



Utilização da energia de microondas na sinterização de porcelanas dentárias

F. D. S. C. M. Silva^{1,2*}, R. R. Menezes³, L. N. L. Santana⁴, A. C. Pires¹, H. S. Ferreira³, S. J. G. Lima³

¹Escola Técnica de Saúde – Universidade Federal da Paraíba – Campus I, Cidade Universitária-
Castelo Branco, CEP 58051-900, João Pessoa – Paraíba

²Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais – Universidade Federal de Campina Grande

³Departamento de Engenharia de Materiais – Universidade Federal da Paraíba

⁴Departamento de Engenharia de Materiais – Universidade Federal de Campina Grande

(Recebido em 20/08/2012; revisado em 24/08/2012; aceito em 31/08/2012)

(Todas as informações contidas neste artigo são de responsabilidade dos autores)

Resumo:

Porcelanas dentárias são materiais que apresentam em sua composição uma fase vítrea e uma ou mais fases cristalinas, são utilizadas como materiais de cobertura de prótese parciais fixas e apresentam excelentes propriedades ópticas, elevadas dureza e estabilidade no meio oral. O objetivo deste estudo foi sinterizar porcelanas dentárias através de energia de microondas e avaliar propriedades físico-mecânicas. Foram selecionadas duas porcelanas odontológicas: EX-3 (Noritake) e Starlight Ceram (Dentsply) e confeccionados corpos de prova de cada material em forma de barras (Norma ISO 6872), de acordo com as recomendações dos fabricantes. Posteriormente, os corpos de prova foram subdivididos em grupos e sinterizados em microondas, utilizando-se o tempo de 10 minutos e potência de 1,4kW e através de queima rápida convencional, segundo as instruções dos fabricantes. Após a sinterização foram determinadas as propriedades físicas dos materiais, com também foi avaliada a resistência à flexão e microdureza Vickers. Observou-se nos ensaios realizados que os valores obtidos pela sinterização através de energia de microondas não evidenciou diferenças estatísticas significativas quando comparada à sinterização convencional. Pode-se concluir que a sinterização através de energia de microondas, além de possível para estes materiais, reduziu o tempo de sinterização, produzindo corpos de prova com as mesmas propriedades da sinterização convencional.

Palavras-chave: Porcelanas dentárias; sinterização; energia de microondas.

Abstract:

Dental porcelains are materials which exhibit in their composition a glassy phase and one or more crystalline phases. They are used as covering materials for fixed partial denture and have excellent optical properties, high hardness and stability in the oral environment. The aim of this study was to sinter dental porcelains by microwave energy and evaluate physical and mechanical properties. It were selected two dental porcelains: EX-3 (Noritake) and Starlight Ceram (Dentsply) and it was prepared samples of each material in the form of bars (ISO 6872), according to manufacturers' recommendations. Subsequently, the specimens were subdivided into groups and sintered: in a microwave oven, using 10-minute time and power of 1.4 kW; and through conventional fast firing, according to the manufacturer's instructions. After sintering it were determined physical properties of materials and evaluated the flexural strength and the hardness Vickers. It was observed in the tests that the microwave sintering values did not show statistically significant differences as compared to conventional sintering. It can be concluded that sintering using microwave energy as well as possible for these materials, reduced time of sintering, producing specimens with the same properties as conventional sintering.

Keywords: Dental porcelain; sintering, microwave energy.

1. Introdução

As cerâmicas porcelânicas ou cerâmicas a base de feldspato para aplicações odontológicas são consideradas uma subdivisão das cerâmicas e caracterizadas pelo elevado teor de

vidro em sua composição. Apresentam elevada translucidez, são formuladas a partir de massas cerâmicas triaxiais, de estrutura amorfa, derivadas principalmente de um grupo de minerais denominados de feldspatos cuja composição à base de sílica (óxido de silício) e alumina (óxido de alumínio) [1],

*Email: fabiadanielle2@yahoo.com.br (F. D. S. C. M. Silva)

faz com que sejam comumente chamadas de vidros aluminosilicatos [2,3].

A cerâmica comercial (pó) utilizada em prótese dentária não é apenas uma mistura dos componentes. Durante a produção desse pó os constituintes foram misturados, fundidos (ou sinterizados) e resfriados de forma a produzir uma frita. Ao sinterizar o “pó” comercial de porcelana há uma “re-fusão” do vidro (frita) sem provocar aumento significativo na reação entre os componentes da formulação [4].

As porcelanas odontológicas possuem grande aceitação clínica por apresentarem boa estética combinada à estabilidade química e boas propriedades mecânicas no meio oral [5-10].

As propriedades das cerâmicas porcelânicas estão intimamente relacionadas com as características de processamento e do ciclo de queima do produto conformado. Durante o ciclo de queima, de forma geral, o material passa por uma etapa de secagem seguida pela queima propriamente dita, em temperaturas que atualmente variam de 750 a 1000 °C, de acordo com o tipo de material e fabricante [11-13]. De uma maneira geral, a sinterização da cerâmica odontológica porcelânica ocorre sem o emprego de pressão, onde a força motriz para o processo de densificação é apenas a redução da área superficial via fase líquida. A sinterização por fase líquida é assim denominada em virtude da formação de líquido na estrutura que pode ser decorrente da fusão ou de uma reação entre componentes do sistema. Esta fase gera um caminho de transporte que utiliza o sistema de poros abertos e os contornos de grão. A presença desta fase líquida determina os mecanismos de sinterização e o aspecto final da estrutura sinterizada, contribuindo para a densificação do corpo que está sendo sinterizado [14].

A sinterização rápida convencional já consolidada na prática odontológica, conduz a porcelana a elevadas densificações em curto período de tempo. No entanto, são relatados inconvenientes provenientes deste processamento como o desenvolvimento de tensões térmicas na peça, oriundas de gradientes de temperatura presentes no processo, que levam à formação de trincas e comprometimento das propriedades mecânicas do material. Adicionalmente, gradientes térmicos podem gerar heterogeneidades microestruturais em decorrência do crescimento irregular dos cristais ao longo da peça [11,15].

O aquecimento de materiais através de energia de microondas é um processo em que os materiais absorvem volumetricamente a energia eletromagnética e a transformam em calor. Este mecanismo difere dos métodos convencionais nos quais a energia elétrica ou o vapor aquecido, são transferidos aos materiais através de mecanismos de condução, radiação e convecção [16-20].

As principais razões que têm motivado o processamento de cerâmicas através de energia de microondas são: rápido

aquecimento, elevada taxa de densificação [19] melhores propriedades microestruturais e baixos custos quando comparada com o aquecimento convencional [21-23], além de aquecimento uniforme, energia de absorção seletiva e elevada eficiência [15,17]. Estudos relatam ainda: aumento do processo de difusão, redução do consumo de energia, redução considerável do tempo de processamento, diminuição da temperatura de sinterização, melhores propriedades físicas e mecânicas, simplicidade, propriedades únicas e baixos riscos ambientais.

Nesse sentido, este trabalho tem por objetivo a sinterização de cerâmicas odontológicas porcelânicas e a avaliação de suas propriedades físico-mecânicas: absorção de água, porosidade aparente e densidade aparente; resistência à flexão e microdureza Vickers.

2. Materiais e Métodos

Foram utilizadas duas cerâmicas porcelânicas odontológicas: EX-3 (Noritake) e Starlight ceram (Dentsply). Foram confeccionados 20 corpos de prova de cada material. Segundo as instruções dos fabricantes, cada corpo de prova foi obtido pela mistura do pó com água destilada até a formação de uma massa que foi inserida em uma matriz metálica (25mmX6mmX3mm). Posteriormente, os corpos de prova foram removidos da matriz e submetidos a sinterização.

Para a etapa de sinterização, dez corpos de prova de cada material foram sinterizados através de queima rápida convencional, de acordo com o ciclo indicado pelo fabricante de cada material e dez por energia de microondas.

A sinterização utilizando energia de microondas foi realizada utilizando-se um forno de microondas de uso doméstico convencional, adaptado no laboratório para sinterização de materiais cerâmicos. O aquecimento foi executado com uma potência de 1,4kW por um tempo de 10 minutos de irradiação de radiação. A sinterização em microondas foi executada com o auxílio de um suscepter, que permitiu o aquecimento híbrido dos corpos de prova. A sinterização híbrida possibilita obter processos de queima mais uniformes, tal como evidenciado em trabalhos anteriores (citar algum dos meus)

Os corpos de prova sinterizados foram colocadas em estufa a 60°C durante 24 horas para, em seguida, foram determinadas sua absorção de água, porosidade aparente e densidade aparente, utilizando-se o princípio de Arquimedes com imersão em água. A caracterização física foi realizada com uma balança analítica com precisão de 0,001mg.

O ensaio de resistência à flexão foi realizado segundo a norma ISO 6872 para cerâmicas odontológicas. O diâmetro e a espessura de cada corpo-de-prova foram aferidos antes da realização do ensaio na máquina de ensaio de universal (Shimatzu, AGX). Cada corpo de prova foi posicionado sobre dois apoios cilíndricos distantes 14 mm entre si, e aplicada

uma força no centro do corpo de prova por um dispositivo cilíndrico na porção superior. A velocidade de deslocamento do braço de aplicação de carga foi de 0,5mm/min até o rompimento do corpo de prova.

Para o ensaio de microdureza Vickers foi utilizado um Microdurômetro HMV (Shimatzu, Japão), utilizando-se uma célula de carga de 100g por 15 segundos. Foram consideradas cinco indentações de acordo com a norma ASTM C1327-08 em cada corpo de prova.

Após os ensaios, os resultados foram tabulados, submetidos a análise de variância e complementadas pelo Teste “t”, ao nível de significância de 5%

3. Resultados e Discussão

Os resultados de absorção de água, porosidade aparente e densidade aparente das cerâmicas EX-3 e Starlight Ceram são apresentados nas Tabelas 1 e 2. Pode-se verificar que os valores obtidos com a sinterização por microondas apresentaram valores de absorção, porosidade e densidade extremamente próximos dos valores obtidos com a queima convencional [15], no entanto, seus desvios padrões são significativamente inferiores aos obtidos com a queima convencional. Isso é um indicativo de uma maior uniformidade durante o processo de queima, apesar do rápido ciclo utilizado durante a queima com microondas. Para ambos processamentos foram obtidos materiais porcelânicos (absorção de água inferior a 0,5%) com baixíssima porosidade aberta. Por outro lado, os valores das densidades aparente dessas porcelanas, comparativamente com valores presentes na literatura [17], indicam que os materiais apresentam evidências de porosidade fechada.

Tabela 1. Absorção de água, porosidade aparente e densidade aparente da cerâmica EX-3 sinterizada em microondas e em forno convencional

	Microondas	Convencional
Absorção de Água (%)	0,2 ($\pm 0,3$)	0,1 ($\pm 0,7$)
Porosidade Aparente (%)	0,4 ($\pm 0,7$)	0,3 ($\pm 1,7$)
Densidade Aparente (g/cm^3)	2,3 ($\pm 0,0$)	2,3 ($\pm 0,0$)

Tabela 2. Absorção de água, porosidade aparente e densidade aparente da cerâmica Starlight ceram sinterizada em microondas e em forno convencional

	Microondas	Convencional
Absorção de Água (%)	0,3 ($\pm 0,2$)	0,0 ($\pm 0,5$)
Porosidade Aparente (%)	0,9 ($\pm 0,7$)	0,0 ($\pm 1,3$)
Densidade Aparente (g/cm^3)	2,3 ($\pm 0,2$)	2,4 ($\pm 0,0$)

Pesquisas relatam uma quantidade mínima de porosidade é obtida quando se utilizam condições muito estreitas, com elevadas temperaturas e curtos tempos de sinterização, ou seja, rápidas taxas de aquecimento.

A presença de porosidades no interior de materiais cerâmicos é um fator crítico, pois repercute diretamente sobre as propriedades óticas e mecânicas destes materiais. Sua origem pode estar associada desde fatores relacionados a distribuição granulométrica tanto ao método de processamento que advém da mistura de um pó em um meio aglutinante (em geral a água) ou mesmo do ciclo de queima empregado. Durante a queima inicial as porosidades são preenchidas pela atmosfera do forno, seguido da coalescência das partículas tendendo a preencher os vazios. Porém, em virtude da elevada viscosidade da massa fundida, há, freqüentemente, o aprisionamento de ar no interior da massa formando porosidades [11,24].

O módulo de ruptura à flexão dos corpos após as sinterizações está apresentado na Tabela 3. Pode-se verificar que os resultados das cerâmicas após sinterização em microondas e em forno convencional respectivamente de: 73,54 MPa e de 83,40 MPa, para a cerâmica EX-3, e de 51,08 MPa e de 51,60 MPa para a cerâmica Starlight Ceram. Todos os valores apresentados pelos corpos de prova, em ambas as sinterizações, permaneceram acima de 50 Mpa, valores estes considerados como aceitáveis para estas cerâmicas de acordo com a ISO 6872.

Tabela 3. Módulo de ruptura à flexão das cerâmicas sinterizadas (Teste t de Student, $p < 0,05$)

Material	Microondas	Convencional
EX-3	73,54 (9,75)	83,40 (6,22) *
Starlight Ceram	51,08 (7,65)	51,60 (9,54)**

*Houve diferenças estatisticamente significativas entre os grupos; ** Não houve diferenças estatisticamente significativas entre os grupos. - Comparação na horizontal

Pode-se afirmar ainda, que os valores de resistência à flexão estão bem próximos entre si em cada material, evidenciando que a sinterização através de energia de microondas produziu peças semelhantes do ponto de vista da flexão às produzidas pela sinterização convencional. No entanto, constatou-se que houve diferenças significativas para cerâmica EX-3 (Teste t, $P < 0,05$).

As médias da microdureza Vickers das duas cerâmicas sinterizadas em forno de microondas e em forno convencional estão apresentados na Tabela 4. Pode-se verificar que assim como a resistência à flexão os valores de microdureza de cada tipo de sinterização em cada cerâmica são bem próximos entre si, não sendo evidenciadas diferenças estisticamente significativas (Teste t, $P < 0,05$). Adicionalmente os valores obtidos estão de acordo com os valores relatados pela literatura sobre cerâmicas odontológicas [15,20].

Tabela 4. Valores de microdureza Vickers das cerâmicas sinterizadas (Teste t de Student, $p < 0,05$)

Material	Microondas	Convencional
EX-3	461,75 (8,53)	467,20 (16,35)**
Starlight Ceram	447,98 (17,08)	452,31 (11,60)**

** Não houve diferenças estatisticamente significativas entre os grupos- comparação na horizontal.

Huang et al. [18] afirmaram vantagens no desempenho da sinterização por microondas de materiais cerâmicos de uma maneira geral, focalizando de uma maneira geral a resistência à tração e módulo elástico e concluíram que o desempenho mecânico das peças são melhores quando sinterizadas em microondas. Os mesmos autores atribuem à melhoria na densificação, controle no crescimento de grão, às rápidas taxas de aquecimento e menores temperaturas de queima aparente. Para este estudo, o fato das porcelanas dentárias apresentarem propriedades físico-mecânicas similares entre sinterização convencional e por energia de microondas já é considerado um ganho, sobretudo diante da escassez de estudos envolvendo este tipo de sinterização.

4. Conclusões

Este trabalho teve o objetivo de avaliar as propriedades de cerâmicas odontológicas feldspáticas sinterizadas através de energia de microondas. Com base nos resultados obtidos, pode-se concluir que a energia de microondas pode sim ser utilizada na sinterização de cerâmicas odontológicas sem interferência nas propriedades físicas dos materiais.

A sinterização através de energia de microondas utilizou tempos menores repercutindo na diminuição dos custos finais da peça com relação ao consumo de energia e tempo de trabalho do técnico em prótese dentária.

São necessários mais estudos envolvendo cerâmicas odontológicas sinterização através de energia de microondas, para melhor consolidação da técnica.

Referências

- [1] Mclean, J. W., Evolution of dental ceramics in the twentieth century. *J Prosthet Dent* 2001, 85, 61-66.
- [2] Chain, M. C., Arcari, G. M., Lopes, G. C. Restaurações cerâmicas estéticas e próteses livres de metal. As novas alternativas possibilitadas pelas novas porcelanas. *RGO* 2000, 48 (2), 67-70.
- [3] Kelly, J. R. Dental ceramics, current thinking and trends. *Dent Clin N Am* 2004, 48, 513-530.
- [4] Rasmussen, S. T., Ngaji-Okumu, W., Boenke, K., O'Brien, W. J. Optimum particle size distribution for reduced sintering shrinkage of a dental porcelain. *Dent Mater* 1997, 13, 43-50.
- [5] Pagani, C., Miranda, C. B., Bottino, M. C. Avaliação da tenacidade à fratura de diferentes sistemas cerâmicos. *J Appl Oral Sci* 2003, 11 (1), 69-75.
- [6] Sato, T., Tsujia, K., Kawashimaa, N., Sato, S., Nakamurac, Y. Effect of defect size on fracture strength of dental low fusion porcelain. *Colloids Surf B* 2004, 38,77-82.
- [7] Sinmaisik, G., Öveçoglu, M. L. Physical properties and microstructural characterization of dental porcelains mixed with distilled water and modeling liquid. *Dent Mat* 2006, 22,735-745.
- [8] Souza, J. C. M. De, Nascimento, R. M. Do, Martinelli, A. E., Efeito da condensação e queima na formação de defeitos microestruturais em cerâmicas feldspáticas dentárias. *Cerâmica* 2007, 53, 288-294.
- [9] Fredericci, C., Yoshimura, H. N., Molisani, A. L., Pinto, M. M., Cesar, P. F. Effect of temperature and heating rate on the sintering of leucite-based dental porcelains. *Ceram Int* 2011, 37, 1073-1078.
- [10] Oliva, E. A., Chaves, C. A. L., Medeiros, F. R. M., Cruz, C. A. S. Resistência à flexão de porcelanas feldspáticas convencionais processadas por injeção. *Rev Odont UNESP* 2009, 38 (5) 318-323.
- [11] Cheung, K. C., Darvell, B. W., Sintering of dental porcelain, effect of time and temperature on appearance and porosity. *Dent Mater* 2002, 18, 163-73.
- [12] Conrad, H. J., Seong, W-J., Pesun, I. J. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations, a systematic review. *J Prosthet Dent* 2007, 98 (5), 389-404.
- [13] Fredericci, C., Yoshimura, H. N., Molisani, A. L., Pinto, M. M., Cesar, P. F. Effect of temperature and heating rate on the sintering of leucite-based dental porcelains. *Ceram Int* 2011, 37, 1073-1078.
- [14] German, R. Sintering Theory and practice. John Wiley & Sons, inc, New York 1996, 588p.
- [15] Prasad, S., Monaco, E. A., Kim, H., Davis, E. L., Brewer, J. D. Comparison of porcelain surface and flexural strength obtained by microwave and conventional oven glazing. *J Prosthet Dent* 2009, 101 (1), 20-28.
- [16] Cheng, J., Roy, R., Agrawal, D. K. Radically different effects on materials by separated microwave electric and magnetic fields. *Mater Res Innovations* 2002, 5, 170-177.
- [17] Menezes, R. R., Souto, P. M., Kiminami, R. H. G. A., Microwave hybrid fast sintering of porcelain bodies, *J Mater Process Technol* 2007, 190, 223-229.
- [18] Huang, J., Gotohb, M., Hiroseb, Y. Improving sinterability of ceramics using hybrid microwave heating. *J Mater Process Technol* 2009, 209, 2446-2452.
- [19] Hao, H., Xu, L., Huang Y., Zhang, X., Xie Z. Kinetics mechanism of microwave sintering in ceramic materials. *Sci China Ser E-Tech Sci* 2009, 52(9),2727-2731.
- [20] Oghbaei, M., Mirzaee, O. Microwave versus conventional sintering, A review of fundamentals, advantages and applications. *J Alloys Compd* 2010, 494,175-189.
- [21] Xie, Z., Yang, J, Huang, X., Huang, Y. Microwave Processing and Properties of Ceramics with Different Dielectric Loss. *J Eur Ceram Soc* 1999, 19,381-387.

- [22] Jung, S., Kim, J. H. Sintering characteristics of TiO₂ nanoparticles by microwave processing. *Korean J Chem Eng* 2010, 27 (2), 645-650.
- [23] Sutton, W. H. Microwave processing of ceramic materials. *Am Ceram Soc Bull* 1989, 68, 376-386.
- [24] Goldenstein, H. Efeito da porosidade nas propriedades mecânicas de uma alumina de elevada pureza. *Cerâmica* 2005, 51, 239-251.