



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE  
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA  
E ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**PREPARAÇÃO DE SUBSTRATOS CERÂMICOS A PARTIR DE ALUMINAS  
NACIONAIS INFILTRADAS COM VIDRO PARA APLICAÇÃO EM PRÓTESE  
DENTÁRIA**

**Maria Zilda Albuquerque Araújo Maia**

Campina Grande/PB

Setembro/2009

# **Livros Grátis**

<http://www.livrosgratis.com.br>

Milhares de livros grátis para download.

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE  
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E  
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**PREPARAÇÃO DE SUBSTRATOS CERAMICOS A PARTIR DE ALUMINAS  
NACIONAIS INFILTRADAS COM VIDRO PARA APLICAÇÃO EM PRÓTESE  
DENTÁRIA**

***Maria Zilda Albuquerque Araújo Maia***

Dissertação apresentada ao Programa de  
Pós-Graduação em Ciência e Engenharia  
de Materiais como requisito parcial à  
obtenção do título de MESTRE EM  
CIÊNCIA E ENGENHARIA DE  
MATERIAIS

Orientador: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Lisiane Navarro Lima Santana

Campina Grande/PB

Setembro/2009

## VITAE DO CANDIDATO

- Odontóloga pela Universidade Regional do Nordeste (1979)
- Especialista em Disfunção Temporomandibular e Dor Orofacial - pelo Conselho Federal de Odontologia (2003)

**PREPARAÇÃO DE SUBSTRATOS CERAMICOS A PARTIR DE ALUMINAS  
NACIONAIS INFILTRADAS COM VIDRO PARA APLICAÇÃO EM PRÓTESE  
DENTÁRIA**

**Maria Zilda Albuquerque Araújo Maia**

Dissertação aprovada em 15 de setembro de 2009, pela banca examinadora  
constituída dos seguintes membros:

Banca Examinadora:

---

Prof. Dr. Lisiane Navarro Lima Santana  
Orientadora  
UAEMa - UFCG

---

Prof. Dr. Robinsom Viégas Montenegro  
Examinador Externo  
Dep. de Odontologia - UFPB/UEPB

---

Prof. Dr. Edjânio Barbosa  
Examinador Externo  
DEMA - UFPB

---

Prof. Dr. Marcus Vinicius Lia Fook  
Examinador Interno  
UAEMa – UFCG

## DEDICATÓRIA

A DEUS, pela vida e por possibilitar que eu esteja aqui e agora, toda honra e toda glória.

Ao meu marido, José Maia, pelo amor, compreensão, apoio, motivação, dedicados nestes dois anos de novos desafios.

Aos meus amados filhos José Neto, Ana Marly e Maria Rosa, três bênçãos de Deus, sem a ajuda, amor, incentivo e paciência de vocês (a famosa ajuda dos universitários), não conseguiria desenvolver esta pesquisa.

Aos meus pais, pelo exemplo de amor e companheirismo. Aos meus segundos pais, meus sogros, pelo acolhimento.

Aos meus irmãos, Ana Amélia, Arnaldo, Pedrinho, Patrícia, Vicente e Eugênio, cada um com determinação e garra naquilo que faz.

A Lynaldo, meu tio, pela total dedicação de sua vida à ciência e tecnologia, especialmente nesta instituição com seu dinamismo e visão futurista.

À Irmã Porto (in memoriam), grande amiga mãe e demais irmãs da Casa do Menino pelas orações e solidariedade.

À toda minha família pelo apoio em todos os momentos.

À vocês meu amor e reconhecimento.

## AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

À minha orientadora, Lisiane, por sua sábia orientação, competência, simplicidade, amizade e principalmente pela tranquilidade, otimismo e incentivo que me deram forças para enfrentar minhas tantas dificuldades numa área nova. Muito obrigada.

Ao Professor Edjânio pelo estímulo ao meu ingresso na área de tecnologia e pela aquisição das aluminas.

A todos os professores do Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais, que abriram meus olhos para a encantadora microestrutura dos materiais e conhecimentos tão bem ministrados, para que tivesse condições de realizar esta pesquisa.

À coordenadora do Programa de Pós-graduação na pessoa da Professora Dr<sup>a</sup>: Luciana Gama.

Ao Laboratório DENTAFIX, de prótese dentária, na pessoa do protético Oriel Wanderley e de sua filha Hygia, que foram a pedra fundamental no preparo das minhas amostras.

Ao Laboratório de Caracterização dos Materiais, LEMa da UFCG, com o apoio do Professor Romualdo.

Ao Laboratório Lammea do Departamento de Mecânica, ao Professor Carlos José e aos colegas Niedson e Rômulo por toda ajuda e dedicação nos ensaios mecânicos.

Ao Professor Dr. Anderson Gomes, Professor do Departamento de Física da UFPE, que em nome da pesquisa, sem restrições, abriu cordialmente as portas dos laboratórios daquela instituição e do CETENE.

A Neto, meu consultor particular em assuntos de engenharia dos materiais.

A Ana Marly, pela realização com muito carinho das várias caracterizações.

A Maria Rosa, minha formatadora oficial.

Às minhas amigas, Alcione, Leninha, Linalda e Nadja, pelo companheirismo e força nesta nova batalha de nossas vidas

A Márcia e Violeta, secretárias do programa de pós-graduação, pela prestabilidade e atendimento.

A Todos que contribuíram direta e indiretamente para a realização deste sonho.

# PREPARAÇÃO DE SUBSTRATOS CERAMICOS A PARTIR DE ALUMINAS NACIONAIS INFILTRADAS COM VIDRO PARA APLICAÇÃO EM PRÓTESE DENTÁRIA

## RESUMO

Em odontologia, a cerâmica é considerada excelente alternativa de tratamento restaurador da estrutura dental, devido à sua biocompatibilidade, resistência à flexão, condutibilidade térmica semelhante aos tecidos dentais, radiopacidade, integridade marginal, estabilidade de cor e, principalmente, excelente potencial para simular a aparência dos dentes. A presente pesquisa tem como objetivo avaliar as propriedades microestruturais e mecânicas de substratos obtidos a partir de aluminas nacionais e infiltrados com vidro, para aplicação em prótese dentária. Inicialmente as aluminas foram caracterizadas quanto à composição mineralógica e granulométrica. Foram confeccionados corpos de prova de acordo com o método preconizado por um dos fornecedores das matérias-primas. Estes foram submetidos a ensaios mecânicos de resistência a flexão e dureza, para avaliar se apresentam características próprias para uso em odontologia. Os substratos foram submetidos à caracterização da morfologia e da superfície de fratura através de microscopia eletrônica de varredura, e observou-se a microestrutura composta com aproximadamente 75% de alumina com a infiltração nos poros do vidro de lantânio. A tomografia por coerência óptica possibilita a análise das amostras por caracterização óptica baseada no coeficiente de espalhamento do laser. Falhas internas da ordem de 50µm são reveladas com precisão de forma não invasiva e não destrutível, sem a necessidade de preparação das amostras.

## PREPARATION OF INFILTRATED GLASS ALUMINA SUBSTRATES FOR DENTAL PROSTHESIS APPLICATION

### ABSTRACT

In dentistry, ceramics are considered an excellent alternative for restorative treatment of dental structure due to its biocompatibility, flexure strength, dental tissue-like thermal conductivity, marginal integrity, color stability and mainly for its excellent potential to simulate tooth appearance. The aim of the present work is to evaluate the microstructural and mechanical properties of infiltrated glass alumina substrates for dental prosthesis application. Firstly, both mineralogical composition and granulometry of the different alumina were characterized. Secondly, samples were prepared in accordance with a method provided by one of the raw material suppliers. Flexure strength and hardness were carried on these samples in order to evaluate their proper characteristics for dentistry use. The substrates had their morphology and fracture surface characterized by Scanning Electron Microscopy. It was observed that the microstructure was composed with approximately 75% of alumina with lanthanum glass pores infiltration.. The optical coherent tomography provided the samples evaluation by optical characterization based on the laser scattering coefficient. Internal failures of about 50um were revealed with precision in a not invasive or destructive way, hence, with no need for extra samples preparation.

Unregistered

## PUBLICAÇÕES

MAIA,M.Z.A.A.; FARIAS,A.B.L.; MAIA,A.M.A.; RAGO,E.; FERREIRA,L.C.Q.; ARRUDA,M.J.P.V.; Reabilitação Oralatravés de prótese sobre implante - 19º Congresso Pernambucano de Odontologia, março de 2008.

FARIAS,A.P.L.; MOTA,É.C.; CARVALHO DOS REIS,Ê.M.; MAIA,M.Z.A.A.; ARRUDA,M.J.P.V.; FARIAS,A.B.L.; Importância das placas oclusais na recuperação da dimensão vertical: Relato de caso - 19º Congresso Pernambucano de Odontologia, março de 2008.

ARRUDA,M.J.P.V.; FARIAS,A.B.L.; ARRUDA.J.V.; LIA FOOK,M.V.; MAIA,A.M.A.; MAIA, M.Z.A.A.; Segurança e eficácia das técnicas de clareamento - 19º Congresso Pernambucano de Odontologia, março de 2008.

MAIA,A.M.A.; ARAÚJO,N.C. FARIAS,A.B.L.; MAIA,M.Z.A.A.; FARIAS,A.B.L.; RAGO,E.; ARRUDA,M.J.P.V.; Materiais Dentários Biocompatibilidade – 19º Congresso Pernambucano de Odontologia, março de 2008.

MAIA, M. Z. A. A; ARAÚJO, E. B.; MAIA, M. A. M.; MENEZES, R. R.; NEVES, G. A.; OLIVEIRA, N. M. S.; SANTANA, L. N. L. Obtenção de estrutura porosa de alumina reforçada por Vidro para aplicação odontológica. Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, Junho de 2009. (Aceito)

MAIA, M. Z. A. A; MAIA, M. A. M.; SANTANA, L. N. L.; GOMES, A.. Aplicação da Tomografia por Coerência Óptica em Restaurações Protéticas. Setembro, 2009. (Aceito)

## SUMÁRIO

DEDICATÓRIA.....	i
AGRADECIMENTOS ESPECIAIS.....	ii
RESUMO.....	iii
ABSTRACT.....	iv
PUBLICAÇÕES.....	v
SUMÁRIO.....	vi
ÍNDICE DE TABELAS.....	viii
ÍNDICE DE FIGURAS.....	ix
SÍMBOLOS E ABREVIACÕES.....	xii
1. INTRODUÇÃO E OBJETIVOS.....	1
1.1. Objetivo Geral.....	3
1.2. Objetivos Específicos.....	3
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	4
2.1. Cerâmicas Odontológicas.....	5
2.2. Cerâmicas a base de alumina.....	10
2.3. Subestruturas Infiltradas.....	11
2.4. Propriedades mecânicas da cerâmica.....	12
2.5. Biocompatibilidade.....	17
2.6. Processamento de Cerâmicas Odontológicas.....	19
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	26
3.1. Materiais.....	26
3.1.1. Ensaio de caracterização das matérias-primas.....	26
3.2. Métodos.....	27
3.2.1. Confecção da amostra.....	27

3.2.2. Caracterização microestrutural.....	34
4. RESULTADOS E DICUSSÃO.....	36
5. CONCLUSÃO.....	55
6. SUGESTÕES PARA PESQUISAS FUTURAS.....	56
7. REFERÊNCIAS.....	57

UnRegistered

## ÍNDICE DE TABELAS

<b>Tabela 1</b> - Principais características e indicações dos diferentes sistemas cerâmicos.....	9
<b>Tabela 2</b> – Tamanhos de partículas e $\ln \sigma (D_{50}/D_{10})$ das amostras estudadas. ....	39
<b>Tabela 3</b> - Valores de força e de resistência à flexão dos corpos de prova obtidos a partir da alumina AB e submetidos a infiltração vítrea. ....	40
<b>Tabela 4</b> - Resistência à flexão da Alumina AB sem infiltração e com filtração, respectivamente. ....	41
<b>Tabela 5</b> - Resultado de resistência à flexão da alumina AD com vidro e sem infiltração. ....	43
<b>Tabela 6</b> - Resultado de resistência à flexão da alumina AC com vidro e sem infiltração. ....	44
<b>Tabela 7</b> - Valores de microdureza Vickers das amostras obtidas com as Alumina AB, AC e AD.....	45

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1</b> - Coping de alumina para coroa metal-free unitária.....	7
<b>Figura 2</b> - Compactação de esferas finas no interstício de partículas grosseiras.....	20
<b>Figura 3</b> - Sequência de preparo de quatro coroas metal-free no laboratório; (a) Modelo em gesso através de moldagem dos preparos na boca do paciente; (b) Preparo dos copings de alumina sobre o modelo de gesso; (c) Aplicação da cerâmica de revestimento; (d) Coroas esculpidas com cerâmica de recobrimento, após a primeira queima; (e) Coroas metal-free com o acabamento final do glase (vitrificação) e f) Coroas metal-free instaladas na boca. Fotografias obtidas no site do Murilo Calgaro.....	24
<b>Figura 4</b> - (a) Balança digital Diamond; (b) Fracionamento pesado para manipulação.....	27
<b>Figura 5</b> - (a) Alumina homogeneizada em pote de vidro; (b) Barbotina ao sair do ultra-som.....	28
<b>Figura 6</b> - Molde em alumínio.....	29
<b>Figura 7</b> - (a) Lubrificação do molde com cera. (b) Preenchimento do molde de alumínio.....	29
<b>Figura 8</b> - (a) Extração da amostra; (b) Amostras após queima.....	30
<b>Figura 9</b> - (a) Preparo da pasta do pó de vidro. (b) Aplicação da pasta de vidro com pincel na superfície da amostra.....	30
<b>Figura 10</b> - Barras de alumina com as superfícies recobertas pelo vidro.....	31

<b>Figura 11</b> - (a) 50g de gesso pesado (b) Proporção água destilada e gesso e (c) Base de gesso.....	32
<b>Figura 12</b> - (a) Barras de resina acrílica duralay transparente (b) Molde de silicona.....	32
<b>Figura 13</b> - (a) Silicona de adição em pasta (b) Molde de silicona preenchido com a barbotina.....	33
<b>Figura 14</b> - (a) barras de alumina após infiltração vítrea e (b) barras de alumina após infiltração vítrea, após início acabamento com pontas diamantadas.....	33
<b>Figura 15</b> - Difratoograma da alumina AB.....	36
<b>Figura 16</b> - Difratoograma da alumina AP.....	36
<b>Figura 17</b> - Difratoograma da alumina AC.....	37
<b>Figura 18</b> - Difratoograma da alumina AD.....	37
<b>Figura 19</b> - Distribuição granulométrica da alumina AB. ....	37
<b>Figura 20</b> - Distribuição granulométrica da alumina AP. ....	38
<b>Figura 21</b> - Distribuição granulométrica da alumina AC. ....	38
<b>Figura 22</b> - Distribuição granulométrica da alumina AD. ....	38
<b>Figura 23</b> - Micrografia da morfologia da amostra de alumina AB com 500x (a) imagem obtida através de elétrons secundários; (b) imagem obtida através de elétrons retro espalhados. ....	45

<b>Figura 24</b> - Micrografia da morfologia da amostra de alumina AB com 2000X de aumento; (a) Imagem obtida através de elétrons secundários; (b) Imagem obtida através de elétrons retro espalhados. ....	46
<b>Figura 25</b> – Micrografia da morfologia da amostra de alumina AB por retro-espalhamento e EDX; (b) Mapa de distribuição química do Al; (c) Mapa de distribuição química do La; (d) Mapa de distribuição química do Si.....	47
<b>Figura 26</b> – Espectro da composição química qualitativa obtida por EDX, (a) espectro de todas as regiões, (b) espectro da matriz e (c) espectro da fase vítrea. ....	48
<b>Figura 27</b> – Micrografias das superfícies de fratura dos substratos obtidos com a alumina AB. ....	49
<b>Figura 28</b> - Micrografia da morfologia das amostras de alumina AC(a) e AD(b) com 10000X de aumento. Imagens obtidas através de elétrons retro espalhados. ....	50
<b>Figura 29</b> – Micrografias das superfícies de fratura dos substratos obtidos com a alumina AB. ....	51
<b>Figura 30</b> – Micrografias das superfícies de fratura dos substratos obtidos com as aluminas AC (a) e AD(b). ....	52
<b>Figura 31</b> – Imagem da distribuição da fase vítrea através do substrato poroso de alumina (a) distribuição mais uniforme da fase vítrea, (b) falhas pontuais da infiltração vítrea. ....	53

## SÍMBOLOS E ABREVIações

- BIS-GMA** - Bisfenol A-glicidil Metacrilato;
- CAD-CAM** - Computer-aided-design-manufacturing;
- CCD** - Charge Coupled Device;
- CETENE** - Centro de Tecnologias Estratégicas do Nordeste;
- EDS** - Espectrômetro de Dispersão de Energia;
- Gf** – Grama Força;
- GPa** - Giga Pascal;
- In-Ceram** - Cerâmica Infiltrada;
- ISO** - International Organization for Standardization;
- LAMM** - Laboratório de Microscopia e Microanálise do CETENE;
- LaMMEA** - Laboratório Multidisciplinar de Materiais e Estruturas ativas;
- LHPG** - Laser Heated Pedestal Growth;
- MPa** - Mega Pascal;
- OCT** - Tomografia por Coerência Óptica;
- PPFs** – Próteses Parciais Fixas;
- Y-TZP** - Cerâmica à base de zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítria;

UnRegistered

Para o desenvolvimento deste trabalho optou-se pela estruturação lógica em que cada capítulo aborda seus conteúdos específicos. A introdução, contextualiza a problemática a ser resolvida e o que se pretende desenvolver a partir dos seus resultados, delimitando o assunto a ser tratado e dando um direcionamento ao desenvolvimento do tema.

O Item 2 trata dos objetivos geral e específicos dessa pesquisa.

O Item 3 apresenta a revisão de literatura trazendo uma abordagem conceitual da área e do tema estudado, embasando todo o processo de discussão.

No Item 4, os materiais e métodos aplicados são caracterizados descrevendo sobre instrumento utilizado na coleta de dados, relata os procedimentos, dentre outros aspectos pertinentes.

O Item 5, a análise e discussões dos resultados alcançados são apresentadas e finalmente, apresentam-se as conclusões e recomendações, realçando as contribuições do estudo em pauta.

UnRegistered

## 1. INTRODUÇÃO

A cerâmica odontológica pode ser considerada uma arte que foi desenvolvida ao longo dos anos por meio de treinamentos e experiências. Sua história tem cerca de 200 anos e iniciou no século XVIII, quando foi empregada inicialmente para a confecção de próteses totais e de dentes para reproduzir a cor e a translucidez dos elementos naturais (CONCEIÇÃO, 2005).

Nas últimas décadas o interesse e a valorização da odontologia estética têm sido marcados pela procura por restaurações que devolvam função, estética e a cor natural dos dentes. Uma evolução irreversível nas técnicas de restauração dental vem sendo estabelecida pelo uso de compósitos e materiais cerâmicos. Observa-se na odontologia uma evolução da demanda por procedimentos estéticos. Isto se deve a inserção das pessoas em uma sociedade extremamente competitiva, onde a aparência tem uma importância significativa de aceitação e auto-estima (CONCEIÇÃO, 2005). As restaurações totalmente cerâmicas se popularizaram principalmente em decorrência de suas excelentes qualidades estéticas, tal como a capacidade de mimetizar a estrutura dental. Além disso, elas apresentam outras vantagens em relação a outros materiais como alta estabilidade de cor, alta resistência ao desgaste, alta resistência ao manchamento e biocompatibilidade (MIRANDA, 2005).

As cerâmicas dentárias, com uma série de características intrínsecas desejáveis, apresentam-se como um dos principais materiais na ciência e arte da reconstrução dentária (KINA, 2005). Segundo Miranda (2005), as cerâmicas constituem-se na principal alternativa de tratamento restaurador para a estrutura dental, devido à sua biocompatibilidade, insolubilidade aos fluidos orais (estabilidade química), alta resistência à compressão, condutibilidade semelhante aos tecidos dentais (baixa condutividade térmica), coeficiente de expansão térmica próxima ao da estrutura dental, radiopacidade, integridade marginal, estabilidade de cor (biomimetismo) e, principalmente, elevado potencial para simular a aparência dos dentes devido a sua translucidez e opalescência. Além disso, este material retém menos bio-filme e apresenta boa resistência à abrasão.

No entanto, as cerâmicas apesar de apresentarem tantas características desejáveis como substituta dos dentes naturais, apresentam friabilidade devido à sua baixa resistência à tração. Dessa forma, possuem menor capacidade de absorver impactos e são mais susceptíveis a falhas, principalmente, antes da cimentação (GARONE NETTO e BURGER, 1998). O uso dos sistemas cerâmicos livres de metal é uma prática diária na odontologia, porém ainda é muito cedo para indicá-lo totalmente como substituto das próteses com infra-estruturas metálicas, daí a necessidade a cada dia de novas pesquisas para reforçar as propriedades mecânicas. Portanto, a tecnologia das cerâmicas odontológicas tem se desenvolvido rapidamente no campo das pesquisas, visando associar a redução da contração de sinterização e o aumento da resistência com a manutenção das propriedades físicas e estéticas (CONCEIÇÃO, 2005).

Nesse contexto, o surgimento de uma segunda fase, em termos de evolução, se mostra muito promissora para a obtenção de cerâmicas com elevados valores de resistência mecânica. A exigência estética promoveu o desenvolvimento de vários novos sistemas que melhoraram a resistência através da incorporação de vidros cerâmicos e/ou de cristais para reforço, como o quartzo e a alumina (HOLLIG et. al., 1998). Além desses materiais, conhecidos como compósitos cerâmicos, a utilização de partículas de zircônia em uma matriz de alumina proporciona não apenas um aumento da tenacidade à fratura.

Os sistemas cerâmicos mais recentes se fundamentam no desenvolvimento de novos copings (núcleos) em substituição ao metal, os quais, quando associados às porcelanas de cobertura (feldspáticas), podem proporcionar excelentes resultados estéticos na linha do contorno cervical da coroa protética, sem comprometer o desempenho mecânico indispensável à longevidade clínica da restauração. 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 fixas (BOTINO et. al., 2000).

Contextualizada na literatura, esta pesquisa desenvolvida na interface entre a Odontologia e a Engenharia de Materiais vem contribuir com o processo de desenvolvimento e construção da tecnologia de obtenção dos substratos porosos de alumina, tanto quanto na compreensão do processo de infiltração da fase vítrea no substrato confeccionado a partir de aluminas com diferentes características granulométricas, comparando a resistência mecânica à flexão e a dureza das amostras infiltradas, bem como a morfologia e a superfície de fratura segundo diferentes técnicas de caracterização.

### **1.1. Objetivo Geral**

Avaliar a microestrutura e o desempenho mecânico de substratos cerâmicos confeccionados com aluminas e infiltrados com vidro para possíveis aplicações estruturais em próteses fixas odontológicas.

### **1.2. Objetivos Específicos**

1. Obter substratos porosos de alumina, segundo o método preconizado por uma das empresas fornecedoras das matérias-primas;
2. Determinar a resistência mecânica à flexão dos substratos porosos;
3. Infiltrar a fase vítrea no substrato poroso;
4. Determinar a resistência mecânica à flexão e a dureza das amostras infiltradas com fase vítrea;
5. Avaliar a morfologia e a superfície de fratura das amostras e comparar propriedades mecânicas e morfológicas das amostras obtidas com as aluminas nacionais.
6. Avaliar a infiltração vítrea e cristais de alumina através do tomógrafo por coerência ótica.

## 2. REVISÃO DA LITERATURA

As cerâmicas constituíram-se nos materiais mais sofisticados da idade da pedra há mais de 10.000 anos e desde então mantiveram a sua importância na sociedade humana (ANUSAVICE, 1998). Desde o século X, a China já dominava a tecnologia da arte em cerâmica, a qual apresentava estrutura interna firme e cor muito branca, chegando à Europa apenas no século XVII onde ficou conhecida como louças de mesa. Em 1717, é que se descobriu que os chineses confeccionavam a cerâmica a partir de três componentes básicos: caulim (argila chinesa), sílica (quartzo) e feldspato (mistura de silicatos de alumínio, potássio e sódio). Só em 1720 os europeus desenvolveram uma porcelana fina e translúcida comparável à porcelana chinesa (DELLA BONA et. al., 2004).

As cerâmicas são um dos mais antigos materiais restauradores, utilizados na odontologia para a confecção de próteses totais desde 1774, referendado na França pelo químico Alex Duchâteau e pelo dentista Nicholas Dubois de Chemant, em substituição aos dentes de marfim (KINA, 2005).

Em verdade, as coroas de cerâmica pura, livres de metal, são utilizadas desde o início do século XX, quando Charles Henry Land, em 1903, introduziu uma das formas mais estéticas para reconstrução dentária, através das famosas coroas de jaqueta cerâmica (porcelain-jacket crown). Estas próteses parciais fixas em cerâmica, denominadas de coroas de jaquetas, passaram a ser amplamente utilizadas, desde que foi patenteada e desenvolvida a técnica da folha de platina, ou seja, em união com a porcelana feldspática, uma fina estrutura de platina promovendo uma estética superior à das executadas com as resinas disponíveis (metil-metacrilato) (FERNANDES NETO, 2006).

A partir da década de 50, adicionou-se leucita na formulação da porcelana visando aumentar o coeficiente de expansão térmica e possibilitar sua fusão com certas ligas áureas para confecção de coroas totais e próteses parciais fixas (PPFs) com maior resistência. Continuaram as buscas na década de 60 à procura de novas ligas com metais não nobres que oferecessem resistência e união satisfatória à porcelana (NETO e SINAMOTO, 2006).

Basicamente, as cerâmicas reforçadas surgiram pelo acréscimo de uma maior quantidade de fase cristalina em relação à cerâmica feldspática convencional. Diversos cristais têm sido empregados, como a alumina, a leucita, o dissilicato de lítio e a zircônia, os quais atuam como bloqueadores da propagação de fendas quando a cerâmica é submetida a tensões de tração, aumentando a resistência do material (CONCEIÇÃO, 2005).

Devido aos avanços significativos de cerâmicas de nova geração, a partir de 1990, tornou-se possível a execução de próteses dentais sem a subestrutura metálica. Há uma tendência natural de substituição da subestrutura metálica por cerâmicas de maior resistência mecânica. A translucência e a opacidade obtidas por uma peça dental totalmente de cerâmica é bem próxima ao dente natural, superando a prótese metal-cerâmica (GOMES et. al., 2008).

O sistema totalmente cerâmico é atualmente disponível em cinco tipos de processos distintos: processo convencional por escultura da porcelana feldspática (cerâmica convencional), processo de cerâmica usinada CAD-CAM (Computer- aided-design), como por exemplo, o CEREC (Siemens), processo de cerâmica moldada sob pressão (IPS Empress), processo de cerâmica infiltrada (In-Ceram) e processo de cerâmica injetada por centrifugação para fundição (Dicor). Com exceção do processo convencional, as técnicas citadas utilizam cerâmicas de alto ponto de sinterização. (FREITAS et. al., 2005).

## **2.1. Cerâmicas Odontológicas**

A preocupação do ser humano em repor dentes perdidos ou extensamente destruídos é milenar, e data dos etruscos A.C. Diversos materiais já foram usados com tal propósito, indo desde dentes de madeira, marfim, e transplante de dentes de humanos, até materiais mais recentes, como polímeros e cerâmico. O crescente apelo estético dos dias atuais levou as pessoas a procurarem por tratamentos restauradores de elevado padrão de estética. Neste contexto, as porcelanas guardam posição de destaque na odontologia moderna, pois sua cor, translucidez e vitalidade não podem ser superadas por nenhum outro material (McLEAN, 2001).

A cerâmica odontológica também denominada porcelana dental é conhecida por ser um material de aparência semelhante ao dente natural, devido sua excelente propriedade óptica, resistência química e estabilidade de cor. É um dos materiais dentários mais estáveis, apresenta superfície lisa e brilhante, é resistente à adesão de pigmentos exógenos, ao mesmo tempo em que permite transmissão e reflexão regular e difusa. Portanto a cerâmica tem o potencial de reproduzir a textura, a profundidade de cor e a translucidez dos dentes (MIRANDA, 1998).

É composta por uma cadeia básica de sílica-oxigênio ( $\text{SiO}_2$ ) como matriz formadora, à qual são adicionados vários elementos modificadores como óxido de potássio ( $\text{K}_2\text{O}$ ), óxido de sódio ( $\text{Na}_2\text{O}$ ), óxido de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) e óxido de boro ( $\text{B}_2\text{O}_3$ ), além de pigmentos, que reproduzem a cor dos dentes (GOMES, 2008). Obtida por meio da fusão destes óxidos em alta temperatura, constituem uma estrutura complexa, com núcleos cristalinos não incorporados à matriz vítrea formada, que atuam como arcabouço de reforço, tornando-as muito mais resistentes que os vidros comuns (KINA, 2005). É um material composto de fases heterogêneas, apresenta uma fase cristalina e outra fase vítrea ou matriz de vidro ao seu redor, que é responsável basicamente pela translucidez do material e a cristalina confere resistência (BOTINO, 2000).

Ao iniciar o resfriamento das porcelanas feldspáticas, ocorrem trocas iônicas entre os átomos dos diferentes elementos colocados em contato. Essas trocas vão ocasionar um rearranjo eletrônico, buscando a eletro-neutralidade do material, até atingir seu nível de energia interna mínimo, ou energia de equilíbrio (PHILIPS, 1996).

Com o intuito de melhorar as propriedades mecânicas, novos componentes foram adicionados à porcelana convencional. Estas alterações permitiram que as porcelanas prescindissem da associação ao metal, dando origem às próteses metal-free (GOMES, 2008).

Em 1965, McLean e Hughes desenvolveram a primeira cerâmica odontológica aluminizada reforçada pelo aumento da fase cristalina. A composição é semelhante à da cerâmica feldspática, porém com a incorporação de 40% em peso de alumina à fase vítrea, o que resultou num

aumento da resistência à flexão de 120 a 140 MPa (Megapascal), significando duas vezes mais que a cerâmica feldspática convencional.

Considerando um caminho promissor, a incorporação do óxido de alumínio. Sadoun (1998) começou a trabalhar com munhões aluminizados infiltrados por vidro. Esse sistema apresentado pela companhia Vita (Zahnfabrik, Bad Sacking, Alemanha) recebe o nome de In-Ceram. Essa cerâmica é utilizada como material de infra-estrutura e combina os processos de sinterização e infiltração de um vidro, exemplos de cerâmicas infiltradas de vidro são: In-Ceram Alumina (Vita), In-Ceram Zircônia (Vita) e In-Ceram Spinell (Vita) (KINA, 2005).

O sistema In-Ceram Alumina foi desenvolvido na França em 1998. A infra-estrutura obtida fornece resistência à flexão em média de 400 MPa. A alta porcentagem de alumina (85% em volume) torna a infra-estrutura opaca (CONCEIÇÃO, 2005). Apresenta uma resistência à flexão quatro vezes mais alta que uma cerâmica aluminizada a 50%, muito embora, a alta concentração de alumina acarreta em uma perda significativa da translucidez e qualidade óptica da cerâmica (KINA, 2005). Desta forma, este material não deve ser usado como uma cerâmica de cobertura, mas devido sua alta resistência ser aplicado como subestruturas ou doping, com infiltração vítrea para depois serem recobertos com a cerâmica de revestimento, como está demonstrado na Figura 1.

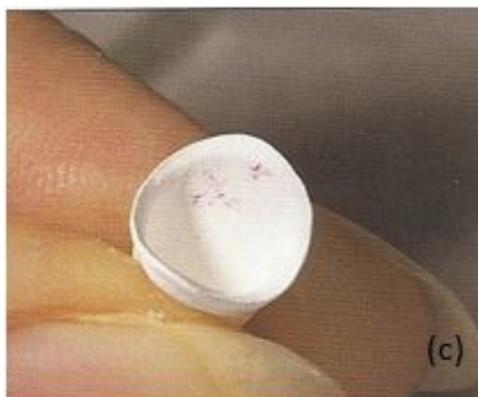


Figura 1. Coping de alumina para coroa metal-free unitária.

Em 1993 foi descrito o sistema cerâmico Procera Allceram (Nobel Biocare), o qual consiste na obtenção de uma infra-estrutura com 99,5% de alumina, que fornece resistência à flexão em média de 650 MPa (CONCEIÇÃO, 2005).

Há ainda outra classe de cerâmica reforçada representada pela cerâmica de vidro ceramizado (conhecida como cerâmica prensada). Esse grupo caracteriza-se pelo fato de a fase cristalina ser obtida a partir de um vidro por meio do processo de cristalização controlada, também conhecido como ceramização. Nesse processo, formam-se núcleos de cristalização, obtendo-se um grande número de pequenos cristais uniformemente, 30 a 40% em volume de cristais de leucita, que reforçam a matriz vítrea, tendo resistência à flexão de 110 a 130 MPa. Exemplos desse tipo de cerâmica disponíveis atualmente são o IPS Empress<sup>®</sup> (Ivoclar) e o IPS Empress (Ivoclar) (CONCEIÇÃO, 2005).

Na Tabela 1 é mostrada uma lista das cerâmicas comercializadas, com suas indicações de uso e resistência mecânica à flexão (MPa).

Além de aplicações na reabilitação protética, outras especialidades odontológicas lançam mão de dispositivos cerâmicos, como: pilares e/ou pinos endodônticos (FISCHER, et. al., 2002), braquetes ortodônticos (KEITH, et. al., 1994), pilares cerâmicos para implantes (ANDERSON et. al., 1999, NISHIOKA, et. al., 2003), todas visando a saúde e a estética.

A formulação da porcelana deve ser feita de modo a apresentar propriedades, como fundibilidade, moldabilidade, injetabilidade, usinabilidade, cor, opacidade, translucidez, resistência à abrasão, resistência e tenacidade à fratura. A compreensão das propriedades físicas e mecânicas das porcelanas dentárias mostra-se fundamental para que técnicos e clínicos possam extrair todas as qualidades que os modernos materiais disponíveis apresentam. A importância do coeficiente de expansão térmica linear é fundamental nas restaurações metalo-cerâmicas e ceramo-cerâmicas, pois o material da infra-estrutura e o de recobrimento deve possuir valores similares, expandindo e contraindo em proporções semelhantes evitando o risco de trincas e fraturas (DELLA BONA et. al., 2004).

A indicação de cada sistema cerâmico deve ser feita de maneira criteriosa, levando em consideração não apenas a resistência mecânica do

material como também a região que deverá ser restaurada e a forma de união entre o dente e a restauração, a fim de garantir a longevidade do tratamento.

Tabela 1 – Principais características e indicações dos diferentes sistemas cerâmicos.

<b>Sistema Cerâmico</b>	<b>Nome comercial</b>	<b>Material do núcleo</b>	<b>Resistência à flexão (MPa)</b>	<b>Indicação</b>
<b>Cerâmica Feldspática</b>	-----	Feldspato com adição de leucita	46,4 – 66,7	Coroa unitária anterior e posterior PPF
<b>Cerâmica de Fundição</b>	Dicor	Vidro contendo 45% de cristais de mica tetrasilica com flúor	90-120	Coroa unitária anterior e posterior, inlay, onlay e faceta
<b>Sistema cerâmico prensado</b>	IPS EMpress I	Cerâmica vítrea reforçada por leucita	97 – 180	Coroa unitária anterior e posterior, inlay, onlay e faceta
<b>Sistema cerâmico prensado</b>	IPS EMpress II	Dissilicato de lítio	300-400	Coroa unitária anterior e posterior, inlay, onlay e faceta, PPF de 3 elementos (até 2° PM)
<b>Sistema cerâmico infiltrado</b>	In-Ceram Alumina	Cerâmica vítrea infiltrada por alumina	236-600	Coroa unitária anterior e posterior, PPF de 3 elementos (incisivo central a canino)
<b>Sistema cerâmico infiltrado</b>	In-Ceram Zircônia	Cerâmica vítrea infiltrada por alumina e partículas estabilizadoras de zircônia	421-800	Coroa unitária posterior sobre dentes naturais ou implante e PPF posterior de 3 elementos
<b>Sistema cerâmico infiltrado</b>	In-Ceram Spinel	Cerâmica vítrea infiltrada por aluminato de magnésio	280-380	Coroa unitária anterior, inlay, onlay e faceta
<b>Sistema cerâmico fresado</b>	Procera AllCeram	Alumina pura densamente sinterizada	487-699	Coroa unitária anterior e posterior, PPF de 3 elementos (até 1° molar), supra-estrutura unitária para prótese sobre implante
<b>Sistema cerâmico fresado</b>	Cercon	Y-TPZ	900-1200	Coroa unitária anterior e posterior e PPF de 3 elementos
<b>Sistema cerâmico fresado</b>	Lava	Y-TPZ	900-1200	Coroa unitária anterior e posterior e PPF de 3 a 4 elementos

Fonte: E. A. Gomes

## 2.2. Cerâmicas a base de alumina

Em 1976 foi introduzido o uso da alumina como fase reforçante na confecção das restaurações cerâmicas dentais. As porcelanas alumínicas resultaram então, em uma significativa melhora na resistência das mesmas, sendo comprovado cientificamente que a cerâmica à base de alumina de alta pureza é a maneira mais bem sucedida de reforçar as cerâmicas odontológicas (WAGNER e CHU, 1996).

As propriedades e aplicações da alumina estão relacionadas com suas fases cristalinas. As cerâmicas de alumina, especialmente a alfa, considerada a forma cristalina mais estável, destaca-se, em relação à sua larga escala de aplicações, devido às suas propriedades mecânicas, químicas, elétricas e térmicas (KRELL, 1996).

Apesar da aparente simplicidade da fórmula  $Al_2O_3$ , a alumina tem sua natureza consideravelmente dependente de uma série de fatores, como sua forma cristalina, impurezas na estrutura e na microestrutura. A alumina tem um alto módulo de elasticidade (350 GPa) e tenacidade a fratura de 3,5 a 4 MPa. A dispersão dos grãos de alumina numa matriz vítrea de semelhante coeficiente de expansão confere resistência à infra-estrutura. A desvantagem da alumina é sua opacidade, limitando seu uso apenas como base para aplicação da porcelana feldspática e não como cerâmica de revestimento (McLEAN e HUGHS, 1965).

A adição de zircônia na alumina como aditivo de sinterização vem sendo praticada a longo tempo com objetivo de densificação de cerâmicas a base de alumina. A introdução de pequena quantidade de zircônia em alumina como aditivo de sinterização leva a formação de solução sólida a qual promove o processo de densificação. De acordo com Gregori et. al. (1999), os compósitos a base de alumina e zircônia apresentam uma associação com ganho de tenacidade mantendo as propriedades peculiares da alumina como excelente resistência ao desgaste e estabilidade química.

As cerâmicas que contém alto teor cristalino (óxidos de alumínio e/ou zircônia) são chamadas “ácidos resistentes”, tendo, portanto demonstrado desempenho clínico superior às cerâmicas ácido-sensíveis. Esse aumento da

resistência mecânica se dá à custa de um incremento na fase cristalina da cerâmica e diminuição da fase vítrea (BOTTINO et. al., 2003)

A alumina mantém-se na liderança da indústria de cerâmicas avançadas, devido à sua versatilidade e comprovado desempenho. A fibra eutética de Alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$ ), é também uma indicação de reforço para coroas puras de porcelana. As fibras eutéticas de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$  são livres de poros e apresentam módulo de ruptura no intervalo de 490 MPa a 1316 MPa, são produzidas empregando-se a técnica de fusão a laser denominada Laser Heated Pedestal Growth (LHPG). As fibras consistem em cristais de  $\text{GdAlO}_3$  de boa qualidade envoltos em uma matriz de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (ANDREETA et al., 2002).

### 2.3. Subestruturas Infiltradas

O sistema In-Ceram se caracteriza por ser uma infra-estrutura com uma resistência flexural maior que as cerâmicas convencionais. O método de preparação do coping consiste no pincelamento da barbotina ("Slip Casting") de óxido de alumínio sobre um modelo de gesso especial que absorve a fase líquida por capilaridade. O substrato é parcialmente sinterizado produzindo assim uma infra-estrutura porosa, com poros abertos e interconectados que adquire maior resistência por intermédio da infiltração do vidro de aluminossilicato de lantânio. A alta resistência à flexão da alumina infiltrada por vidro de lantânio (300-605 MPa) depende da união entre as partículas de óxido de alumínio e do completo molhamento da microestrutura porosa pelo infiltrado de vidro de lantânio (BOTTINO, 2000). Portanto a espessura mínima do coping de 1,0mm para áreas de maior esforço mastigatório deve ser preservada, caso contrário, se sofrer afinamento para 0,5mm coberto com 1,0mm de cerâmica de revestimento, sua resistência à flexão será reduzida para 225MPa (ROMÃO, 2007).

Este sistema apresenta três variáveis, de acordo com o seu principal componente: alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) – In-Ceram Alumina, *spinel* ( $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ) – In-Ceram *Spinel* e zircônia ( $\text{Al}_2\text{O}_3\text{ZrO}_2$ ) – In-Ceram Zircônia. Probst e Diehl (1992) afirmaram que o processo de sinterização In-ceram ocorre praticamente sem contração e, conseqüentemente, permite uma excelente adaptação da

restauração ao dente, enquanto que a infiltração do vidro durante o processo deixa uma estrutura cerâmica praticamente livre de porosidades resultando em alta resistência da restauração ao carregamento mastigatório (KINA, 2005).

O In-Ceram® Espinélio é o mais translúcido e com resistência moderada (350 MPa), sendo indicado para coroas unitárias anteriores. O In-Ceram® Alumina possui resistência intermediária (400 MPa) e boa translucidez, sendo indicado para próteses parciais fixas anteriores, além de coroas unitárias anteriores/posteriores. Já o In-Ceram® Zircônia, possui alta resistência (700 MPa) e baixa translucidez, sendo indicado para próteses parciais fixas de três elementos posteriores e coroas unitárias posteriores. Nestas técnicas do In-Ceram®, um núcleo poroso de alumina ou zircônia é parcialmente sinterizado e depois infiltrado com um vidro de lantânio de baixa viscosidade (KINA, 2005).

Após a infiltração do vidro a contração da peça é de apenas 0,30% em função da contração volumétrica mínima inerente ao óxido de alumínio e do completo molhamento da microestrutura porosa pelo processo, estabelecendo adequada confiabilidade marginal para coroas unitárias, determinado pela sua baixa temperatura de sinterização, fator primordial no sucesso de uma coroa metal-free (BOTINO et. al., 2000).

#### **2.4. Propriedades mecânicas das cerâmicas**

Os materiais cerâmicos apresentam propriedades desejáveis em aplicações estruturais como a alta dureza, estabilidade química, alto ponto de fusão e a resistência à abrasão, no entanto, a fragilidade e baixa resistência à tração são seus pontos fracos (TINSCHERT et. al., 2001). Isso ocorre pela natureza de suas ligações atômicas, de caráter iônico e/ou covalente, sendo que os óxidos possuem ligações predominantemente iônicas. As fortes energias de ligação que mantêm os átomos coesos, também são responsáveis pelo caráter frágil do comportamento mecânico das cerâmicas, sendo que sua resistência mecânica está relacionada à sua tenacidade bem como às falhas estruturais presentes (ZANOTTO, 1991). A principal limitação das cerâmicas para aplicações estruturais está na baixa reprodutibilidade de seus valores de resistência mecânica, devido à sua relação direta com a quantidade e

distribuição de defeitos, intrínsecos e extrínsecos, presentes em sua estrutura e também com as características inerentes de um material frágil. Nestes materiais as trincas se iniciam em defeitos que são introduzidos durante o processo de fabricação (poros, inclusões, agregados de partículas e microtrincas), acabamento superficial (polimento, retífica) ou durante (KOHORST, 2008).

A variação da resistência em materiais cerâmicos está relacionada à distribuição e tamanho de defeitos principalmente se localizados na superfície. Assim, o processo de fratura deve ser analisado de um ponto de vista estatístico, já que depende da possibilidade de o material apresentar um defeito maior ou igual do que o crítico para uma dada tensão aplicada. A resistência varia em função da área ou volume do material, ou seja, quanto maior a área ou volume, maior a probabilidade de apresentar um defeito maior, capaz de iniciar uma fratura e conseqüentemente menor a resistência. Outro importante fator que parece limitar ainda mais a resistência das cerâmicas é o ambiente ao qual estão expostas (WIEDERHORN, 2003).

A microestrutura desenvolvida durante a sinterização da cerâmica e as propriedades mecânicas como resistência a flexão, dureza e tenacidade a fratura dependem das características do pó (forma, tamanho e distribuição de partículas, estado de aglomeração, composição química e fases cristalinas) e do grau de compactação do mesmo (CALLISTER, 2002). A fratura frágil é provocado pela formação e propagação de trincas através da seção reta do material em uma direção perpendicular à carga aplicada e em temperatura ambiente independente de a cerâmica ser mais cristalina ou não, ambas quase sempre fraturam sem que aconteça qualquer deformação plástica em resposta à uma carga de tração.

Segundo Ban & Anusavice (1990), as propriedades mecânicas representam importante fator que controla o desempenho e o sucesso clínico das restaurações dentárias. Normalmente, estresses complexos e simultâneos de compressão, tração e cisalhamento, induzidos pelas forças da mastigação, são desenvolvidos na estrutura dos materiais. Tais esforços, entretanto, podem ser mais facilmente compreendidos e interpretados, quando estudados isoladamente, a partir de ensaios laboratoriais. Estudos clínicos devem,

também, ser analisados, pois fatores diversos influenciam a resistência mecânica e a longevidade das restaurações, diferindo em muitos aspectos das situações laboratoriais. Estudos *in vitro* são úteis para caracterização e comparação de comportamento mecânico, porém, em situações limite e como ponto de partida no entendimento dos mecanismos de falha dos materiais (CESAR et. al., 2006).

As cerâmicas odontológicas são submetidas à cargas repetidas (cíclicas) em um meio úmido (mastigação), que são condições favoráveis para a extensão do defeito ou de rachaduras preexistentes (fenômeno este também chamado de crescimento lento de trincas), o qual contribui para a diminuição da durabilidade das restaurações em cerâmica. Outro fator inerente cerâmica além da sua friabilidade é o seu potencial abrasivo que acarreta o desgaste do dente antagonista (ROBERT; POWERS, 2004).

A Norma ISO 6872 (INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION), estabelece como valores mínimos de resistência à flexão: 100 MPa para infra-estrutura cerâmica, 55MPa para cerâmica de corpo (dentina), e 50MPa para cerâmica de cobertura (esmalte).

Bottino (2004) avaliando as propriedades mecânicas de cerâmicas dentais para infra-estrutura observou discrepâncias entre as condições laboratoriais e aquelas encontradas clinicamente na cavidade bucal. Em seus trabalhos este observou que valores maiores de resistência à flexão uniaxial por três pontos eram obtidos em corpos de prova de menor espessura, quando comparados amostras de 0,5 a 2,5 mm.

O desempenho clínico e laboratorial dos materiais é avaliado principalmente na presença da ação de alguma tensão, que é definida como uma força, que atua internamente nas partículas constituintes de um corpo, aplicada na área específica. Existem tensões de tração (que tem a tendência de alongar o material); tensões de contração (que tende a encurtar o material) de cisalhamento (que tendem a torcer ou deslocar uma porção de um corpo sobre o outro), tensões complexas (todas as tensões ao mesmo tempo) e as tensões de flexão (que tende a dobrar o corpo) (VIANA, 1965).

A resistência à flexão é geralmente considerada um método significativo e confiável para avaliar a resistência dos materiais frágeis, uma

vez que eles são muito mais fracos em tração do que compressão. A resistência, confiabilidade e variabilidade dos materiais frágeis devem ser estudadas em função da distribuição de tamanho de defeitos no material, pois as tensões de falha estarão estatisticamente distribuídas (BONA et. al., 2003).

A influência da porosidade na resistência à flexão das cerâmicas é negativa por dois itens: 1) Os poros diminuem a área de seção reta onde se aplica a carga, e 2) os poros atuam como concentradores de tensão, (CALLISTER, 2002).

O efeito da porosidade nas propriedades dos materiais cerâmicos tem sido estudado a longa data (pelo menos desde a década de 1950), pois a principal rota de processamento destes materiais é a tecnologia do pó, que geralmente resulta em uma fração de poros residual involuntária, em decorrência da limitação do processo de densificação na sinterização ou da otimização tecnológica de custo/benefício, ou proposital, quando se deseja obter materiais porosos para aplicação como suportes catalíticos ou filtros. Dentre as propriedades mecânicas, o efeito da porosidade tem sido estudado principalmente no módulo de elasticidade e na resistência à flexão (YOSHIMURA, 2005).

Sempre que uma tensão estiver atuando sobre um corpo ocorrerá uma deformação, deformação esta que dependendo do valor da tensão e das propriedades do material, poderá ser reversível (elástica) ou permanente (plástica) (ANUSAVICE, 2005).

A tenacidade envolve a quantidade de energia absorvida por um corpo até o momento de sua fratura, envolvendo deformações tanto reversíveis quanto irreversíveis. Um material tenaz é capaz de absorver uma grande capacidade de energia sem se fraturar, podendo ser considerado resistente (NETO E SINAMOTO, 2006). O conhecimento da tenacidade das cerâmicas dentais é um ponto inicial fundamental para a melhoria dos materiais cerâmicos utilizados em prótese dental (MORENA e LOCKWOOD, 1986).

Segundo Fischer et. al. (2002), quanto maior o valor da tenacidade de um material, melhor seu comportamento mecânico. O aumento desta propriedade é objetivo das técnicas recentemente desenvolvidas, que

empregam porcelanas contendo dispersão de partículas de óxidos reforçadores como  $Al_2O_3$ ,  $ZrO_2$  e  $MgO$ , ou mesmo cerâmicas a base desses óxidos.

A dureza é uma propriedade mecânica das cerâmicas importante quando se necessita de uma ação de abrasão ou de esmerilhamento, pois como se sabe os materiais considerados mais duros, distintamente são as cerâmicas, ou seja, são materiais difíceis de penetrar ou de riscar. O ensaio de dureza é bastante utilizado atualmente em pesquisas e avaliações de materiais para controle de qualidade, principalmente por ser um método mais acessível e mais rápido para quantificação das propriedades mecânicas de materiais. A microdureza é a propriedade referente à resistência do material a penetração e pode ser medida através da dureza Vickers, Knoop, Brinell (CRAIG e POWERS, 2004).

A incidência de cargas intermitentes em um mesmo local pode induzir à fadiga de materiais cerâmicos. FAIRHURST et. al. (1993) apud Max Von Schalh, afirmaram que a falha por fadiga é explicada pelo desenvolvimento de trincas microscópicas em áreas de concentração de cargas. Com a reincidência de cargas, estas fusionam com fissuras pré-existentes, enfraquecendo o corpo do material. Desta forma, a fratura é resultante de ciclos de forças que excede a capacidade mecânica da porção íntegra do material remanescente. A fadiga em materiais cerâmicos é um fenômeno muito complexo envolvendo pelo menos três fatores: microestrutura, incluindo tamanho de grão, forma do grão e etc.; meio ambiente, devido à corrosão das cerâmicas por água ou outro agente corrosivo e mecânico, referente às condições de carga (estática ou cíclica).

Reid et. al. (1990) definiram a fadiga como o processo de perda de resistência de um material durante seu tempo de uso clínico, sob o emprego de cargas cíclicas. Este processo está relacionado à propagação de trincas internas no material. O crescimento destas possui três etapas: nucleação (tensões de cisalhamento em uma região específica quando são empregadas forças cíclicas), crescimento lento (emprego de tensões de baixa intensidade, bem abaixo do limite de resistência à fadiga do material) e crescimento instável e rápido (emprego de tensões de alta intensidade, bastante próximas ao limite de resistência à fadiga do material). Para as cerâmicas, o crescimento das

trincas é atribuído aos fatores mecânico (aplicação de cargas cíclicas) e químico (presença de um agente ativo, como a água).

Quando defeitos estruturais estão presentes na microestrutura de um material frágil esses são responsáveis pelo início das trincas que se propagam pelo material. Este comportamento é uma consequência da natureza das ligações atômicas dos materiais cerâmicos que dificulta o desenvolvimento de mecanismos de acomodação de tensões durante o processo de deformação. Os microdefeitos atuam como concentradores de tensão em materiais cerâmicos. Este campo de tensões é amplificado localmente quando o material é submetido a uma tensão externa. Esta amplificação é diretamente proporcional ao tamanho do maior defeito. Os defeitos superficiais são mais críticos do que os defeitos internos na microestrutura de material cerâmico (CALLISTER, 2002).

De acordo com a avaliação das propriedades das cerâmicas, conclui-se que o principal fator que controla a resistência mecânica em materiais cerâmicos é a formação de trincas e dependendo principalmente da forma e dimensões, é considerado o de maior severidade neste controle.

Neste contexto, conclui-se que a vida útil das cerâmicas depende em larga escala da carga aplicada, tamanho da trinca pré-existente, e das condições ambientais. Então, a cada dia, aumentam os esforços em pesquisar formas de desenvolver cerâmicas de elevada resistência capazes de suportar altas cargas mastigatórias, com processamento que introduzam o menor número de defeitos.

## **2.5. Biocompatibilidade**

Biocompatibilidade é a palavra usada extensivamente no que diz respeito à ciência dos biomateriais, pois o fator mais importante que diferencia um biomaterial de outro material é a habilidade de coexistir com tecidos do corpo humano sem causar reações de risco. Entende-se como biocompatibilidade a capacidade de um material para desempenhar em uma aplicação específica com uma resposta apropriada do organismo receptor (WILLIAMS, 2008).

Uma das definições correntes diz que “Biomateriais são materiais (sintéticos ou naturais; sólidos ou, às vezes, líquidos) utilizados em dispositivos médicos ou em contacto com sistemas biológicos” (RATNER, 2004) enquanto que na definição clássica biomaterial é “parte de um sistema que trata, aumenta ou substitua qualquer tecido, órgão ou função do corpo” (HELMUS, 1995).

Biocerâmicas são cerâmicas especiais usadas na medicina e odontologia para a substituição ou reconstrução de partes afetadas ou destruídas do sistema esquelético, estas são compatíveis porque são compostos de íons comumente encontrados no ambiente fisiológico (cálcio, potássio, magnésio e sódio) e de íons que apresentam baixa toxicidade aos tecidos do corpo (zircônio e titânio) (OREFICE et. al., 2006).

Biocerâmicas são classificadas em bioinertes, bioativas, reabsorvíveis e porosas: bioinerte é aquela que induz a uma resposta interfacial mínima, que não resulta na ligação ou na rejeição do tecido hospedeiro, formando uma cápsula fibrosa ao redor do material, (alumina sinterizada, zircônia estabilizada, carbono, dióxido de titânio); bioativa é aquela que induz a atividade biológica específica, ocorre ligação forte entre o biomaterial e o tecido (hidroxiapatita, os biovidros, biovitro-cerâmicas); reabsorvíveis são degradadas e substituídas pelos tecidos, como exemplo o fosfato tricálcico e porosas onde ocorre o crescimento interno dos tecidos através dos poros do biomaterial (fenômeno da osteocondutividade e osteoindutividade), como exemplos os aluminatos e a hidroxiapatita porosa (YUAN, 2001).

Cerâmicas de alumina de alta densidade e elevada pureza (>99,5%) são usadas em próteses de quadril e implantes dentários devido a combinação de excelente resistência à corrosão, boa biocompatibilidade, alta resistência ao desgaste e moderada resistência mecânica. Os elementos dentários são também feitos de porcelana fundida com metal, onde um implante metálico biocompatível, como o titânio, é ancorado dentro da mandíbula e a coroa de porcelana é fixada ao implante. O implante metálico pode ser recoberto por hidroxiapatita para facilitar a ligação com o osso e acelerar a ósseo-integração (ADELL et. al., 1981 apud SÁ, 2004).

A utilização de cerâmicas a base de alumina e zircônia de altas densidades vem sendo propostas como material para implantes. A alumina demonstra biocompatibilidade e resistência ao desgaste, contudo, oferece moderada resistência à flexão e baixa tenacidade. A zircônia é também inerte em meio fisiológico, porém, apresenta vantagem sobre a alumina, pois tem maior resistência à flexão, maior tenacidade à fratura e menor módulo de elasticidade. Porém, as propriedades mecânicas ainda não são satisfatórias. Além disso, a zircônia se torna esteticamente bastante interessante quando polida (SÁ, 2004).

## **2.6. Processamento de Cerâmicas Odontológicas**

Novos materiais cerâmicos e técnicas de processamento têm sido introduzidos na Odontologia nas últimas décadas. A tendência geral é o estudo de cerâmicas que possuam elevada resistência mecânica e elevada tenacidade possibilitando a sua aplicação na confecção de restaurações posteriores e próteses parciais fixas.

Os processos de fabricação de materiais cerâmicos são basicamente constituídos pelas etapas de formulação das massas, conformação, sinterização e acabamento final. Dentre estes, a conformação tem ganhado grande impulso com o aumento da compreensão dos fenômenos físico-químicos relacionados à dispersão das partículas nos meios fluidos e das técnicas de empacotamento de partículas (MARCOS et. al., 2001).

As propriedades do pó inicial (tamanho, forma, estado de agregação e distribuição de tamanho de partículas) estabelecem as etapas subseqüentes nos processos cerâmicos e a qualidade do produto final. Aglomerados e agregados senão forem destruídos podem contribuir para diminuir o valor das propriedades mecânicas, pois favorecem a uma densificação não homogênea (CALLISTER, 2002).

A colagem por barbotina é um dos mais promissores métodos de conformação e é amplamente usado para produção comercial de cerâmicas. De uma forma geral, a utilização de aditivos se faz necessária para que se alcance dispersão adequada das partículas tendo como resultado, ótimas

fluidez e características de empacotamento. Os dispersantes alteram as propriedades de superfície do pó para que forças repulsivas se tornem maiores que as forças atrativas e as partículas possam permanecer separadas em suspensão (TSETSEKOU et. al., 2001).

A maioria dos materiais cerâmicos é produzida a partir de pós que apresentam uma distribuição bimodal de tamanho de partícula. Uma distribuição bimodal, constituída por partículas pequenas distribuídas nos interstícios das partículas maiores, reduz a porosidade e o tamanho dos poros. A mistura de partículas de diferentes tamanhos é uma prática comum no processamento de cerâmicas para atingir uma elevada densidade de compactação e alta densidade final. Na Figura 2, pode ser visto que a densidade de compactação aumenta com o aumento da razão entre os tamanhos das partículas (REED, 1987).

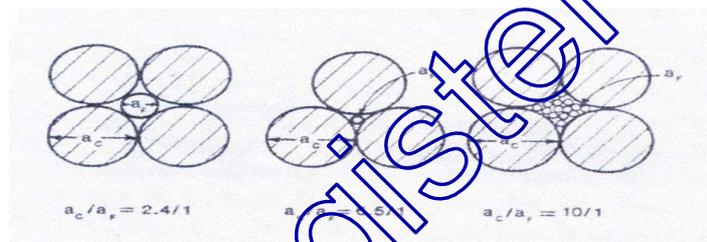


Figura 2. Compactação de esferas finas no interstício de partículas grosseiras.

Os aditivos utilizados na etapa de preparação das massas cerâmicas proporcionam uma viscosidade específica, que resulta no comportamento reológico ideal para cada processo de conformação. Os principais aditivos normalmente empregados são os ligantes, plastificantes e lubrificantes. O ligante providencia ao corpo prensado adequada resistência para o manuseio, e o plastificante modifica o ligante para torná-lo mais flexível. Os lubrificantes reduzem a fricção interpartículas e na parede do molde. Os efeitos combinados dos aditivos são de permitir as partículas de pó cerâmico deslizarem para um novo arranjo mais empacotado, e promover pressão equivalente em todas as regiões do granulado cerâmico (REED, 1987). As características dos pós podem afetar a retirada de ligantes. O tamanho, a forma e área superficial das partículas, a homogeneidade são aspectos importantes. Corpos cerâmicos produzidos a partir de pós-finos, que adsorvem

o ligante mais facilmente, apresentam maior dificuldade para a remoção do ligante sem que haja a introdução de defeitos (CALLISTER, 2002).

Sinterização é o termo usado para descrever a consolidação do produto durante a queima. Esta consolidação significa que as partículas do material cerâmico vão ser unidas propriamente num agregado, numa estrutura sólida. A densificação do produto cerâmico, ou seja, a formação dos contornos de grão e o crescimento de pescoços de união entre as partículas ocorrem através dos mecanismos de transporte de massa, de matéria por processos difusionais atômicos ativados. As reações de sinterização acontecem quando a temperatura aplicada ao sistema alcança a faixa entre a metade e dois terços da temperatura de fusão do material. Esta energia é suficiente para causar difusão atômica no estado sólido e escoamento viscoso, quando uma fase líquida está presente. Na etapa de sinterização são obtidas as fases cristalinas e estabelecida a microestrutura final da cerâmica, sendo também nessa etapa que se pode obter a densificação máxima do corpo cerâmico (LA CROIX et. al., 2006).

Considerando-se que o potencial estético e a biocompatibilidade das cerâmicas podem ser únicos dentre os materiais restauradores odontológicos (HOLLEG et. al.,1998). Diversos sistemas cerâmicos foram desenvolvidos sendo classificados de acordo com a técnica de fabricação em: Cerâmicas convencionais, fundidas, prensadas, computadorizadas e infiltradas (LA CROIX et. al., 2006).

As cerâmicas convencionais ou feldspáticas são constituídas de feldspato, quartzo e caulim. Geralmente apresentam-se na forma de pó, no qual o técnico em prótese adiciona água destilada ou outro veículo apropriado para então obter a barbotina e assim esculpi-la em camadas sobre um troquel refratário, lâmina de platina ou sobre uma liga metálica (CHAIN et. al., 2000). O feldspato, que é um mineral natural, serve de matriz para o quartzo. Misturado com outros óxidos metálicos (de silício, de alumínio, de potássio), é queimado em altas temperaturas, e o mesmo forma a fase vítrea que é capaz de amolecer e fluir lentamente permitindo que as partículas de pó se aglutinem no processo chamado sinterização.

As cerâmicas fundidas consistem em pastilhas ou barras cerâmicas sólidas, utilizadas para construir as restaurações pelo processo de cera perdida e centrífuga por fundição. Foram introduzidas em 1980 e são compostas por vidro contendo 45% de cristais de mica tetrasílica com flúor, fundido a 1350/1400°C. Apresentam baixo módulo de elasticidade, reduzido coeficiente de expansão e pequena resistência à dureza (MIYASHITA, 2004).

Nas prensadas, ocorre a fundição da cerâmica por injeção sob pressão sobre um molde obtido pela técnica da cera perdida (KINA, 2005). Este sistema emprega calor-pressão, onde uma cerâmica reforçada por dissilicato de lítio (60 a 65%) ou cristais de leucita (35 a 55%) é injetada por pressão e oferece uma resistência flexural na ordem de 350 MPa e excelente translucidez.

As computadorizadas são confeccionadas a partir de blocos cerâmicos, usinadas por meio de um sistema computadorizado (sistema CAD-CAM-Computer-aided-design-manufacturing); por exemplo, o CEREC (Siemens). Este sistema faz a captação da imagem do preparo diretamente da cavidade bucal com o auxílio de uma micro câmera, que sequencialmente é processada pela unidade CAD para que possa ser planejada e executada a restauração, auxiliada pelo computador CAM. Sistemas CAD-CAM permitem aos dentistas usinar a cerâmica individualmente para cada caso e cimentar a coroa numa mesma consulta (KERN, 2008).

No método PROCERA (Nobel – Biocare), um coping, com alto teor de alumina pura (99,9% de  $Al_2O_3$ ), extremamente denso, não apresentando porosidade, que é produzido pela sinterização de uma peça que é refinada por meio de usinagem e, posteriormente, recoberta por uma cerâmica feldspática pelo método convencional. O processo de fabricação desta cerâmica é através da leitura por um scanner acoplado a um micro computador (Personal Computer), que realiza o mapeamento da superfície e desenvolve o desenho em três dimensões e as imagens são enviadas “via modem” para a sede Procera Sandvik. Este conjunto proporciona à restauração uma resistência mecânica flexural na ordem de 687 MPa, excelente translucidez e excelente biocompatibilidade (WAGNER e CHU, 1996).

Os sistemas CERCON e LAVA ALL-CERAMIC utilizam a cerâmica à base de zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítria (Y-TZP),

cerâmica muito empregada pelos ortopedistas com relevante sucesso devido às excelentes propriedades mecânicas e biocompatibilidade. A Y-TZP não possui fase vítrea devido à microestrutura policristalina, o que evita o fenômeno de sua degradação ou desestabilização pela saliva e conseqüente aumento da propagação de trincas. Apresenta resistência à flexão variando de 900 a 1200 MPa (BOTINO,2000).

A cerâmica infiltrada In-Ceram foi desenvolvida visando melhorar a resistência à fratura e tenacidade das cerâmicas. In-Ceram é um método criado pelo professor parisiense Sadoun e desenvolvido pela Vita. Trata-se de uma cerâmica com infraestrutura alumínica de alta resistência devido à infiltração de vidro por capilaridade nos poros da alumina através de uma segunda queima (KINA, 2005).

Dentre os sistemas cerâmicos citados acima avaliaremos propriedades mecânicas relacionadas ao processo de fabricação das cerâmicas infiltradas que lançam mão de copings não metálicos, estes totalmente cerâmicos, com algumas vantagens, como a estética da prótese final, pois a difração da luz vai ocorrer de modo mais similar aos dentes naturais, não havendo necessidade de utilizar opacificador comumente utilizado em copings metálico que comprometem o índice de difração ótica da restauração cerâmica final. Quanto à biocompatibilidade, o emprego de copings cerâmicos, significa dizer, que vai se utilizar um material em equilíbrio, estável quanto as suas características que não se alteram, sob as condições específicas impostas de temperatura, pressão e composição.

As cerâmicas provavelmente são os melhores materiais disponíveis para se assemelharem às estruturas do complexo dente humano. São usadas para coroas metal-cerâmica, próteses parciais fixas, restaurações de cerâmica pura, coroas metal-free, para confeccionar dentes de cerâmica pura para prótese total, cerâmica pura infiltrada, núcleos intra-radiculares, implantes odontológicos, fibras de reforço para coroas de cerâmica pura, etc. (CRAIG, POWERS, 2004).

A seqüência apresentada na Figura 5 apresenta o processo de preparação dos dentes de porcelana para reabilitação protética anterior superior de um paciente. A partir de um modelo de trabalho em gesso,

confeccionam-se copings de alumina, para então sobre os mesmos, fazer a aplicação da cerâmica de revestimento convencional. Nesta sequência laboratorial do preparo da porcelana em laboratório até a instalação na boca, são várias as sessões clínica de atendimento ao paciente, para que se obtenham os melhores resultados estéticos e funcionais.

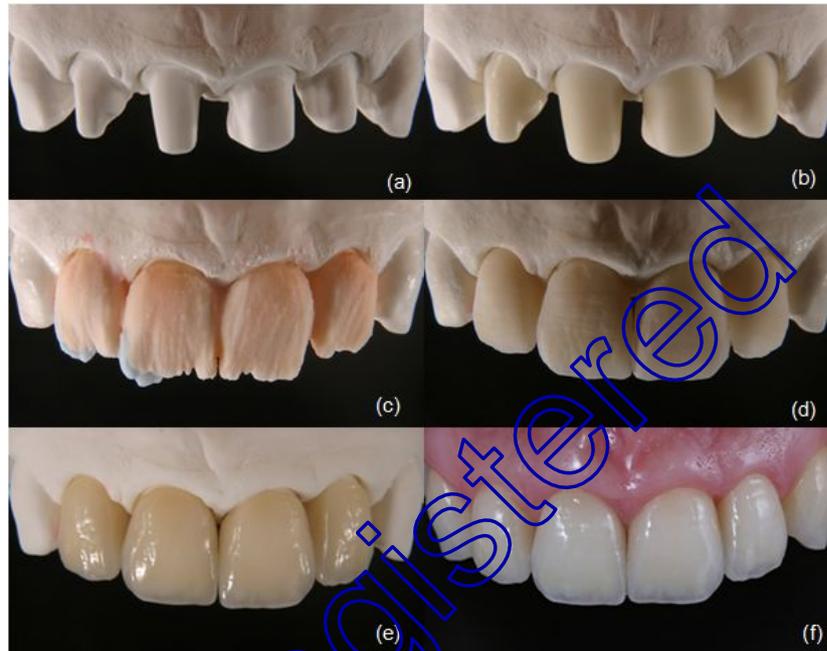


Figura 3. Sequência de preparo de quatro coroas metal-free no laboratório; (a) Modelo em gesso através de moldagem dos preparos na boca do paciente; (b) Preparo dos copings de alumina sobre o modelo de gesso; (c) Aplicação da cerâmica de revestimento; (d) Coroas esculpidas com cerâmica de recobrimento, após a primeira queima; (e) Coroas metal-free com o acabamento final do glase (vitrificação) e f) Coroas metal-free instaladas na boca. Fotografias obtidas no site do Murilo Calgaro.

No momento de instalação das coroas metal-free, as interfaces cerâmica-cimento resinoso, cimento-adesivo, e adesivo-dente devem ser cuidadosamente trabalhadas para que a adesão seja eficaz. A interface entre a cerâmica e o cimento resinoso tem sido bastante estudada. O jateamento com partículas de óxido de alumínio 50micrometros e o condicionamento com ácido hidrofluorídrico das superfícies das coroas, têm sido considerados

responsáveis pela retenção micro-mecânica, assim como a silanização pela união química (BLIXT, 2000).

Segundo Gemalmaz et. al. (2001) o desgaste do cimento resinoso é mais acentuado na interface cerâmica-cimento do que na interface cimento - esmalte, isto devido ao alto módulo de elasticidade da cerâmica, que, ao invés de absorver as forças mastigatórias que incidem sobre ela, as transmite para o cimento, cujo módulo de elasticidade é menor, daí o desgaste do cimento resinoso pode deixar a cerâmica na margem da restauração sem suporte, podendo acarretar em microfraturas. Deve-se utilizar cimentos com alto teor de cargas inorgânicas e de micropartículas por serem considerados mais resistentes ao desgaste. O sistema Rocatec-ESPE, introduzido por GUGGENBERGER (1989) para condicionar superfícies metálicas para condicionar as superfícies de cerâmicas aluminizadas (In-Ceram), promovendo o aumento do conteúdo de sílica a 19,7% em peso, por meio da cobertura triboquímica de sílica, sobre a superfície cerâmica. Este método de condicionamento, segundo os resultados destes autores, apresentou valores de união adesiva maiores que outros métodos de condicionamentos superficiais já citados, além de uma estável união adesiva entre cerâmica e cimentos resinosos à base de BIS-GMA (Bisfenol A-glicidil metacrilato).

O cimento de ionômero de vidro tem sido considerado como uma opção secundária, apesar de suas excelentes propriedades, tais como, união à estrutura dental, liberação de flúor e coeficiente de expansão térmica semelhante à estrutura dentária. As principais desvantagens do cimento de ionômero de vidro consistem na inabilidade de unir-se à cerâmica e na grande expansão higroscópica, podendo induzir fraturas nas cerâmicas (SINDEL et. al., 1999).

A cimentação adesiva de restaurações cerâmicas diretamente à estrutura dental permite que as cargas que incidem sobre a restauração sejam dissipadas e transferidas ao dente. Desta forma, restauração e dente comportam-se como uma só estrutura, aumentando a resistência de ambos (GEMALMAZ, 2001).

### **3. MATERIAIS E MÉTODOS**

Este capítulo descreve os materiais utilizados, as técnicas de caracterização empregadas para caracterizar as matérias-primas e os corpos de prova, assim como, os ensaios necessários à avaliação das propriedades mecânicas.

#### **3.1. Materiais**

Quatro aluminas fornecidas por duas empresas nacionais e uma internacional foram utilizadas para o desenvolvimento deste trabalho, abaixo estão descritas as mesmas.

Alumina de polimento P-913, fornecida pela Alcoa;

Alumina calcinada APC-G, fornecida pela Alcoa;

Alumina fornecida pela empresa B.

Alumina fornecida pela empresa D.

Aditivos de processamento fornecidos pela empresa B.

Pó de vidro para infiltração fornecido pela empresa B.

Durante todo o texto a alumina de polimento será denominada de alumina AP, a alumina calcinada será denominada AC, ambas fornecidas pela Alcoa, a alumina fornecida pela empresa B será mencionada AB e a alumina da empresa D, de AD.

##### **3.1.1. Ensaio de caracterização das matérias-primas**

Foram realizadas caracterizações dos pós de alumina AP, AC, AB e AD. Estes materiais foram submetidos à identificação das fases, realizada por difração de raios – X (Siemens/Brucker – AXS D5005) com radiação de  $\text{CuK}\alpha$ ; com intervalo angular escolhido de  $2\theta:15-80^\circ$ , numa velocidade de varredura de

rotação das amostras de 2° por minuto. Essa caracterização foi realizada no Laboratório de Engenharia de Materiais – LEMa/UFCG em Campina Grande – PB.

Baseado no objetivo geral deste trabalho considera-se indispensável à caracterização granulométrica dos pós de alumina. As amostras foram submetidas à análise granulométrica, através de um Analisador de partículas por Difração a Laser, Microtrac 3500, no CETENE (Centro de Tecnologias Estratégicas do Nordeste-Ministério da Ciência e Tecnologia- Laboratório.

### 3.2. Método

#### 3.2.1. Confeção da amostra

A metodologia utilizada para obtenção das amostras de alumina foi baseada nas normas estabelecidas pela empresa B. O primeiro passo preconiza o preparo da barbotina da alumina e consiste no seguinte protocolo:

O conteúdo do sachê que contém 38 gramas do pó de alumina necessita ser fracionada em duas porções de 19 gramas em 2 copos descartáveis, tendo o peso aferido na balança Diamond (Figura 4 (a) e (b)). O fracionamento possibilita melhor qualidade de homogeneização da barbotina.

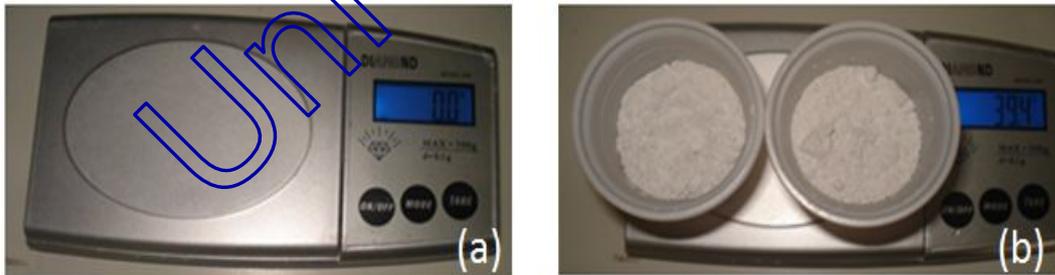


Figura 4. (a) Balança digital Diamond; (b) Fracionamento pesado para manipulação.

Em seguida, em um béquer de vidro imerso em água e gelo no Ultrassom, coloca-se 5,5ml do líquido de mesclar e uma gota do aditivo dispersante, e adiciona-se aos poucos o pó de alumina fracionado que provém do sachê com 38 gramas.

A mistura dos líquidos é iniciada com o béquer dentro do Ultra-som sempre com gelo (VITASONIC II, für In-Ceram- Alemanha, Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen Alemanha). O gelo no ultra-som tem a finalidade de manter a temperatura da água constante em zero, para que as propriedades reológicas das barbotinas não se alterem e para homogeneização perfeita, o pó é adicionado aos poucos e manipulados, segundo esquema abaixo:

a) a primeira metade foi adicionada nos primeiros dois minutos;

b) a segunda em mais três minutos, sempre mexendo com a espátula também de vidro;

c) passados os primeiros 5 minutos, a homogeneização da barbotina é feita ainda no aparelho de ultra-som por mais dez minutos, figura 5 (a) e (b).

O procedimento citado acima proporciona uma dispersão de partículas ideal para alcançar a obtenção de barbotinas com consistência viscosa satisfatória para o processo de conformação por colagem. A etapa de conformação das amostras a partir das alumina AP, AC e AD seguiu a mesma seqüência de preparo da alumina AB, porém para atingir a viscosidade ideal da barbotina foi necessário adicionar maior quantidade do líquido de mesclar: para a alumina AC adicionou-se 8,25ml, para a alumina AD 9,0ml e para a alumina AP foram adicionadas duas(2) unidades do vidro de mesclar, cada uma com 5,5ml. Mesmo adicionando-se maior quantidade de aditivo a alumina AP não se conseguiu sequer misturar o pó ao líquido.

As barbotinas obtidas foram divididas em três porções iguais e armazenadas em congelador. O prazo de validade para uso das mesmas pode se estender por até três meses, após o preparo.



Figura 5. (a) Alumina homogeneizada em pote de vidro; (b) Barbotina ao sair do ultra-som

Após a obtenção da barbotina, foi iniciado o processo de conformação dos corpos-de-prova. O molde de alumínio (Figura 6) utilizado neste trabalho foi confeccionado de acordo com as especificadas na Norma ISO 6872.



Figura 6. Molde em alumínio

O preenchimento do molde, previamente lubrificado, pela barbotina foi realizado com o auxílio de um pincel, conforme apresentado na Figura 7 (a) e (b). Após o preenchimento do molde, este é levado próximo a entrada de um forno, para retirar o excesso de umidade, processo de secagem. Posteriormente fez-se a extração dos corpos-de-prova. Foram confeccionados em média seis amostras para cada composição estudada. As mesmas foram preparadas e sinterizadas no Laboratório DentaFix de Prótese dentária, localizado na cidade de Campina Grande – PB.

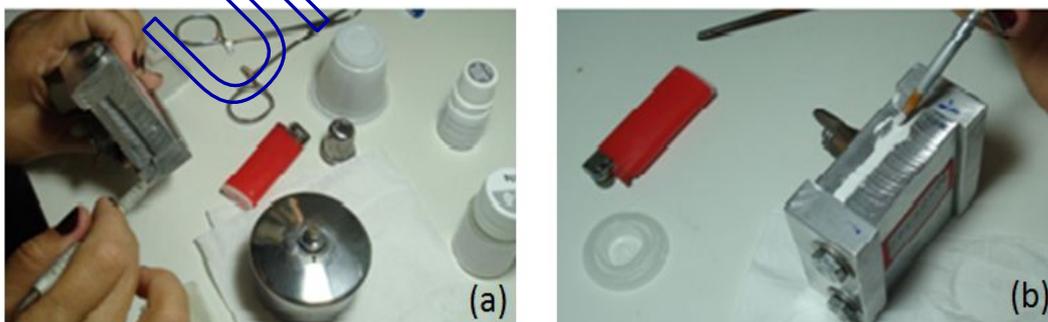


Figura 7. (a) Lubrificação do molde com cera. (b) Preenchimento do molde de alumínio.

Após a extração das amostras (Figura 8 (a) e (b)), estas foram levadas ao forno (Forno Vita INCERAMAT 3P) para serem submetidas à etapa de

queima. O processo de queima seguiu o esquema descrito abaixo, com baixa taxa de aquecimento:

- 1- O processo de queima iniciou a uma temperatura de  $120^{\circ}\text{C}$ , permanecendo nesta por 6 minutos;
- 2- O aumento da temperatura até  $1120^{\circ}\text{C}$ , ocorreu em 40min, com taxa de aquecimento de  $25^{\circ}\text{C}/\text{min}.$ ;
- 3- O material foi mantido nesta temperatura por duas horas;
- 4- E o resfriamento aconteceu dentro do forno até  $400^{\circ}\text{C}$ .

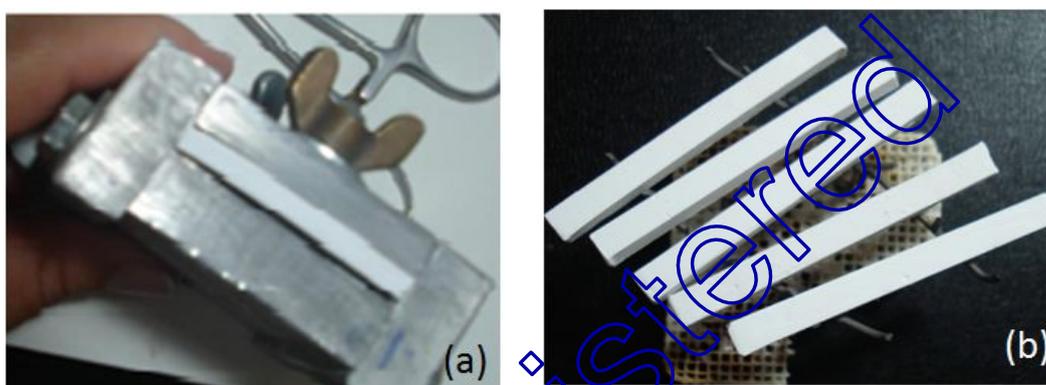


Figura 8. (a) Extração da amostra; (b) Amostras após queima

Em seguida, iniciou-se o processo de infiltração do vidro, através da mistura do pó de vidro com água destilada (Figura 9. a). Uma camada de aproximada 1 a 2 mm de vidro foi aplicada em todos os lados das amostras queimadas, como pode ser observado na (Figura 9. b).

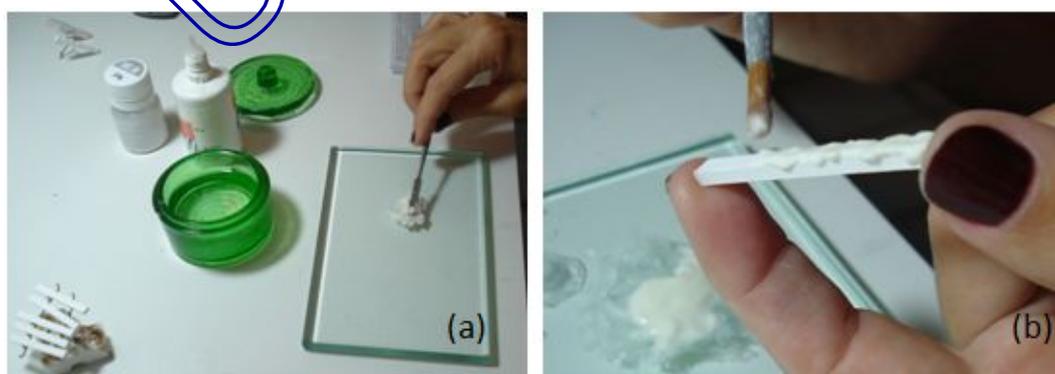


Figura 9. (a) Preparo da pasta do pó de vidro. (b) Aplicação da pasta de vidro com pincel na superfície da amostra.

Após a aplicação da pasta de vidro as amostras foram levadas ao forno, em um suporte refratário, para a segunda queima, como mostra a Figura 10.



Figura 10. Barras de alumina com as superfícies recobertas pelo vidro

O ciclo de temperatura para infiltração iniciou também a 120°C e o material permaneceu nesta temperatura por 6 minutos. O ciclo de queima teve continuidade chegando a 1100°C, num intervalo de 110 minutos, com taxa de aquecimento de 9°C/min. O material foi mantido nesta temperatura durante 40 minutos.

A metodologia sofreu uma pequena modificação no que diz respeito à etapa de conformação descrita acima. Durante a remoção das amostras a resistência à verde era muito baixa, impossibilitando o manuseio e acabamento das mesmas. Para minimizar as tensões e os defeitos internos foi feito a seguinte adaptação: utilizou-se molde de silicona sobre base de gesso, a qual dá suporte e auxilia na secagem/absorção da água da barbotina. A base foi preparada com gesso especial tipo IV Durone (Dentsply- Argentina), na proporção de 50g de gesso para 9,5ml de água destilada (Figura 11). O gesso foi espatulado em uma cubeta de plástico e vertido num recipiente polimérico com o auxílio do vibrador mecânico;

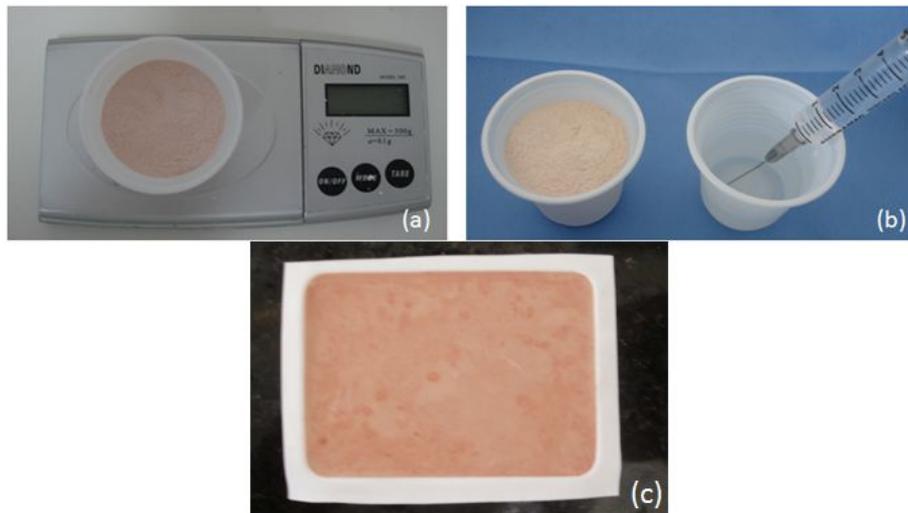


Figura 11 (a) 50g de gesso pesado (b) Proporção água destilada e gesso e (c) Base de gesso.

Utilizando molde de alumínio mostrado acima, na Figura 7, obteve-se padrões de acrílico (Figura 12), que serviram de modelo para confeccionar uma matriz vazada de silicone de adição, polivinilsiloxano (Elite Double 8, Zhermack, Rovigo, Itália), material de moldagem para prótese odontológica.

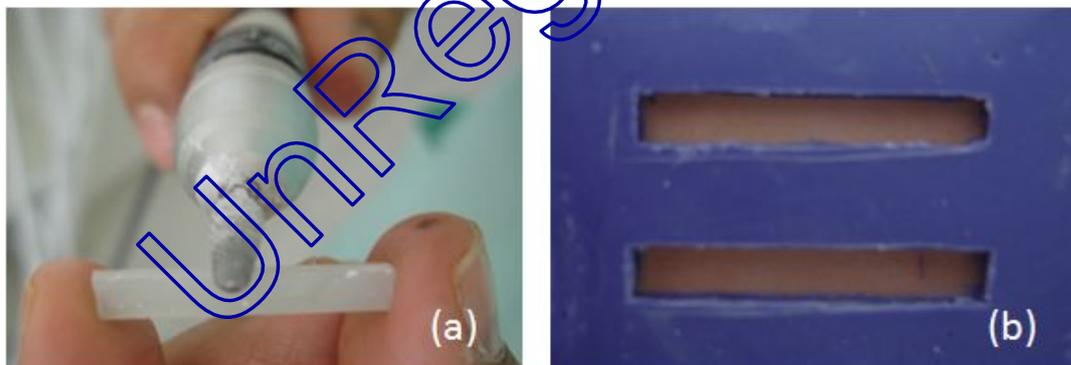


Figura 12. (a) Barra padrão de resina acrílica duralay transparente e (b) Molde de silicona.

Sobre a base de gesso (Figura 13) foi colocada a matriz de silicona com cavidades na forma de barras vazadas, e a aplicação da suspensão foi realizada com um pincel de pelo de marta preenchendo os espaços. Após a absorção da água da suspensão pelo gesso, o corpo verde foi removido para ser submetido à sinterização.

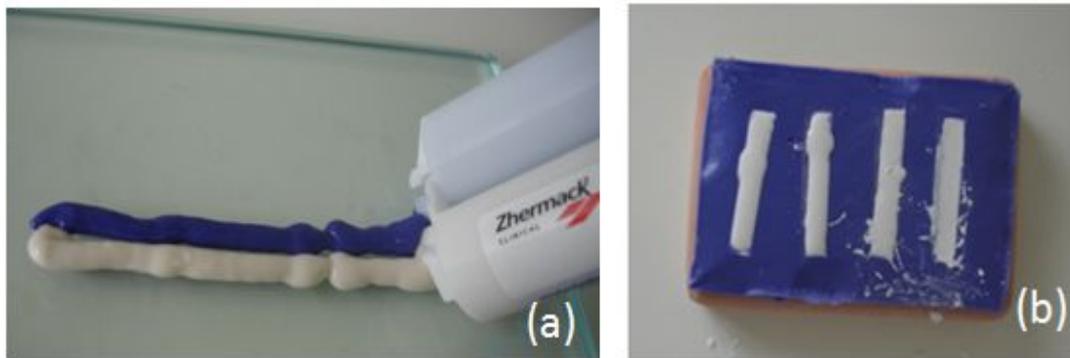


Figura 13. (a) Silcona de adição em pasta e (b) Molde de silcona preenchido com a barbotina.

As amostras infiltradas com vidro foram submetidas a etapa de acabamento para remover o excesso de vidro. Esse procedimento foi realizado com pontas diamantadas (720G) acoplados ao micro motor elétrico Beltec LB-100, a 3000rpm.

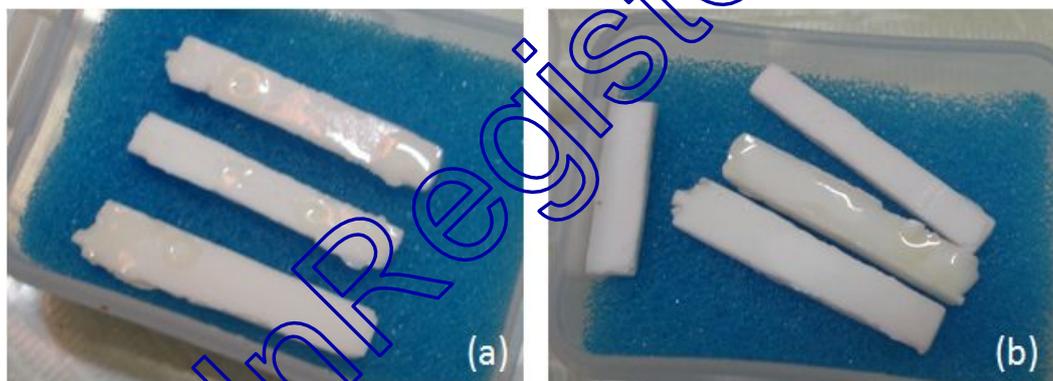


Figura 14. (a) barras de alumina após infiltração vítrea e (b) barras de alumina após infiltração vítrea, após início acabamento com pontas diamantadas.

Para a análise de algumas propriedades das peças produzidas durante este trabalho foi realizado ensaio de resistência à flexão em três pontos e ensaios de microdureza.

Para as medidas de resistência à flexão utilizou-se uma máquina universal de ensaios marca Instron, modelo 5582. O posicionamento da amostra em dois apoios foi de acordo com a norma ISO 6872, para cerâmicas dentais e a velocidade do ensaio foi de 0,5mm/min. Os cilindros de suporte apresentavam diâmetro de 1,6mm, baseados na norma citada acima.

Os ensaios de flexão foram também realizados nas amostras sinterizadas e não infiltradas com vidro, na mesma máquina citada acima.

A avaliação da microdureza das amostras feita por meio de indentação Vickers num microdurômetro Future-Tech, modelo FM-700, aplicando uma carga de 500gf, por 15 segundos. Estes ensaios foram realizados no LaMMEA (Laboratório Multidisciplinar de Materiais e Estruturas ativas – Departamento de Engenharia Mecânica - UFCG).

### **3.2.2. Caracterização microestrutural**

As análises das morfologias das amostras queimadas e infiltradas com vidro, assim como, das superfícies de fratura foram realizadas com o auxílio de um microscópio eletrônico de varredura. O equipamento utilizado foi um microscópio eletrônico de varredura, tendo um EDS (espectrômetro de dispersão de energia) como acessório, fabricado pela PEI, Quanta 200 FEG, pertencente ao LAMM (Laboratório de Microscopia e Microanálise) do CETENE.

Para avaliar a morfologia, as amostras foram cortadas, embutidas, lixadas e polidas com pasta de diamante e posteriormente metalizadas.

A caracterização complementar das superfícies polidas das aluminas foi realizada em microscópio óptico (Olympus, Tawian) com e sem luz refletida polarizada com câmera CCD acoplada ao mesmo.

Outro tipo de caracterização utilizado para identificar a microestrutura foi a tomografia por coerência óptica (OCT), técnica que avalia as propriedades ópticas do tecido através do coeficiente de espalhamento da luz no interior da estrutura analisada. O OCT é uma técnica não invasiva e não destrutiva sendo uma ótima alternativa para diagnóstico biomédico nas diferentes áreas, como oftalmologia, dermatologia, cardiologia, odontologia, bem como em artes plásticas, agronomia, materiais em geral, enfim na caracterização interna de estruturas que permitam a passagem do laser no seu interior.

Através do OCT é possível mensurar pequenas distâncias sofridas no tecido através do atraso sofrido pela luz calculado com base no interferômetro de Michelson. Aplicando à prótese odontológica, o OCT foi capaz de fornecer

informações sobre a espessura da camada de uma infra-estrutura na coroa metalfree, oferecendo limite entre a última e a cerâmica de revestimento.

UnRegistered

#### 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

As Figuras de 15 a 18 apresentam os difratogramas das amostras de alumina. A Figura 15 refere-se à amostra de alumina AB, quando se compara os picos presentes do difratograma dessa alumina com o padrão, pode-se observar a presença de picos característicos da alumina, mas também foram detectados picos que não são característicos da alumina, provavelmente de outros óxidos, que serão classificados como impurezas.

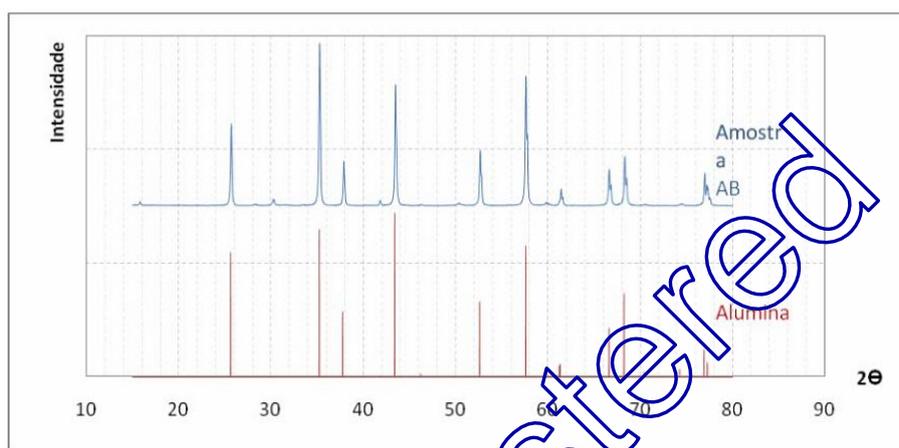


Figura 15. Difratograma da alumina AB.

As Figuras 16,17 e 18 apresentam os difratogramas das aluminas AP, AC e AD respectivamente. De acordo com os difratogramas, pode-se observar apenas a presença de picos característicos da alumina. Provavelmente estas aluminas apresentam um elevado grau de pureza, o que condiz com as informações do fornecedor.

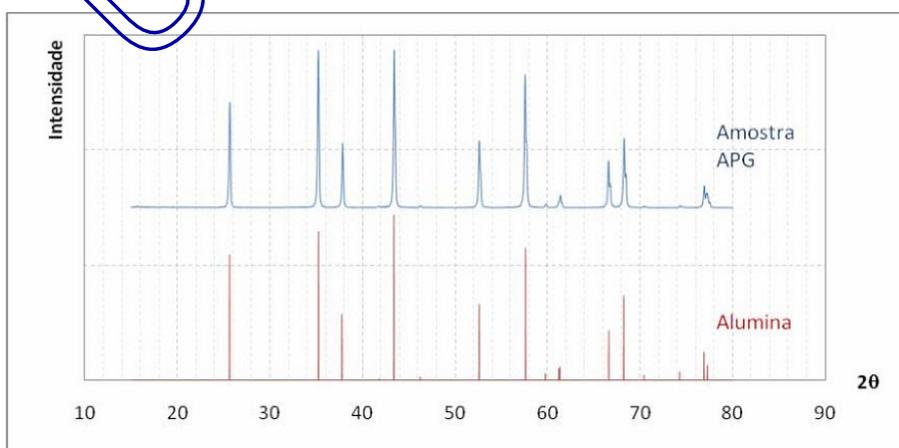


Figura 16. Difratograma da alumina AP.

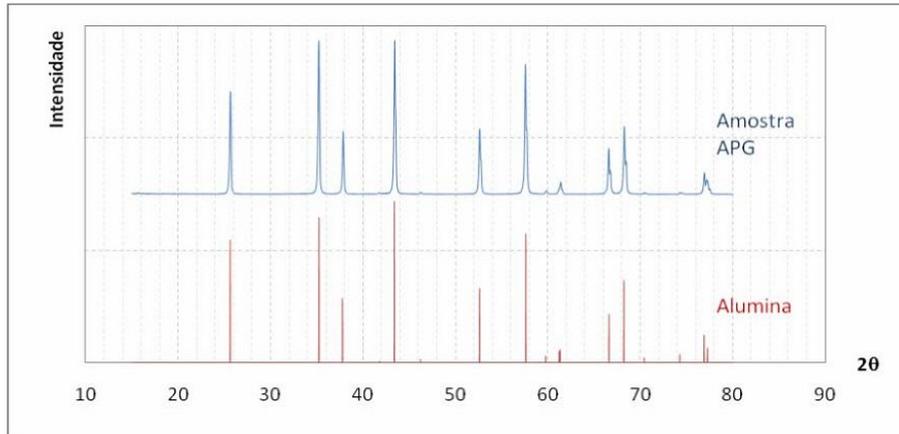


Figura 17. Difratoograma da alumina AC.

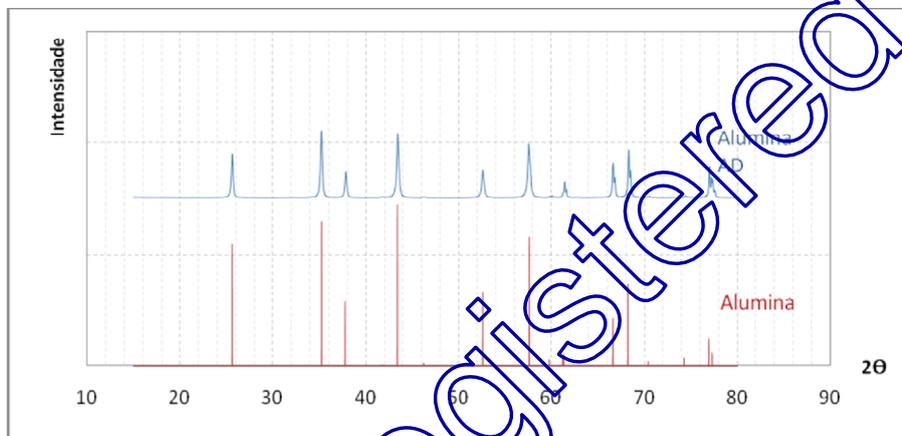


Figura 18. Difratoograma da alumina AD.

As Figuras 19, 20, 21 e 22 apresentam as curvas de distribuição granulométrica das aluminas AB, AP, AC e AD respectivamente.

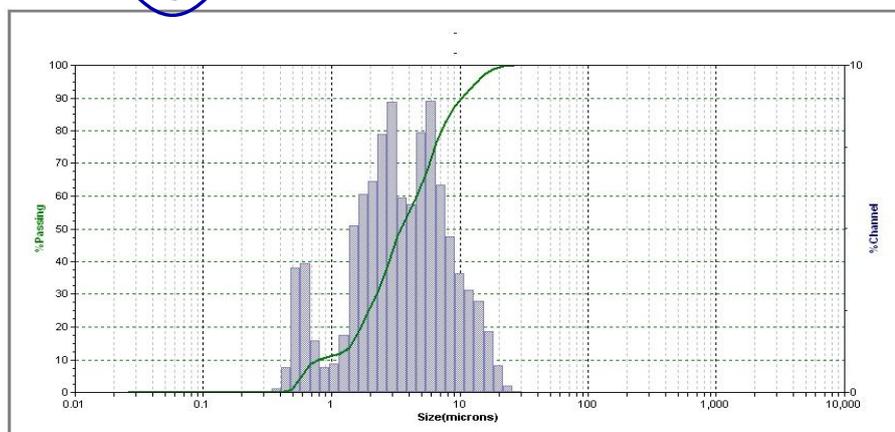


Figura 19. Distribuição granulométrica da alumina AB.

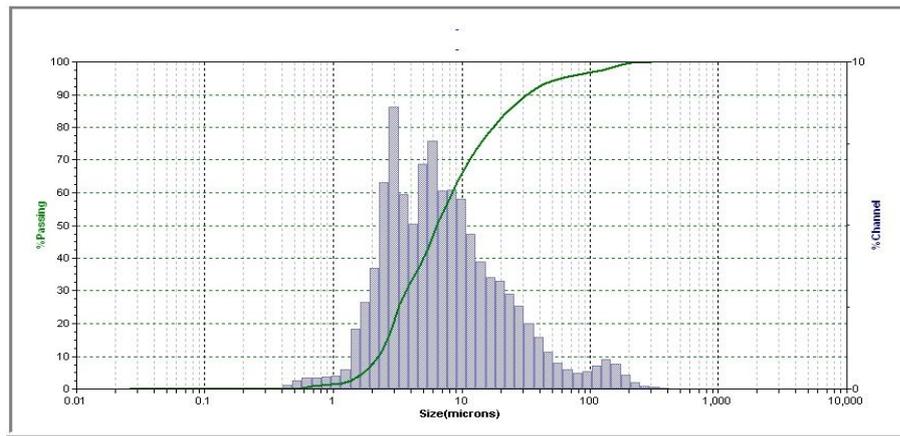


Figura 20. Distribuição granulométrica da alumina AP

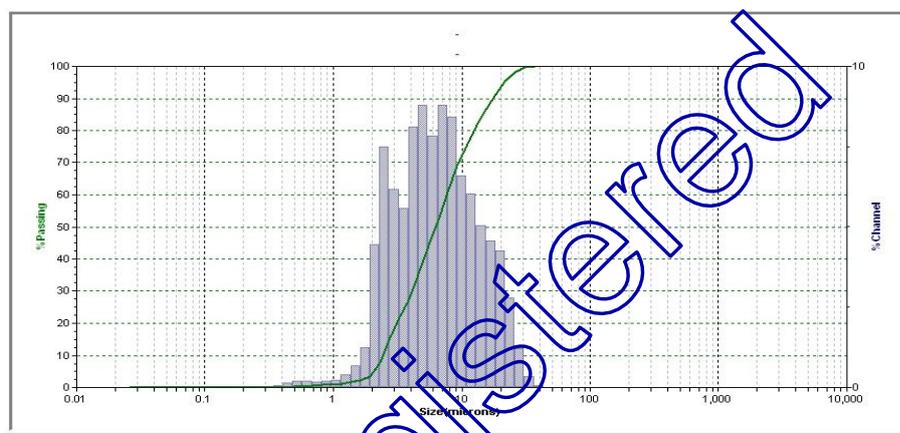


Figura 21. Distribuição granulométrica da alumina AC.

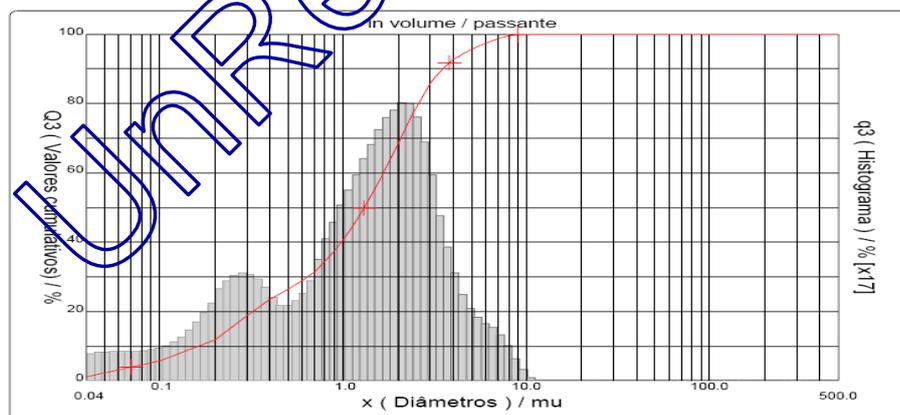


Figura 22. Distribuição granulométrica da alumina AD.

A alumina AB apresenta uma distribuição granulométrica mais estreita, quando comparada com as aluminas AP e AC. Observar-se também que esta apresenta um maior teor de finos. A alumina AP apresenta uma distribuição granulométrica mais larga e a alumina AC apresenta distribuição

granulométrica mais uniforme. A alumina AB apresenta partículas de diâmetro médio igual a 4,8 $\mu\text{m}$ ; as aluminas AP, AD e AC de 15,93 $\mu\text{m}$ , 1,65 $\mu\text{m}$  e 9,37 $\mu\text{m}$ ; respectivamente.

A Tabela 2 apresenta os valores dos diâmetros mínimos, médio e máximos da aluminas, assim como, o valor de  $\ln \sigma$  ( $D_{50}/D_{16}$ , onde  $D_{50}$  e  $D_{16}$  são os diâmetros para 50 e 16% de massa acumulada. German (1992) examinando a relação entre as misturas bimodais dos pós de alumina com distribuição granulométrica larga e densificação, concluiu que a menor taxa de densificação ocorre para  $\ln \sigma$  entre 0,25 e 0,5 e aumenta com o aumento de  $\ln \sigma$ . Fazendo uma correlação com os valores expostos na Tabela 2, a alumina AB irá proporcionar a obtenção de substratos mais densos, pois apresentou maior valor para o  $\ln \sigma$ .

Após a avaliação granulométrica das quatro aluminas pode-se observar que a alumina AP apresenta um diâmetro médio não adequado para aplicações odontológicas, portanto esta não foi utilizada nas etapas subseqüentes deste trabalho. O conhecimento da distribuição de tamanho de partícula e do tamanho médio são de fundamental importância para as etapas de preparação da barbotina, conformação e queima dos corpos de prova. Pós mais finos costumam ser mais reativos, densificam melhor, reduzindo também o tamanho e a quantidade de poros.

Tabela 2 – Tamanhos de partículas e  $\ln \sigma$  ( $D_{50}/D_{16}$ ) das amostras estudadas.

Pós de alumina	Tamanho de Partícula ( $\mu\text{m}$ )			$\ln \sigma$
	Médio	Mínimo	Máximo	
AB	4,8	0,29	31,11	1,14
AP	15,93	0,34	209,3	0,84
AD	1,65	0,04	12	0,78
AC	9,37	0,30	44,0	0,82

A Tabela 3 apresenta o comportamento mecânico, quanto à resistência a flexão em três pontos, dos corpos de prova preparados com a alumina AB e utilizando o primeiro método de conformação (molde metálico). O valor médio de resistência observado foi de 243,0 MPa. Esse valor ficou abaixo do

especificado pelo fabricante, o que pode ser atribuído ao processo de conformação, este provavelmente favoreceu o aparecimento de defeitos, como poros e trincas, que são concentradores de tensão, e reduzem a resistência dos materiais. Apesar do valor de resistência estar abaixo do especificado pelo fabricante, este se encontra dentro da faixa estabelecida para cerâmicas aplicadas em prótese odontológica.

Tabela 3- Valores de força e de resistência à flexão dos corpos de prova obtidos a partir da alumina AB e submetidos a infiltração vítrea.

<b>Amostras</b>	<b>Carga máxima de flexão (kgf)</b>	<b>Tensão máxima de flexão (MPa)</b>
<b>1</b>	31,92	293,16
<b>2</b>	28,77	264,18
<b>3</b>	24,79	227,65
<b>4</b>	23,37	214,68
<b>5</b>	24,11	221,43
<b>6</b>	25,99	238,68
<b>Média</b>	26,49	243,29
<b>Desvio Padrão</b>	2,98	27,34

As Tabelas de 4 a 6 apresentam o comportamento mecânico, quanto à resistência a flexão em três pontos, dos corpos de prova, preparados com as aluminas AB, AC e AD com e sem infiltração da fase vítrea, confeccionados com o molde de sílica.

Na Tabela 4 observa-se os resultados de resistência à flexão das amostras obtidas a partir da alumina AB.

Tabela 4 - Resistência à flexão da Alumina AB sem infiltração e com filtração, respectivamente.

<b>Amostras</b>	<b>Carga Máxima de flexão Sem infiltração</b>	<b>Resistência Mecânica</b>	<b>Carga Máxima de flexão Com infiltração</b>	<b>Resistência Mecânica</b>
	(kgf)	(MPa)	(kgf)	(MPa)
<b>1</b>	2,86	26,27	31,20	286,55
<b>2</b>	3,23	29,68	43,57	400,13
<b>3</b>	2,52	23,21	46,26	424,84
<b>4</b>	2,46	22,63	38,83	356,62
<b>5</b>	2,23	20,51	30,88	283,64
<b>6</b>	3,49	32,07	42,14	387,02
<b>Média</b>	2,80	25,73	38,81	356,47
<b>Desvio Padrão</b>	0,44	4,06	5,91	54,32

Os valores observados para as amostras sem infiltração são baixos, mas estão de acordo com o esperado, pois se trata de uma estrutura porosa e como descrito na revisão bibliográfica poros são concentradores de tensão e favorecem a redução da resistência mecânica. As amostras submetidas à infiltração vítrea apresentaram resultados em média 12 vezes maior que as porosas. O valor médio foi de 356 MPa e esta dentro da faixa especificada pelo fabricante para aplicação em prótese odontológica. Esta resistência é aumentada pela infiltração do vidro que acontece devido à diferença de coeficiente de expansão térmica entre a alumina e o vidro de lantânio, induzindo a uma tensão compressiva na interface alumina – vidro.

Comparando os resultados apresentados nas Tabelas 3 e 4 (amostras submetidas à infiltração vítrea), observa-se que as amostras confeccionadas com os moldes de silicone (Tabela 4) apresentam resultados bem superiores, o que está diretamente relacionado a redução dos defeitos provenientes do método de conformação.

A dificuldade de reprodutibilidade dos resultados deve-se as condições da técnica de preparação das amostras. O processo utilizado é manual e depende muito das mãos do operador tanto no pincelamento da barbotina, como na usinagem final, procedimentos estes passíveis da introdução de defeitos. No pincelamento, pode-se conduzir a problemas de homogeneidade quanto à espessura dos incrementos, como por exemplo, a laminação das camadas cerâmicas, dando aspecto semelhante ao de polpa de cebola. Na usinagem podem ser introduzidos defeitos estruturais sobre as propriedades mecânicas de cerâmicas de infra-estrutura, quanto maior o grau de usinagem ao qual a peça está submetida, maior poderá ser a degradação de suas propriedades mecânicas (VON STEYERN et al., 2001).

Na Tabela 5 observa-se os resultados de resistência à flexão das amostras obtidas a partir da alumina AD sem e com infiltração vítrea. Os corpos de prova sem vidro apresentaram resistência baixíssima, o que dificultou em demasia o manuseio e a trabalhabilidade, foi impossível fazer qualquer tipo de acabamento antes da etapa de infiltração vítrea. Os valores obtidos foram bem mais baixos em relação à alumina AB, estes resultados podem estar relacionados diretamente com a granulometria das partículas. A alumina AD apresenta menor granulometria e uma distribuição mais estreita, favorecendo ao menor fator de empacotamento, menor densidade e conseqüentemente maior porosidade. As amostras submetidas à infiltração vítrea apresentaram resultados em media vinte (20) vezes maior que as porosas. O valor médio foi de 154,45 Mpa, estando dentro da faixa especificada pela norma ISO 6872, para aplicação como infra-estrutura em prótese odontológica.

Os valores observados para as amostras sem infiltração são baixos e bem inferiores aos encontrados para os da alumina AB, estes resultados podem estar relacionados diretamente com a granulometria das partículas. A alumina AD apresenta menor granulometria e uma distribuição mais estreita, favorecendo ao menor fator de empacotamento, menor densidade e conseqüentemente maior porosidade. As amostras submetidas à infiltração vítrea apresentaram resultados em media mais de 20 vezes maior que as porosas. O valor médio foi de 154,45MPa, estando dentro da faixa especificada

pela norma ISO 6872, para aplicação como infra-estrutura em prótese odontológica.

Tabela 5 - Resultado de resistência à flexão da alumina AD com vidro e sem infiltração.

Amostras	Carga Máxima de flexão	Resistência Mecânica	Carga Máxima de flexão	Resistência Mecânica
	Sem infiltração		Com infiltração	
	(kgf)	(MPa)	(kgf)	(MPa)
<b>1</b>	0,273	2,51	16,56	152,06
<b>2</b>	0,38	3,52	19,57	179,76
<b>3</b>	0,58	5,38	18,12	166,45
<b>4</b>	0,27	2,55	10,58	97,20
<b>5</b>	0,31	2,90	12,29	112,88
<b>6</b>	0,65	5,97	23,77	218,34
<b>Média</b>	0,41	3,80	16,81	154,45
<b>Desvio Padrão</b>	0,14	1,37	4,41	40,57

A Tabela 6 apresenta os resultados de resistência à flexão das amostras obtidas a partir da alumina AC sem e com infiltração vítrea. Os corpos de prova sem vidro apresentaram valores de resistência próximos aos da alumina AB, analisando a curva da distribuição granulométrica (Figura 19) da alumina AC observa-se que esta apresenta um comportamento bem semelhante ao da amostra AB, distribuição de partículas mais larga, o que favorece ao maior fator de empacotamento, menor porosidade e melhor resistência mecânica. As amostras submetidas à infiltração vítrea apresentaram valor médio de resistência de 170,98 MPa estando dentro da faixa especificada pela norma ISO 6872 para aplicação como infra-estrutura em prótese odontológica. Comparando os resultados de resistência a flexão apresentados pelos corpos de prova obtidos com as três aluminas e relacionando os mesmos com as distribuição granulométrica apresentadas nas Figuras 20, 21 e 22 pode chegar a seguinte conclusão: a amostra AB apresentou menor tamanho de partícula e melhor distribuição granulométrica, o

que favoreceu a melhor resistência mecânica. Segundo SORENZEN et al. (1992) o alto conteúdo de partículas de alumina com dimensões entre 0,5 e 3,5µm faz com que o material melhore suas propriedades mecânicas.

Tabela 6 - Resultado de resistência à flexão da alumina AC com vidro e sem infiltração.

Amostras	Carga Máxima de flexão	Resistência Mecânica	Carga Máxima de flexão	Resistência Mecânica
	Com infiltração		Sem infiltração	
	(kgf)	(MPa)	(kgf)	(MPa)
1	0,25	2,32	40,95	214,71
2	0,27	2,51	37,40	160,77
3	0,38	3,52	12,46	139,00
4	0,58	5,38	9,15	152,67
5	0,27	2,55	14,78	180,48
6	0,31	2,90	13,65	178,28
<b>Media</b>	0,34	3,20	22,90	170,98
<b>Desvio</b>	0,11	1,04	15,22	24,21

Na Tabela 7 observa-se os valores de dureza dos corpos de prova obtidos com as aluminas AB, AC e AD. As amostras AB e AC apresentaram valores bem aproximados, 1168,9HV e 1144,6HV respectivamente. Estes valores são condizentes com os especificados pelo fabricante e aos encontrados JORGE (2007) e DIEGO et al. (2007), que também trabalhou com sistemas de alumina infiltrados com vidro. A Alumina AD apresentou um valor inferior, porém com uma dureza satisfatória para suportar os esforços aos quais a infra-estrutura em prótese odontológica poderá ser submetida. Assim como para a resistência mecânica, os resultados de dureza estão diretamente relacionados com a distribuição granulométrica e segundo RICE (1996), a influência negativa da porosidade na dureza da alumina, é mais acentuada do

que nas outras propriedades, que em geral tem uma diminuição de 0,8% a 35%, dependendo da quantidade de poros, inerentes às limitações do processamento.

Tabela 7 - Valores de microdureza Vickers das amostras obtidas com as Alumina AB, AC e AD.

Amostras	AB	AD	AC
1	1.574,8	1.038,5	947,3
2	1.077,8	1.429,3	1.057,2
3	950,1	1.041,6	872,2
4	1.133,6	1.026,1	1.235,5
5	1.220,7	1.087,8	872,2
6	1.056,5	1.072,7	980,6
<b>Valores médios de Microdureza (HV)</b>	1.168,9	1.144,6	955,3

A Figura 23 (a) e (b) ilustra as micrografias da morfologia da amostra de alumina AB. Estas imagens mostram a presença de poros esféricos e que estes estão distribuídos de forma uniforme, ressaltando que o processo de mistura (por ultra-som) e homogeneização da alumina com os aditivos foi eficiente.

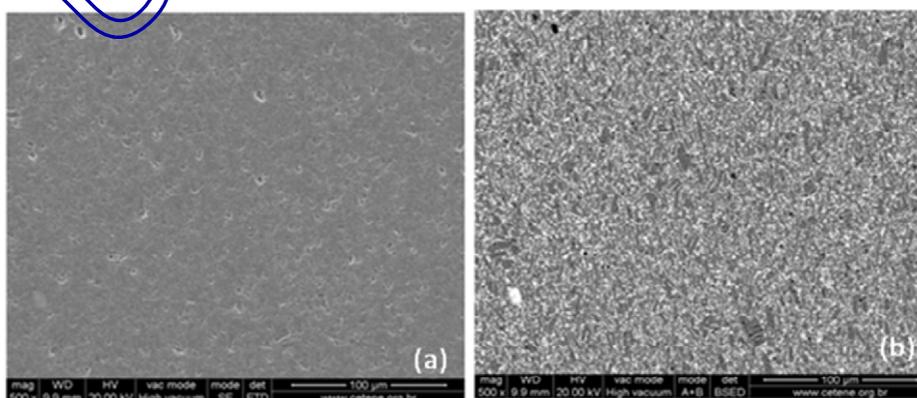


Figura 23 - Micrografia da morfologia da amostra de alumina AB com 500x (a) imagem obtida através de elétrons secundários; (b) imagem obtida através de elétrons retro espalhados.

A Figura 24 apresenta a morfologia da alumina AB analisada na mesma região mostrada anteriormente com um aumento de 2000X. Nas micrografias a alumina e o vidro aparecem preto e branco, respectivamente, isto porque o vidro tem um número atômico médio maior. Observa-se a preferência de crescimento dos cristais de alumina em forma de fibras (lamelar), com a fase vítrea preenchendo alguns interstícios. HORNBERGER (1995) observou que a taxa de penetração do líquido aumenta com o aumento do raio dos poros, com a diminuição da viscosidade e do ângulo de contato.

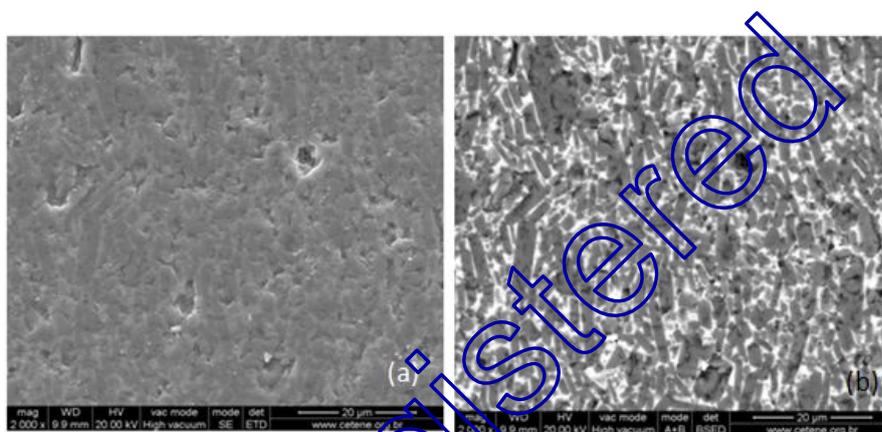


Figura 24 - Micrografia da morfologia da amostra de alumina AB com 2000X de aumento; (a) Imagem obtida através de elétrons secundários; (b) Imagem obtida através de elétrons retro espalhados.

A Figura 25 apresenta a morfologia da amostra de alumina AB analisada por elétrons retro-espalhados e por EDX. Com os resultados obtidos foi possível determinar a composição química qualitativa da matriz (alumina) e da fase vítrea. Pode-se observar com nitidez a presença da fase vítrea entre os cristais de alumina.

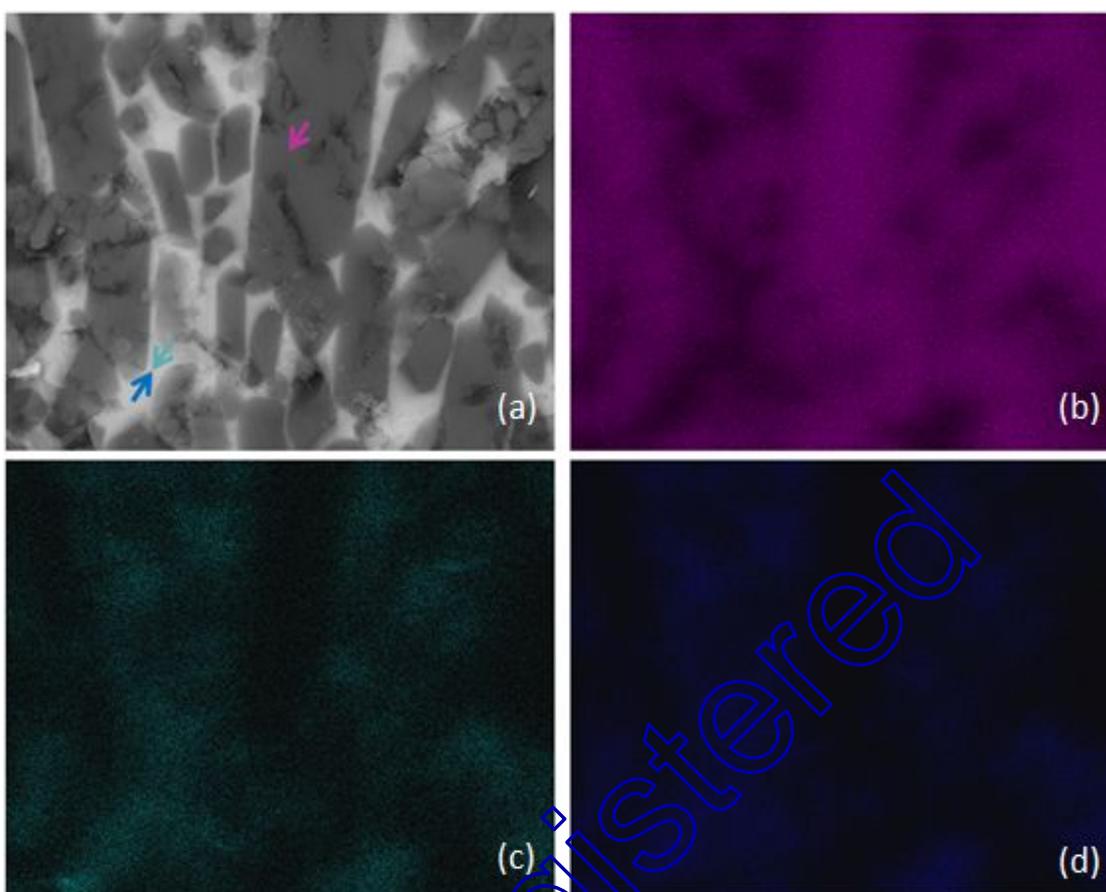


Figura 25 – Micrografia da morfologia da amostra de alumina AB por retro-espalhamento e EDX; (b) Mapa de distribuição química do Al; (c) Mapa de distribuição química do La; (d) Mapa de distribuição química do Si.

A Figura 26 (gráficos a, b e c) demonstra a composição química qualitativa por EDX dos substratos porosos. Observa-se a presença de picos de alumínio, lantânio e oxigênio, como também a presença de vários picos com menor intensidade de alguns outros elementos como: cálcio, silício, sódio, o que é esperado, pois são componentes básicos das cerâmicas.

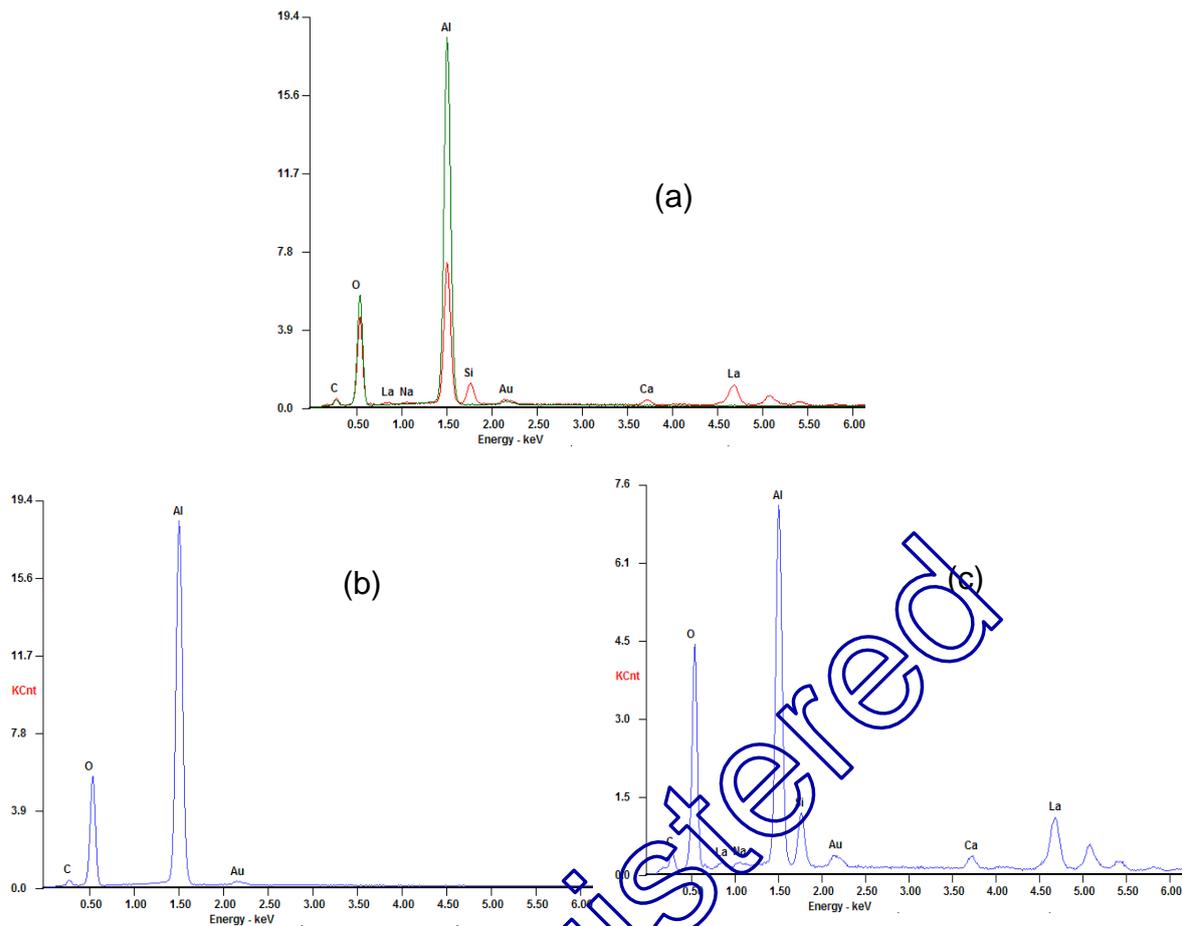


Figura 26 – Espectro da composição química qualitativa obtida por EDX, (a) espectro de todas as regiões, (b) espectro da matriz e (c) espectro da fase vítrea.

Apresenta-se na Figura 27 (a), (b), (c) e (d) as micrografias da superfície de fratura dos substratos. Pode-se observar a presença de poros, trincas e ramificações de trincas. Os pequenos raios de curvatura observados nas extremidades das trincas intensificam a concentração de tensões, favorecendo a redução da resistência mecânica. Essas observações corroboram com os resultados obtidos para a resistência a flexão, e estão diretamente relacionados à etapa de conformação.

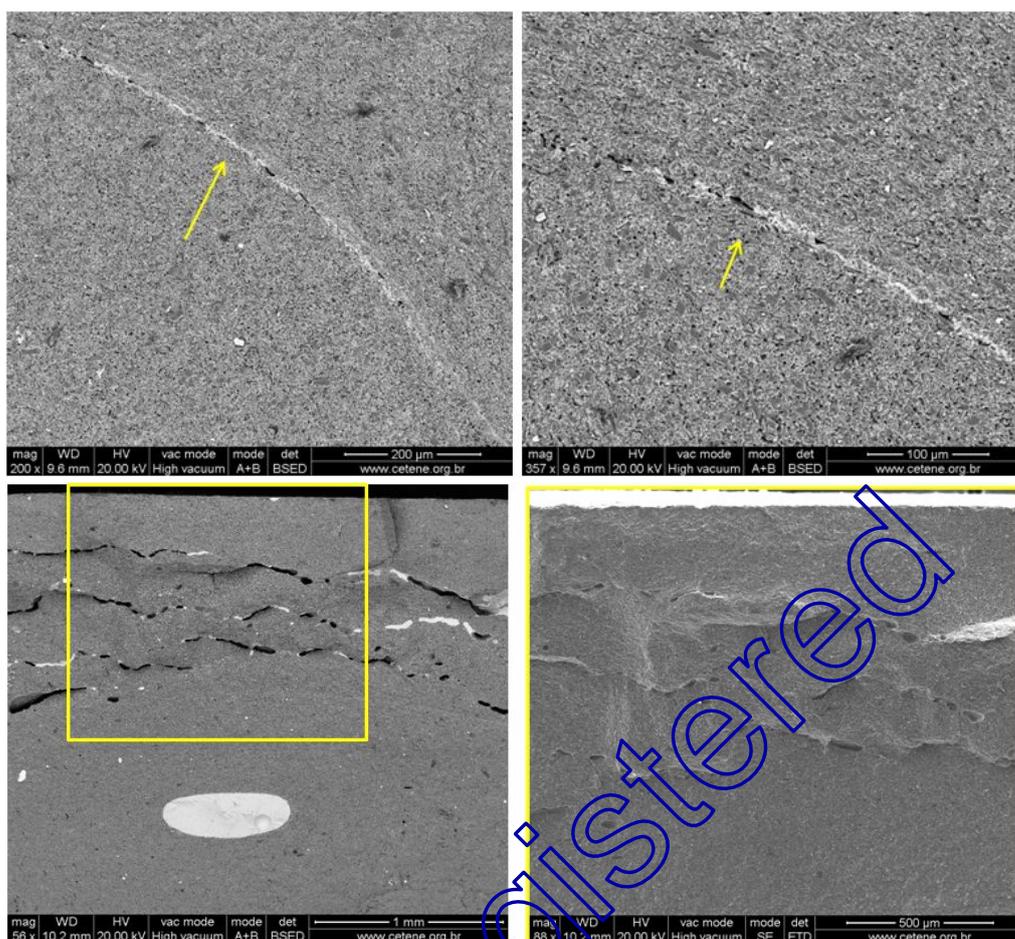
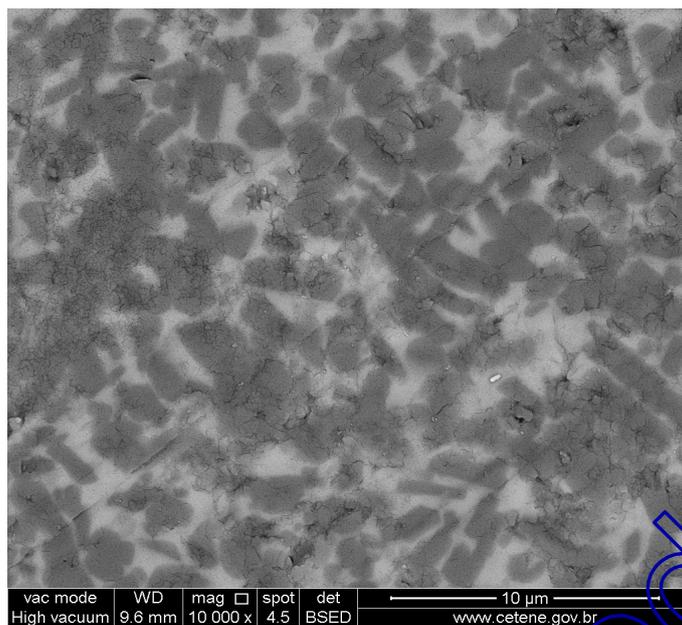
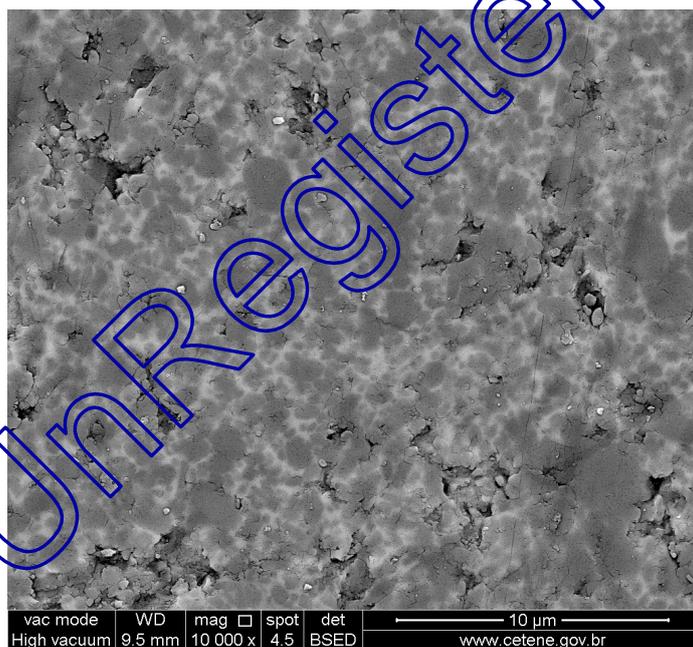


Figura 27 – Micrografias das superfícies de fratura dos substratos obtidos com a alumina AB.

Apresenta-se na Figura 28 (a) e (b) as micrografias da morfologia substratos infiltrados com a fase vítrea obtidos com as aluminas AC e AD, respectivamente. Pode-se observar a relação entre fase vítrea e partículas cerâmicas de alumina, as fases vítreas recobrem as partículas penetrando nos poros formados durante a pré-sinterização. Na micrografia da amostra AC observa-se o aspecto lamelar das partículas de alumina e menor quantidade de poros. A densificação observada nas micrografias é proveniente do empacotamento das partículas, favorecida pela dispersão destas. Provavelmente o empacotamento heterogêneo das partículas da alumina AD favoreceu a obtenção de estrutura mais porosa.



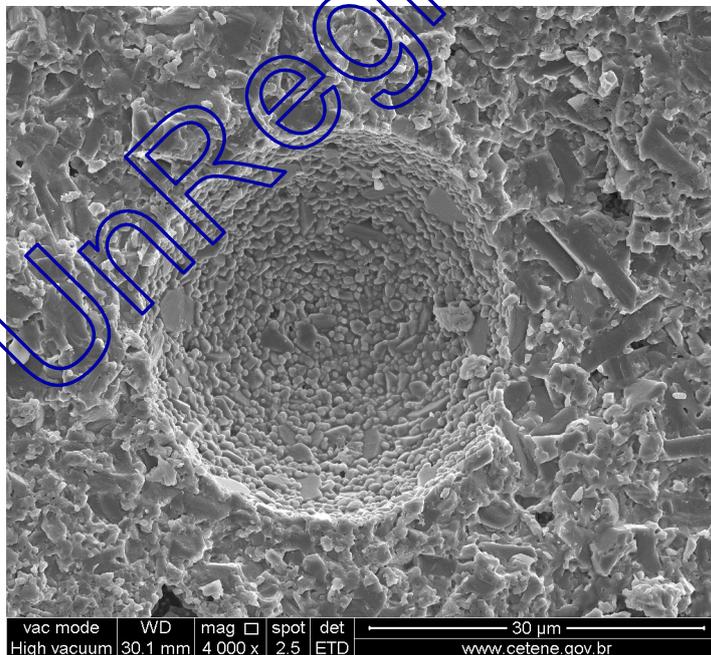
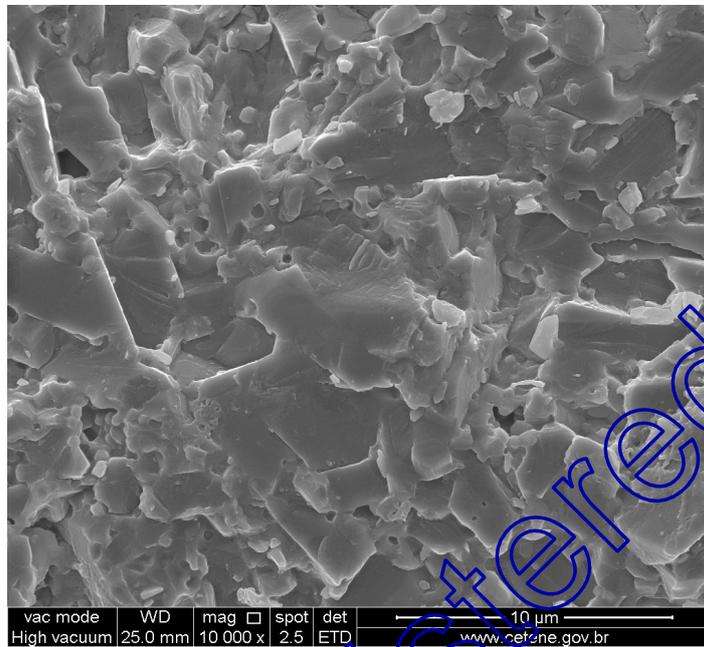
(a)



(b)

Figura 28 - Micrografia da morfologia das amostras de alumina AC(a) e AD(b) com 10000X de aumento. Imagens obtidas através de elétrons retro espalhados.

Apresenta-se na Figura 29 (a) e (b) as micrografias da superfície de fratura dos substratos obtidos com a alumina AB com 10.000X e 4000X, respectivamente, as imagens foram obtidas através de elétrons secundários.

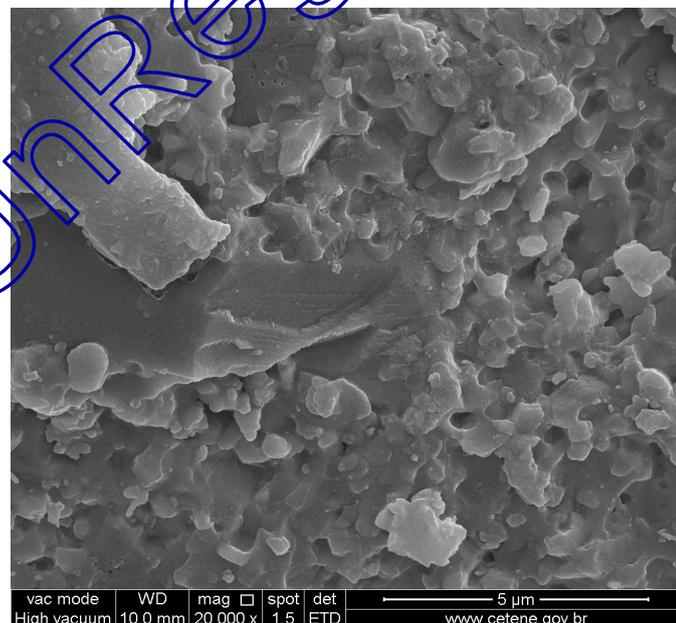
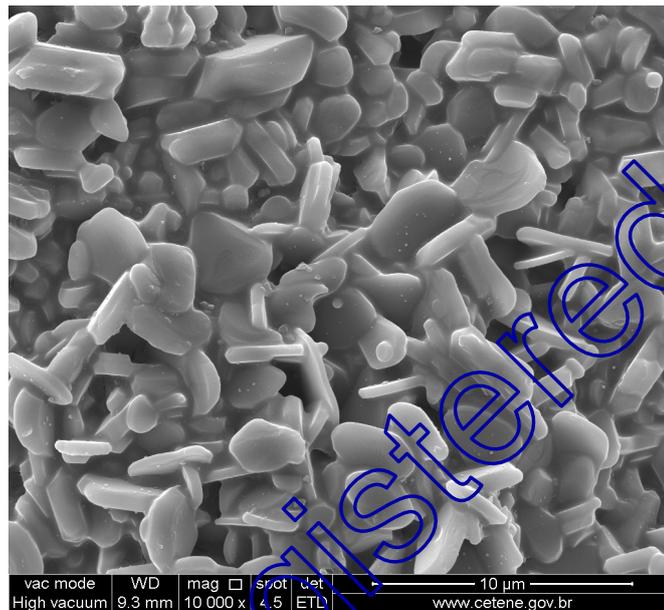


(b)

Figura 29 – Micrografias das superfícies de fratura dos substratos obtidos com a alumina AB.

Analisando as micrografias pode-se observar a presença de pequena quantidade de poros esféricos, intergranulares e não conectados, assim como, partículas lamelares de alumina.

Apresenta-se na Figura 30 (a) e (b) as micrografias das superfícies de fratura dos substratos infiltrados com a fase vítrea obtidos com as aluminas AC e AD, respectivamente.

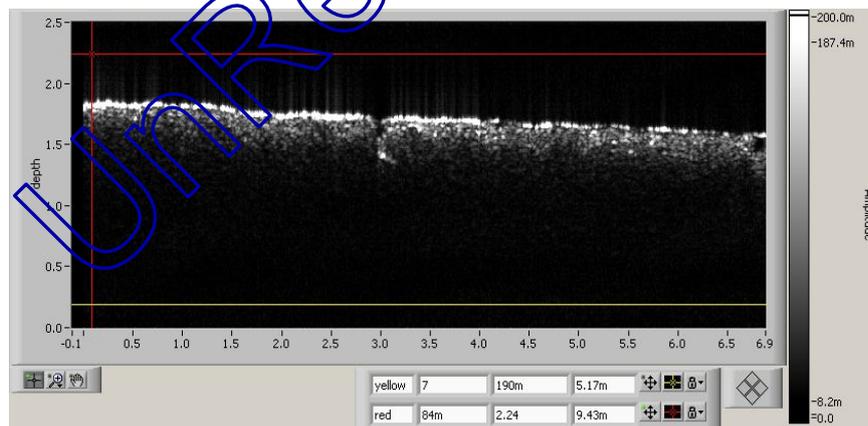
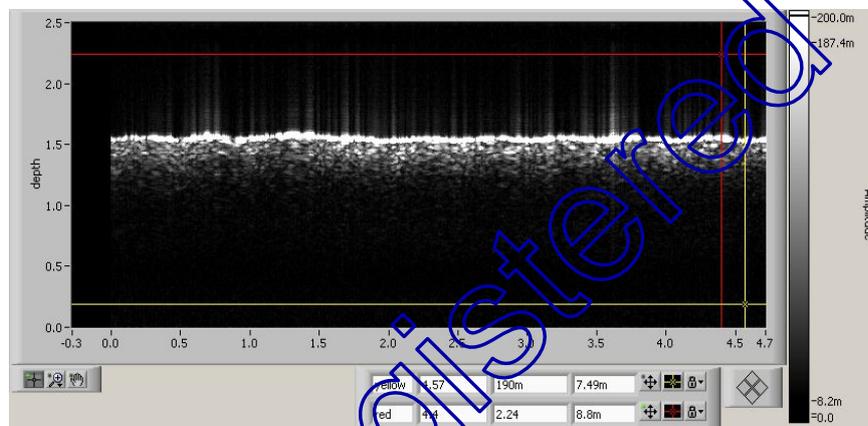


(b)

Figura 30 – Micrografias das superfícies de fratura dos substratos obtidos com as aluminas AC(a) e AD(b).

Observando as micrografias observa-se alguma porosidade remanescente, sendo esta mais acentuada na amostra AD. Segundo BECK (2006) o pó de vidro agente formador de fase vítrea possui partículas muito grandes o que resultaria em uma distribuição heterogênea no interior dos corpos cerâmicos. Os poros maiores podem estar relacionados ao processo de conformação, que como foi citado inicialmente apresenta algumas incoerências em função da falta de uniformização das camadas da barbotina durante o pincelamento.

A Figura 31 apresenta a imagem da distribuição da fase vítrea através da alumina obtida através do exame de tomografia por coerência óptica.



(b)

Figura 31 – Imagem da distribuição da fase vítrea através do substrato poroso de alumina (a) distribuição mais uniforme da fase vítrea, (b) falhas pontuais da infiltração vítrea.

É possível observar na amostra obtida com a alumina do tipo AB que a infiltração do vidro foi uniforme, formando uma camada de vidro na interface. Para algumas amostras observou-se que a superfície apresentava irregularidades, comprometendo o processo de infiltração vítrea. A tomografia é uma técnica de grande valia para a clínica odontológica, pois através deste dispositivo é possível fazer o diagnóstico de cistos, processos inflamatórios e tumores, também para prever da longevidade de uma restauração cerâmica.

UnRegistered

## 5. CONCLUSÃO

Apresenta-se nos tópicos abaixo as principais conclusões obtidas.

Através da análise mineralógica do pó da alumina AB foi possível observar a presença de picos característicos da alumina e de outras fases, consideradas como impurezas. As aluminas AP, AC e AD apresentaram apenas picos característicos da alumina.

Quanto a análise granulométrica observou-se que a alumina AP apresenta uma distribuição granulométrica mais larga e a alumina AC apresenta distribuição granulométrica mais uniforme. A alumina AB apresenta partículas de diâmetro médio igual a  $4,8\mu\text{m}$ ; a alumina AP, AC e AD  $15,93\mu\text{m}$ ,  $9,37\mu\text{m}$  e  $1,65\mu\text{m}$ , respectivamente. A alumina AD apresentou partículas muito finas com distribuição estreita.

A resistência à flexão dos substratos porosos foi muito baixa, como era esperado, confirmando que a resistência da infra-estrutura só é adquirida com a infiltração vítrea.

Os melhores valores de resistência à flexão e dureza foram observados para os substratos infiltrados com vidro e obtidos com a alumina AB, no entanto, as aluminas AD e AC apresentaram valores adequados para aplicações odontológicas.

A análise da morfologia dos substratos mostrou que estes apresentam poros esféricos, cristais de alumina na forma de lamelas e a presença da fase vítrea entre os cristais de alumina.

A imagem da distribuição da fase vítrea foi observada através de tomografia por coerência óptica, mostrando que a camada é mais espessa na superfície.

Portanto, a partir das conclusões supracitadas pode-se verificar a influência das características das partículas do pó inicial, do processamento e da microestrutura sobre as propriedades mecânicas do produto final.

## 6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Determinação das propriedades mecânicas como tenacidade à fratura e fadiga;
- Avaliação da ciclagem mecânica da resistência à flexão da cerâmica;
- Influência da temperatura de sinterização nas propriedades mecânicas dos compósitos alumina-vidro de lantânio;
- Avaliação da resistência adesiva entre uma cerâmica aluminizada e um cimento resinoso submetidos à ciclagem térmica;
- Avaliação das espessuras da fase vítrea e infraestrutura, através do tomógrafo por coerência ótica.

UnRegistered

## 7. REFERÊNCIAS

ADELL, R., LEKHOLM, U., BRÅNEMARK, P. I. **A 15 year study of osseo integrated implants in the treatment of edentulous jaws**. Int. Journal Oral Surgery, v.10, p. 387-416, 1981 apud SÁ, C.C.M, **Microestrutura e Propriedades Mecânicas de Compósitos Alumina-Zircônia para Próteses Dentárias**, Tese de Doutorado em Ciências dos Materiais. Rio de Janeiro: Instituto Militar de Engenharia. 2004.

ANDERSON, B., SCHÄRER, P., SIMION, M. et al. Ceramic implant abutments used for short-span fixed partial dentures: A prospective 2-year multicenter study. **The International Journal of Prosthodontics**, v. 12, p. 318- 324, 1999.

ANDREETA, E. R. M. et. al. Solidificação direcional do eutético Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/GdAlO<sub>3</sub> por fusão a laser. **Cerâmica**, São Paulo, v.48, n. 305, Mar. 2002. Disponível em <[http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S0366-69132002000100007&lng=en&nrm=iso](http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0366-69132002000100007&lng=en&nrm=iso)>. Acesso em: 25 Mar. 2009.

ANUSAVICE, K.J., **Phillips Materiais Dentários**, 11ª edição, Rio de Janeiro: Elsevier Editora Ltda, 2005.

ANUSAVICE, K.J. **Materiais Dentários**, 10ª Edição, Rio de Janeiro: Editora Guanabara Koogan, cap. 26, 1998.

BAN S, ANUSAVICE KJ. Influence of test method on failure stress of brittle materials. **J Dent Res**. 1990 Dec.;69(12):1791-9.

BECK, H., **Estudo das Cerâmicas de CeO<sub>2</sub> - ZrO<sub>2</sub> – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Consolidadas por filtração e Sinterização na Presença de Vidro Visando Aplicações Estruturadas**, 2006, Dissertação de Mestrado, INPE, São José dos Campos, SP, Brasil.

BLIXT, M.. Bonding to denseley sintered alumina surfaces:effect of sandblasting and silica coating on shear bond strength of luting cements. **Int. J. Prosthodont.**,v.13,p.221-226,May/June 2000.

BOTINO, MA et al. **Materiais Cerâmicos**. IN: Estética em Reabilitação Oral Metal Free. 1 ed. São Paulo : Artes Médicas, 2000. P. 173-331

CALLISTER, W. D. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. Rio de Janeiro: LCT; 7ªEd, 2008.

CESAR P.F., YOSHIMURA H.N., MIRANDA W.G. Jr., MIYAZAKI C.L., MUTA L.M., RODRIGUES F.L.E. Relationship between fracture toughness and flexural strength in dental porcelains. **J Biomed Mater Res Part B. Appl Biomater**. 2006 Aug.;78(2):265-73.

CONCEIÇÃO, E.N. et al. **Restaurações Estéticas: compósitos, cerâmicas e implantes**. 1<sup>o</sup> ed. São Paulo: Ed. Artmed, 2005. Cap. 8, p. 198-217.

CHAIN, M.C., ARCARI, G.M., LOPES, G.C. Restaurações cerâmicas estéticas e próteses livres de metal. **RGO**, Porto Alegre, v.48, p.67-70, 2000.

CRAIG, Robert G., POWERS, John M. **Livro Materiais Dentários Restauradores**. São Paulo: Editora Santos, p.552 a 571, 2004.

DELLA BONA, SHEN, ANUSAVICE. Microtensile strength of composite bonded to hot-pressed ceramics. **J Adhes Dent 2000 Winter**; 2(4): 305-13, 2004.

DIEGO, A.A.; SANTOS, C.; LANDIM, K.T.; BOTTINO, M.A., ELIAS, C.N., Efeito do tratamento térmico pós-infiltração nas propriedades de cerâmicas dentárias do sistema InCeram. **Anais IN: 51º CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA**, Bahia, 2007.

FAIRHURST C. W, LOCKWOOD P. E, RINGLE R. D, TWIGGS S. W. Dynamic fatigue of feldspathic porcelain. **Dent Mater**, 1993 July, 9:269 – 73.

FERNANDES NETO, A. J. e SIMAMOTO JUNIOR P. C., **Cerâmica Odontológica**. Disponível em <http://www.fo.unic.br/downloads/PorOdo.pdf>, Acesso em: 12 de agosto de 2009.

FREITAS, A.P., SÁBIO,S., COSTA, L.C., PEREIRA,J.C., FRANCISCONE, P.A.S. Cimentação adesiva de restaurações cerâmicas. *Salusvita*, Bauru, v.24, n.3, p.447-457, 2005.

FISCHER, H., RENTZSCH, W., MARX, R. Elimination of low-quality ceramic posts by proof testing. **Dental Materials**, 18(8), p. 570-575, 2002.

GARONE NETTO, N., BURGER, R. C. **Inlay e Onlay em Dentística: Cimentações Adesiva com Cimentos Resinosos**. In: Todescan, F, F., Botino, M. A. Atualização na Clínica Odontológica, A prática da Clínica Geral. 1 ed. São Paulo: Artes Médicas, 1998.

GEMALMAZ, D.; ÖZCAN, M.; ALKUMRU, H. N. A clinical evaluation of ceramic inlays bonded with different luting agents. **J. Adhes. Dent.**, v. 3, n. 3, p. 273-283, 2001.

GERMAN, R. M., *Acta Metall. Mater.* 40 (9) (1992) 2085.

GOMES E. A., ASSUNÇÃO, W. G., ROCHA, E. P., SANTOS, P. H., Cerâmicas odontológicas: O estado atual. *Ceramic in dentistry: current situation* *Cerâmica* 54, 2008.

GREGORI G., BURGER W., SERGO V. Piezo-spectroscopic analysis of the residual stress in zirconia-toughened alumina ceramics: the influence of the

tetragonal-to-monoclinic transformation. **Materials Science and Engineering**, 271, p. 401-406, 1999.

GUGGENBERGER, R. Das Rocatec-System – **haftung durch tribochemischi beschichtung**. Dtsch Zahnärztl Z 1989; 44:874-6.

HELMUS M.N.; TWEDEN K., Materials Selection, In: **Encyclopedic Handbook of Biomaterials and Bioengineering**, Part A, Vol.1, pp.27-59, 1995.

HOLLEG, H. et al. **Sistemas In-Ceram: uma alternative para a otimização estética em prótese unitária**. Odonto Pope, Baurú, v. 2, p 379-88, 1998.

HORNBERGER, H., PhD Dissertação, Universidade de Birmingham, 1995.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDAR DIZATION Dental, Ceramic ISO Standard 6872. Geneva: ISO, 1995.

KINA, S. et al. **Laminados Cerâmicos**. In: MIYASHITA, E., FONSECA, A.S. **Odontologia estética: o estado da arte**. 1ª ed. São Paulo: Artes Médicas, 2005, p.181-202.

KHORST P, DITTMER MP, BORCHERS L, STIESCH-SCHOLZ M. Influence of cyclic fatigue in water on the load-bearing capacity of dental bridges made of zirconia. **Acta Biomater**. 2008;4(5):1440-7. Epub 2008 May.

KRELL, A., Improved Hardness and Hierarchic Influences on Wear in Submicron Sintered Alumina, **Mat Sci Engin**, v.209, n.4, p.156-163, 1996.

LA CROIX, S.P., JOAO, M., NÓBREGA, M.C. **Prensagem uniaxial de cerâmica dental**. Artigo resumido da Tese de Mestrado (COPPE-UFRJ), 1998. 22p.

LOURO, L.H.L., TRATEL, M., ROCHA, J.C.da, Aluminas nacionais infiltradas com vidro para prótese odontológica. Anais. IN: 51º CONGRESSO NACIONAL DE CERÂMICA, 2007, Bahia.

MARCOS, P J.B., CASTRO, R.H.R., GOUVÊA D., Estudos de Suspensões de Zircônia e Magnésia em Etanol, **Cerâmica**, v.47, n.304, Oct./Nov./Dec., 2001.

MCLEAN, J.W. Evolution of dental ceramics in the twentieth century. **J Prosth Dent**, v. 85, n.1, p. 61-6, 2001.

MCLEAN, J.W., HUGHES, T.H., The Reinforcement of Dental Porcelain with Ceramic Oxides, **Br Dent J**, v. 119, pp. 251-267, 1965.

MIRANDA, C.C.. Sistema In-Ceram Alumina. **Rev Bras Prótese**. Clin Lab. Curitiba, v.1, p.163-72, 1998.

MIRANDA, C.C. - Coroas metalo-cerâmicas x Ceramo-cerâmicas. **Anais**. IN: 16<sup>o</sup> CONCLAVE INTERNACIONAL DE CAMPINAS. ISSN 1678-1899-n<sup>o</sup> 115 - Março/Abril 2005.

MIYASHITA, E. **Avaliação da influência da ciclagem mecânica na resistência à flexão de cerâmicas**. RESUMO de parte da tese de doutorado em Odontologia Restauradora (àrea de concentração em prótese) - Clínica Odontológica - BRAS 2004 abril/jun7(2):47-54

MORENA, R., LOCKWOOD, P.E. Fracture toughness of commercial dental porcelains. **Dent Mater** .1986; 2:58-62.

NISHIOKA, R. S., BOTTINO, M. A., SOUZA, F. A., LOPES, A. G. Carga imediata e restauração protética definitiva com pilares protéticos personalizados. **Rev. Bras. de Implantodontia e Prótese sobre Implantes**. 10, n. 38, p. 98-102, 2003.

ORÉFICE, R. L.; PEREIRA, M. M.; MANSUR, H. S. **Biomateriais: fundamentos e aplicações**. Rio de Janeiro: Cultura Médica, 2006.

PROBSTER, L., DIEHL J. Slip-casting alumina ceramics for crown and bridge restorations. **Quintessence International**, 1992, 23:25-31.

RATNER, B. D., **Biomaterials Science. An Introduction to Materials in Medicine**, 2004.

REED, J. **Introduction to the principles of ceramic processing**. John Willey & Sons. New York – USA, 1987.

REID, C.N.; FISHER, J.; JACOBSEN, P.H. **Fatigue and wear of dental materials**. J. Dent., Guildford, v.18, n.4, p.209-215, Aug. 1990 apud SCHALCH, M.V., **Estudo da Fadiga Flexural da Porcelana Feldspática: Efeito da Ciclagem Mecânica e Limite de Resistência pelo Método de Escada**, Tese de doutoramento em Reabilitação Oral – área de concentração: Prótese. Araraquara: Universidade Estadual Paulista, 2006.

RICE, R.W., in **Treatise on Materials Science and technology**, Vol 11, Ed. RK MacCrone, Academic Press, New York, 1996.

SADOUN, M. All-ceramics bridges with slip casting technique. IN: 7<sup>th</sup> INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON CERAMICS. Paris, 1988.

SINDEL J.; PETSCHELTt A.; GRELLNER F, DIERKEN C, GREIL P., Evaluation of subsurface damage in CAD/CAM machined dental ceramics. **J Mater Sci-Mater Med** 9:291–295, 1999.

SORENSEN, J. A., KNODE H., TORRES, T. J., In-Ceram. All-ceramic bridge technology. **Quintessence Dent Technol**, v. 16, pp. 41-46, 1992.

TINSCHERT J., NATT G., MAUTSCH W., AUGTHUN M., SPIEKERMANN H. Fracture resistance of lithium disilicate, alumina, and zirconia-based three-unit fixed partial dentures: a laboratory study. **Int J Prosthodont** 2001; 4:231-8.

TSETSEKOU, A., AGRAFIOTIS, C., MILIAS, A. Optimization of the Rheological properties of Alumina Slurries for Ceramic Processing Applications. Part I: Slip P Casting”, **Journal of European Ceramic Society**, v.21, pp. 363-373, 2001.

WAGNER, W.C., CHU, T.M. Biaxial flexural strength and indentation fracture toughness of three new dental core ceramics. **J Prosthet Dent**, v. 76, p.140-4, 1996.

WILLIAMS D.F., ATALA A. The specifications for biomaterials in regenerative medicine. **Nat Mater**, in press, 2008.

VON STEYERN, P.V., JÖNSSON, O., NILMER, K. **Five-Year Evaluation of posterior All-Ceramic Three-unit (In Ceram) FPDs**, *Int J Prosthodont*, v.14, n.4, pp. 379-384, 2001 apud JORGE, M.Z., **Moldagem de Forma Quase Final de Infra-Estrutura Cerâmica**, Tese em doutoramento em Ciências em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Rio de Janeiro: Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2007.

YUAN, H. et al. Bone induction by porous glass ceramic made from Bioglass (45S5). **Journal of Bone and Mineral Research**, v. 58, n. 3, p. 270- 6, may. 2001.

YOSHIMURA, H.N., MOLISANI, A.L., SIQUEIRA, G.R., CAMARGO A.C. DE, NARITA N.E, CESAR P.F. GOLDENSTEIN H. - **Efeito da porosidade nas propriedades mecânicas de uma alumina de uma elevada pureza-Cerâmica**. 51 239-252. 2005.

ZANOTTO, E.D., MIGLIORE JR.A.R.- **Propriedades de materiais cerâmicos : Uma introdução** - Cerâmica,37(247) Janeiro /Fevereiro 1991.

**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE  
MATERIAIS**

**PROJETO DE DISSERTAÇÃO**

**ALUNA:** Maria Zilda Albuquerque Araújo Maia

De acordo com a proposta do projeto de dissertação:

---

Aluna

---

\_\_\_\_\_  
Orientadora

---

\_\_\_\_\_  
Co-Orientador

UnRegistered

# Livros Grátis

( <http://www.livrosgratis.com.br> )

Milhares de Livros para Download:

[Baixar livros de Administração](#)

[Baixar livros de Agronomia](#)

[Baixar livros de Arquitetura](#)

[Baixar livros de Artes](#)

[Baixar livros de Astronomia](#)

[Baixar livros de Biologia Geral](#)

[Baixar livros de Ciência da Computação](#)

[Baixar livros de Ciência da Informação](#)

[Baixar livros de Ciência Política](#)

[Baixar livros de Ciências da Saúde](#)

[Baixar livros de Comunicação](#)

[Baixar livros do Conselho Nacional de Educação - CNE](#)

[Baixar livros de Defesa civil](#)

[Baixar livros de Direito](#)

[Baixar livros de Direitos humanos](#)

[Baixar livros de Economia](#)

[Baixar livros de Economia Doméstica](#)

[Baixar livros de Educação](#)

[Baixar livros de Educação - Trânsito](#)

[Baixar livros de Educação Física](#)

[Baixar livros de Engenharia Aeroespacial](#)

[Baixar livros de Farmácia](#)

[Baixar livros de Filosofia](#)

[Baixar livros de Física](#)

[Baixar livros de Geociências](#)

[Baixar livros de Geografia](#)

[Baixar livros de História](#)

[Baixar livros de Línguas](#)

[Baixar livros de Literatura](#)  
[Baixar livros de Literatura de Cordel](#)  
[Baixar livros de Literatura Infantil](#)  
[Baixar livros de Matemática](#)  
[Baixar livros de Medicina](#)  
[Baixar livros de Medicina Veterinária](#)  
[Baixar livros de Meio Ambiente](#)  
[Baixar livros de Meteorologia](#)  
[Baixar Monografias e TCC](#)  
[Baixar livros Multidisciplinar](#)  
[Baixar livros de Música](#)  
[Baixar livros de Psicologia](#)  
[Baixar livros de Química](#)  
[Baixar livros de Saúde Coletiva](#)  
[Baixar livros de Serviço Social](#)  
[Baixar livros de Sociologia](#)  
[Baixar livros de Teologia](#)  
[Baixar livros de Trabalho](#)  
[Baixar livros de Turismo](#)