

Influência da pressão de compactação nas variações dimensionais de componentes cerâmicos de $ZrO_2-Y_2O_3$ utilizados em próteses dentárias

Influence of pressing on the dimensional precision of $ZrO_2-Y_2O_3$ ceramic components used in dental prosthesis

Antônio Augusto Araujo P. da Silva¹
 Adauri Silveira Rodrigues Junior²
 Rodrigo Xavier de Freitas²
 Sergio Elias Neves Cury²
 Isaac Vinícius Feliciano Suhett²
 Claudinei dos Santos³

Artigo
Original

Original
Paper

Palavras-Chave:

Cerâmicas
 Compactação
 Sinterização
 Caracterizações

Resumo

Um dos maiores problemas na fabricação de componentes cerâmicos pela técnica de usinagem CAD/CAM (Computer Aided Desing/Computer Aided Manufacturing) é garantir a precisão dimensional das peças fabricadas, evitando empenos ou distorções dimensionais durante a sinterização final. Neste trabalho, um dos parâmetros de fabricação de blocos pré-sinterizados, usualmente utilizados como matéria-prima para usinagem CAD/CAM, é investigado visando avaliar o efeito da pressão e direção de compactação na contração de próteses dentárias á base de $ZrO_2(Y_2O_3)$. Amostras cerâmicas com dimensão de 40x15x15mm foram compactados em diferentes pressões de compactação que variaram de 10MPa a 160MPa e em seguida, pré-sinterizadas para posterior corte. Para efeito comparativo, amostras de igual geometria foram também prensadas isostaticamente, a 300MPa. As amostras pré-sinterizadas foram cortadas longitudinal e transversalmente à direção da compactação, com espessuras finais de 1mm. Em seguida as amostras foram retificadas e polidas, e medidas com micrômetro em diferentes posições da amostra. Após as medições, as amostras foram sinterizadas a 1530°C-120 min, e novamente medidas. Os resultados indicam o efeito da pressão na retração em valores consideráveis, até pressões da ordem de 80MPa. Acima deste valor as diferenças de retração são insignificantes, quando comparadas aos blocos prensados isostaticamente, os quais são considerados na literatura como ideais.

Abstract

One of the biggest problems in the manufacture of technical ceramic components for machining CAD / CAM (Computer Aided Desing / Computer Aided Manufacturing) is to ensure the dimensional accuracy of parts produced by avoiding dimensional warping or distortion during the final sintering. In this paper, the parameters of a manufacturing pre-sintered blocks, usually used as raw material for machining CAD

Keywords:

Ceramics
 Compaction
 Cold isostatic pressing
 Sintering
 Characterizations

¹ Aluno de Mestrado em Eng. Materiais da USP-EEL

² Aluno de Mestrado em Materiais do UniFOA

³ Docente do Curso de Mestrado em Materiais do UniFOA e Docente da Faculdade de Tecnologia de Resende – FAT- UERJ

/ CAM, is investigated to evaluate the effect of compaction pressure and shrinkage direction of the dental prosthesis based on ZrO_2 (Y_2O_3). Ceramic samples with dimension of 40x15x15mm were compacted at different pressures ranging from 10MPa to 160MPa and then sintered for further pre-cut. For comparison, samples of the same geometry were also isostatically pressed to 300MPa. The pre-sintered samples were cut longitudinally and transversely to the direction of compression, with final thickness of 1mm. Then the samples were ground and polished, and measured with a micrometer at different positions of the sample. After the measurements, the samples were sintered at 1530C-120 min, and again measures. The results indicate the effect of pressure on shrinkage in considerable amounts, up to pressures of about 80MPa. Above this value the differences in shrinkage are negligible compared to isostatically pressed blocks, which are considered in the literature as the ideal.

1. Introdução

Um dos grandes desafios na reabilitação oral com o uso de próteses fixas em cerâmica é aliar resistência mecânica e propriedades estéticas que proporcionem o restabelecimento da função mastigatória com longevidade e com um resultado estético que vise o mimetismo entre a dentição natural e os trabalhos protéticos em cerâmica (UEDA & ANUSAVICE-2005).

O uso de infraestruturas metálicas, com aplicação de cerâmicas de cobertura é o método mais antigo e consagrado para a reabilitação fixa unitária, parcial de elementos dentários ausentes ou parcialmente comprometidos (KELLY *et al*-2004). Usualmente são utilizadas ligas metálicas nobres que combinem biocompatibilidade com resistência mecânica e facilidade de serem fundidas em laboratório, tais como ligas a base de Ni-Cr ou Cr-Co. Porém as limitações estéticas provenientes do uso do metal nessas infraestruturas fomenta a busca por novas tecnologias na confecção de próteses dentárias cerâmicas livre de metal (WASSERMANN-2006)

Atualmente, já é amplamente difundido o uso clínico de vários sistemas cerâmicos livre de metal na Odontologia, principalmente nas áreas de Dentística, Prótese Fixa e Implantologia. A tendência das técnicas de cerâmica dental vem sendo a eliminação das próteses metálicas, inclusive das restaurações sobre implantes, visando a melhor estética e utilizando, para isso, cerâmica com maior tenacidade a fratura, minimizando sua fragilidade (OLIVEIRA APA, *et al*-2001). Alguns sistemas cerâmicos utilizados comercialmente são a base de alumina (Al_2O_3), zirconia estabilizada com ítria (ZrO_2 - Y_2O_3), dissilicato de lítio ($Li_2Si_2O_5$), ou ainda porcelanas feldspáticas. A cerâmicas a base de

zircônia, ZrO_2 vem sendo utilizadas como bio-cerâmicos em diferentes aplicações, por exemplo, na implantodontia, por apresentar biocompatibilidade e propriedades mecânicas necessárias ao seu desempenho funcional. Dentre as propriedades desejadas, incluem-se sua elevada dureza e resistência mecânica a fratura e tenacidade em níveis satisfatórios (LI W.GAO L, *et al*-1998).

A técnica mais propagada de fabricação de próteses dentárias personalizadas a base de ZrO_2 utiliza sistemas de prototipagem CAD/CAM (Computer Aided Design/Computer Aided Manufacturing). Nesses sistemas blocos pré-sinterizados são usados como matéria-prima, os quais possuem grande porosidade com objetivo de diminuir a dureza durante a usinagem, reduzindo assim o desgaste das ferramentas utilizadas. Como complemento do processo de fabricação das próteses, após a usinagem, há a necessidade de sinterização para eliminação dos poros visando melhorar os aspectos estéticos e as propriedades mecânicas. É nessa etapa, que possíveis empenos ou distorções dimensionais podem ocorrer, resultando em problemas de adaptação das próteses nos pacientes. Por isso é importante que os blocos pré-sinterizados possuam distribuição homogênea da porosidade, garantindo assim uma retração uniforme durante a sinterização final dos produtos usinados.

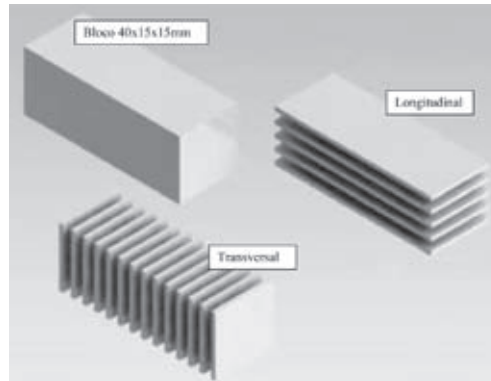
O objetivo deste trabalho é avaliar uma das etapas do processo que podem influenciar nessa homogeneidade de porosidade no material, pré-sinterizado, que é a compactação dos blocos. Pretende-se avaliar a importância do parâmetro de pressão de compactação, na variação de retração de um material compactado uniaxialmente, e identificar o grau de influencia que esse parâmetro pode ter no produto final.

2. Materiais e métodos

O material utilizado na preparação das amostras foi o pó cerâmico a base de $ZrO_2(3\%Y_2O_3)$ da Empresa ProtMat® materiais avançados - Brasil. Determinada quantidade de pós foi pesada em balança de precisão e, em seguida acondicionada em matrizes metálicas de seção de $40 \times 15 \text{ mm}^2$. O pó cerâmico foi compactado por prensagem uniaxial, sendo as paredes internas da matriz lubrificadas para minimizar os efeitos do atrito.

Foram realizadas compactações em diferentes pressões, quais sejam: 32,96MPa, 82,41MPa, 131,83MPa, 164,83MPa. Em todas as condições de pressão, o tempo de patamar sob pressão foi de 60 segundos. Como critério de comparação, amostras foram prensada isostaticamente, visando à condição “ideal” de compactação onde, teoricamente, não ocorrem gradientes de densidade no material. A pressão de compactação isostática estabelecida foi de 300MPa, com tempo de 60s. As amostras foram pré-sinterizadas em temperaturas de 1250°C em forno sem atmosfera controlada com as taxas de aquecimento e resfriamento lentas na ordem de $10^\circ\text{C}/\text{min}$ e patamar de 2h. Blocos de $40 \times 15 \times 15 \text{ mm}^3$ foram obtidos após

pré-sinterização. Estes blocos, utilizados em sistemas SiRONA-CEREC InLab, foram cortados em espessura de 1mm, obtendo fatias com $15 \times 15 \times 1 \text{ mm}$ (quando no sentido transversal) e $40 \times 15 \times 1 \text{ mm}$ (quando no sentido longitudinal). Após corte, conforme mostrado na figura 1, 120 corpos-de-prova foram retificados visando dar regularidade e uniformidade a espessura, e em seguida, foram submetidos à pré-sinterização.



1- Bloco $40 \times 15 \times 15 \text{ mm}$, 2- Transversal e 3- Longitudinal

Figura 1. Esquema dos cortes (Longitudinal e transversal) dos blocos pré-sinterizados.

As amostras foram identificadas conforme tabela 1 e mostrado na figura 2. Foram realizadas medições em cada uma das 3 posições, conforme indicado na Figura 3, utilizando-se Micrometro Mitutoyo com precisão de $0,001 \text{ mm}$.

Tabela 1. Método de identificação das amostras

	32,96MPa	82,41 MPa	131,83 MPa	164,83 MPa	Isostática 300MPa
Transversal	10	13	01	07	16
Longitudinal	11	14	04	08	17
Longitudinal	12	15	05	09	18

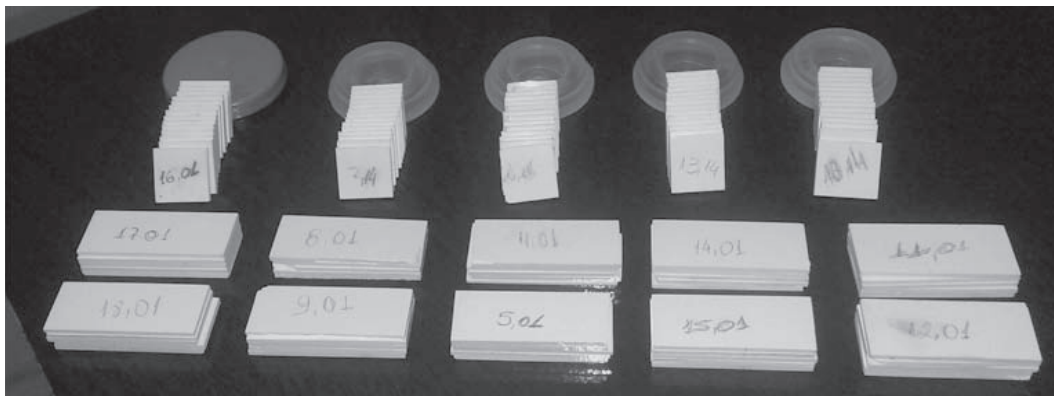


Figura 2. 120 corpos-de-prova pré-sinterizados, utilizados neste trabalho.

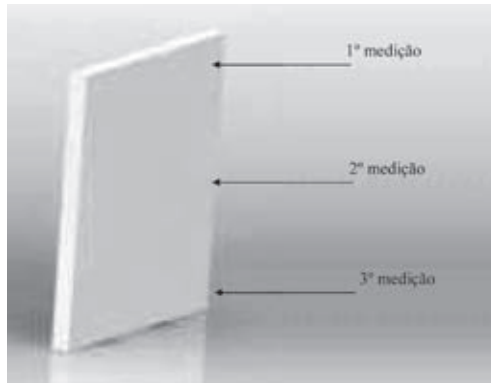


Figura 3. Posição das Medições realizadas no sentido longitudinal das amostras.

Os lotes de amostras foram sinterizados em forno com resistência de MoSi_2 Marca Fortelab, seguindo o seguinte ciclo mostrado na figura 4 e apresentado abaixo:

- Aquecidos a partir da temperatura ambiente com taxa de aquecimento de $10^\circ\text{C}/\text{min}$ até atingir temperatura de 1000°C permanecendo nesta temperatura por 30min.

- Na seqüência a taxa foi reduzida a $8^\circ\text{C}/\text{min}$ até atingir a temperatura $1200^\circ\text{C}/\text{min}$ permanecendo nesta temperatura por 60min.
- Na seqüência a taxa foi reduzida a $5^\circ\text{C}/\text{min}$ até atingir a temperatura $1530^\circ\text{C}/\text{min}$ permanecendo nesta temperatura por 120min.
- Os materiais foram resfriados com taxa de $10^\circ\text{C}/\text{min}$, até a temperatura ambiente.

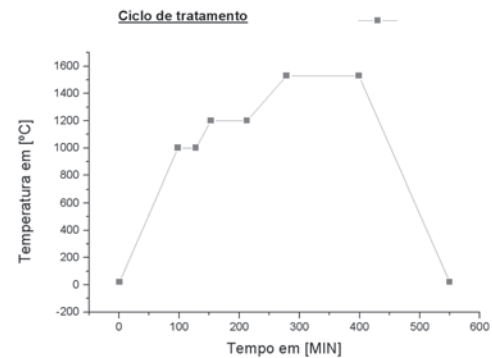


Figura 4. Ciclo de Tratamento Térmico de Sinterização proposto para este trabalho

Após a sinterização foram medidas novamente os mesmos pontos (Figura 3) observando retração Linear. Na figura 5 é mostrado o processo de medição das amostras.

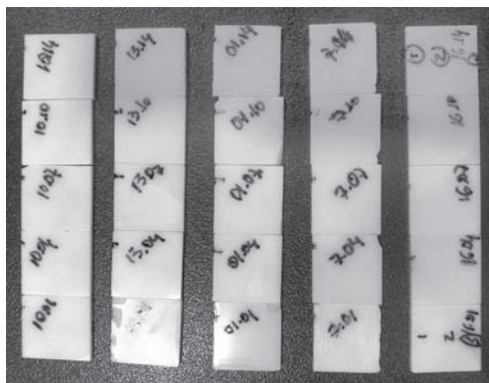


Figura 5. Identificação e forma de medição das amostras sinterizadas.

3. Resultados e discussão

As amostras cerâmicas produzidas apresentaram, após sinterização, alta densidade relativa, próximo a 100%. Os altos índices de densificação demonstram a eficiência do ciclo de sinterização proposto na eliminação total dos poros, visando alta densidade relativa, e conseqüentes propriedades mecânicas e ópticas.

A Figura 6 apresenta os resultados do efeito da pressão de compactação uniaxial, no percentual de variação dimensional da amostra sinterizada, em função da seção analisada (transversal e longitudinal) conforme figura 1. Para análises comparativas, foram empregados como “valores ideais” os valores obtidos pelas amostras prensadas isostaticamente.

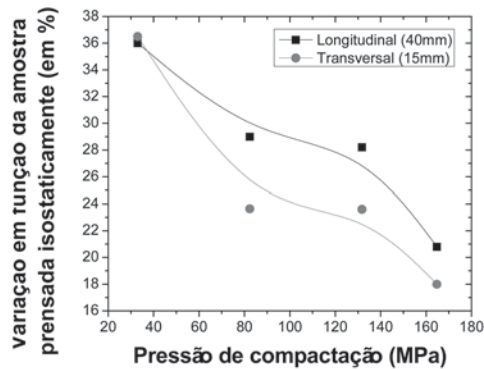


Figura 6. Efeito da pressão de compactação no percentual de variação dimensional linear da amostra, em função da seção analisada. Parâmetro – Prensagem isostática.

Amostras fabricadas com pressões de compactações muito baixas apresentam valores variando em até 36% em ambos os sentidos, longitudinais e transversais, quando comparados com as amostras prensadas isostaticamente. Essas variações promovem problemas na fabricação de próteses dentárias, as quais necessitam de grandes precisões dimensionais, para permitir uma perfeita adaptação na boca do paciente. Por outro lado, o aumento da pressão uniaxial durante a compactação, reduz consideravelmente estes valores, que podem atingir diferenças próximas a 16%. Apesar dos números expressivos, deve-se levar em consideração que os materiais isostáticos apresentaram variações em suas medidas, portanto, a melhor forma de avaliar os resultados é comparar as flutuações dimensionais de cada composição nos sentidos longitudinal e transversal, transformando esses valores em dimensões pontuais.

Ao considerar a confecção de um modelo a ser usinado pela técnica CAD/CAM, para posterior sinterização, devemos lembrar que quanto menores as diferenças existentes entre as retrações teóricas as quais os materiais estarão sujeitos durante a sinterização, e a retração real, sujeita em todo o volume do material, se faz necessário analisar a diferença de retração em todo o volume da amostra para que possamos identificar a real variação de retração a qual o material estará sujeito. Assim a Figura 7 apresenta os resultados de variação de retração no interior da amostra em termos percentuais, em função da pressão de compactação utilizada. As medidas foram realizadas também nas amostras prensadas isostaticamente para efeito comparativo.

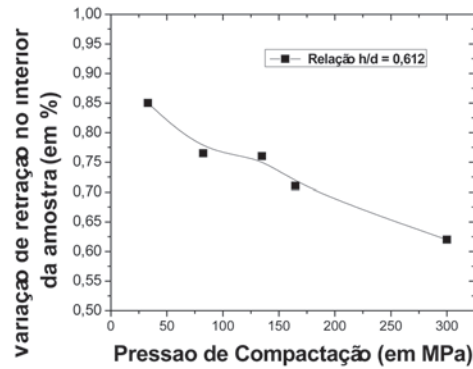


Figura 7. Variação da retração em função da pressão de compactação.

Enquanto as amostras prensadas com menores pressões apresentam variações da ordem de 0,85%, as maiores pressões de compactação uniaxial permitem ao material maior homogeneidade, com variações máximas da ordem de 0,7%. Quando comparados com os resultados das amostras prensadas isostaticamente, que possuem variações de 0,6%, as variações em função da retração, tendem a serem reduzidas com o aumento da pressão, mesmo quando utilizada a compactação por prensagem uniaxial.

É sabido (GERMAN-1994, KINGERY *et al* -1976, THÜMMLER & OBERACKER-1993) que amostras compactadas por prensagem uniaxial possuem gradiente de retração, resultante entre outras coisas, do atrito entre a parede da matriz e as partículas em fase de compressão, da geometria da seção da matriz de compactação, e a relação de altura/diâmetro do corpo compactado. Uma das equações de identifica a diferença entre a tensão de compactação real e a pressão aplicada, é dada na Equação (1),

$$\sigma = P \left[1 - 2\mu z \left(\frac{H}{D} \right) \right]$$

(1) onde σ é a tensão real de compactação atuando no material, P é a pressão de compactação aplicada, μ é o coeficiente de atrito entre a parede interna da matriz e o material compactado, z é a constante de proporcionalidade que varia com a densidade do corpo – fator geométrico, e H/D é a relação entre a altura e o diâmetro.

A análise da equação indica que os parâmetros especificados possuem interferência

direta na variação de pressão em relação ao valor teórico, fato que ocorre na prensagem uniaxial. De fato, a relação H/D da matriz utilizada nesse trabalho é da ordem de 0,612. A teoria (THÜMMLER & OBERACKER-1993) indica que valores de H/D superiores a 2 são contra-indicados para compactação uniaxial, pois apresentam resultados de gradiente de densidade muito grandes, em diferentes posições da amostra compactada. Outra sugestão é que relações H/D inferiores as do material estudado (0,612), associadas a pressões elevadas de compactação, tendem a diminuir as diferenças apresentadas na Figura 7.

A forma mais eficiente de verificar a real interferência dessas variações na prótese final usinada e sinterizada é identificar os limites do produto produzido com o material analisado. Considerando o bloco comercial estudado nesse trabalho, as dimensões limites são 15mm (transversal) e 40mm (longitudinal), as variações dimensionais máximas que poderão ocorrer nos blocos produzidos com diferentes pressões de compactação, são apresentadas na Figura 8.

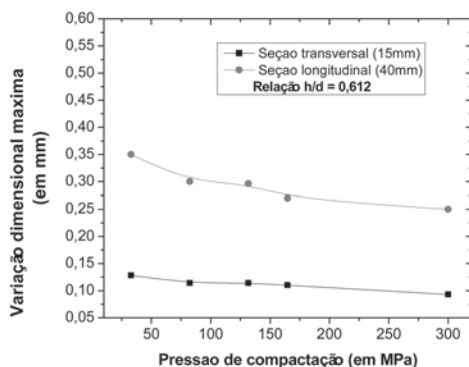


Figura 8. Efeito da pressão de compactação exercida, na variação dimensional máxima possível dentro de um bloco de $ZrO_2(3\%Y_2O_3)$. 300MPa – Isostática.

Na usinagem de próteses, é usual a confecção de próteses unitárias, ou ainda pontes (próteses compostas de vários elementos). No caso de próteses unitárias, a variação dimensional pode ser avaliada pelas diferenças máximas verificadas na seção transversal, 15mm, que não possuem diferenças significativas em relação ao padrão de pressão isostática. Para uma altura de 15mm, amostras compactadas uniaxialmente a 164,8MPa, apresentam variação em relação ao ideal, de 0,8% do comprimento, enquanto o material isostático possui diferença próxima de 0,7%

Por outro lado, na seção longitudinal, com dimensão máxima de 40 mm, que define o comprimento máximo que uma ponte fixa de 03 elementos, por exemplo, pressões uniaxiais maiores (da ordem de 150MPa) são necessárias para minimizar essas variações. Com isso, a diferença dimensional das amostras compactadas a 164,8MPa e isostática(300MPa), são de 0,6875% e 0,625%, respectivamente. Assim, garante-se uma precisão suficiente para encaixe da prótese na boca do paciente. A prática da odontologia indica que casquetes (infraestruturas) de $ZrO_2(Y_2O_3)$ que dão suporte a próteses dentárias, nas quais serão aplicadas porcelanas estéticas, devem ser confeccionadas com paredes internas de espessuras variando de 0,6 a 1,0mm, após sinterização. Com as diferenças da ordem de 0,6 a 0,8%, as variações dimensionais máximas e mínimas, estão na faixa de 3,6 μ m (mínimo) e 8 μ m (máximo). Assim, independente do tipo de compactação utilizado, pressões superiores a 164MPa, possibilitam uniformidade suficiente para otimizar os resultados e permitir a perfeita adaptação das próteses nos pacientes.

4. Conclusões

As amostras sinterizadas estudadas nesse trabalho, obtidas a partir de amostras compactadas uniaxialmente, tendem a apresentar diferenças de uniformidade dimensionais significativas em relação às amostras prensadas isostaticamente. A utilização de pressão de 33MPa possui variação volumétrica da ordem de 0,85% enquanto pressões uniaxiais superiores (165MPa) apresentam variações máximas de 0,68%. Os valores da prensagem isostática (300MPa) indicam variações possíveis da ordem de 0,6%. Considerando a dimensão do bloco estudado, 40x15x15mm, as variações máximas medidas para os blocos prensados a 165MPa, e a 300MPa (isostática), para uma parede de casquete que possui dimensões entre 0,6mm e 1,0 mm de espessura, ficam na ordem de 8 μ m para a prensagem uniaxial e 7 μ m para prensagem isostática, números que indicam que a utilização de blocos prensados uniaxialmente sob altas pressões, possuem desempenho semelhante e totalmente compatíveis com as exigências de protocolos da odontologia, no que tange a confecção de próteses dentárias.

5. Agradecimentos

Os autores agradecem a ProtMat Materiais Avançados LTDA, a FAPERJ e a FINEP, pelo apoio financeiro dado ao trabalho.

6. Referências

1. UEDA M., TOHNAI I & NAKAI, H, **Tissue Engineering Research in Oral Implant Surgery**. Artif Organs 2001;25:164-71.
2. ANUSAVICE, K. J., PHILLIPS, **Materiais Dentários**. 11a Ed. Rio de Janeiro, Elsevier Editora, 2005.
3. KELLY, JR, **Dental Ceramic: Current Thinking and Trends**. Dent Clin. North Am.2004;48(2):viii,513-30.
4. WASSERMANN A, Kaiser M, STRUB JR., **Clinical Long – Term Result of VITA In Ceram Classic Crowns and Fixed Dentures: A Systematic Literature Review**. Int J Prosthodont.2006;19(4):355-63.
5. OLIVEIRA APA,TOREM ML., **The Influence of Precipitation Variables on Zirconia Powder Synthesis**. Powder Technology.2001;119(2):181-93.
6. LI W.GAO L,GUO JK., **Synthesis of Yttria-Stabilized Zirconia Nanoparticules by Heating of Alcohol- aqueous Salt Solutions**. Nanostructured Materials.1998;10(6):1043-9.
7. THÜMLER, F., OBERACKER, R., **An Introduction to Powder Metallurgy**. [S.L.], The Institute of Materials, 332p, 1993.
8. GERMAN, M.R., **Powder Metallurgy Science**. 2nd. Ed. Princeton: Ed. Metal Powder Industries Federation, 472p, 1994.
9. KINGERY, W. D., BOWEN, H. K., UHLMANN, D. R., **Introduction to Ceramics**. 2nd. ed. New York: John Wiley, 1032p, 1976.

Endereço para Correspondência:

Claudinei dos Santos
claudinei@demar.eel.usp.br
 Centro Universitário de Volta Redonda – UniFOA
 Av. Paulo Erlei Alves Abrantes, nº1325
 Três Poços - Volta Redonda - RJ
 CEP: 27240-560