

Análise ceramográfica de biomateriais cerâmicos odontológicos

Lílian Cristina Côcco¹, Gustavo George Verdieri Nuernberg¹, Marlon Wesley Machado Cunico^{2*}

¹R&D, Zirclab Medical Devices, Unit 211, The Lightbulb, 1 Filament Walk, Wandsworth, SW18 4GQ, London, United Kingdom

²R&D, CONCEP3D, Rua Pedro Ivo 298/23, 80010-020, Curitiba, Paraná, Brasil

*e-mail: marloncunico@yahoo.com.br

Resumo

Para um biomaterial cerâmico, as variáveis de temperatura de queima, formato de partícula, distribuição de tamanho de partícula e composição química podem ter um impacto significativo na formação da sua microestrutura. Assim sendo, é crucial examinar o material processado usando a técnica de ceramografia. Desta forma, devem ser analisadas características das fases cristalinas, tais como porcentagem de cristalinidade, distribuição do tamanho de grãos e formato dos grãos formados, entre outras. Um material biocerâmico sinterizado consiste tipicamente de fase cristalina circundada por uma fase vítrea, porém este tipo de dado não se encontra facilmente na literatura. Desta forma, este estudo investigou 6 diferentes biocerâmicas comerciais (IPS e.max Ceram® Power Dentin A2 e A3, Baot® Dentine JC A1, IPS Style® Ceram Incisal I1, Super Porcelana EX-3 A1B e InSync® Dentin A1), obtendo-se dez imagens ceramográficas de cada amostra sinterizada, sendo calculados seus respectivos tamanho médio de grãos e cristalinidade para comparação, além de distribuição de tamanho de grãos. Os resultados revelaram tamanhos de grãos bastante similares, variando de 10 a 15 μm , enquanto a amostra de Super Porcelana EX-3 A1B destacou-se das demais com relação à sua cristalinidade média de 4,8%. A técnica aqui descrita pode ser usada para facilitar a aplicação em diversas outras matrizes, não somente cerâmica dental, ajudando em estudos de composição química e otimização de condições de sinterização, entre outras finalidades.

Palavras-chave: Ceramografia; biomateriais cerâmicos; cerâmica dental; tamanho médio de grãos; cristalinidade

1. INTRODUÇÃO:

A ampla área da materialografia, que também inclui a ceramografia, abrange todas as técnicas microscópicas para exame de materiais, como metalografia, ceramografia, petrografia e plastografia. Cerâmicas e compósitos cerâmicos são utilizados em quase todas as áreas da tecnologia e, devido a esta importância, é primordial estudar seções polidas desses materiais por meio de microscópios ópticos (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Neste contexto, pretende-se concentrar-se na técnica conhecida como ceramografia, que consiste na preparação, inspeção e análise de microestruturas cerâmicas [1][2].

Em alguns casos, a experiência necessária para a preparação de seções polidas está em falta, pois as etapas de preparação normalmente usadas com metais são aplicadas sem sucesso a esses materiais. Informações essenciais abrangem as principais etapas de amostragem, seccionamento, montagem e impregnação, lapidação e polimento. Máquinas automatizadas de retificação, lapidação e polimento permitem obter um grau uniformemente alto de qualidade da seção com resultados reproduzíveis.

Em casos de baixo volume ou rendimento de amostra, a preparação manual de seções polidas também pode produzir resultados bastante úteis [2].

A cerâmica foi inicialmente usada como material dentário no início do século XVIII e são usadas atualmente para confecção de coroas dentárias, próteses totais e parciais. As restaurações metálicas praticamente desapareceram de uso devido ao aumento das restaurações cerâmicas e devido à sua incapacidade de satisfazer as necessidades estéticas dos pacientes [3].

Os avanços no desenvolvimento de materiais protéticos ocorrem hoje por meio do trabalho entre especialistas em odontologia e engenharia cerâmica. Os avanços mais notáveis são a introdução de novos materiais e técnicas químicas confiáveis, melhor compreensão da resposta clínica à prótese e fatores que influenciam a longevidade clínica [3].

É comum usar erroneamente e de forma intercambiável as expressões porcelana e cerâmica. Qualquer material composto pelas matrizes de ligações metal-oxigênio mencionadas acima é chamado de cerâmica. Por outro lado, a porcelana é um tipo de cerâmica produzida pela queima de feldspato ($K_2O-Al_2O_3-SiO_2$), sílica (SiO_2) e alumina (Al_2O_3) em combinação com fluxos como carbonato de potássio (K_2CO_3) ou carbonato de sódio (Na_2CO_3). Grandes regiões de cerâmica amorfa são criadas durante o processo de queima, intercaladas com pequenas ilhas de leucita ($K[AlSi_2O_6]$), uma fase cristalina. No campo da odontologia, as porcelanas são mais comumente chamadas de cerâmicas feldspáticas; elas são o tipo de cerâmica mais fraca, mas esteticamente mais agradável. Ainda hoje, as cerâmicas feldspáticas são usadas com frequência em restaurações dentárias. As matrizes de cerâmica com cristais não são perfeitas. A existência de íons metálicos de sódio (Na) ou potássio (K), que não conseguem formar uma ligação estável com o metal base na matriz, pode causar a quebra da matriz cristalina. As qualidades da cerâmica são profundamente afetadas por esses íons de interrupção, que são conhecidos como aditivos. Esses atributos incluem resistência reduzida, temperatura de fusão mais baixa e maior transparência [4].

A maioria destas cerâmicas é constituída por cristais de leucita dispersos dentro de uma matriz vítrea. Como a leucita possui um alto coeficiente de expansão térmica, ela aumenta a expansão térmica total da porcelana. Para emprego em sistemas dentários metalo-cerâmicos, formam compatibilidade térmica com as estruturas metálicas, permitindo o uso de próteses metalo-cerâmicas. O coeficiente de expansão térmica do produto final é determinado principalmente pela quantidade de leucita e pela porcentagem e composição do vidro [3].

A biocerâmica dentária deve ser compatível com os tecidos e funções da boca, mas nem sempre precisa ser bioativa. Esses materiais devem atender a requisitos específicos de dureza, resistência ao desgaste, resistência química, módulo de elasticidade, resistência à flexão e mecânica e translucidez, dependendo do uso pretendido. Por conta disso, diversas composições químicas são empregadas, e o desenvolvimento desses materiais concentra-se nas propriedades microestruturais únicas. As ligações químicas de nível atômico de um material são o que determinam suas qualidades em primeiro lugar. No entanto, as interações entre fases distintas - cristalinas ou não - que resultam no desenvolvimento da microestrutura de um material também determinam, em última análise, seus atributos finais. Os valores máximos das forças intermitentes resultantes da mastigação devem ser suportados pelas cerâmicas dentárias e variam de 200 a 1.000 N. Esse tipo de força pode causar tensões mecânicas na superfície do dente que podem comprometer sua integridade estrutural [3].

As características estruturais que existem dentro dos materiais são frequentemente chamadas de microestrutura, que é o nível estrutural entre o comprimento de onda da luz visível e a resolução máxima do olho humano, e fica em torno de 0,1 a 100 μm . A forma, tamanho e distribuição dos grãos, bem como o tipo, quantidade e composição das fases podem ser utilizados para caracterizar as microestruturas [1][3].

Este estudo busca a compreensão da microestrutura dos materiais cerâmicos dentários pela técnica da ceramografia e pode ser benéfica na seleção do material e na descoberta de ótimas condições de sinterização. Quando se trabalha com cerâmicas dentárias, os ensaios ceramográficos tornam-se ferramentas essenciais para investigações apropriadas e podem ser extremamente úteis para tomadas de decisões, na obtenção de peças com características ideais para uma determinada aplicação.

2. MATERIAIS E MÉTODOS:

Para preparar cerâmicas para investigações microestruturais, uma série de etapas devem ser seguidas, assim como na preparação ceramográfica. É necessário escolher cuidadosamente os processos de corte, montagem, desbaste, polimento e ataque químico, e cada etapa precisa ser adaptada ao tipo específico de cerâmica [5][6]. Não foi necessário aplicar a etapa de corte neste estudo, pois se utilizou peças de cerâmica dentária retangulares, escolhendo-se a superfície mais plana no embutimento em resina.

O processo de embutimento é comumente categorizado em duas opções: a frio e a quente, que envolve compressão e calor. Deve-se mencionar que o processo a quente requer alta pressão e temperatura para cura, e amostras de cerâmica delicadas, minúsculas e extremamente frágeis têm maior probabilidade de serem danificadas e rachadas. Cerâmicas friáveis, frágeis ou altamente porosas são mais bem aproveitadas quando moldadas em resinas líquidas (epóxi ou poliéster) que polimerizam com a adição de um catalisador ou endurecedor [2]. Portanto, para o tipo de material a ser analisado neste estudo, propõe-se a categoria a frio, usualmente conhecida como embutimento, moldagem ou encapsulamento e é um método vantajoso de preparo para as etapas seguintes de desbaste e polimento devido à sua facilidade de manipulação. A Fig.1 mostra exemplos de peças cerâmicas encapsuladas em resina Cristal (poliéster) para análise ceramográfica.



Figura 1. Pequenas peças de cerâmicas dentárias moldadas em resina cristal

A próxima etapa, o desbaste ou lixamento, é usado para gerar uma superfície plana da amostra, sendo uma etapa crítica de preparação que deve ser realizada com atenção. Cerâmicas planas macias e menos densas podem ser feitas com discos de lapidação e suspensões de diamante, ou com papel de carbetto de silício. Quando as amostras forem niveladas em um plano comum, o desbaste estará completo. A quantidade de tempo necessária para o desbaste é determinada pela quantidade de remoção superficial na peça, bem como pela resistência do material da amostra à remoção. Observar que, no caso de grãos abrasivos excessivamente grossos serem usados nesta etapa, os riscos criados serão difíceis de eliminar nas etapas subsequentes de preparação. Por outro lado, se grãos abrasivos de tamanho insuficiente estiverem presentes em proporções excessivas, a taxa de remoção será reduzida. Resultados ideais são, portanto, alcançados mantendo uma distribuição estreita de tamanho de grão para o abrasivo de diamante [2][5].

Embora o diamante seja o abrasivo mais comumente usado para cerâmica, outros abrasivos também são empregados. A principal orientação é que eles devem ter uma dureza maior que a do material a ser tratado. Os abrasivos de diamante são comumente preferidos para o processamento de cerâmicas de óxido de alumínio. Folhas abrasivas úmidas feitas de carbetto de silício podem ser utilizadas em cerâmicas de grafite, óxido de zinco e silicato. Ao lixar com discos diamantados ou papéis de carbetto de silício, o meio mais comum é água corrente. A água é usada para retirar os resíduos e resfriar a amostra [2].

Neste estudo, para o desbaste manual das peças de cerâmica dentária foram utilizadas lixas de carbeto de silício com granulação de 150, 320, 600, 1200 e 1500, com tempo médio de desbaste úmido de aproximadamente 5 minutos para cada lixa. A direção da peça variou 45° entre as trocas de lixa à medida que a superfície foi se tornando uniforme.

Um polimento mecânico segue-se ao desbaste no processamento de materiais cerâmicos. Este procedimento de polimento extra remove quaisquer pequenos arranhões restantes e cria um leve grau de relevo na superfície. Também facilita a identificação das fases e prepara a amostra para ataque químico com mais facilidade. Podem ser usados panos quimicamente resistentes para polimento final com sílica coloidal ou óxido de alumínio [2].

As amostras de cerâmica devem ser atacadas quimicamente para expor os limites dos grãos, fases e outras características microestruturais. Muitos materiais cerâmicos são resistentes a produtos químicos, portanto, o ataque químico de amostras polidas requer o uso de reagentes de sal fundido ou produtos químicos extremamente agressivos aplicados em altas temperaturas, tais como diversos tipos de ácidos [1].

Determinação empírica é uma maneira de determinar o nível desejado de corrosão em uma amostra e microestruturas cerâmicas investigadas com microscópio óptico (>200× de aumento) exibirão baixo contraste e uma imagem leitosa. Os raios de luz podem penetrar na superfície da cerâmica, onde ocorrem dispersão e reflexão interna. Recomenda-se revestir a superfície com uma camada reflexiva para diminuir a dispersão da luz e aumentar a refletividade [5].

Para este trabalho, o objeto foi polido com broca de borracha e pasta de diamante após a etapa de abrasão até que a superfície atingisse a refletividade total. Em seguida, foi realizado um ataque químico de 2 horas com ácido fosfórico concentrado (85% vol.), seguindo uma das sugestões de [1].

Após a etapa de ataque ácido, um pigmento de coloração vermelha (corante à base de água da empresa Basf) foi adicionado na superfície cerâmica, de modo a auxiliar na identificação e quantificação das partículas na superfície da amostra. Desta forma, melhora o contraste e facilita a quantificação de tamanho e distribuição de grãos, bem como nos cálculos de cristalinidade. A peça foi lavada com água, de modo a retirar os excessos de coloração da base vítrea, deixando tingidos apenas os cristais presentes na superfície polida. Além disso, uma gota de óleo vegetal de soja foi colocada na superfície da amostra para melhorar a refletividade.

Essas etapas visam aprimorar a análise e caracterização da superfície cerâmica, facilitando a identificação e medição das propriedades desejadas. Os métodos mais populares para examinar microestruturas cerâmicas e detectar rachaduras e defeitos são a microscopia óptica de luz visível e a microscopia eletrônica de varredura (MEV). Tem sido útil examinar amostras de cerâmica ao microscópio em superfícies polidas. Nesta etapa é possível avaliar a quantidade, distribuição de poros e cristais [5].

Um microscópio óptico com ampliação digital de até 1600× foi utilizado para obtenção das fotos das superfícies e o software ImageJ [7] foi usado para os cálculos de tamanho e distribuição de grãos, bem como a cristalinidade de acordo com as normas ASTM E112 [8] e ASTM E1382 [9] para verificar a microestrutura do material sinterizado onde cada material possui suas condições de sinterização ideal para processamento em Shell Sintering Technology [10].

As cerâmicas avançadas empregadas neste estudo foram: (a,b) IPS e.max Ceram® Power Dentin A2 e A3, fabricados por Ivoclar Vivadent; (c) Baot® Dentine JC A1, manufaturada por Baot Biological Technology Co; (d) IPS Style® Ceram Incisal I1, fabricada por Ivoclar Vivadent; (e) Super Porcelana EX-3 A1B manufaturada por Kurakay Noritake Dental Inc; (f) InSync® Dentin A1 fabricada por Jensen dental.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO:

3.1. Ceramografia IPS e.max Ceram® Power Dentin A2:

A Fig.2 mostra uma imagem ceramográfica da amostra em questão. Conforme esperado pela sua composição química (SiO_2 - LiO_2 - Na_2O - K_2O - Al_2O_3 - CaO - P_2O_5 -F), observa-se uma distribuição de cristais de fluoroapatita ($\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$) [11] em uma matriz vitrificada. Essa imagem é referente à superfície de uma amostra em formato retangular obtida em condições otimizadas (700°C/ 60 min) de sinterização para o processamento por Shell Sintering Technology (SST), conforme pode ser verificado em [8].

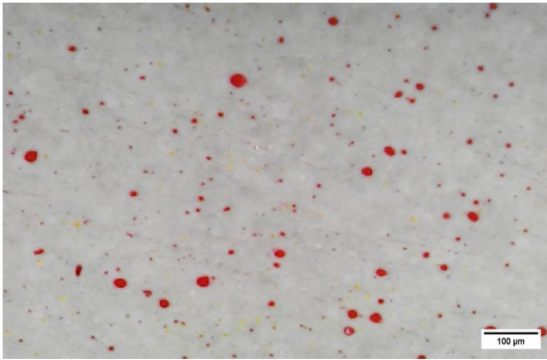


Figura 2. Imagem ceramográfica da amostra IPS e.max Ceram Power Dentin A2

A Tab.1 mostra os dados obtidos de 10 imagens ceramográficas da amostra, fotografadas em diversos pontos da amostra, pontos estes onde se espera maior homogeneidade de superfície. As figuras próximas às bordas das amostras analisadas foram excluídas. O mesmo procedimento efetuado para a confecção da Tab.1 foi repetido para todas as outras tabelas das demais amostras.

Foi verificada a existência de variação na quantidade de cristais onde a média do grau de cristalinidade foi de 1,5%, enquanto a média de tamanho de grãos variou em duas unidades de medida, podendo ser considerado um tamanho médio de grão de 12 μm. Na Fig.3 é possível observar a distribuição de tamanho de grãos da imagem ceramográfica mostrada na Fig.2, que varia de 5 a 35 μm, com predominância (aproximadamente 85%) de grãos menores do que 15 μm.

Tabela 1. Grau de cristalinidade e tamanho médio de grãos para a amostra IPS e.max Ceram Power Dentin A2

Figura	Cristalinidade (%)	Tam. médio de grão (μm)
1	1,2	13
2	1,3	11
3	2,0	13
4	2,6	13
5	1,6	13
6	1,2	11
7	1,2	12
8	1,8	13
9	1,0	12
10	1,2	12
média	1,5	12

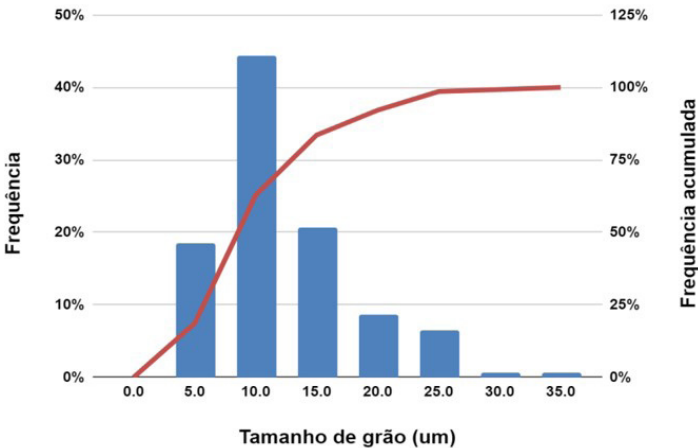


Figura 3. Distribuição de tamanho de grãos para IPS e.max Ceram Power Dentin A2

Foi observada uma porosidade muito pequena na amostra, inferior a 0,01%, após lavagem do corante, o qual se fixou prioritariamente aos cristais na superfície analisada. Assim sendo, pode-se afirmar que existe uma fase vítrea de fundo com pequenas distribuições de cristais que podem ser leucita, fluoroapatita, oxiapatita ou outros dependendo do material base, como observado nas outras amostras estudadas. As porosidades nestes casos aparecem com coloração branca, não retraindo a coloração do corante, como observado na Fig.4, onde uma parte da peça não foi sinterizada totalmente.



Figura 4. Imagem ceramográfica de uma cerâmica dental parcialmente sinterizada.

Nota: a parte bege refere-se à fase vítrea, parte escura refere-se aos contornos ou fuligem e as brancas são porosidades.

3.2. Ceramografia IPS e.max Ceram® Power Dentin A3:

A Fig.5 mostra a superfície da amostra IPS e.max Ceram® Power Dentin A3 também em formato retangular em condições de sinterização ideais para este material (700°C/ 60 min). Pela similaridade de composição com a peça da Fig.2, foi observada uma distribuição muito semelhante de cristais em uma matriz vítrea, com porosidade inferior a 0,1%.

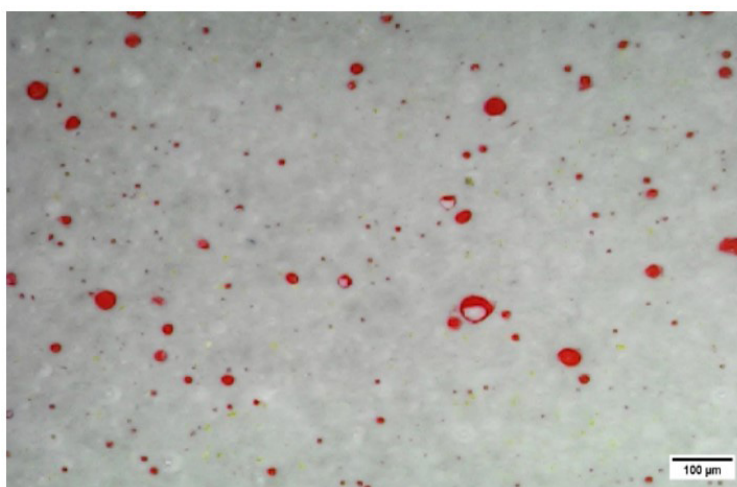


Figura 5. Imagem ceramográfica da amostra IPS e.max Ceram Power Dentin A3

Observa-se que existe uma variação na quantidade de cristais com média de 1,7%, enquanto a média de tamanho de grãos variou muito pouco, podendo ser considerada em sua média de 15 µm, bastante próxima dos resultados obtidos para o material em A3. Na Fig.6 é possível observar a distribuição de tamanho de grãos que varia de 5 a 35 µm, com predominância (de aproximadamente 87%) de grãos menores do que 20 µm.

Tabela 2. Grau de cristalinidade e tamanho médio de grãos para a amostra IPS e.max Ceram® Power Dentin A3

Figura	Cristalinidade (%)	Tam. médio de grão (µm)
	1,3	15
2	2,7	16
3	2,0	17
4	1,5	16
5	1,3	14
6	1,5	16
7	1,1	16
8	1,9	13
9	2,7	15
10	1,3	15
média	1,7	15

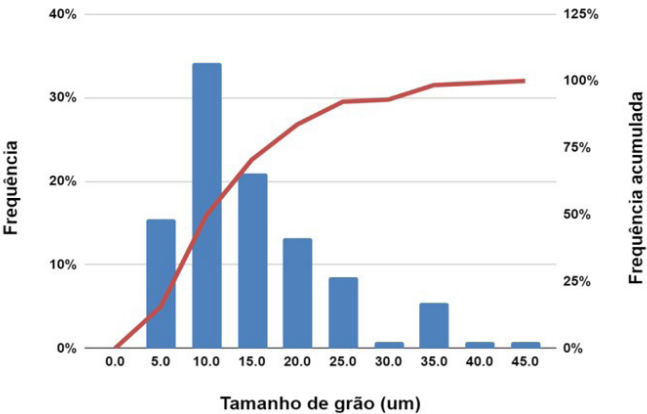


Figura 6. Distribuição de tamanho de grãos para IPS e.max Ceram Power Dentin A3

3.3. Ceramografia Baot® Dentine JC A1

A Fig.7 mostra uma imagem da superfície da amostra, submetida a condições ótimas de sinterização para este material (900°C/ 45 min), onde se observa uma distribuição de cristais (leucita) em uma matriz vítrea, com porosidade inferior a 0,02%. Vale salientar que muitos óxidos são bem comuns a todas as cerâmicas dentárias, tais como SiO₂, LiO₂, Na₂O, K₂O, Al₂O₃, CaO variando apenas em suas quantidades.

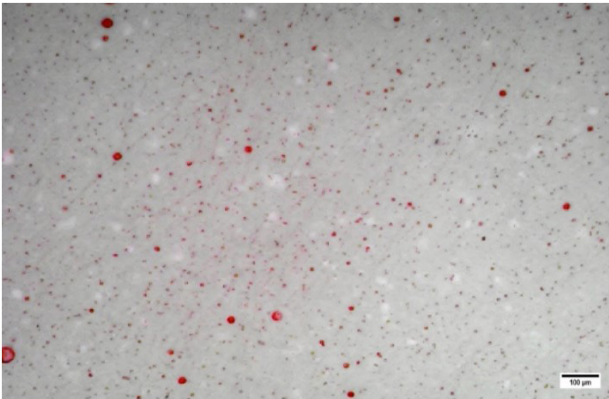


Figura 7. Imagem ceramográfica da amostra Baot® Dentine JC A1

Observa-se, conforme a Tab.3, que existe uma pequena variação na quantidade de cristais com média de 0,6%, enquanto a média de tamanho de grãos variou muito pouco, podendo ser considerada sua média 11 µm, bastante próxima dos resultados obtidos para os materiais IPS e.max Ceram® Power Dentin A2 e A3. Na Fig.8 é possível observar a distribuição de tamanho de grãos da imagem ceramográfica que varia de 5 a 35 µm, com predominância de grãos menores do que 15 µm.

Tabela 3. Grau de cristalinidade e tamanho médio de grãos para a amostra Baot® Dentine JC A1

Figura	Cristalinidade (%)	Tam. médio de grão (µm)
1	0,4	10
2	0,3	10
3	0,8	11
4	1,2	11
5	0,5	12
6	0,4	10
7	0,2	10
8	1,1	10
9	0,4	11
10	0,3	10
média	0,6	11

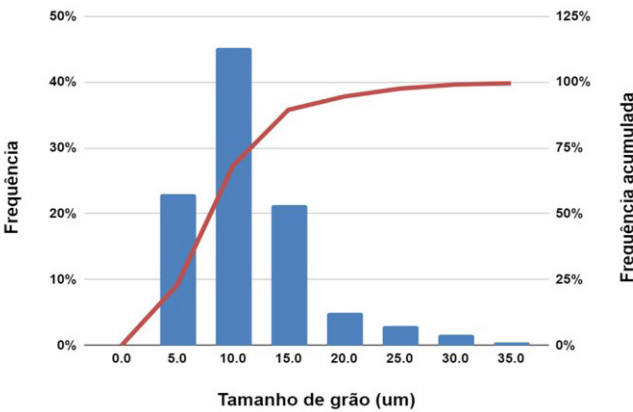


Figura 8. Distribuição de tamanho de grãos para Baot® Dentine JC A1

3.4. Ceramografia IPS Style® Ceram Incisal I1

A superfície da peça retangular em condições de sinterização ideal para este material (735°C/ 60 min) é vista na Fig.9. Na matriz vítrea, é vista uma distribuição de precipitações bastante comuns em cerâmicas odontológicas, com porosidade inferior a 0,02%. Os cristais podem ser leucita, fluoroapatita e oxiapatita, de acordo com as informações comerciais do fabricante.

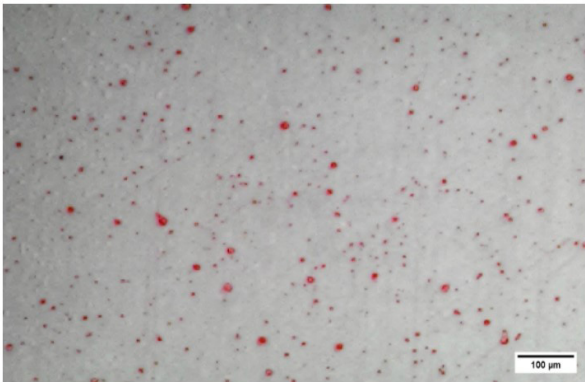


Figura 9. Imagem ceramográfica da amostra IPS Style® Ceram Incisal I1

Os resultados de 10 imagens ceramográficas podem ser avaliados na Tab.4, seguindo-se o padrão de escolha de pontos como os exemplos anteriores. Observa-se que há uma pequena variação na cristalinidade com média de 1,7%, enquanto a média de tamanho de grãos variou muito pouco, podendo ser considerada sua média 10 μm , próxima aos resultados anteriores, considerando a incerteza do método de quantificação. É possível observar a distribuição de tamanho de grãos da imagem ceramográfica mostrada na Fig.10, que varia de 5 a 20 μm , com predominância de grãos menores do que 15 μm .

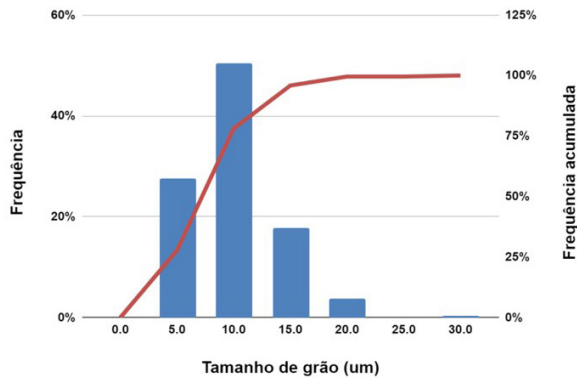


Figura 10. Distribuição de tamanho de grãos para IPS Style® Ceram Incisal I1

Tabela 4. Grau de cristalinidade e tamanho médio de grãos para a amostra IPS Style® Ceram Incisal I1

Figura	Cristalinidade (%)	Tam. médio de grão (μm)
1	2,7	11
2	0,8	9
3	2,4	10
4	0,8	9
5	2,9	10
6	1,4	10
7	1,4	10
8	1,9	10
9	1,0	10
10	1,1	9
média	1,7	10

3.5. Ceramografia Super Porcelana EX-3 A1B:

A Fig.11 mostra a superfície da peça que foi sinterizada em condições ideais de (930°C/ 30 min). A mesma distribuição de pequenos cristais em uma matriz vítrea foi evidenciada, porém é interessante notar que existe uma maior quantidade de cristais dispersos de leucita quando comparada às outras cerâmicas odontológicas, com porosidade inferior a 0,02%.

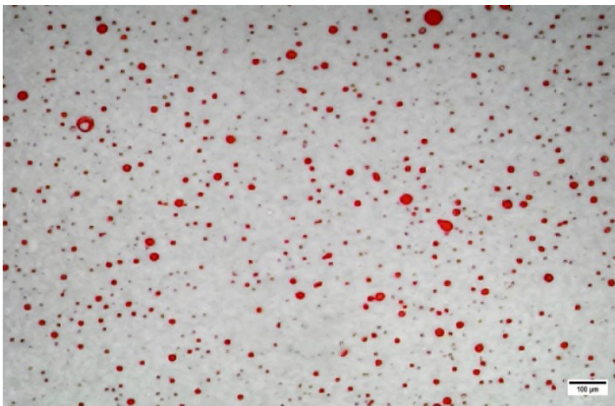


Figura 11. Imagem da amostra Super Porcelana EX-3 A1B

Seguindo-se o mesmo padrão de classificação de pontos na superfície da peça, foram obtidas 10 imagens ceramográficas, de acordo com a Tab.5. A cristalinidade neste caso ficou em média em 4,8%, acima dos resultados anteriores e o tamanho de grão médio ficou em 15 μm , seguindo o padrão dos resultados obtidos para os outros materiais. É possível observar a distribuição de tamanho de grãos da imagem ceramográfica mostrada na Fig.12, que varia de 5 a 35 μm , com predominância de grãos menores do que 20 μm .

Tabela 5. Grau de cristalinidade e tamanho médio de grãos para a amostra Super Porcelana EX-3 A1B

Figura	Cristalinidade (%)	Tam. médio de grão (μm)
1	4,3	15
2	4,7	14
3	5,4	15
4	3,8	14
5	3,8	14
6	6,1	16
7	4,2	15
8	7,4	17
9	4,7	14
10	3,3	14
média	4,8	15

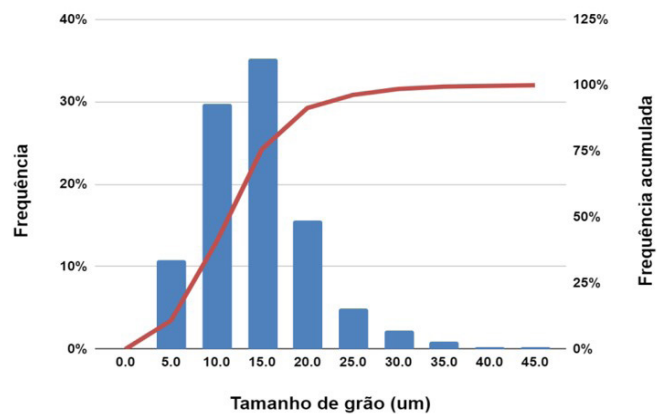


Figura 12. Distribuição de tamanho de grãos para Super Porcelana EX-3 A1B

3.6. Ceramografia InSync Dentin A1:

Para este material, a Fig.13 também revela a mesma distribuição de pequenos cristais de leucita em uma matriz vítrea, de acordo com o esperado para cerâmicas odontológicas e idênticas aos materiais anteriormente descritos, em sua condição ideal de sinterização (800°C/ 30 min).

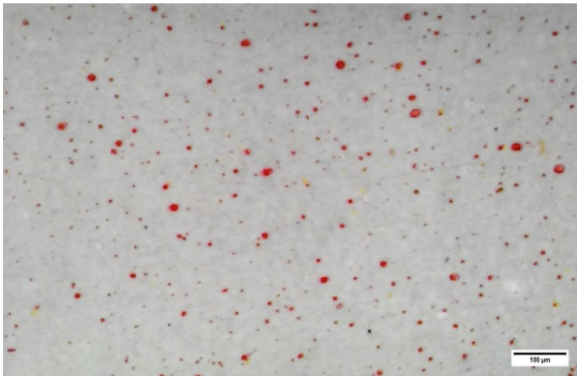


Figura 13. Imagem ceramográfica de cerâmica avançada InSync Dentin A1

Conforme Tab.6, a quantidade de cristais nesta matriz apresenta média de 1,7%, enquanto o tamanho de grãos variou muito pouco, podendo ser considerada sua média 10 µm. Na Fig.14 é possível observar a distribuição de tamanho de grãos da imagem ceramográfica, que varia de 5 a 25 µm, com predominância de grãos menores do que 15 µm e porosidade inferior a 0,01%.

Tabela 6. Grau de cristalinidade e tamanho médio de grãos para a amostra InSync Dentin A1

Figura	Cristalinidade (%)	Tam. médio de grão (µm)
1	2,0	10
2	2,7	10
3	1,9	10
4	1,9	10
5	1,7	10
6	2,0	11
7	1,0	8
8	1,0	9
9	0,9	9
10	1,8	10
média	1,7	10

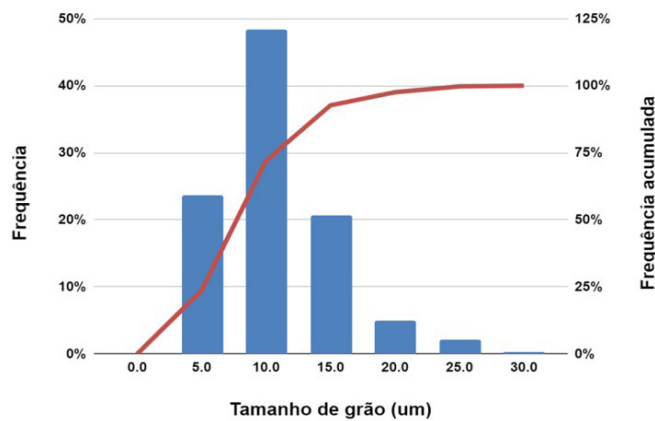


Figura 14. Distribuição de tamanho de grãos para InSync Dentin A1

Finalizando esta seção, a Tab.7 mostra o resultado dos materiais deste estudo, no qual se destaca somente uma maior cristalinidade da Super Porcelana EX-3 A1B. Diferente do que se pode verificar nos outros biomateriais, que apresentaram comportamento de cristalinidade média e tamanho médio de grãos bastante próximos, neste material foi verificada uma maior porcentagem de cristais. Para as condições de sinterização estabelecidas foi verificada uma maior porcentagem de cristais nucleados, e ainda assim tendo tempo suficiente para crescimento destes grãos chegando em dimensões semelhantes aos demais materiais.

Vale ressaltar que os cristais observados nas superfícies dessas cerâmicas podem ser leucita, fluoroapatita, feldspato ou oxiapatita, dependendo das informações fornecidas pelos respectivos fabricantes. O foco deste trabalho é relacionado à análise ceramográfica somente, sendo importante a identificação de cristais precipitados por uma análise mais aprofundada usando técnicas avançadas complementares, como difração de raios X.

Tabela 7. Grau de cristalinidade e tamanho médio de grãos para as amostras dos biomateriais

Biomaterial	Cristalinidade média (%)	Tam. médio de grão (µm)	Composição de cristais*
IPS e.max® Ceram Power Dentin A2	1,5	12	nano-fluoroapatita
IPS e.max® Ceram Power Dentin A3	1,7	15	nano-fluoroapatita
Baot® Dentine JC A1	0,6	11	Feldspato,leucita
IPS Style® Ceram Incisal I1	1,7	10	leucita, fluoroapatita e oxiapatita
Super Porcelana EX-3 A1B	4,8	15	Feldspato,leucita
InSync Dentin A1	1,7	10	leucita

*composição fornecida pelos fabricantes e [12]

Este estudo demonstrou a utilização prática da técnica de ceramografia para estudo de superfícies de cerâmica avançada, podendo ser aplicada para outros tipos de cerâmicas, fazendo pequenas alterações nos passos descritos para adequação à matriz trabalhada quando necessário.

Apesar da evolução de sofisticados instrumentos metalográficos eletrônicos, o microscópio óptico de luz continua sendo o instrumento mais importante para o estudo da microestrutura. Ferramentas inestimáveis também incluem a microscopia eletrônica de varredura (MEV) e a microscopia eletrônica de transmissão (TEM); contudo, eles devem ser empregados em conjunto com a microscopia óptica, e não como um substituto [13].

Para uma avaliação eficiente das características básicas da microestrutura, cada exame de microestrutura deve começar com o uso do microscópio óptico, começando com uma ampliação baixa, seguida de ampliações progressivamente maiores. O microscópio óptico permite observação da maioria das microestruturas, que podem ser identificadas por meio de suas características. Os dispositivos disponíveis atualmente permitem a produção de micrografias de alta qualidade de maneira simples. É necessário realizar isso com cuidado na preparação da amostra, no ataque químico e na utilização do microscópio [13].

Se existem dúvidas ou se a estrutura é demasiada fina para observar, é necessário aplicar técnicas mais sofisticadas, o que não se aplica neste estudo, pois é apenas um comparativo entre materiais dentários já conhecidos no mercado.

4. CONCLUSÃO:

Utilizando a abordagem ceramográfica descrita neste trabalho, foi possível comparar seis biomateriais cerâmicos dentários. Assim sendo, pode-se afirmar que os materiais odontológicos aqui estudados não possuem diferença significativa em seus tamanhos médios de grãos, com pouca variação na cristalinidade excetuando-se na amostra de Super Porcelana EX-3 A1B, com porcentagem superior de precipitados.

Os ensaios de ceramografia são cruciais para verificação adequada de composição morfológica dos materiais, além de serem muito úteis para os pesquisadores, auxiliando na compreensão de modificações de processos necessários para produzir peças com as microestruturas planejadas para as aplicações desejadas. Desta forma, a ceramografia aqui descrita não é apenas aplicada a biomateriais cerâmicos dentários, bem como outros tipos de cerâmicos, considerando-se que podem ser necessários pequenos ajustes em algumas etapas, de modo a se adequar às características intrínsecas de cada material.

A microscopia óptica pode ser usada para obter dados significativos, podendo ser aplicada no dia-a-dia. Contudo, quando necessário, é importante usar técnicas mais avançadas tais como difração de raio X para identificação de fases cristalinas, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia eletrônica de transmissão (TEM) para investigação mais acurada de cristalinidade e outras informações relevantes.

AGRADECIMENTOS:

Os autores agradecem ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico, CNPQ, pela assistência financeira, assim como ao time da Zirclab Medical Devices pela infraestrutura e assistência científica.

FINANCIAMENTO:

Este estudo foi parcialmente financiado sob projeto nº 350377/2022-7 pelo Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPQ).

CONFLITO DE INTERESSE:

Os autores reportam que não há conflito de interesse neste artigo.

REFERÊNCIAS:

- [1] Chinn R E, 2002. Ceramography: Preparation and analysis of ceramic microstructures. 1sted. Novelty: ASM International.
- [2] Elssner G, Hoven H, Kiessler G, Wellner P, 1999. Ceramics and ceramic composites: Materialographic preparation. 1sted. New York: Elsevier Science Inc.
- [3] Bragança S R, Bergmann C P, 2004. Microestrutura e propriedades de porcelanas. *Cerâmica* 50, 291-299. <https://doi.org/10.1590/S0366-69132004000400003>
- [4] Powers J P, Wataha J C, 2013. Dental materials: Properties and manipulation. 10thed. St. Louis: Elsevier Mosby.
- [5] Täffner U, Carle, V, Schäfer U, Hoffmann MJ, 2004. Preparation and microstructural analysis of high-performance ceramics. *Metallography and Microstructures* 9. ASM Handbook, ASM International 1057–1066.
- [6] Pomeroy M, 2021. Preparation of ceramic, glass-ceramic and glasses for microstructural examination. *Encyclopedia of Materials, Technical Ceramics and Glasses*1, 634-650. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-818542-1.00053-9>
- [7] Marcomini R F, Souza D M P F, 2011. Caracterização microestrutural de materiais cerâmicos utilizando o programa de processamento digital de imagens Image J. *Cerâmica* 57, 100-105. <https://doi.org/10.1590/S0366-69132011000100013>
- [8] ASTM E112-13, 2021. Standard test methods for determining average grain size. West Conshohocken: American Society for Testing Materials.
- [9] ASTM E1382-97, 2015. Standard test methods for determining average grain size using semiautomatic and automatic image analysis. West Conshohocken: American Society for Testing Materials.
- [10] Côcco L C, Cunico MWM, 2023. Estudo comparativo da manufatura de coroas dentárias de porcelana usando hotpress, CAD/CAM casting e Shell Sintering Technology (SST). *Cer Ind* 28, 1, 1-15. <https://doi.org/10.4322/cerind.2023.0>
- [11] Scientific Documentation IPS e.max® Ceram. Liechtenstein, 2005.
- [12] Powers, J M, Wataha, J C, 2013. Dental materials-properties and manipulation. 10 ed. Elsevier 191-191.
- [13] Vander Voort G F, 2004. Light microscopy, metallography and microstructures. ASM International 9, 332–354.