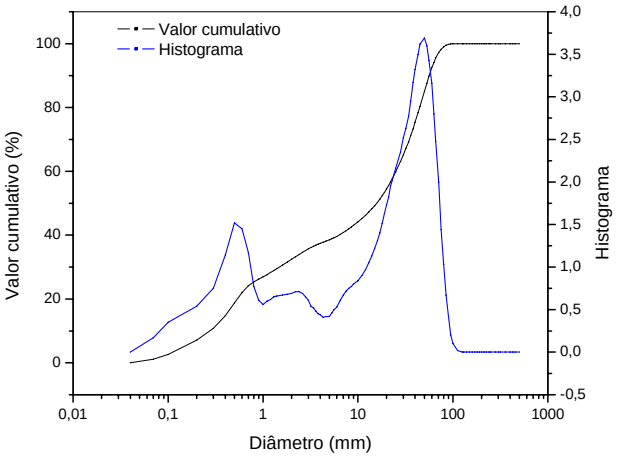
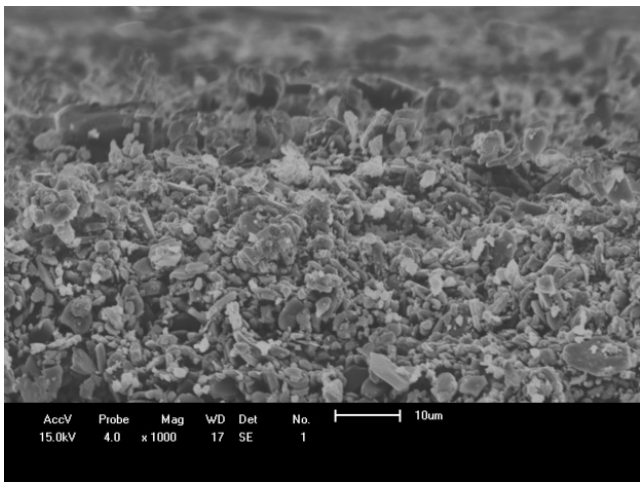


Figura 3. Histograma e distribuição tamanhos de partículas cumulativa do pó microparticulado da alumina AG

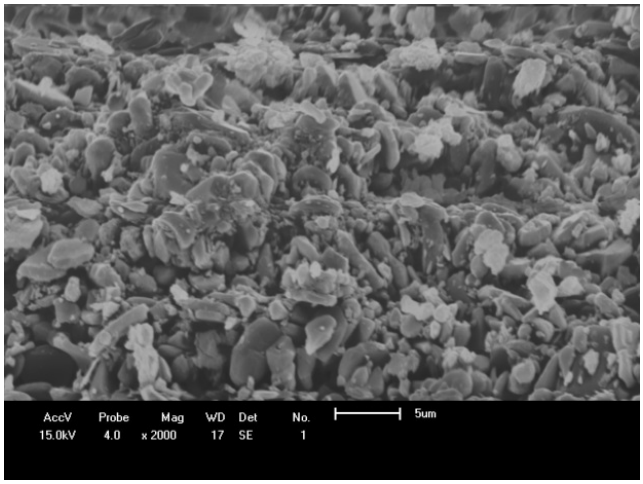
A Figura 3 apresenta as curvas de distribuição granulométrica da amostra de alumina AG. Observa-se a existência de uma faixa larga de distribuição do tamanho de partículas do pó. O intervalo entre o menor diâmetro e o diâmetro da maior partícula abrange uma faixa compreendida entre 0,07 e 112 µm. Apresenta diâmetro médio de partículas com máximos em 0,5 e 50 µm. Esse tipo de alumina comercializada pela Alglass apresenta uma distribuição heterogênea e trimodal, o que pode contribuir para uma maior compactação no processo de prensagem e sinterização. A existência e a mistura de vários diâmetros favorece a ocupação dos interstícios vazios entre as partículas, pois as menores tendem a ocupar os espaços vazios que ficam entre as partículas maiores. Deste modo, um melhor empacotamento é favorecido, o material torna-se mais denso e a porosidade do sistema diminui.

A Figura 4 apresenta os resultados de microscopia eletrônica de varredura dos corpos-de-prova sinterizados com a alumina AC. Verifica-se nestas imagens a presença de poros

de grãos uniformes e ausência de trincas na superfície de fratura analisada.



(a)



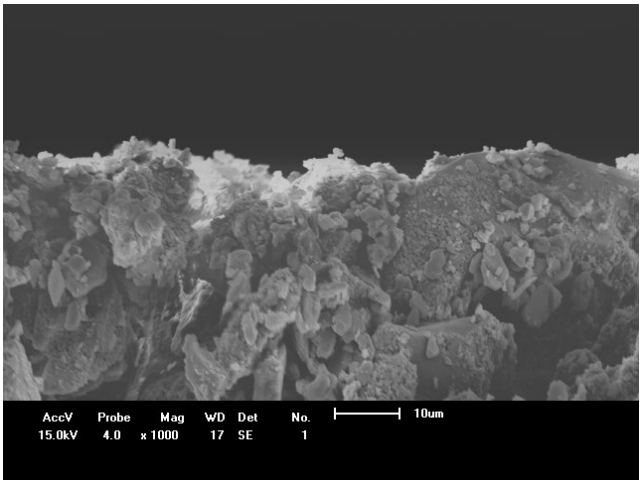
(b)

Figura 4. MEV (a e b) corpos de prova da alumina Alumina AC

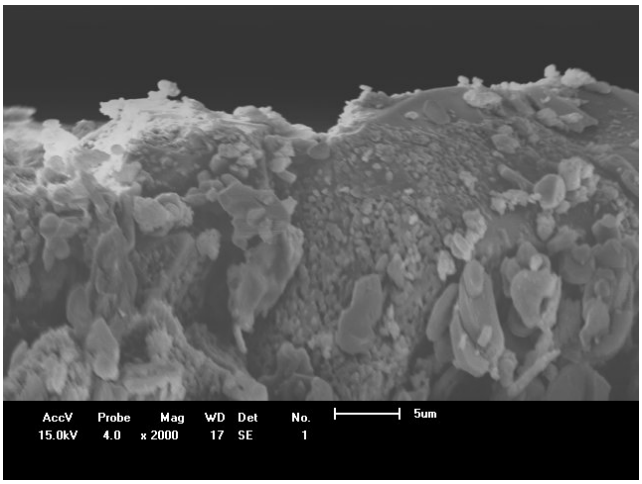
A Figura 6 apresenta micrografias com diferentes aumentos dos substratos da amostra ACI6H. Observa-se que a matriz de alumina não foi totalmente preenchida pelo poli metacrilato de metila.

As Figuras 7 apresentam os resultados de microscopia eletrônica de varredura com corte de superfície e transversal dos substratos da alumina ACI12H, em que se observa a infiltração do polímero no corte transversal do substrato poroso do compósito, mas sem o preenchimento total dos poros, pois há presença de polímero de forma heterogênea.

A Figura 8 apresenta os resultados de microscopia eletrônica de varredura dos substratos da amostra AG I 6H.



(a)



(b)

Figura 5. MEV (a e b) corpos de prova da alumina AG

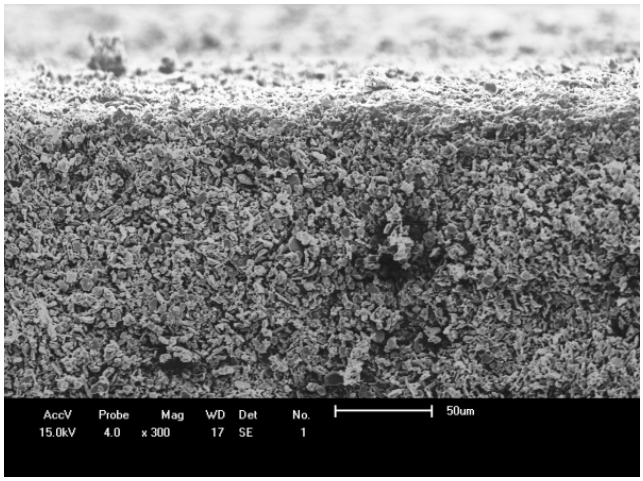
As Figuras 9 apresentam os resultados de microscopia eletrônica de varredura com corte de superfície e transversal dos substratos da alumina AGI 6H, em que se observa que não houve infiltração do polímero no corte transversal do substrato poroso do compósito.

A Figura 10(a) e (b) apresentam os resultados de microscopia eletrônica de varredura com corte de superfície e transversal dos substratos da alumina AGI12H em que se observa a infiltração do polímero no corte transversal do substrato poroso do compósito, mas sem o preenchimento total dos poros, pois há presença de polímero de forma heterogênea.

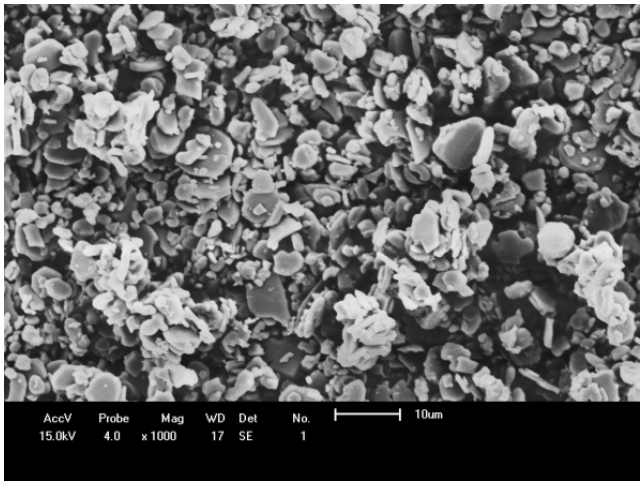
Pode-se observar que a infiltração do polímero PMMA acontece apenas na superfície do corte transversal da amostra de alumina em que se verifica que não foi alcançada a profundidade de 42,2 µm,29 µm e 28,4 µm

Na Tabela 3 pode-se observar que a alumina Alcoa apresenta uma maior porosidade, maior retração, maior absorção de água e consequentemente menor densidade em relação a alumina Alglass. Portanto alumina Alglass apresenta

uma melhor densificação pelo fato de haver uma maior faixa de distribuição granulométrica com diferentes tamanhos de partículas contribuindo para um melhor empacotamento. Um empacotamento monomodal de partículas (partículas com o mesmo tamanho) deixa vazios (poros) entre as partículas e na maioria dos casos essa densidade de empacotamento pode ser melhorada pela adição aleatória de partículas menores.



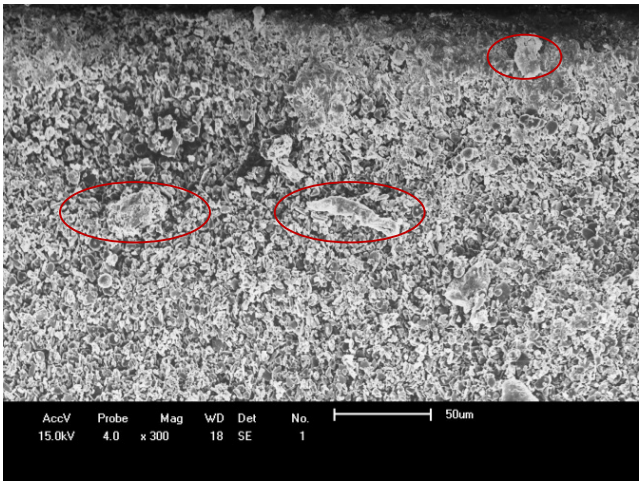
(a)



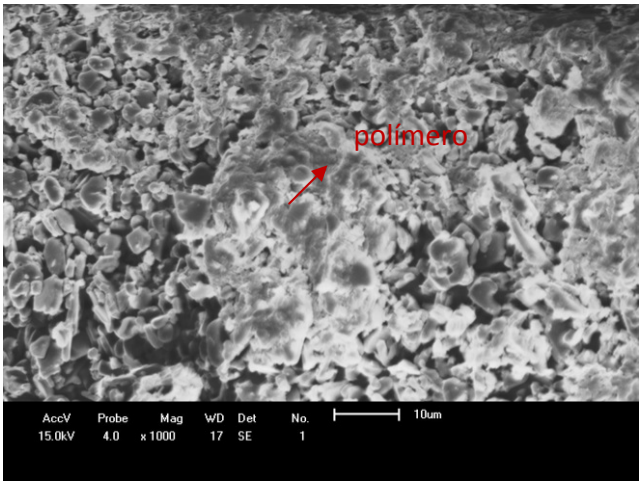
(b)

Figura 6. Micrografias dos substratos da amostra ACI6H

A condição necessária é que os espaços vazios sejam preenchidos sem o aumento do volume total. De acordo com a literatura (GERMAN, 1989) o empacotamento de partículas com distribuição bimodal de tamanhos (partículas com dois tamanhos diferentes) resulta em densidades maiores do que o empacotamento de partículas com distribuição monomodal de tamanhos. A alumina AC mesmo apresentando uma distribuição bimodal, a faixa de distribuição das partículas é mais estreita e com isso resulta em mais vazios e menor densidade em relação à alumina AG. A infiltração do monômero na amostra ACI12H apresentou uma melhor redução da porosidade aparente (14,66%) em relação à porosidade dos demais grupos. Pode-se constatar que, pelo fato deste monômero apresentar alta fluidez e ser aplicada sobre alta pressão o mesmo flui para os interstícios das partículas de alumina através da força capilar reduzindo a porosidade e obtendo uma melhor densificação.



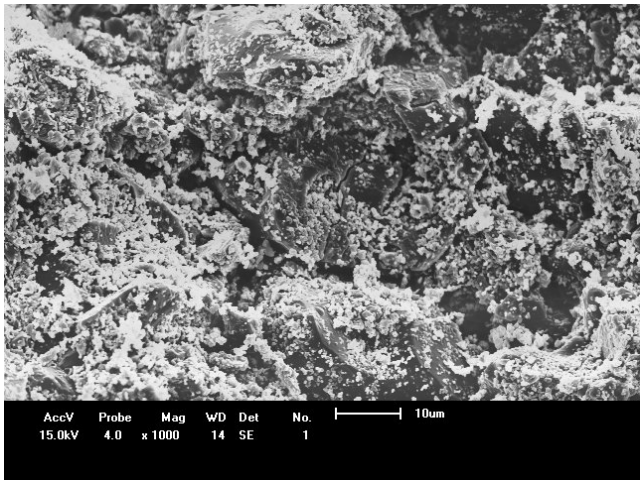
(a)



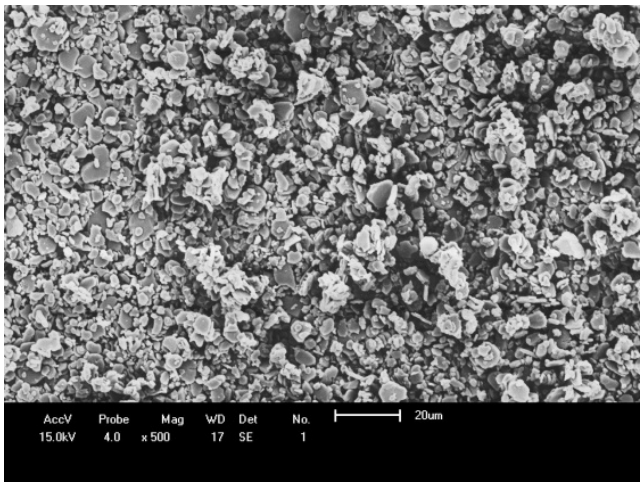
(b)

Figura 7. Micrografias transversais dos substratos porosos da amostra ACI12H

Na Tabela 4 observa-se a resistência à flexão em três pontos dos corpos de prova obtidos com aluminas da Alcoa e Alglass sinterizadas a 1400 ^{0}C com diferentes tempos para infiltração do monômero. O valor médio de resistência observado nos corpos de provas da amostra AC foi de 15,14 ± 2,17 MPa. Os valores observados para as amostras sinterizadas sem infiltração apresentam-se baixos, mas estão de acordo com o esperado, pois se trata de uma estrutura porosa e como os poros são concentradores de tensão, favorecem a redução da resistência mecânica [14].



(a)



(b)

Figura 8. Micrografias de microscopia eletrônica de varredura dos substratos da amostra AG I 6H

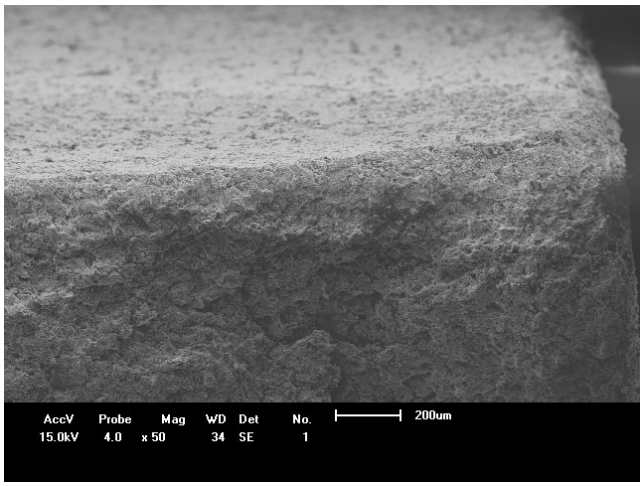
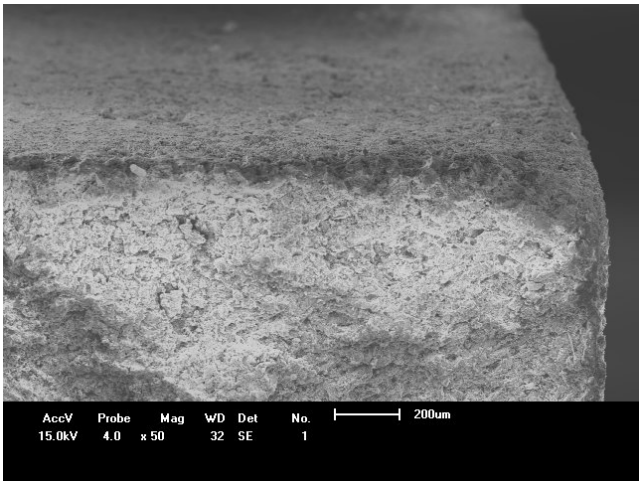
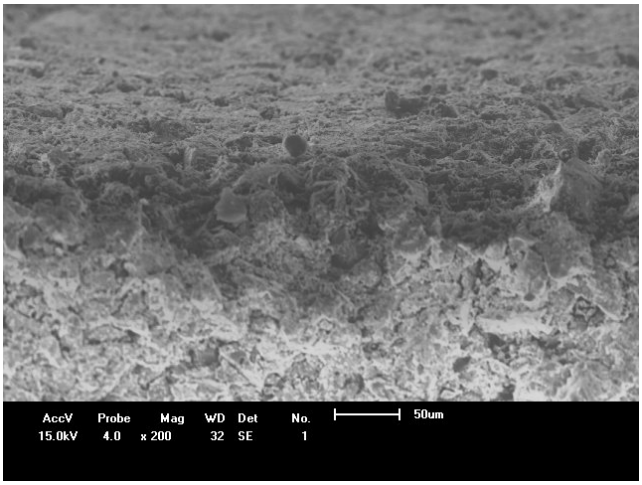


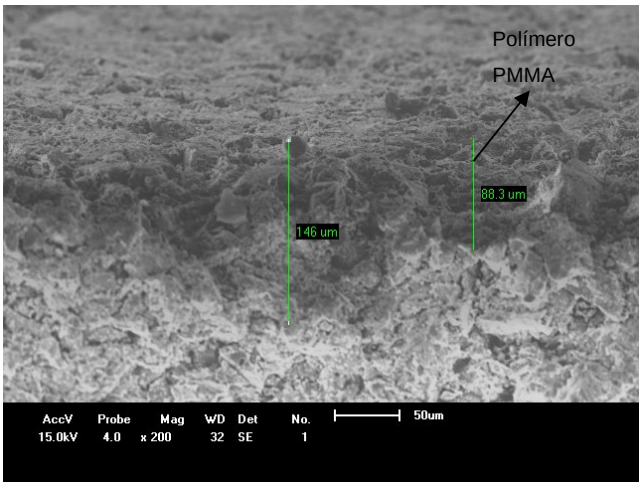
Figura 9. Micrografia transversal dos substratos obtidos da amostra AGI 6H



(a)



(b)



(c)

Figura 10. Micrografia transversal dos substratos obtidos da amostra AGI12H

Tabela 3. Dados obtidos para a absorção de água, porosidade, densidade aparente e retração linear das amostras de alumina com e sem infiltração com PMMA

	AA[a] (%)	PA[a] (%)	DA[a] (g/cm^3)	RL[a] (%)
AC	20,1±0,5	44,2 ± 0,6	2,2 ± 0,0	0,8 ± 0,4
AG	11,1±0,4	29,7± 0,7	2,7± 0,0	1,8± 5,9
ACI6H	11,0±5,4	25,9±11,4	2,4±0,1	0,7±0,2
AGI6H	5,8 ±1,5	16,2 ±3,9	2,8±0,0	0,8±0,0
ACI12H	5,8 ±1,1	14,7±2,6	2,5± 0,0	0,7±0,1
AGI12H	4,8 ±0,9	13,4±2,6	2,8±0,0	1,2±1,1

[a] AA – Absorção de Água; PA – Porosidade Aparente; DA – Densidade Aparente; RL – Retração Linear.

Tabela 4. Resistência à flexão das aluminas com e sem infiltração com PMMA

Amostras	Resistência Flexão (MPa)
AC	15,14± 2,17
AG	5,62 ± 1,66
ACI6H	14,52± 2.95
AGI6H	9,46± 5,14
ACI12H	15,72± 1,03
AGI12H	16,56± 5,42
PMMA	25,00±5,01

No entanto, os valores de resistência mecânica após diferentes tempos de infiltrações apresentam-se abaixo dos especificados pela norma [12], o que pode ser atribuída a presença ainda de poros que não foram preenchidos pela fase polimérica. A alumina AG apresenta uma distribuição de partículas mais larga o que favorece ao maior fator de empacotamento e menor porosidade, no entanto apresenta uma menor resistência mecânica em relação a amostra AC, o que pode estar relacionado ao fato dessa amostra apresentar espaço intergranulares mais reduzidos. A amostra AGI112H apresentou um aumento significativo na resistência mecânica apresentando uma média de 16,56± 5,42, podendo-se atribuir a microestrutura desse tipo de alumina, por apresentar uma menor porosidade, sendo que os mesmos foram preenchidos pelo monômero infiltrante pelo fenômeno de capilaridade o que pode ter contribuído para os diferentes resultados mecânicos de flexão. Desta forma esse estudo condiz com os resultados obtidos por Figueiredo Filho [13], onde constatou-se que aluminas com microestruturas porosas e com menor porosidade apresentam melhor capacidade de infiltração

4. Conclusões

Com base nos resultados, pode-se concluir que: A alumina da Alcoa (AC) sinterizadas sem infiltração do monômero apresenta menor densidade, maior porosidade, maior retração e absorção de água quando comparadas com a alumina Alglass (AG) sinterizadas sem infiltração; no entanto quando submetidas á infiltração do PMMA por 12 hs a alumina Alglass (AGI12H) apresentou maior redução de porosidade. A Alumina Alcoa (AC) sem infiltração do monômero apresenta valores de resistência á flexão significativamente superiores aos da Alglass (AG), no entanto após a infiltração a alumina Alglass apresenta aumento na resistência mecânica 68% maior. Portanto pode-se constatar que a infiltração do polímero reduz significativamente a porosidade do substrato de alumina melhorando a densidade e a resistência mecanica desse material

Referências

[1] Pagani, C., Miranda, C. B., Bottino, M. C. Avaliação da tenacidade à fratura de diferentes sistemas cerâmicos. Journal of Applied Oral Science, 11 (1), 69-75, 2011.

[2] Myers, M. L., Ergle, J. W., Fairhurst, C. W., Ringle, R. D. Fatigue failure parameters of IPS-Empress porcelain. International Journal of Prosthodontics, 7 (6), 549-553, 1994

[3] Nóbrega, M. C., João, M., La croix, S. P. Prensagem uniaxial de cerâmica dental. Medcenter-Prótese, 2006.

[4] Chain, M. C, Arcari, G. M, Lopes, G. C. Restaurações cerâmicas estéticas e próteses livres de metal: as novas alternativas possibilitadas pelas novas porcelanas. Revista Gaúcha de Odontologia, 48 (2), 67-70, 2000.

[5] Mohammad, A. B., Massimiliano, G., Michael, V. S. Biaxial flexural strength, elastic moduli, and x-ray diffraction characterization of three pressable all-ceramic materials. Journal of Prosthetic Dentistry, 89 (4), 374-380, 2003.

[6] Mclean, J. W., Hughes, T. H. The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides. British Dental Journal, 119 (6), 251-267, 1965.

[7] Mclean, J. W. Evolution of dental ceramics in the twentieth century. Journal of Prosthetic Dentistry, 85 (1), 61-66, 2001.

[8] Sadoun, M. In-Ceram: 10 Jahre in der Erprobung. In: Kappert HF. (Hrsg.) Vollkeramik. Werkstoffkunde – Zahntechnik – klinische Erfahrungen. Berlin: Quintessenz Verlags-GmbH, 193-210, 1996.

[9] Bottino, M. A., Giannini, V., Miyashita, E., Quintas, A. F. Estética em Reabilitação Oral-Metal Free**.** São Paulo. Artes Médicas, 2001

[10] Borges, G. A., Spohr, A. M., Shinkai, R. S. A., Sobrinho, L. C. Cerâmicas hidrotérmicas: o que são? Revista Odonto Ciência, 18 (39), 51-54, 2003.

[11] Marinucci, G. Materiais compósitos poliméricos: Fundamentos e tecnologia, Editora Artiber, 2011.

[12] ISO 6872, 2008. Dentistry - Ceramic materials. British Standards Institution, Inglaterra, 3ª ed., p. 1-9, 9 jan. 2008.

[13] Figueiredo Filho, B. P. Análise da resistência flexural e microdureza de dois sistemas de cerâmica aluminizada infiltrada por vidro. Revista Brasileira de Odontologia, 69 (2), 148-153, 2012.

[14] Callister, W. D. Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução, Cap.13 em Estruturas e Propriedades das Cerâmicas. 5. Ed., editora LTC, pp.279-285, Rio de Janeiro, RJ, 2002