

**RICARDO SGURA**

**Influência da inserção de fibras de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$  na resistência mecânica de *monolayers* e *bilayers* de cerâmicas odontológicas**

São Paulo

2010

# **Livros Grátis**

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

Milhares de livros grátis para download.

**RICARDO SGURA**

**Influência da inserção de fibras de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$  na resistência mecânica de *monolayers* e *bilayers* de cerâmicas odontológicas**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, para obter o título de Mestre pelo Programa de Pós-Graduação em Odontologia.

Área de Concentração: Materiais Dentários

Orientador: Prof. Dr. Igor Studart Medeiros

São Paulo

2010

## FICHA CATALOGRÁFICA

## FOLHA DE APROVAÇÃO

Sgura R. Influência da inserção de fibras de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$  na resistência mecânica de *monolayers* e *bilayers* de cerâmicas odontológicas. Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo para a obtenção do título de mestre em Odontologia.

Aprovado em    /    /2010

### Banca Examinadora

1) Prof(a). Dr(a). \_\_\_\_\_

Titulação: \_\_\_\_\_

Julgamento: \_\_\_\_\_ Assinatura: \_\_\_\_\_

2) Prof(a). Dr(a). \_\_\_\_\_

Titulação: \_\_\_\_\_

Julgamento: \_\_\_\_\_ Assinatura: \_\_\_\_\_

3) Prof(a). Dr(a). \_\_\_\_\_

Titulação: \_\_\_\_\_

Julgamento: \_\_\_\_\_ Assinatura: \_\_\_\_\_

## **DEDICATÓRIA**

Dedico este trabalho à minha esposa Renata e aos meus filhos Bruno e Felipe.

Todas as lutas e vitórias da minha vida só fazem sentido por vocês existirem.

Que venham outras!

## AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer ao meu orientador e amigo **Prof. Dr. Igor Studart Medeiros** por me aceitar e confiar a mim a continuidade do seu projeto, dando-me liberdade de ação e sempre me respeitando como pessoa.

Agradeço ao **Prof. Dr. Antônio Carlos Hernandez** por me receber no Grupo de Crescimento de Cristais e Materiais Cerâmicos do Instituto de Física da USP - São Carlos, assim como a todos do grupo que me ajudaram na busca pelo desenvolvimento e caracterização das fibras cerâmicas, em especial o **Dr. Marcello Rubens Barsi Andreetta**, a **Dra. Maria Inês Basso Bernardi**, a **Sra. Erica Regina de Favari Signini**, o **Sr. Elderson Cássio Domenicucci**, o **Sr. Geraldo José Mangerona Frigo**, o **Sr. Luís Carlos Caraschi**, o doutorando **Bruno Zaniboni Saggiaro**.

A todos do Departamento de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia da USP. À **Prof. Dra. Rosa Helena Miranda Grande**, primeira docente a me receber no Departamento, à **Sra. Rosa Cristina Nogueira** pelo carinho e amizade, ao **Prof. Dr. Antônio Muench**, pelas divagações a respeito do comportamento resiliente e visco-elástico dos seres humanos, ao **Prof. Dr. Paulo Francisco César** pelo auxílio nos tópicos relacionados às cerâmicas, aos **Srs. Antônio Carlos Lascala e Sílvio Peixoto Soares** pela ajuda indispensável.

À **Liz Zanchetta D'Agostino**, **Mariane Brumatti** e **Juliana Livi** do Laboratório de Caracterização Tecnológica do Departamento de Engenharia de Minas e Petróleo da Escola Politécnica da USP pelas caracterizações do MEV e difratometria, essenciais para o trabalho.

Aos meus colegas e amigos discentes da pós graduação. Aos que me passaram no primeiro ano de mestrado seus conhecimentos em pesquisa na área de materiais: **Vinícius Rosa, Bárbara Ornaghi, Breno Mont'Alverne Haddade Silva, Flávia Pires Rodrigues, André Guaraci De Vito de Moraes, Caroline Lumi Miyazaki, Letícia Cristina Cidreira Boaro, Maurício Neves Gomes.** Àqueles que, mais recentemente, dividiram suas descobertas e experiências na área de cerâmicas comigo: **Maico Dutra de Araújo, Karen Akemi Fukushima.**

Até a apresentação deste trabalho tenho a certeza de que muitos outros colegas da instituição e novos amigos estenderão as mãos em meu socorro, assim como eu também terei enorme prazer em ajudá-los.

Aos meus “mestres” da Universidade Federal Fluminense **Prof. Dr. Eduardo Moreira da Silva** e **Prof. Dr. José Guilherme Antunes Guimarães,** pelos ensinamentos e por me ajudarem a ver que o caminho mais curto nem sempre é o melhor.

À **Mãe Li** por me fazer acreditar em mim mesmo e na força da minha família e por velar por ela.

Aos meus sogros **José Carlos** e **Vera Lúcia** por receberem a mim como a um filho em sua casa e por abrirem mão de seu sossego e rotina para permitirem a mim e à Renata que prosseguíssemos nas nossas batalhas diárias.

Aos meus pais **José** e **Myriam** que sempre me deram o apoio necessário para que eu pudesse transformar meus sonhos em realidade. Vocês me ensinaram o amor, o cuidado e a responsabilidade que terei também no trato com os meus filhos. Tudo que sou hoje devo a vocês dois.

À minha esposa **Renata** por sempre aceitar minhas escolhas e encarar ao meu lado as lutas e mudanças advindas delas. Neste período de grandes transformações



sempre se mostrou forte e companheira, me estimulando a prosseguir e descobrir meus potenciais. Por tudo que me ensinaste pelo exemplo meu eterno amor e gratidão. Hoje sou uma pessoa melhor por sua causa.

Aos meus filhos, pelo amor diário e incondicional. Obrigado por terem me escolhido como um dos responsáveis pela sua criação. Espero não decepcioná-los nesta linda missão.

## EPÍGRAFE

*"No fim tudo dá certo, e se não deu certo é porque ainda não chegou ao fim".*

Fernando Sabino

Sgura R. Influência da inserção de fibras de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$  na resistência mecânica de *monolayers* e *bilayers* de cerâmicas odontológicas [dissertação]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2010.

## RESUMO

O presente estudo avaliou a adição de fibras cerâmicas de 0,5mm de diâmetro de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$  obtidas por fusão a laser (método LHPG - laser heated pedestal growth) em porcelanas de cobertura dos sistemas In Ceram Alumina, In-Ceram 2000 Al Cubes e In-Ceram 2000 YZ Cubes para CEREC (VITA Zahnfabrik). Barras confeccionadas apenas com a porcelana de cobertura (VM7 ou VM9 - *monolayers*) ou constituídas por ambas a cerâmica da infraestrutura e porcelana de cobertura (*bilayers*) receberam as fibras dispostas longitudinalmente nas proporções de 10 ou 17% vol. Barras que não receberam fibras serviram como controle dos grupos. Os corpos-de-prova (CP) com fibras assim como os do grupo controle foram submetidos a um teste de flexão em três pontos. Foram calculadas as médias para a densidade e resistência à flexão dos CP, assim como para as fibras isoladamente. A tenacidade à fratura das fibras também foi mensurada. Em todos os casos a análise de variância de um fator e o teste de Tukey com 5% de significância foram aplicados. Microscopia eletrônica de varredura foi utilizada para caracterização microestrutural das fibras e para estudo fractográfico. Foram realizadas análises de difratometria por raio-x dos materiais cerâmicos nos estados pré e pós-sinterização, assim como foram determinados os coeficientes de expansão térmico-linear das porcelanas de cobertura por dilatometria. Os CP *monolayers* da porcelana VM9 contendo fibras apresentaram, após a sinterização, trincas e falhas, o que impediu a continuidade dos testes com os grupos de cerâmicas do sistema In-Ceram 2000 YZ Cubes. Os CP com fibras adicionadas à porcelana VM7 em 17% vol. apresentaram resistência à flexão aumentada em 43% comparados aos CP do grupo controle, sem fibras. Nos grupos *bilayers* as fibras propiciaram aumento apenas numérico da resistência à flexão do conjunto, porém de forma não significativa.

Palavras-Chave: Cerâmica, Fibras para reforço, Resistência à flexão, Microscopia eletrônica de varredura, Prótese Parcial Fixa

Sgura R. Flexural strength of ceramic monolayers and bilayers bars reinforced by  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$  fibers [dissertation]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2010.

## ABSTRACT

This study evaluated the addition of 0.5mm of diameter  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$  fibers obtained by LHPG (Laser Heated Pedestal Growth) to veneering porcelains of the following materials: porcelain monolayers: VM7 and VM9; Bilayers: In-Ceram Alumina + VM7, In-Ceram 2000 AL Cubes + VM7 and In-Ceram 2000 YZ Cubes for CEREC + VM9 (VITA Zahnfabrik). The specimens (bars) were composed by only the veneer porcelain (monolayer) or both the veneer and the framework (bilayer). The new ceramic composites contained longitudinal fibers in 10 or 17% vol. Specimens without fibers were used as control. A metallic device was developed for the standardization of the fiber's position inside the specimens. The means of the fracture toughness, density and flexural strength of the developed fibers were calculated as well as the density and flexural strength of the composites. One way ANOVA and a Tukey test (5%) were applied. Characterizations of fiber/porcelain interface and fractographic analysis were carried out after scanning electronic microscopy (SEM) of bars. X-ray diffractometry and dilatometry were also performed. Vm9 porcelain showed incompatibility with the fibers, probably due to differences between the coefficients of thermal expansion of fibers and porcelain. VM7 monolayers with the addition of 17% of fibers in volume showed significantly higher resistance in relation to control. It was concluded that the inclusion of ceramic fibers of  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$  to veneer porcelain improves its flexural strength.

Keywords: Ceramic, Fibers, Flexural strength, Dye, Smear layer, Scanning electron microscopy, Fixed partial denture

## LISTA DE FIGURAS

- Figura 2.1 - Esquema representativo do mecanismo de reforço dos materiais cerâmicos por fibras (Kelly, 2006) . ..... 24
- Figura 2.2 - Mecanismo de aumento da tenacidade por deflexão de trincas (Cesar, 2002).....25
- Figura 2.3 - Mecanismo de “crack bridging” .....25
- Figura 2.4 - Desenhos esquemáticos: A) pedestal e semente adaptados ao motor inferior e superior, respectivamente; B) incidência do feixe laser; C) junção da semente com o pedestal e observação da zona fundida (em amarelo); D) deslocamento do pedestal e da semente e obtenção da fibra após a fusão. .... 27
- Figura 2.5 - LHPG desenvolvido por Fejer, MM et al. (Fejer et al., 1984). .....28
- Figura 2.6 - Microestrutura de fibras de  $Al_2O_3/GdAlO_3$  obtidas por LHPG em diferentes velocidades. (A) 4,2 mm/h – escrita chinesa; (B) 42,0 mm/h – escrita chinesa/complexo regular (Andreeta et al., 2002). ....29
- Figura 2.7 - Microestrutura de uma fibra de  $Al_2O_3/GdAlO_3$  puxada a uma velocidade de 96mm/h ilustrando a coexistência dos padrões de “escrita chinesa” e complexo regular (Medeiros et al., 2007).. .... 30
- Figura 2.8 - Fotomicrografia demonstrando boa interação das fibras de  $Al_2O_3/GdAlO_3$  (F) com a porcelana de cobertura (P) Cerabien (Noritake) (Medeiros et al., 2009).....31
- Figura 4.1 - Pedestais de secção transversal de 1,0 x 1,0mm de  $Al_2O_3/Gd_2O_3$  pré-sinterizados.....33
- Figura 4.2 - (A) Laser de CO<sub>2</sub>; (B) Câmara de crescimento das fibras.....34
- Figura 4.3 - Desenho esquemático da câmara de crescimento de fibras pela técnica de LHPG ..... 35

Figura 4.4 - Fibra ao término do puxamento ainda presa ao motor superior .....	36
Figura 4.5 - Fibra de $Al_2O_3/GdAlO_3$ .....	36
Figura 4.6 - Imagem da zona fundida obtida durante a fusão do pedestal e formação da fibra ( <i>pulling up</i> ). .....	37
Figura 4.7 - Desenho esquemático do dispositivo metálico desenvolvido para inclusão das fibras. A – vista látero superior. B – vista lateral. C – Vista superior.....	38
Figura 4.8 - Dispositivo metálico para inclusão das fibras. (A) vista látero-superior, (B) vista superior, (C) e (D) modo de inserção das fibras .....	38
Figura 4.9 - Configuração dos corpos-de-prova e forma de distribuição das fibras. (A) camada única ou monolítico com 4 fibras; (B) monolítico com 7 fibras; (C) camada dupla ou bilaminado com 4 fibras; (D) bilaminado com 7 fibras. As fibras foram posicionadas próximas às superfícies que recebem a tensão de tração durante o ensaio de flexão. ....	40
Figura 4.10 - Fotomicrografias de corpos de prova bilaminados fraturados demonstrando o posicionamento das fibras. ....	40
Figura 4.11 - Processo de confecção da infraestrutura de In-Ceram Alumina. (A) refratário (acima) e matriz de silicone (abaixo). (B) barbotina sendo vertida sobre o molde. ....	41
Figura 4.12 - In-Ceram Alumina. (A) aplicação do vidro para infiltração. (B) alumina antes (esquerda) e após (direita) infiltração do vidro e usinagem .....	41
Figura 4.13 - (A) Retificadora plana MSG 600 (Mitutoyo – JP); (B) Politriz Ecomet 3 (Buehler – EUA) .....	42
Figura 4.14 - Sequência de aplicação da porcelana de cobertura. (A) inserção da infraestrutura no molde metálico. (B) posicionamento das fibras. (C) aplicação da porcelana. (D) corpo verde bilaminado de quatro fibras. .	43

Figura 4.15 – Ensaio de flexão à três pontos .....	48
Figura 5.1 - Imagem obtida por MEV ( <i>field emission gun Scanning Electron Microscopy</i> ) da fibra de $Al_2O_3/GdAlO_3$ onde é possível observar a alternância dos padrões microestruturais de “escrita chinesa” e com tendência a “complexo-regular” .....	51
Figura 5.2 - Espécimes dos grupos YZ4 (A) e YZ7 (B). Presença de trincas e falhas nos corpos (setas) .....	52
Figura 5.3 - Análise fractográfica. (A) em menor aumento, distribuição das trincas pelo corpo e entre as fibras. (B) mesmo espécime, maior aumento. (C) identificação do início da trinca junto à superfície que sofreu tensões de tração por marcas na porcelana, como os <i>twist hackles</i> (setas pretas) e <i>wake hackles</i> (setas brancas). Semicírculo representa a “zona espelhada”. (D) outro espécime onde as marcas ( <i>wake hackles</i> ) apontam o início da trinca para uma região próxima ao ângulo do espécime. ....	54
Figura 5.4 - Microscopia eletrônica de varredura. (a) fotomicrografia demonstrando a interface contínua (seta branca) entre a porcelana de cobertura VM7 e as fibras (F), com a presença de algumas poucas porosidades (setas pretas). (b) em um aumento maior, a ausência de fendas e justaposição dos materiais. (c) presença de vãos entre a fibra e porcelana VM9. (d) grande quantidade de porosidade encontrada na porcelana VM9. ....	56
Figura 5.5 - Padrão de fratura de espécimes dos grupos ALC, AL4 e AL7, que sugere uma delaminação da peça antes da fratura da infraestrutura ...	57
Figura 5.6 - Fotomicrografia revelando a boa interação entre a porcelana VM7 e a alumina da infraestrutura (AL) .....	57
Figura 5.7 - Microscopia eletrônica de varredura de um corpo de prova bilaminado do grupo YZC após teste de flexão. Observação de uma falha coesiva na porcelana VM9 de cobertura. ....	58
Figura 5.8 - Gráfico de dilatométrica para as porcelanas de cobertura VM7 e VM9 (Dilatômetro Netzsch Dil 402PC – Alemanha) .....	59

- Figura 5.9 - Gráfico da análise de difratometria das porcelanas VM9 pré (VM9 P) e pós-sinterização (VM9 S) e VM7 pré (VM7 P) e pós-sinterização (VM7 S). Os ruídos revelam a ausência de fase cristalina. .... 60
- Figura 5.10 - Gráfico da análise de difratometria da cerâmica In Ceram 2000 AL Cubes. As amostras pré e pós-sinterizadas demonstraram os mesmos picos. Óxido de alumínio romboédrico. .... 60
- Figura 5.11- Comparação das análises de difratometria para In Ceram YZ Cubes pré (YZ N) e pós sinterização (YZ S). Na cerâmica (YZ N) pré-sinterização houve a prevalência de óxido de zircônia tetragonal. A cerâmica In Ceram YZ Cubes pós-sinterização (YZ S) apresentou picos indicativos de zircônia monoclinica e zircônia tetragonal estabilizada por ítria. . ... 61



## LISTA DE TABELAS

Tabela 4.1 - Distribuição dos grupos. As fibras foram posicionadas paralelas ao longo eixo dos corpos de prova. ....	39
Tabela 4.2 - Ciclos de sinterização das cerâmicas estudadas.....	45
Tabela 5.1 - Médias e desvios-padrão de densidade, tenacidade à fratura e resistência à flexão para as fibras de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$ (n=5).....	50
Tabela 5.2 - Médias de densidade e resistência à flexão dos conjugados cerâmicos. As análises estatísticas foram conduzidas somente entre os grupos do mesmo material. Letras iguais correspondem a resultados estatisticamente semelhantes. Os grupos de porcelana VM9 com adição de fibras foram excluídos do teste por apresentarem defeitos pós-sinterização..	53

## LISTA DE ABREVIATURA E SIGLAS

CETL	coeficiente de expansão térmico linear
GAP	perovskita de alumínio e gadolínio
GCCMC/IFSC – USP	Grupo de Crescimento de Cristais e Materiais Cerâmicos / Instituto de Física de São Carlos – Universidade de São Paulo
EUA	Estados Unidos da América
LHPG	Laser Heated Pedestal Growth
MEV	microscopia eletrônica de varredura
mm	milímetro
MPa	mega Pascal
Vol.	volume
W	watts
Y-TZP	zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria

## LISTA DE SÍMBOLOS

$\lambda$  comprimento de onda

$\rho$  densidade

$\sigma_t$  resistência à flexão

$K_{Ic}$  nível crítico de intensidade de tensão na ponta da trinca (tenacidade à fratura)

## SUMÁRIO

	p.
<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	19
<b>2 REVISÃO DA LITERATURA</b> .....	21
2.1 FALHA EM PRÓTESE PARCIAL FIXA TOTALMENTE CERÂMICA .....	21
2.2 CERÂMICAS REFORÇADAS POR FIBRAS.....	24
2.3 DESENVOLVIMENTO DE FIBRAS CERÂMICAS DE $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$ PELA TÉCNICA LHPG.....	26
<b>3 PROPOSIÇÃO</b> .....	32
<b>4 MATERIAL E MÉTODOS</b> .....	33
4.1 PRODUÇÃO DAS FIBRAS DE $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$ .....	33
4.2 CONFECÇÃO DOS CORPOS DE PROVA.....	37
4.2.1 Infraestrutura do In-Ceram Alumina .....	41
4.2.2 Infraestrutura do In-Ceram AL Cubes e YZ Cubes .....	42
4.2.3 Aplicação da porcelana de cobertura.....	42
4.2.4 <i>Monolayers</i> .....	44
4.3 CARACTERIZAÇÃO .....	46
4.3.1 Fibras de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$ .....	46
4.3.2 Conjugados cerâmicos .....	47
<b>5 RESULTADOS</b> .....	50
5.1 FIBRAS .....	50
5.2 CONJUGADOS CERÂMICOS .....	51
5.2.1 Resistência à flexão .....	51
5.2.2 Dilatometria.....	58
5.2.3 Difratometria.....	59
<b>6 DISCUSSÃO</b> .....	62
6.1 Fibras de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$ .....	62
6.2 Conjugados cerâmicos.....	62
<b>7 CONCLUSÕES</b> .....	68
<b>REFERÊNCIAS</b> .....	69

## 1 INTRODUÇÃO

Dentre os materiais de uso indireto aplicados na prática da odontologia restauradora, as cerâmicas ocupam um papel de destaque, principalmente em razão de suas propriedades ópticas que mimetizam as estruturas dentárias e proporcionam naturalidade às peças protéticas (1). Dentre as características relevantes das cerâmicas, pode-se citar: a estabilidade de cor, a baixa condutividade térmica e a excelente biocompatibilidade (2). Quanto às suas propriedades físico-mecânicas, satisfazem parte dos atributos de um material restaurador ideal, porém com necessidade de aperfeiçoamentos.

Os primeiros materiais cerâmicos foram as porcelanas, utilizadas em peças de pequenas dimensões ou associadas ao metal como infraestrutura em trabalhos mais extensos. As limitações destes materiais relacionam-se usualmente às suas reduzidas propriedades mecânicas, especialmente a baixa tenacidade à fratura (3). Em meados dos anos 60, a adição de partículas de óxido de alumínio na porcelana demonstrou a possibilidade de se obter um material cerâmico mais compatível com as exigências mecânicas da mastigação (4), porém foi apenas no final do século XX que novos sistemas cerâmicos com propriedades mecânicas melhoradas incluindo maior tenacidade firmaram-se no mercado.

Dentre as cerâmicas estruturais hodiernamente utilizados, podemos elencar as vitrocerâmicas e as cerâmicas policristalinas (1, 2). Estas últimas, com microestrutura predominantemente cristalina, apresentam elevadas propriedades mecânicas, no entanto são opacas e devem ser recobertas por uma porcelana vítrea que propicia a translucidez semelhante à do esmalte dentário (2, 5-7).

Apesar do ganho em resistência dos novos sistemas cerâmicos, a necessidade da cobertura de porcelana reduz a resistência do conjunto. No que tange à mecânica da fratura de materiais cerâmicos, quando a tensão na ponta de um defeito ou trinca presente na porcelana atinge valores críticos, esta se propaga no interior do material e induz à fratura ou delaminação da porcelana e pode se continuar pela infraestrutura. As falhas desta natureza nas próteses parciais fixas totalmente cerâmicas de três ou mais elementos acometem, na maior parte das vezes, a região dos conectores e iniciam-se na porção gengival, área que concentra as tensões de tração (8).

Necessário se faz, desta forma, conhecer mecanismos de tenacificação das porcelanas para que seja possível aumentar a resistência mecânica sem que se percam seus atributos estéticos. Dentre estes mecanismos encontram-se a deflexão de trincas, o “crack bridging”, a transformação de fases e a geração de microtrincas (9).

A literatura reporta que por meio da inserção de fibras na cerâmica pode-se aumentar a tenacidade à fratura do material por pelo menos três mecanismos: “crack bridging”, geração de microtrincas e absorção de energia pela deformação plástica e fratura das fibras (10, 11).

Fibras cerâmicas desenvolvidas com essa finalidade devem ter, dentre outras características, alta resistência à flexão e coeficiente de expansão térmico linear (CETL) próximo ao da matriz (porcelana ou infraestrutura)(12). Um estudo prévio avaliou o desempenho de um conjugado composto de fibras de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$  obtidas por um processo de solidificação unidirecional à laser (Laser Heated Pedestal Growth – LHPG), utilizadas como reforço longitudinal de uma porcelana de recobrimento. A inserção das fibras produziu um aumento de 137% na resistência à flexão da porcelana, quando presente na fração de 30% em volume (13).

O presente estudo teve por objetivo avaliar a influência da inserção de fibras de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$  em porcelanas de cobertura de sistemas totalmente cerâmicos. Foram avaliados quanto à resistência à flexão dois tipos de conjugados: barras contendo apenas a porcelana de cobertura (*monolayers*) e compósitos contendo a cerâmica de infraestrutura e porcelana de cobertura (*bilayers*). A produção das fibras cerâmicas por fusão a laser (LHPG – *laser heated pedestal growth*) com diâmetro de 0,5mm foi um objetivo secundário do trabalho.

## 2 REVISÃO DA LITERATURA

### 2.1 FALHA EM PRÓTESE PARCIAL FIXA TOTALMENTE CERÂMICA

O estudo da resistência à flexão e mecanismo de falhas das próteses fixas de sistemas totalmente cerâmicos já conta de longa data. Em 1994, poucos anos após o início da popularização desses sistemas, White et al. (7) estudaram a resistência à flexão de diferentes materiais cerâmicos. Barras simples contendo apenas porcelana feldspática ou cerâmica de infraestrutura e barras laminadas contendo ambos os materiais foram confeccionadas e testadas quanto à resistência à flexão em três pontos. No caso das barras compostas dos dois materiais (porcelana + cerâmica de infraestrutura) ficou evidente que o material mais fraco, ou seja, a porcelana de cobertura, quando exposta à tensão de tração, comprometia consideravelmente a resistência do conjunto.

Em 2001, Raigrodski e Chiche (1) realizaram uma revisão e estabeleceram considerações importantes sobre as próteses parciais fixas totalmente cerâmicas anteriores existentes até então e sua eficácia e propriedades mecânicas. Enfatizaram o estudo da resistência à flexão em três pontos como sendo o ensaio preferencial para descrever a resistência de materiais frágeis como a porcelana e atentaram para a importância da largura e altura dos conectores cerâmicos. Listaram as vantagens da utilização de infraestruturas cerâmicas como sendo o aumento da translucidez do material, a não-necessidade de uso do agente opaco, a opção de se fixar os limites da restauração em margens supra-gengivais ou mesmo levemente intra-sulculares, a redução da chance de sobrecontorno, a diminuição da condutividade térmica e a biocompatibilidade do material. Assim como White et al, relacionado acima (7), sugeriram a não utilização de porcelana de cobertura nas porções gengivais dos pânticos pelo risco de falhas quando as mesmas são submetidas a tensões de tração. Os autores perceberam um elevado índice de sucesso com alguns materiais cerâmicos em estudos clínicos até a data da revisão, porém enfatizaram a necessidade de um maior número desses estudos.

A importância de estudos que se aproximem das situações clínicas também foi demonstrada por Lohnbauer et al. (14), quando, em 2002, constatou uma

diminuição expressiva na resistência à flexão de materiais cerâmicos expostos à um teste de fadiga dinâmica. Com a predição de vida útil estimada para um ano, a porcelana de cobertura avaliada apresentou uma redução de 64% na sua resistência enquanto uma cerâmica de infraestrutura teve sua resistência reduzida em 38%. Tal fato deveu-se ao crescimento subcrítico de trincas sob baixas forças em meio úmido.

No mesmo ano, Oh e Anusavice (15) estudaram o efeito do desenho dos conectores na resistência à fratura de próteses parciais fixas totalmente cerâmicas. Os autores testaram modelos protéticos de três elementos na região posterior (2º pré-molar a 2º molar) na incidência de uma carga centralizada no pântico. Variaram os raios de curvatura dos conectores nas regiões oclusal e gengival, alternadamente. Concluíram que, quanto maior o raio de curvatura dos conectores na região gengival dos pânticos, maior a resistência à flexão da peça. Os autores também observaram um padrão no comportamento de propagação da trinca quando da falha do material, que correspondeu a um traçado oblíquo, gengivo-oclusal, iniciando-se na região dos conectores.

Em 2004 Rizkalla e Jones (16) estudaram as propriedades mecânicas de algumas cerâmicas de infraestrutura comercialmente disponíveis e concluíram ser a Vita In-Ceran Alumina (VITA Zahnfabrik), cerâmica aluminizada infiltrada por vidro, o material com as melhores propriedades mecânicas (resistência à flexão, dureza, tenacidade à fratura) quando comparada a algumas cerâmicas prensadas e aluminizadas. Sistemas cerâmicos contendo zircônia não entraram no estudo.

Studart et al (17) avaliaram o comportamento mecânico e de fraturas em sistemas cerâmicos para próteses fixas. Para isso utilizaram espécimes monolíticos (apenas um material) e laminados (compósitos) de cerâmica para infraestrutura mais porcelana de cobertura. A avaliação fractográfica nos compósitos revelou que a fratura se inicia sempre próximo à superfície e na porcelana de cobertura. Além disso, para aqueles espécimes em que a infraestrutura possuía uma tenacidade à fratura menor (com  $K_{IC} < 3MPa \times m^{1/2}$ ) a fratura observada ocorreu de forma catastrófica, com a trinca iniciando-se na porcelana de cobertura e correndo através da infraestrutura, sem desvios. No caso das cerâmicas com maior tenacidade à fratura ( $K_{IC} > 5MPa \times m^{1/2}$ ), a análise revelou uma delaminação da trinca na interface porcelana/cerâmica de infraestrutura o que postergou a falha do material para um segundo momento, após uma aplicação maior de força. Tal fato levou os autores a



sugerir a utilização de cerâmicas com alto valor de tenacidade à fratura para as regiões posteriores.

Os mesmos autores, em um trabalho de fadiga cíclica (18) constataram que mesmo o crescimento de trincas subcrítico em meio aquoso ocorre predominantemente na porcelana de cobertura.

Larsson et al. em 2007 testou a influência da altura dos conectores em próteses fixas extensas (4 elementos) em dentes posteriores para uma infraestrutura de zircônia estabilizada com ítria (Y-TZP). Observou que pequenos aumentos na altura dos conectores influem consideravelmente na resistência das próteses e recomendou uma altura mínima de 4 mm nestas condições. Todas as falhas em seus modelos ocorreram na região dos conectores.

Em uma extensa revisão sobre os sistemas cerâmicos da atualidade, Gomes et al., em 2008 (2) estabelece medidas ideais mínimas para a infraestrutura na região do pântico. A menor dimensão possível para o conector no caso de próteses totalmente cerâmicas seria em torno de  $7 \text{ mm}^2$  no caso dos sistemas cerâmicos fresados com cerâmica à base de zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítria. No entanto, para a maioria dos materiais de infraestrutura a largura e altura mínimas de aproximadamente 3,0mm foi um consenso.

Em um estudo fractográfico recente, Taskonak et al. (8) avaliaram o início das trincas em próteses parciais fixas de sistemas cerâmicos de zircônia que falharam clinicamente. Após análise de cinco casos clínicos, os autores concluíram que todas as trincas que geraram as falhas iniciaram-se na superfície gengival dos conectores, na porcelana de cobertura, e correram em direção à cerâmica de infraestrutura. Os autores observaram também que a trinca originada na porcelana de cobertura sempre delamina na interface com a infraestrutura, corre entre os dois materiais e, então, em um segundo momento, dá origem à trinca que fratura o restante do material. Baseado nesses achados, concluíram que o processo de falha neste tipo de compósito cerâmico é controlado pela delaminação na interface, o que torna mais difícil uma falha catastrófica da prótese.

A forma como a carga é aplicada sobre os dentes de uma prótese parcial fixa totalmente cerâmica também já foi avaliada (19). Os autores de um estudo de elementos finitos variaram o local de incidência da carga em uma prótese fixa de três elementos e verificaram que uma carga distribuída pelos dentes pilares além do próprio pântico contribui para uma boa distribuição das tensões, reduzindo o

acúmulo de tensões na região gengival dos conectores. Os autores sugeriram que os estudos que consideram a aplicação da carga teste centralizada no pântico não estão condizentes com a realidade clínica e superestimam as tensões nas regiões gengivais do pântico. Também sugerem que se evite o contato clinicamente no pântico, assim como deixar o desenho proximal das ameias em um ângulo muito agudo, fato que leva ao acúmulo de tensões na região, com risco de fraturas.

## 2.2 CERÂMICAS REFORÇADAS POR FIBRAS

O reforço de materiais frágeis por fibras já é descrito há milênios. Na Bíblia Sagrada já existe o relato de reforço de argila por palha para se obter tijolos e materiais de construção da época com melhores propriedades. Alguns dos mais antigos vasos egípcios foram construídos por fibras de vidro rodeadas por argila. Os esquimós permanecem sobre o gelo que se formou entremeado por musgos pelo fato da trinca que ocorre sobre este não ser tão extensa quanto a trinca que acomete o gelo sem vegetação (12). A forma como fibras conferem tenacidade à fratura a um material cerâmico foi esquematizada por Kelly, A. em 2006 (Figura 2.1).

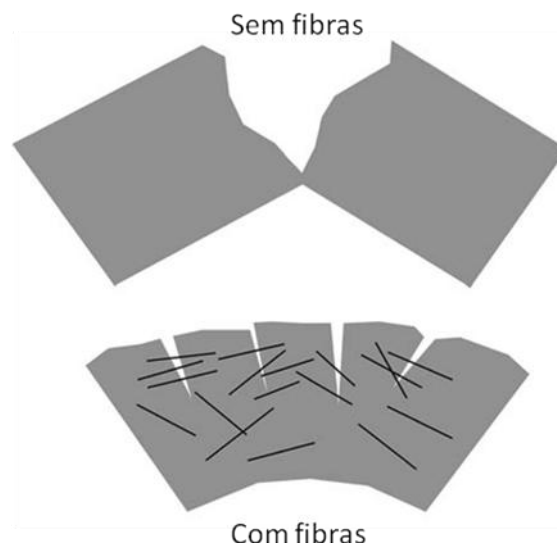


Fig 2.1 - Esquema representativo do mecanismo de reforço dos materiais cerâmicos por fibras (Kelly, A., 2006)

Na realidade, os mecanismos de tenacificação por fibras em matriz cerâmica são mais complexos do que parecem em uma primeira impressão. Um primeiro

mecanismo de tenacificação por fibras seria a deflexão de trincas, mecanismo explicado pela mudança de direção da trinca ao encontrar uma segunda fase que age como um obstáculo a sua propagação (Figura 2.2).

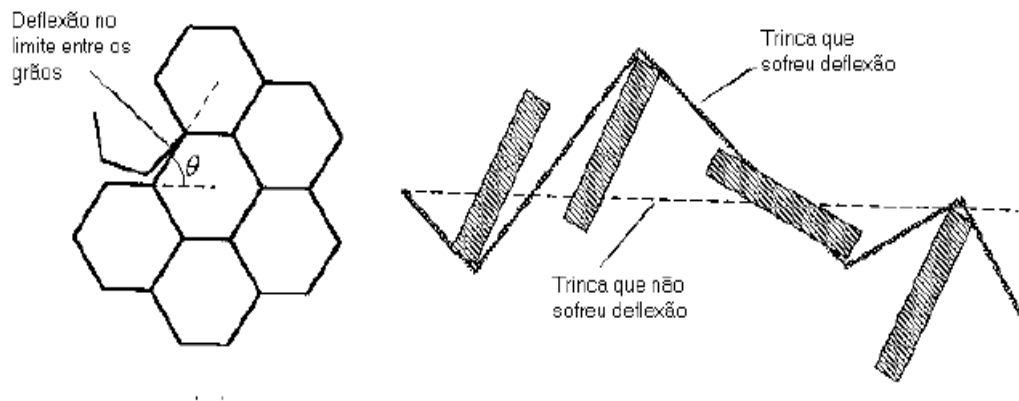


Figura 2.2 - Mecanismo de aumento da tenacidade por deflexão de trincas (Cesar, 2002)

Outro mecanismo consiste na fibra funcionar como “ponte” unindo duas superfícies da trinca, fenômeno este conhecido como “crack bridging” e ilustrado na figura 2.3.

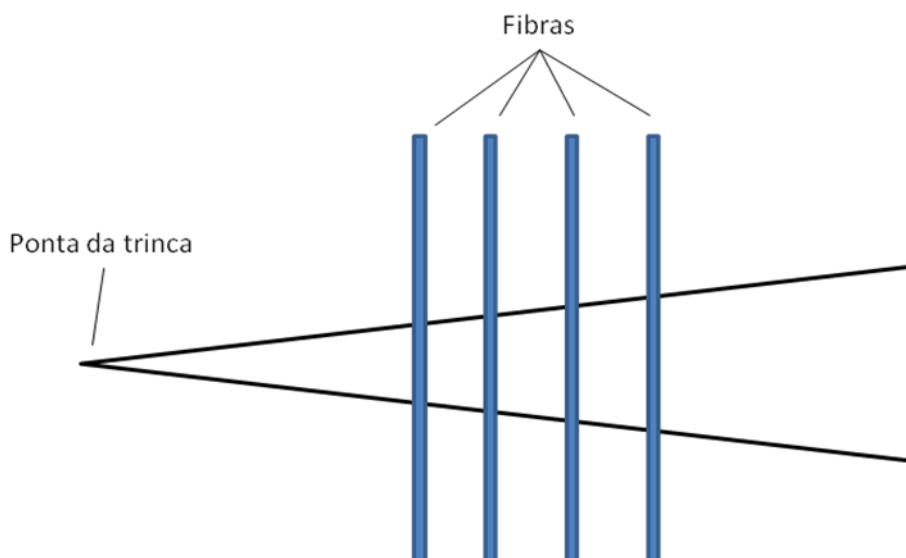


Figura 2.3 - Mecanismo de “crack bridging”

Outros mecanismos considerados por alguns autores são a geração de microtrincas ao redor da trinca principal que reduziriam a intensidade da tensão na

ponta da trinca (9) e a absorção de energia pela deformação plástica e fratura das fibras (10).

Quando as fibras são aplicadas ao longo de um corpo, paralelamente umas às outras, ajudam a produzir compósitos altamente rígidos (12). Tal afirmação corrobora o estudo prévio de Medeiros, IS, 2009 et al. em que foram inseridas fibras de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$  em uma porcelana dentária na forma de fibras contínuas e whiskeres. As fibras contínuas inseridas em barras de porcelana demonstraram exercer um efeito de reforço, por aumentar significativamente a resistência à flexão nas barras. Os whiskeres dispersos na mesma matriz em forma de disco não aumentaram a resistência biaxial da porcelana.

Outro estudo testou a inserção de fibras cerâmicas em uma matriz de porcelana dentária. Tanimoto, e Nemoto, (20) incluíram uma fibra de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pré-fabricada em uma matriz constituída por alumina e boro-silicato através de uma técnica denominada “tape casting”. A adição das fibras em 6% vol. aumentou significativamente a resistência à flexão da matriz além de diminuir a contração volumétrica do material após a sinterização.

### 2.3 DESENVOLVIMENTO DE FIBRAS CERÂMICAS DE $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$ PELA TÉCNICA LHPG

Inicialmente concebido como um meio para produção de fibras monocristalinas para aplicações ópticas (21, 22), o LHPG ou o método de crescimento de fibras fundidas a laser propiciou o desenvolvimento de fibras dos mais variados materiais cerâmicos (21, 23, 24).

Fejer et al. descreveu, em 1984, um aparato para LHPG desenvolvido para o crescimento de fibras monocristalinas de alta qualidade óptica. Um laser de  $\text{CO}_2$  firmemente focado emitindo uma radiação de  $10,6 \mu\text{m}$  foi usada como fonte de calor para fundir o material refratário. O material que serviria de fonte do material a ser fundido e transformado em fibra foi denominado pedestal e poderia ser composto de um monocristal, uma cerâmica policristalina sinterizada ou um pó prensado. Um pequeno bastão denominado de semente serviria para unir-se ao pedestal na zona de fundição atingida pelo laser e iniciar o movimento de puxamento para cima da

fibra. Para a mecânica do puxamento os bastões eram adaptados em garras conectadas a motores que faziam o movimento de puxamento para cima da semente e do pedestal, em velocidades diferentes, com a zona fundida mantida entre eles (Figura 2.4).

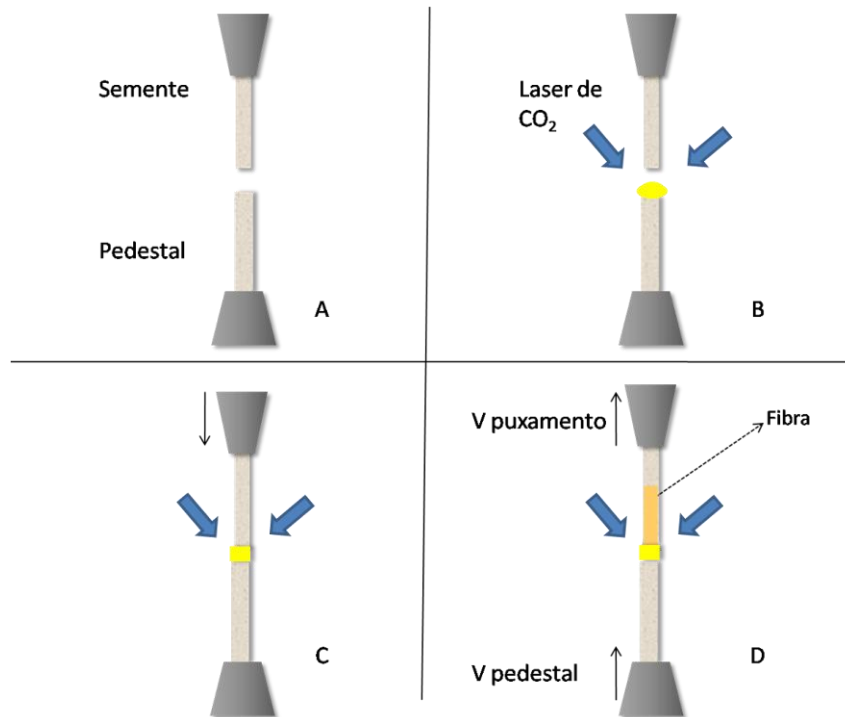


Figura 2.4 - Desenhos esquemáticos: A) pedestal e semente adaptados ao motor inferior e superior, respectivamente; B) incidência do feixe laser; C) junção da semente com o pedestal e observação da zona fundida (em amarelo); D) deslocamento do pedestal e da semente e obtenção da fibra após a fusão

O ponto focal do laser de CO<sub>2</sub> e, conseqüentemente, a zona fundida permaneciam fixos durante o crescimento da fibra. O diâmetro da fibra produzida dependia da velocidade de puxamento.

O crescimento da fibra acontecia dentro de um ambiente (câmara) de atmosfera controlada, conforme a figura 2.5.

As primeiras fibras do composto eutético Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/GdAlO<sub>3</sub> obtidas pela técnica do LHPG foram caracterizadas no estudo de Andreetta, ERM et al., 2002. Os autores escolheram trabalhar com o composto baseados em um trabalho prévio de Waku, Y e Nakagawa, N que descreveram as características de alta resistência mecânica do material, mesmo a altas temperaturas, quando obtido por solidificação unidirecional em aquecimento por indução de alta freqüência (25).

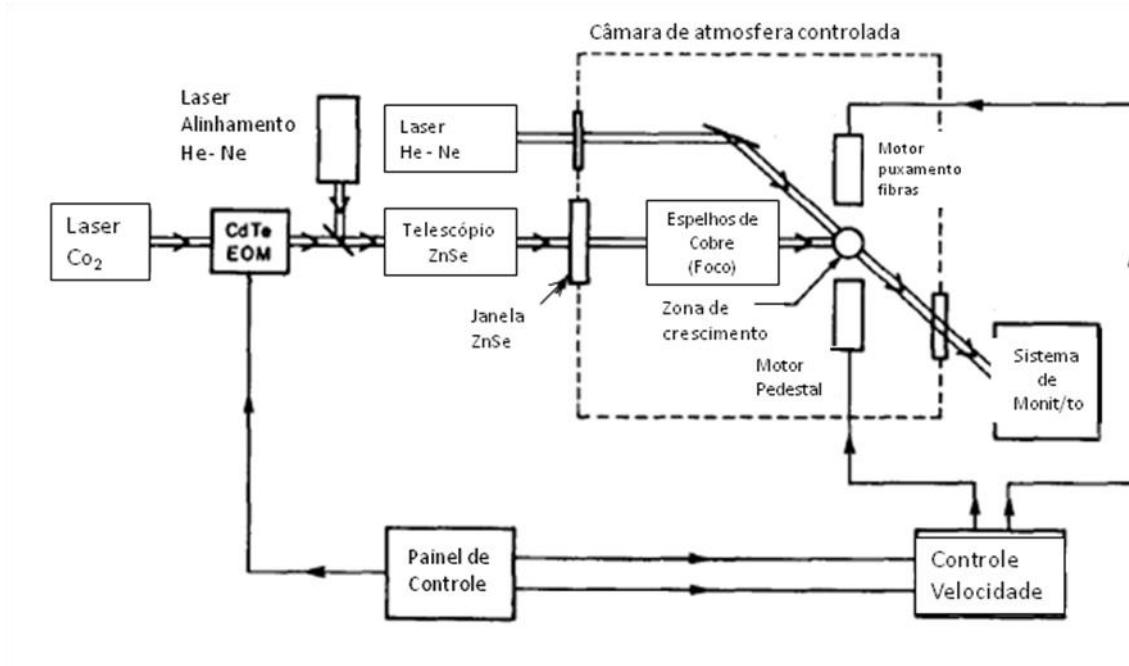


Figura 2.5 - Aparato LHPG (Fejer et al., 1984)

Waku, Y e Nakagawa, N ainda enfatizaram as boas características dos compostos óxidos eutéticos como a estabilidade estrutural alta, a baixa porosidade e boa força mecânica. Na realidade a força mecânica advinda dos compostos eutéticos deve-se às alternâncias de fases microestruturais que aumentam a energia necessária para a propagação de uma trinca pelo material (25).

No estudo com o LHPG o material do pedestal foi obtido por extrusão a frio e a composição do eutético era 77 molar de  $Al_2O_3$  e 23 molar de  $Gd_2O_3$ . O puxamento das fibras variou de 4,2 a 48,0 mm/h. A caracterização da microestrutura das fibras revelou a presença de cristais de  $GdAlO_3$  (perovskita - GAP) “espalhados” por uma matriz de alumina hexagonal. Os autores descreveram um padrão conhecido como “escrita chinesa” (figura 2.6. A) para as fibras puxadas a velocidades inferiores a 24 mm/h. Em velocidades acima desta, o padrão encontrado foi uma mistura do padrão escrita chinesa com um arranjo celular “complexo-regular” (Figura 2.6. B).

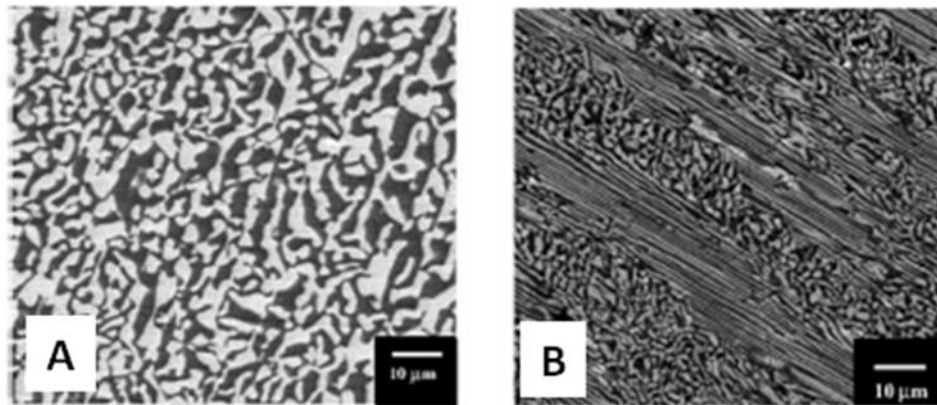


Figura 2.6 - Microestrutura de fibras de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$  obtidas por LHPG em diferentes velocidades. (A) 4,2 mm/h – escrita chinesa; (B) 42,0 mm/h – escrita chinesa/completo regular (Andreeta et al., 2002)

A obtenção de um padrão isotrópico (complexo-regular) obtido nos puxamentos a alta velocidade seriam interessantes por aumentarem o módulo de ruptura da fibra quando solicitada transversalmente. Porém, velocidades de puxamento mais altas (48 mm/h) propiciaram a inclusão de bolhas formadas na zona fundida nas fibras.

Baseado nisto, Medeiros et al, 2007 desenvolveram uma técnica de puxamento que permitiu que se produzisse fibras de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$  a uma alta velocidade, sem desestabilizar o sistema, com pedestais pré-sinterizados e não mais extrudados, acabando também com a chance de inclusão de bolhas no material. A alta velocidade de puxamento das fibras determinou também uma diminuição dos espaçamentos entre as fases e desse conjunto de alterações o resultado foi um aumento considerável do módulo de ruptura das fibras que chegou a valores de 1780 MPa.

Durante a execução do experimento, os autores notaram que taxas de puxamento que excediam 96mm/h levaram a uma instabilidade na zona fundida como resultado da formação de bolhas. A principal adaptação na metodologia de puxamento das fibras foi a inversão do movimento de puxamento na direção inferior (*pulling down*) seguida de um novo puxamento para cima em altíssima velocidade (até 240mm/h). Desta forma, com a fibra sendo previamente fundida no movimento descendente, quando de seu puxamento no movimento superior a zona fundida tornou-se muito mais estável. O padrão heterogêneo da microestrutura obtida no estudo é demonstrado na figura 2.7.

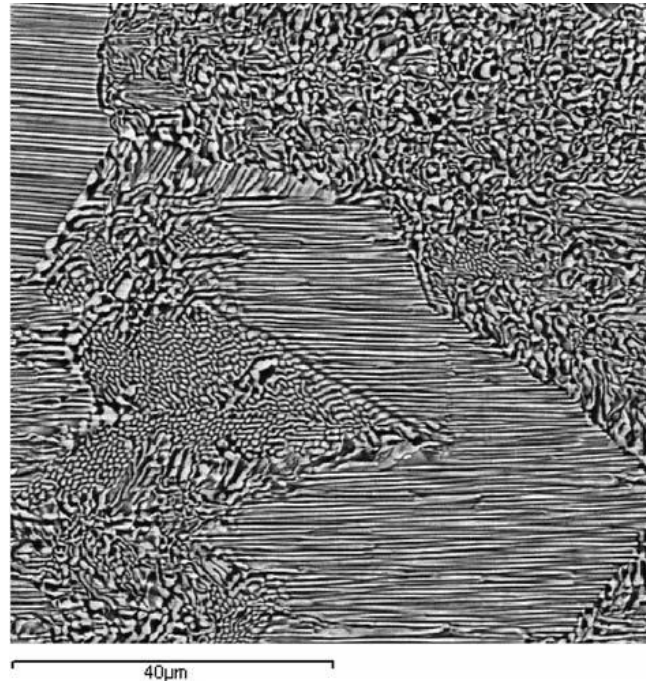


Figura 2.7 - Microestrutura de uma fibra de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$  puxada a uma velocidade de 96mm/h ilustrando a coexistência dos padrões de “escrita chinesa” e complexo regular (Medeiros et al., 2007)

Posteriormente, fibras de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$  obtidas por fusão à laser foram testadas como reforço de uma porcelana odontológica de cobertura (13). O reforço com as fibras foi realizado de duas formas: através de fibras contínuas dispostas longitudinalmente em uma barra de porcelana ou na forma de fibras moídas dispersas em um disco de porcelana. A porcelana utilizada no estudo era de cobertura de um sistema de infraestrutura de alumina, Cerabien (Noritake, Japão).

As fibras longitudinais foram adicionadas na fração de 30% em volume às barras e posicionadas paralelamente umas às outras à uma distância de 0,2mm da superfície que recebe a tensão de tração. A adição das fibras nesta configuração aumentou a resistência à flexão do material em 137%. A adição das fibras moídas (whiskeres) em 5 ou 10% vol. a discos de porcelana não levou a alteração significativa na resistência à flexão biaxial.

As fibras contínuas demonstraram uma boa interação com a porcelana quando avaliadas em microscopia eletrônica de varredura (Figura 2.8)



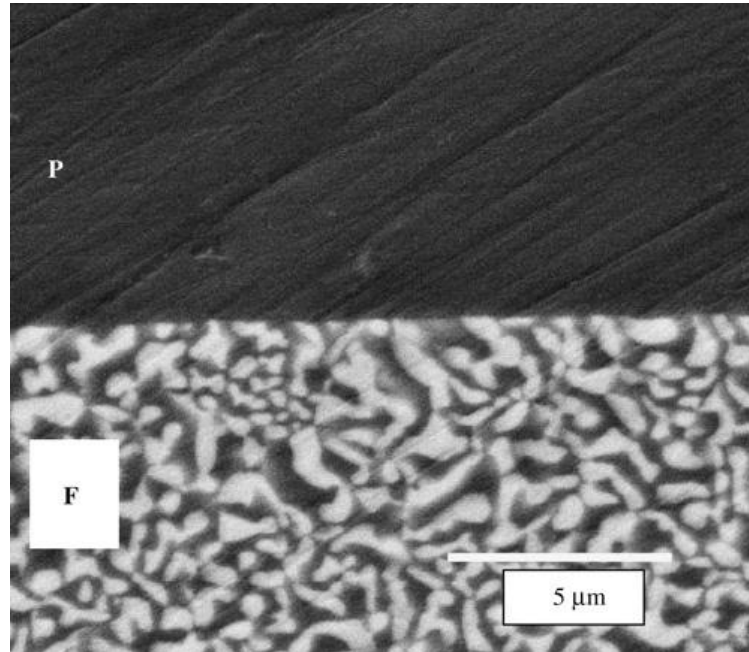


Figura 2.8 - Fotomicrografia demonstrando boa interação das fibras de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$  (F) com a porcelana de cobertura (P) Cerabien (Noritake) (Medeiros et al., 2009)

### 3 PROPOSIÇÃO

Em sentido lato, o propósito do trabalho foi o de compreender o mecanismo de fratura de cerâmicas odontológicas *monolayers* e *bilayers* reforçadas por fibras unidirecionais de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$ , quando submetido à flexão em três pontos.

Em sentido estrito, o trabalho objetivou:

1. Quanto à fibra de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$ :
  - a. obter previamente fibras de aproximadamente 0,5 mm de diâmetro.
  - b. medir a densidade pelo método de Arquimedes,
  - c. determinar a tenacidade à fratura pelo método IF – (*indentation fracture*),
  - d. medir a resistência à flexão em três pontos
  - e. caracterizar a microestrutura, por meio de MEV – FEG (microscopia eletrônica de varredura – *field emission gun*)
2. Quanto aos conjugados cerâmicos *monolayers* (porcelanas VM7 e VM9) e *bilayers* (infraestrutura policristalina de alumina ou YTZP + porcelanas)
  - a. verificar a influência da adição de 4 (10% vol.) ou 7 fibras (17% vol.) na resistência à flexão dos conjugados
  - b. medir a densidade dos corpos-de-prova com e sem fibras pelo método de Arquimedes
  - c. avaliar a interação fibra/matriz cerâmica por MEV
  - d. realizar análise fractográfica dos espécimes fraturados
  - e. comparar o coeficiente de expansão térmico-linear (CETL) das porcelanas com o das fibras por meio de análise de dilatométrica
  - f. analisar por meio de difratometria por raios-x alterações nas fases cristalinas dos materiais após o processamento térmico

## 4 MATERIAL E MÉTODOS

### 4.1 PRODUÇÃO DAS FIBRAS DE $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$

A parte do trabalho que envolveu a produção das fibras cerâmicas transcorreu no Grupo de Crescimento de Cristais e Materiais Cerâmicos do Instituto de Física de São Carlos – Universidade de São Paulo (GCCMC/IFSC-USP).

Foi utilizada a composição eutética (23% molar de  $\text{Gd}_2\text{O}_3$  e 77% molar de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Os pós precursores foram misturados e homogeneizados com uso de moinho de bolas, em recipientes plásticos com acetona e bolas de alumina, por 24 horas, em seguida prensados em barras cerâmicas de 5 x 1 x 1 cm para realização do seguinte ciclo térmico:

- 1) Colocação da amostra no forno à temperatura ambiente e aquecimento a taxa de  $5^\circ\text{C}/\text{min}$  mantida no patamar de  $350^\circ\text{C}$  por 180 minutos;
- 2) Aquecimento a uma taxa de  $5^\circ\text{C}/\text{min}$  e mantido na temperatura de  $1350^\circ\text{C}$  por 240 minutos;
- 3) Resfriamento a uma taxa de  $10^\circ\text{C}/\text{min}$  até a temperatura de  $100^\circ\text{C}$  e retirada da amostra do forno.

No final deste ciclo térmico, obteve-se uma barra cerâmica pré-sinterizada. Com auxílio de máquina para corte e disco diamantado, foram cortados bastões cerâmicos de secção 1 X 1 mm, denominados de pedestais (Figura 4.1). Estes foram utilizados no sistema de crescimento unidirecional de fibras com auxílio do laser.

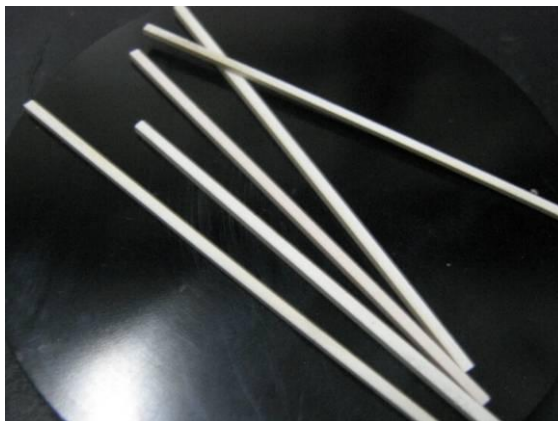


Figura 4.1 - Pedestais de secção transversal de 1,0 x 1,0mm de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Gd}_2\text{O}_3$  pré-sinterizados

Neste trabalho, foi utilizado um laser de CO<sub>2</sub> Evolution 125 (Synrad Inc., USA – 125 W nominal CW e  $\lambda=10,6 \mu\text{m}$ ) refrigerado a água (Figura 4.2). Todo o sistema de puxamento foi construído sobre uma mesa óptica com o propósito de se eliminar vibrações que pudessem afetar a estabilidade do puxamento ou o alinhamento do feixe.

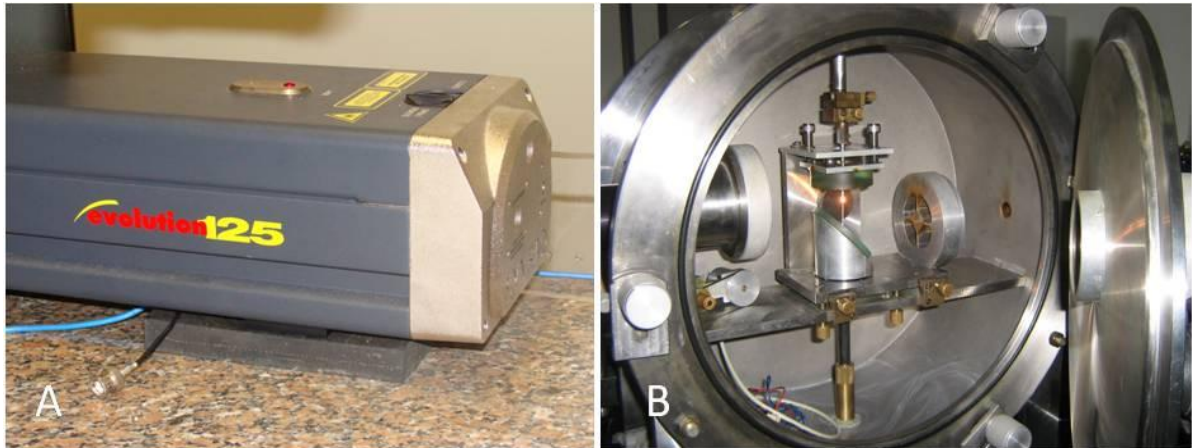


Figura 4.2 - (A) Laser de CO<sub>2</sub>; (B) Câmara de crescimento das fibras

Na técnica de solidificação unidirecional com auxílio do laser de CO<sub>2</sub> (*laser heated pedestal growth*, LHPG) adotada pelo GCCMC/IFSC-USP o feixe do laser penetra na câmara de puxamento através de uma janela de ZnSe e segue direto para o sistema de focalização. O feixe incide no sistema de focalização constituído por um *reflaxicon* (dois cones de cobre polidos acoplados), um espelho plano com perfuração elíptica e um espelho esférico com perfuração circular ao seu centro. Ao incidir no *reflaxicon*, o feixe é convertido de um feixe cilíndrico para uma casca cilíndrica, de onde prossegue até encontrar o espelho plano situado a 45° em relação ao feixe; segue finalmente para o espelho esférico onde é então focalizado sobre o pedestal. A figura 4.3 representa um desenho esquemático do sistema óptico para puxamento das fibras.

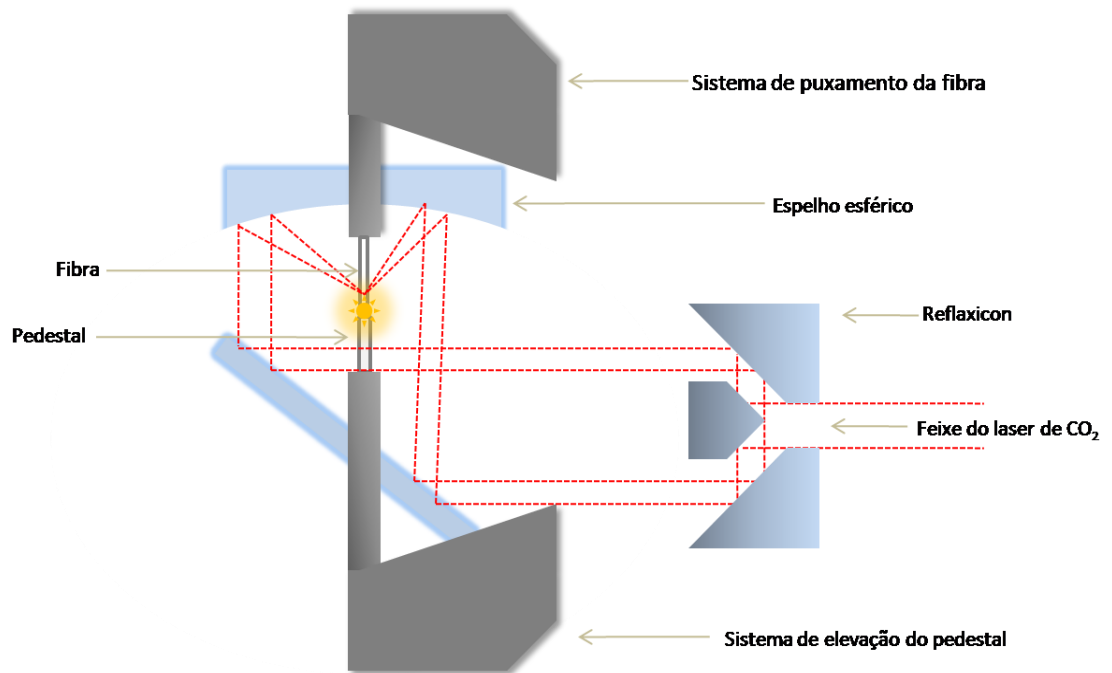


Fig. 4.3 - Desenho esquemático da câmara de crescimento de fibras pela técnica de LHPG

Para o crescimento do pedestal, um bastão era adaptado no motor superior e uma pequena porção de outro bastão adaptado no inferior. O laser era ajustado na potência de saída de 12,5 W, os motores eram colocados em movimento descendente (*pulling down*) a velocidade de aproximadamente 1,2mm/min para o crescimento de uma fibra de aproximadamente 0,75mm que era utilizada como pedestal. Ao término do crescimento da fibra que serviria de pedestal, a saída do laser era ajustada para aproximadamente 8,4 W e o processo se invertia, com os motores em movimento ascendente (*pulling up*), conforme a técnica descrita por Medeiros, *et al* (2009) (13). A velocidade do motor superior era ajustada para, aproximadamente, 5,5mm/min e 1,2mm/min para o motor inferior, para produção de fibras de 0,5mm de diâmetro. A figura 2.4 ilustra o crescimento da fibra pela técnica de *pulling up*. A fibra ao término do puxamento está demonstrada nas figuras 4.4 e 4.5.

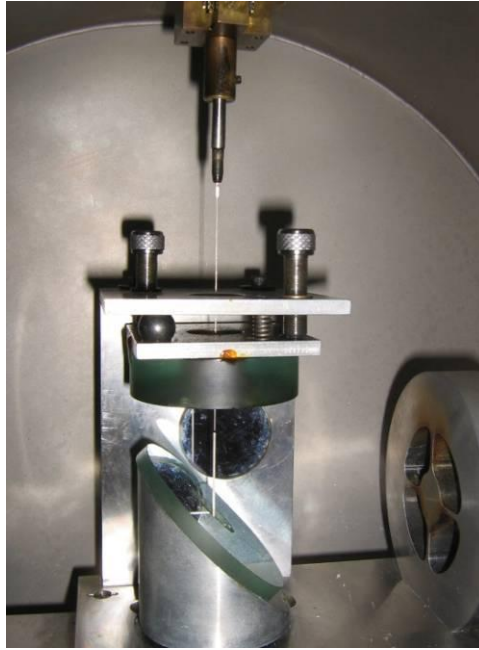


Figura 4.4 - Fibra ao término do puxamento ainda presa ao motor superior

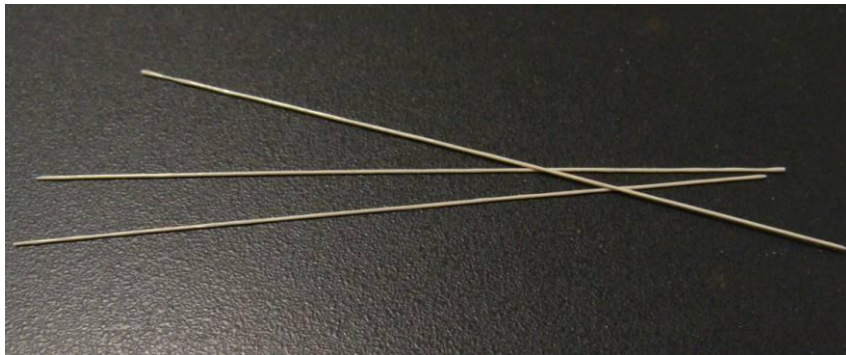


Figura 4.5 - Fibra de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$

Todo o processo de crescimento da fibra era acompanhado pelo operador já que uma câmera tipo CCD (Clone, Brasil) está adaptada à câmara de crescimento das fibras e ligada a um microscópio de foco contínuo (Infinity, EUA). Isto permitia a visualização da região da zona fundida, e tornou possível a realização de ajustes no sistema de espelhos durante o crescimento das fibras (Figura 4.6).

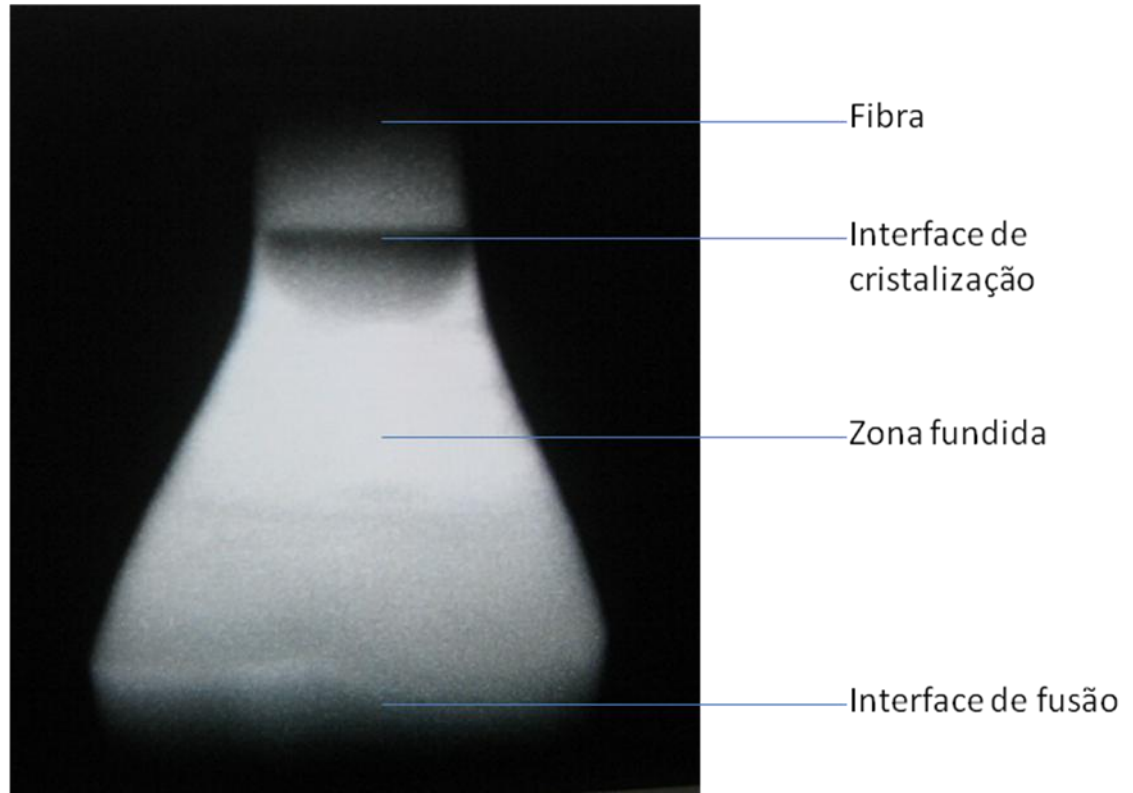


Figura 4.6 - Imagem da zona fundida obtida durante a fusão do pedestal e formação da fibra (*pulling up*)

## 4.2 CONFECÇÃO DOS CORPOS-DE-PROVA

Para a inclusão das fibras foi desenvolvido um dispositivo metálico que possibilita o posicionamento de 4 ou 7 fibras, na mesma localização e disposição interna em todos os corpos-de-prova para subsequente aplicação da porcelana (Figura 4.7 e 4.8). Os corpos-de-prova a verde apresentavam 17 x 5,2 x 3,5 mm, previamente à sinterização.



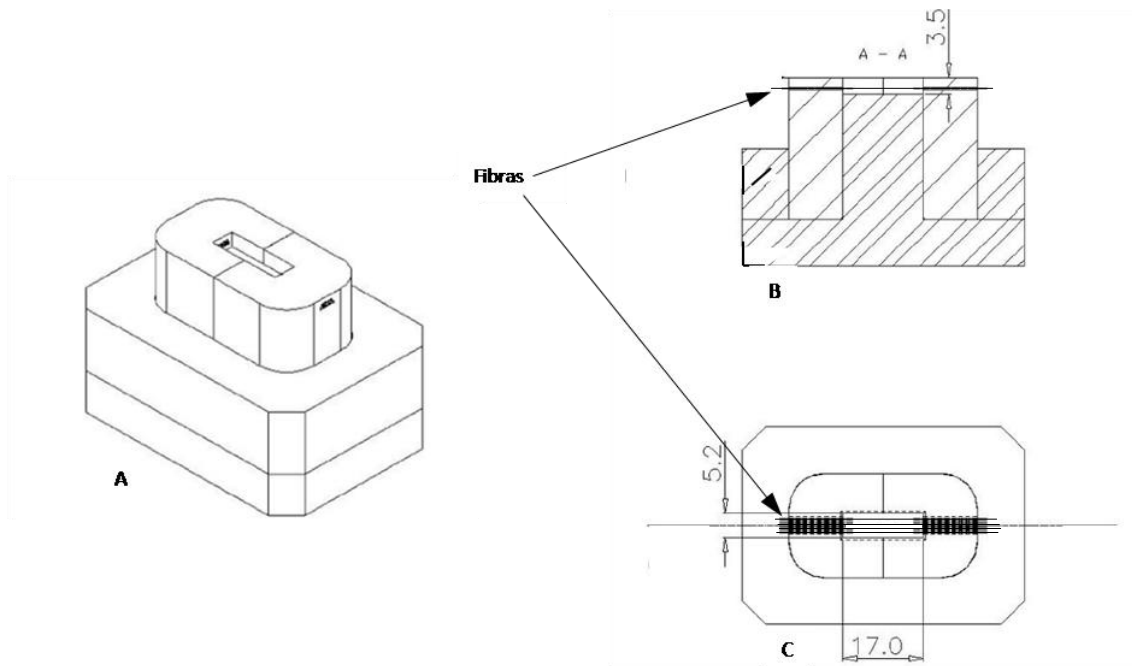


Figura 4.7 - Desenho esquemático do dispositivo metálico desenvolvido para inclusão das fibras. A – vista látero superior. B – vista lateral. C – Vista superior

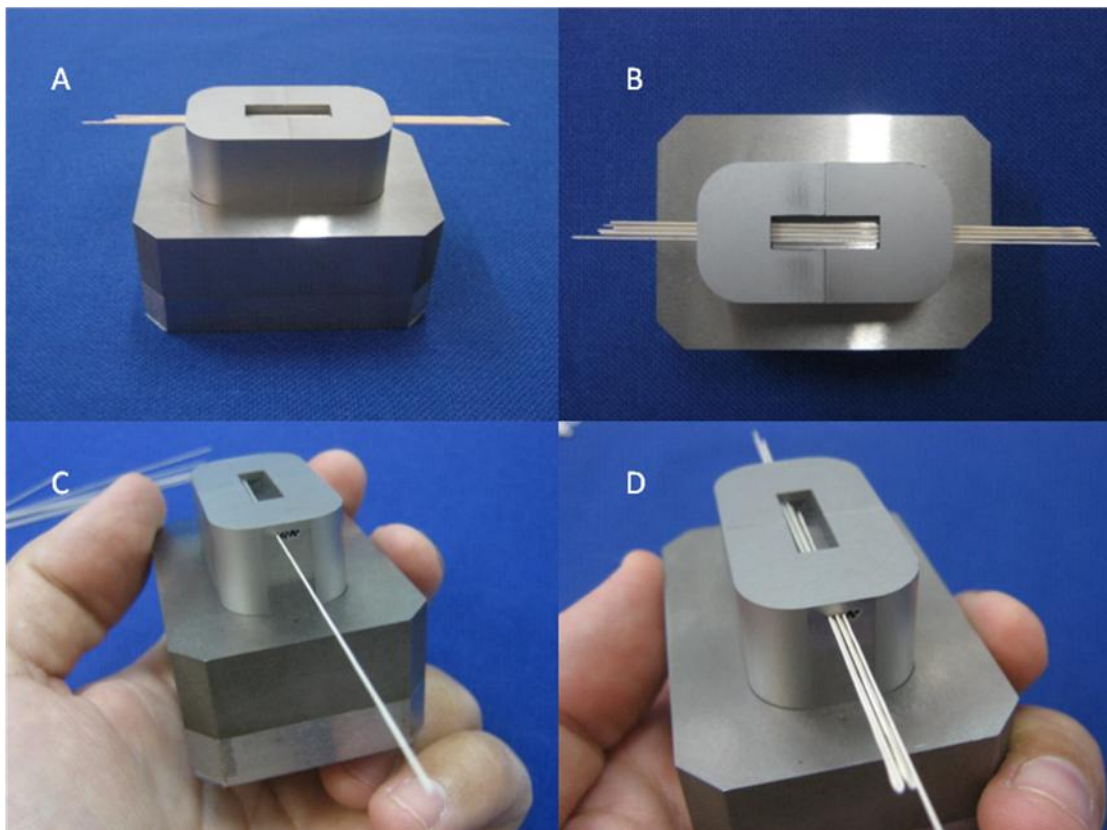


Figura 4.8 - Dispositivo metálico para inclusão das fibras. (A) vista látero-superior, (B) vista superior, (C) e (D) modo de inserção das fibras



Foram escolhidos três sistemas cerâmicos para a inclusão das fibras: In-Ceram Alumina, In-Ceram 2000 AL Cubes e In-Ceram 2000 YZ Cubes para CEREC (VITA Zahnfabrik). Os grupos controle consistiram dos corpos-de-prova monolíticos ou bilaminados sem adição de fibras (Tabela 4.1). As fibras foram incluídas sempre na porcelana de cobertura. Os corpos-de-prova contendo fibras apresentaram aproximadamente um percentual de fibras em volume de 10% quando adicionadas 4 fibras longitudinais unidirecionais, inseridas em um plano paralelo à superfície inferior, e 17%, para os que continham 7 fibras dispostas em dois planos paralelos entre si e em relação à superfície inferior. O plano com 4 fibras ficava mais próximo à superfície externa da porcelana (Figuras 4.9 e 4.10).

Tabela 4.1 - Distribuição dos grupos. As fibras foram posicionadas paralelas ao longo eixo dos corpos-de-prova

<b>Material</b>	<b>Infraestrutura</b>	<b>Porcelana</b>		<b>Grupos</b>
<b>In-Ceram Alumina</b>	alumina	VM7	sem fibras	<b>IAC</b>
			4 fibras	<b>IA4</b>
			7 fibras	<b>IA7</b>
<b>In-Ceram 2000 AL Cubes</b>	alumina	VM7	sem fibras	<b>ALC</b>
			4 fibras	<b>AL4</b>
			7 fibras	<b>AL7</b>
<b>In-Ceram 2000 YZ Cubes</b>	zircônia	VM9	sem fibras	<b>YZC</b>
			4 fibras	<b>YZ4</b>
			7 fibras	<b>YZ7</b>
<b>Porcelana VM7</b>	-	VM7	sem fibras	<b>PAC</b>
			4 fibras	<b>PA4</b>
			7 fibras	<b>PA7</b>
<b>Porcelana VM9</b>	-	VM9	sem fibras	<b>PYC</b>
			4 fibras	<b>PY4</b>
			7 fibras	<b>PY7</b>

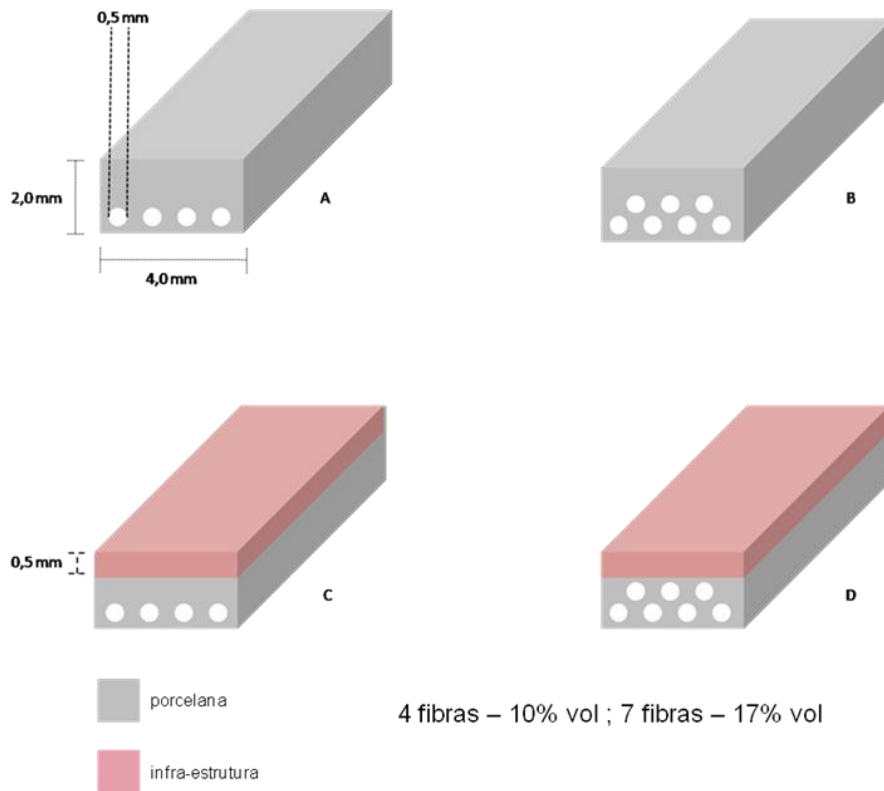


Figura 4.9 - Configuração dos corpos-de-prova e distribuição das fibras. (A) camada única ou monolítico com 4 fibras; (B) monolítico com 7 fibras; (C) camada dupla ou bilaminado com 4 fibras; (D) bilaminado com 7 fibras. As fibras foram posicionadas próximas às superfícies que recebem a tensão de tração durante o ensaio de flexão

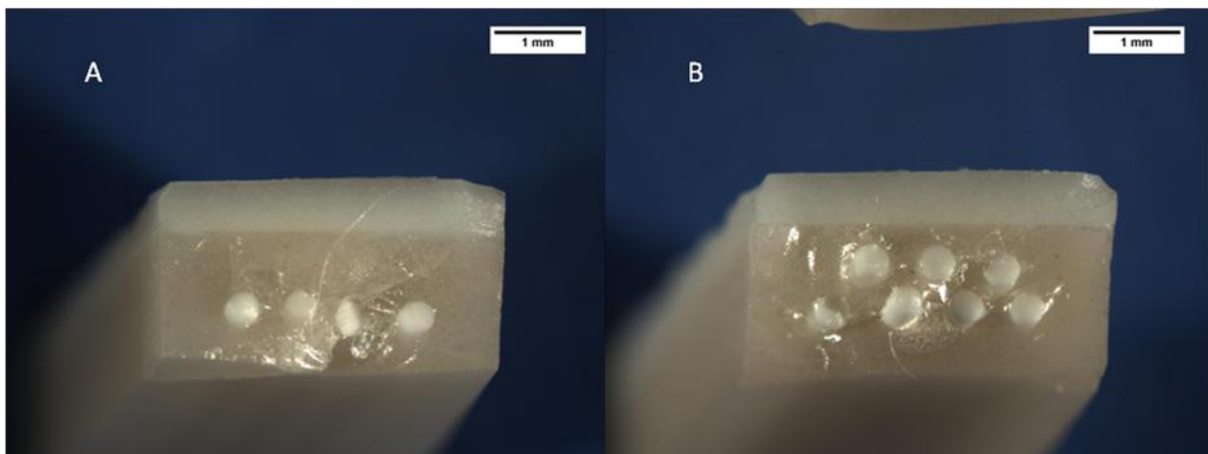


Figura 4.10 - Fotomicrografias de corpos-de-prova *bilayers* fraturados demonstrando o posicionamento das fibras. (A) grupo AL4; (B) grupo AL7.

#### 4.2.1 Infraestrutura do In-Ceram Alumina

Para a confecção da infraestrutura do In-Ceram Alumina (ICA), inicialmente foram confeccionadas placas de 8,2 x 4,7 x 0,5 cm com material refratário (Begoform – Wilcos, Brasil). Uma placa de silicone industrial de 8,0 x 4,6 x 0,4 cm com recortes de 1,6 x 0,5 cm foi produzida com a finalidade de se adaptar por sobre as placas do refratário e receber a barbotina de alumina produzida de acordo com as recomendações do fabricante (Figura 4.11). Após uma secagem inicial da barbotina, a placa de silicone era removida e as barbotinas eram levadas ao forno, seguindo o ciclo indicado na tabela 4.2. Após a sinterização, as infraestruturas recebiam os pós de vidro que eram então infiltrados em novo ciclo térmico (Figura 4.12).

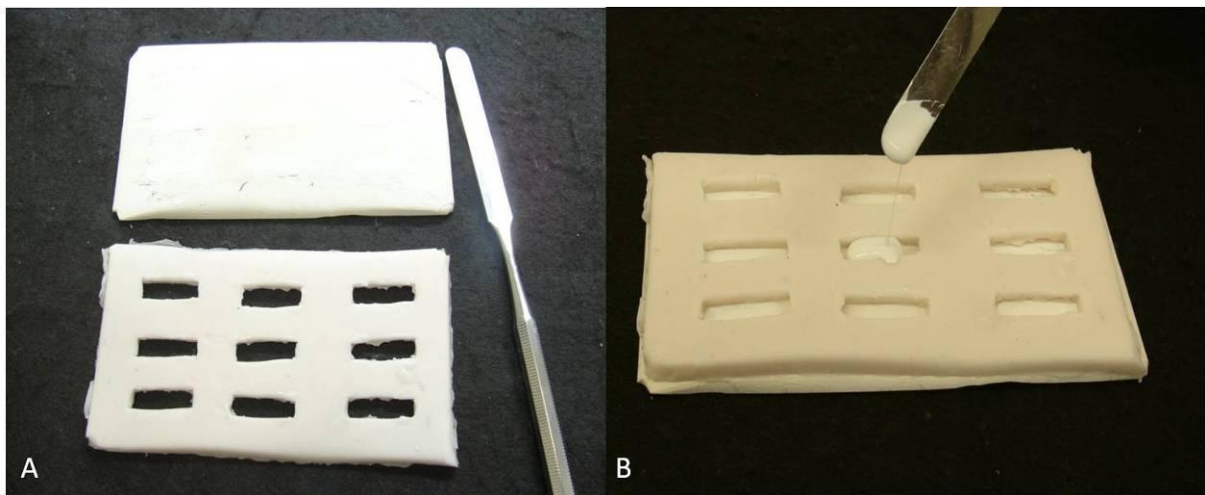


Figura 4.11 - Processo de confecção da infraestrutura de In-Ceram Alumina. (A) refratário (acima) e matriz de silicone (abaixo). (B) barbotina sendo vertida sobre o molde

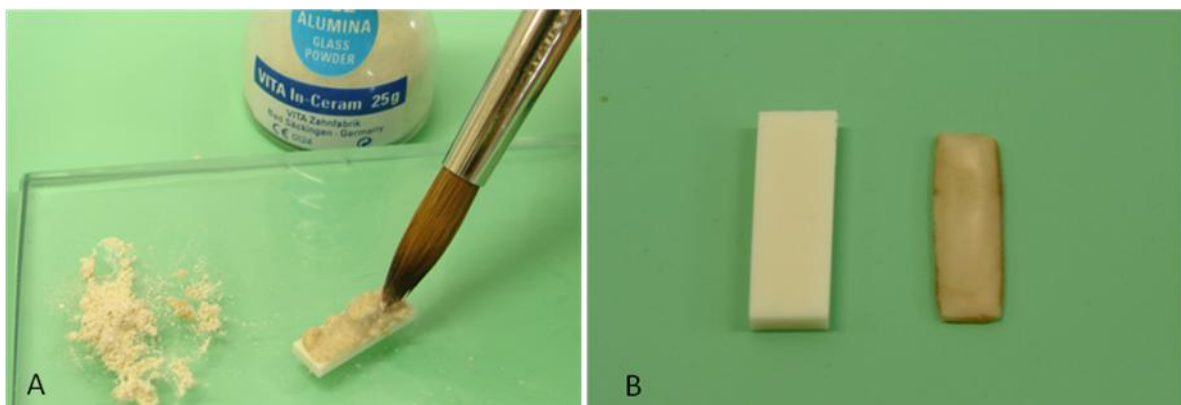


Figura 4.12 - In-Ceram Alumina. (A) aplicação do vidro para infiltração. (B) alumina antes (esquerda) e após (direita) infiltração do vidro e usinagem

#### 4.2.2 Infraestrutura do In-Ceram AL Cubes e YZ Cubes

Os blocos pré-sinterizados de alumina (AL) e de zircônia (YZ) foram cortados com disco de diamante (Serial 15 LC diamond, Buehler, Lake Bluff, EUA) em máquina para corte (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, EUA) nas dimensões de 16 x 5,2 x 2,2 mm e sofreram um processo complementar de sinterização (Tabela 4.2).

#### 4.2.3 Aplicação da porcelana de cobertura

Após seus ciclos térmicos, as infraestruturas do ICA, AL e YZ foram usinadas em retificadora plana (MSG 600, Mitutoyo – Figura 4.13A), com seqüência de três rebolos diamantados até atingirem a medida de 16 x 5 x 0,5 mm.

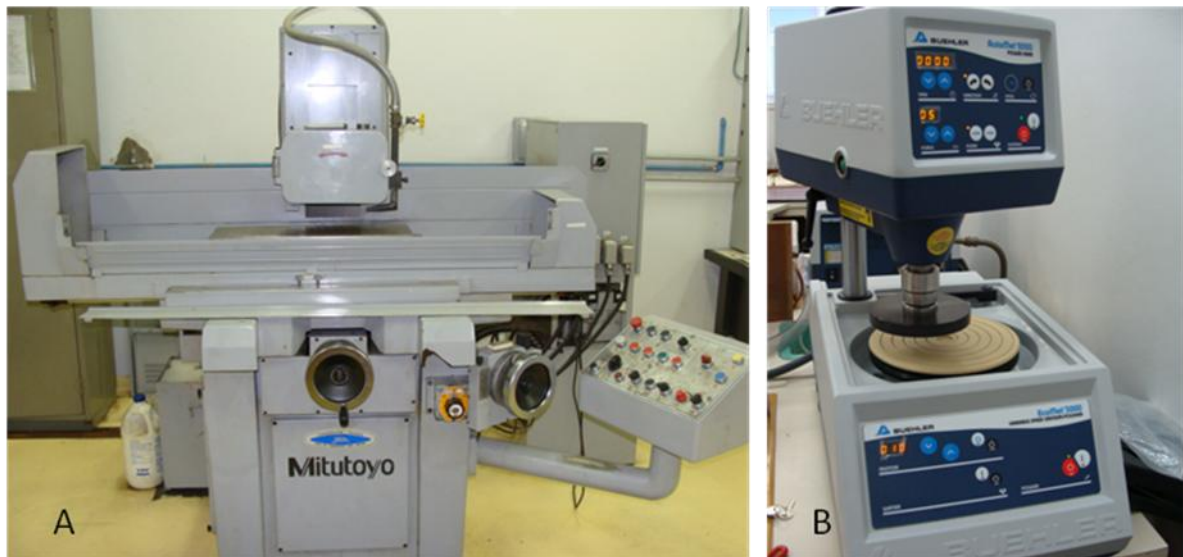


Figura 4.13 - (A) Retificadora plana MSG 600 (Mitutoyo – JP); (B) Politriz Ecomet 3 (Buehler – EUA)

As cerâmicas foram adaptadas no dispositivo metálico, seguidas da inserção das fibras no posicionador, sobre as quais as porcelanas de cobertura complementaram a altura dos espécimes nos moldes (Figura 4.14). As porcelanas foram sinterizadas seguindo os ciclos térmicos recomendados pelo fabricante (tabela

4.2) e os CP submetidos a novo processo de usinagem com sequência de rebolos diamantados até apresentarem dimensão aproximada de 15 x 4 x 2,2 mm. Os ângulos entre as faces foram arredondados, com auxílio de dispositivo “quebra-cantos”. As faces em porcelana (superfícies que seriam expostas à tensão de tração) foram então polidas em politriz semi-automática (Ecomet 3, Buehler, Lake Buff, EUA – figura 4.13B) com sequência de suspensões de diamante de granulação decrescente (45, 15, 9, 6, 3 e 1  $\mu\text{m}$ ). As dimensões finais dos CP era de 15 x 4 x 2 mm.

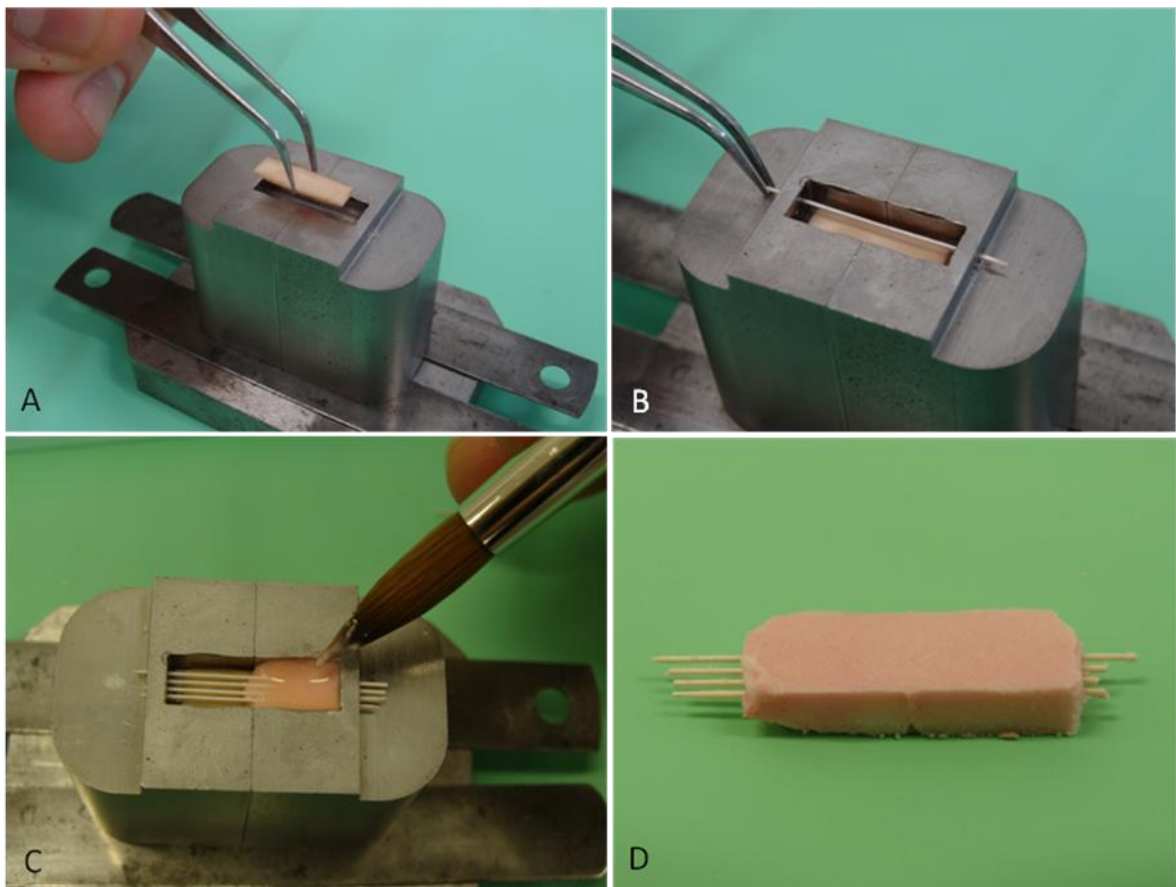


Figura 4.14 - Sequência de aplicação da porcelana de cobertura. (A) inserção da infraestrutura no molde metálico. (B) posicionamento das fibras. (C) aplicação da porcelana. (D) corpo verde bilaminado de quatro fibras

#### **4.2.4 Monolayers**

Os corpos-de-prova monobloco foram confeccionados pela aplicação da porcelana de cobertura no dispositivo metálico. No caso de corpos com fibras, da mesma forma que nas *bilayers*, as fibras eram inseridas no dispositivo previamente à aplicação da porcelana.

Assim como no caso dos *bilayers*, os CP *monolayers* passaram, após a sinterização da porcelana, por processo de usinagem e polimento até apresentarem as mesmas dimensões.

Tabela 4.2 - Ciclos de sinterização das cerâmicas estudadas

	VM7	VM9	AL Cubes	YZ Cubes	Al - Barbotina	Al - Infiltração
<b>Tempo de secagem (min.)</b>	6	6	-	-	360	30
<b>Temperatura inicial (°C)</b>	500	500	-	-	120	200
<b>Velocidade de aquecimento(°C/min)</b>	55	55	25	25	-	
<b>Temperatura máxima (°C)</b>	910	910	1530	1530	1120	1110
<b>Temperatura de desligamento vácuo (°C)</b>	910	910	1530	1530	-	-
<b>Sinterização com vácuo (s)</b>	-	-	-	-	-	-
<b>Sinterização sem vácuo (min)</b>	1	1,5	120	120	120	360
<b>Tempo de resfriamento 1</b>	3 min	3 min	7,5h	7,5h	-	-
<b>Tempo de resfriamento 2</b>	3 min	3 min	-	-	-	-

## 4.3 CARACTERIZAÇÃO

### 4.3.1 Fibras de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$

#### Densidade e resistência à flexão

A densidade dos corpos-de-prova usinados e das fibras isoladamente foi determinada por meio do princípio de Arquimedes.

A resistência à flexão foi determinada pelo método de flexão a três pontos em uma máquina de testes Instron 5545 (Instron, EUA) com a velocidade do atuador ajustada para 0,5mm/min e distância entre os apoios de 12 mm, segundo a equação:

$$\sigma_t = \frac{2,546fl}{D^3}$$

onde  $f$  é a carga aplicada,  $l$  é a distância entre os apoios e  $D$  o diâmetro da fibra.

#### Tenacidade à fratura

Um teste de fratura por indentação (Vickers) foi realizado para a determinação da tenacidade à fratura das fibras pelo método denominado *indentation fracture* (IF), através da fórmula de Lawn *et al*, 1980 (26):

$$K_{IC} = 0,028 \left( \frac{E}{H} \right)^{1/2} H \cdot a^{1/2} \left( \frac{c}{a} \right)^{-3/2}$$



onde  $E$  é o módulo de elasticidade da fibra (373 GPa) (25),  $c$  é o tamanho da trinca,  $a$  é a metade da diagonal da indentação e  $H$  a dureza Vickers.

### **Microscopia eletrônica de varredura**

Algumas fibras foram incluídas em resina acrílica, polidas e avaliadas em canhão de emissão de campo em microscopia eletrônica de varredura (FEG - *Field Emission Gun* - Quanta 600F, FEI, Holanda).

### **4.3.2 Conjugados cerâmicos**

#### **Densidade e resistência à flexão**

A densidade dos CP foi determinada, assim como as fibras, pelo princípio de Arquimedes.

A resistência à flexão em três pontos (figura 4.15) foi determinada, após o ensaio, pela fórmula

$$\sigma_i = \frac{3fl}{2wh^2}$$

onde  $f$  é a carga aplicada,  $l$  é a distância entre os apoios,  $w$  é a largura e  $h$  a espessura do corpo-de-prova.



Figura 4.15 - Ensaio de flexão a três pontos

Os valores de densidade e resistência à flexão foram entre si comparados por análise de variância de um fator e, quando necessário, aplicado teste de contraste de Tukey com nível de significância de 5%. As análises estatísticas foram realizadas para cada sistema cerâmico/porcelana individualmente. Assim, por exemplo, a estatística para resistência a flexão do sistema In-Ceram AL Cubes (*bilayers* de alumina para fresagem e porcelana VM7) comparou apenas as médias de resistência obtidas pelo grupo controle (ALC) e pelos grupos de 4 (AL4) e 7 fibras (AL7) do sistema. Não houve análise comparativa com grupos de outros sistemas, fossem eles de CP *monolayers* ou *bilayers*.

### **Dilatometria**

Análise de dilatometria (DIL 402 PC, Netzsch, Selb, Alemanha) foi realizada nas porcelanas de cobertura VM7 e VM9 para efeito de comparação com o CETL das fibras.

## Microscopia e análise fractográfica

Foi realizada microscopia eletrônica de varredura (Stereoscan 440, LEO, Inglaterra) para análise microestrutural e fractográfica dos corpos-de-prova.

Para a determinação das origens das trincas no material foi tomada a metodologia de trabalhos prévios baseados nos chamados “rastros de fraturas” encontrados em inclusões e poros nas cerâmicas. Entre eles os chamados *wake hackles* e *twist hackles* (8, 27).

## Difratometria

Difratometria por raios-X (RU-200B, Rigaku, Japão) com radiação  $K\alpha$  de cobre e velocidade de varredura de  $2\theta$  / min foi conduzida para a determinação das fases cristalinas dos materiais empregados previamente e após a sinterização. O material da infraestrutura de alumina infiltrada por vidro (grupos IAC, IA4, IA7) não foi avaliado por haver sido incluído no estudo em fase posterior à condução das análises.

## 5 RESULTADOS

### 5.1 FIBRAS

A tabela 5.1 mostra as médias de densidade, tenacidade e resistência à flexão das fibras e os respectivos desvios-padrão.

Tabela 5.1 - Médias e desvios-padrão de densidade, tenacidade à fratura e resistência à flexão para as fibras de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$  (n=5)

	$\rho$ ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	$K_{IC}$ ( $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ )	$\sigma_t$ ( $\text{MPa}$ )
Fibra $\text{GdAlO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$	$6,3 \pm 0,25$	$4,5 \pm 1,3$	$806 \pm 168$

A microestrutura das fibras produzidas para este trabalho está ilustrada na figura 5.1. Foi possível observar uma predominância do padrão “escrita chinesa” intercalado por padrões microestruturais tendendo ao tipo “complexo regular”, onde existe um alongamento das fases, seguindo um padrão anisotrópico.

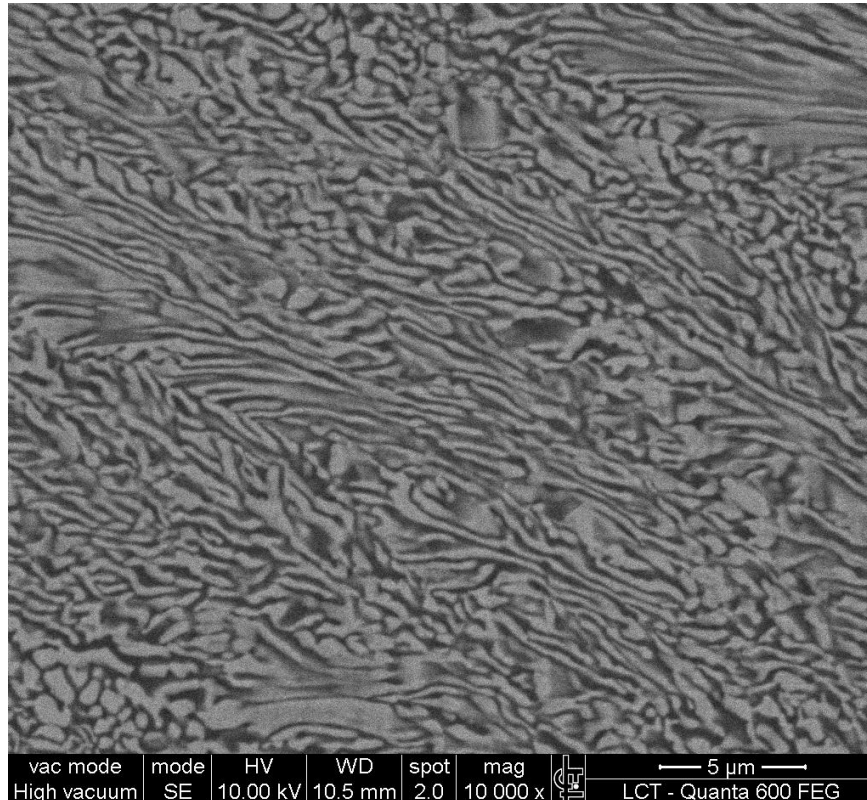


Figura 5.1 - Imagem obtida por MEV (*field emission gun Scanning Electron Microscopy*) da fibra de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$  onde é possível observar a alternância dos padrões microestruturais de “escrita chinesa” e com tendência a “complexo-regular”

## 5.2 CONJUGADOS CERÂMICOS

### 5.2.1 Resistência à flexão

Os corpos-de-prova dos grupos com fibras adicionadas à porcelana VM9 apresentaram trincas e defeitos dispostos longitudinalmente às barras, acompanhando o direcionamento das fibras, constatados após a sinterização da porcelana (fig.5.2). Devido a isto os dados de resistência à flexão destes grupos foram desconsiderados. Alguns poucos espécimes de grupos contendo a porcelana VM9 e as fibras com e sem infraestrutura (YZ4, YZ7, PY4, PY7) que resistiram aos processos de usinagem e polimento foram levados ao ensaio de flexão, porém apenas para se avaliar o padrão de fratura e as características microscópicas das interações das fibras com a porcelana e desta com a infraestrutura.

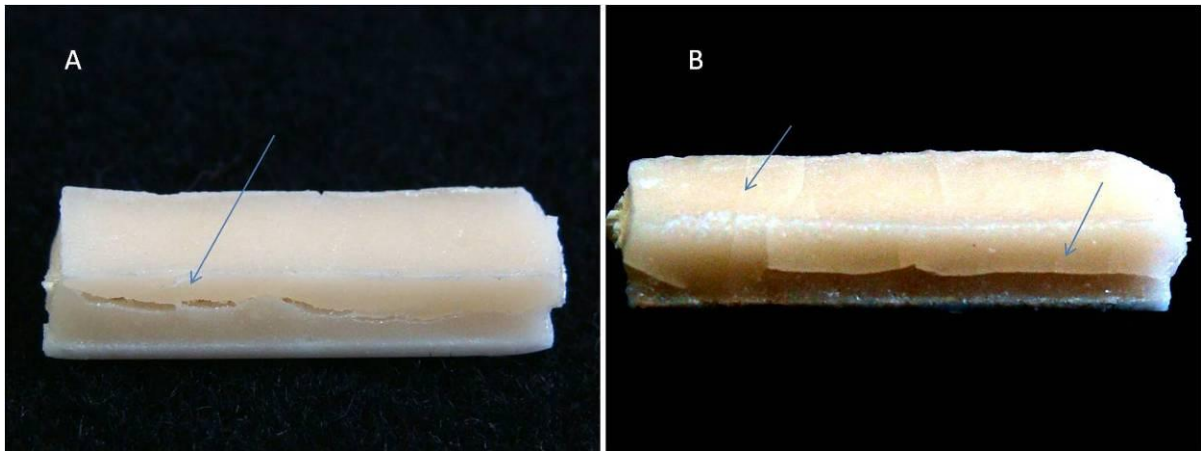


Fig. 5.2 - Espécimes dos grupos YZ4 (A) e YZ7 (B). Presença de trincas e falhas nos corpos (setas)

As médias e desvios-padrão de densidade e resistência à flexão para os corpos-de-prova estão relacionados na tabela 5.2. Para os grupos onde havia a presença da porcelana de cobertura VM9 foram medidos apenas os valores dos grupos-controle. A comparação estatística se deu apenas entre os grupos de mesmo material.

Em relação à resistência à flexão, comparando-se os dados dos grupos controle aos dos grupos onde foram adicionadas fibras, pôde-se observar um aumento significativo apenas na adição de fibras em 17% em volume (7 fibras) nos monolíticos de VM7 (Grupo PA7), apesar de a adição de fibras elevar numericamente a resistência em todos os grupos.

A densidade nos grupos da In-Ceram Alumina (IAC, IA4 e IA7) e da porcelana VM7 (PAC, PA4, PA7) aumentou com a adição das fibras pela maior densidade da fibra em relação à matriz cerâmica do conjugado.

Após os testes de flexão, alguns corpos-de-prova foram levados para análise fractográfica por microscopia eletrônica de varredura (MEV), onde foi possível observar que a origem das trincas ocorreu sempre junto à superfície que foi submetida a tensões de tração (Figura 5.3).

Tabela 5.2 – Médias de densidade e resistência à flexão dos conjugados cerâmicos. As análises estatísticas foram conduzidas somente entre os grupos do mesmo material. Letras iguais correspondem a resultados estatisticamente semelhantes. Os grupos de porcelana VM9 com adição de fibras foram excluídos do teste por apresentarem defeitos pós-sinterização

GROUP	n	$\rho(g/cm^3)$	$\sigma_t(MPa)$
IAC	5	$1,9 \pm 0,2^b$	$111 \pm 16^A$
IA4	5	$2,3 \pm 0,4^{ab}$	$115 \pm 36^A$
IA7	5	$2,6 \pm 0,2^a$	$153 \pm 38^A$
ALC	10	$2.3 (0.2)^a$	$157 (8)^A$
AL4	10	$2.5 (0.1)^a$	$165 (11)^A$
AL7	10	$2.6 (0.1)^a$	$167 (36)^A$
YZC	5	$2.6 (0.1)$	$87 (16)$
YZ4	0	-	-
YZ7	0	-	-
PAC	10	$2.2 (0.1)^b$	$65 (7)^B$
PA4	10	$2.5 (0.3)^{ab}$	$78 (16)^{AB}$
PA7	10	$3.0 (0.7)^a$	$92 (23)^A$
PYC	5	$2.4 (0.0)$	$65 (9)$
PY4	0	-	-
PY7	0	-	-

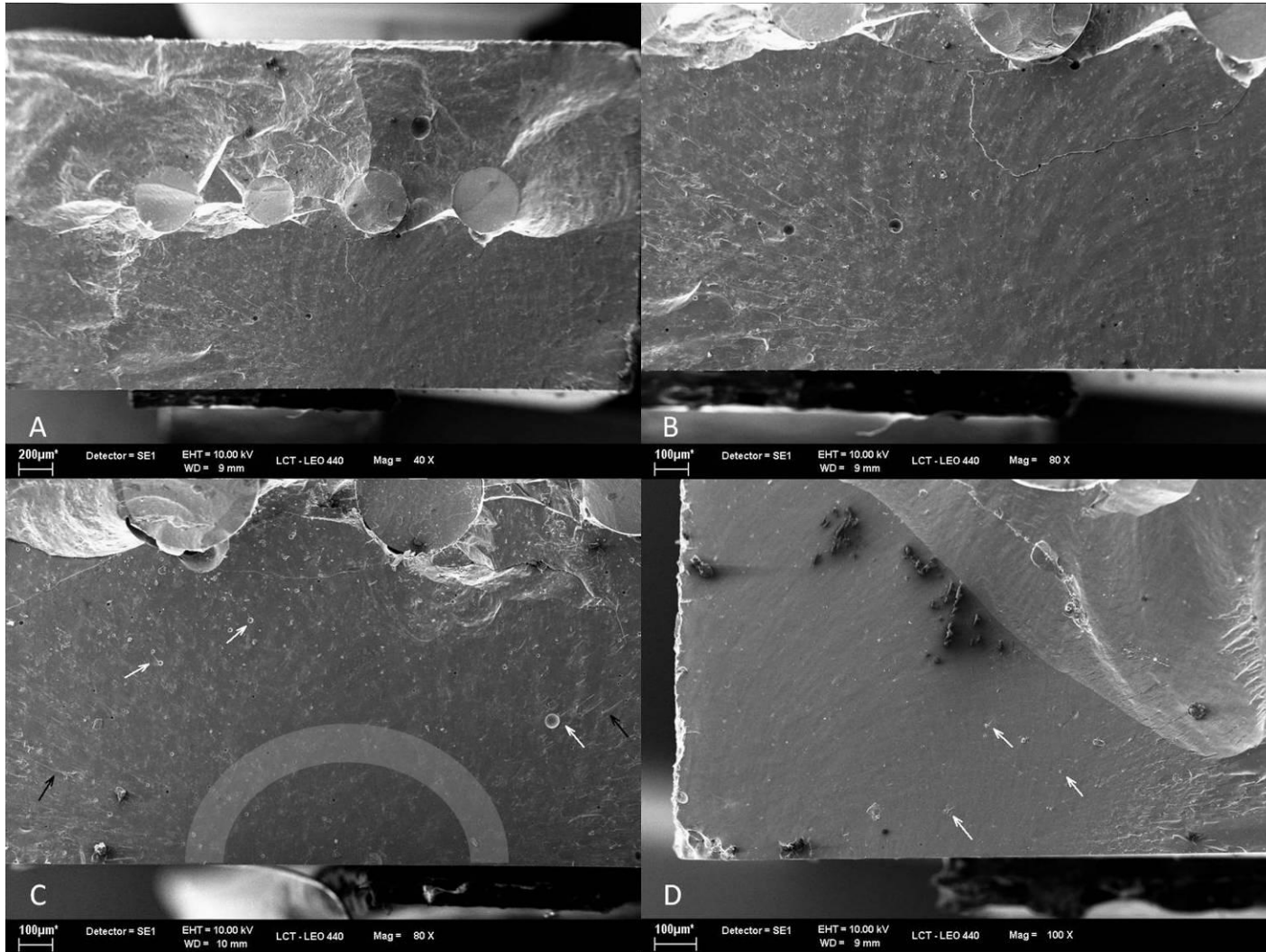


Figura 5.3 - Análise fractográfica. (A) em menor aumento, distribuição das trincas no interior da porcelana e entre as fibras. (B) mesmo espécime, maior aumento, ressaltando a região sob tensões de tração (C) identificação do início da trinca junto à superfície que sofreu tensões de tração. Marcas na porcelana, como os *twist hackles* (setas pretas) e *wake hackles* (setas brancas) indicam a origem da trinca. Semicírculo representa a “zona espelhada”. (D) outro espécime onde as marcas (*wake hackles*) apontam o início da trinca para uma região próxima ao ângulo do corpo-de-prova



Pela microscopia também foi possível observar a boa interação das fibras com a porcelana VM7 de cobertura, principalmente se comparada à interação com a porcelana VM9 (Figura 5.4).

A observação macroscópica da fratura dos corpos-de-prova bilaminados alumina/VM7 permitiu inferir que a trinca se propagou na interface entre a porcelana e a cerâmica da infraestrutura (delaminação) (Figura 5.5). Apesar disso, imagens de microscopia eletrônica de varredura revelou uma integridade na interface da porcelana VM7 com a alumina de infraestrutura (Figura 5.6).

Os corpos-de-prova bilaminados de zircônia e VM9 sem fibras (YZC), diferentemente dos bilaminados de alumina, não apresentaram trincas na infraestrutura. As falhas nos testes de flexão a três pontos indicaram uma fratura da porcelana de cobertura, porém a trinca não propagou pela infraestrutura em qualquer dos CP. Ao exame microscópico de uma destas amostras foi possível verificar uma falha coesiva do material de cobertura (Figura 5.7).

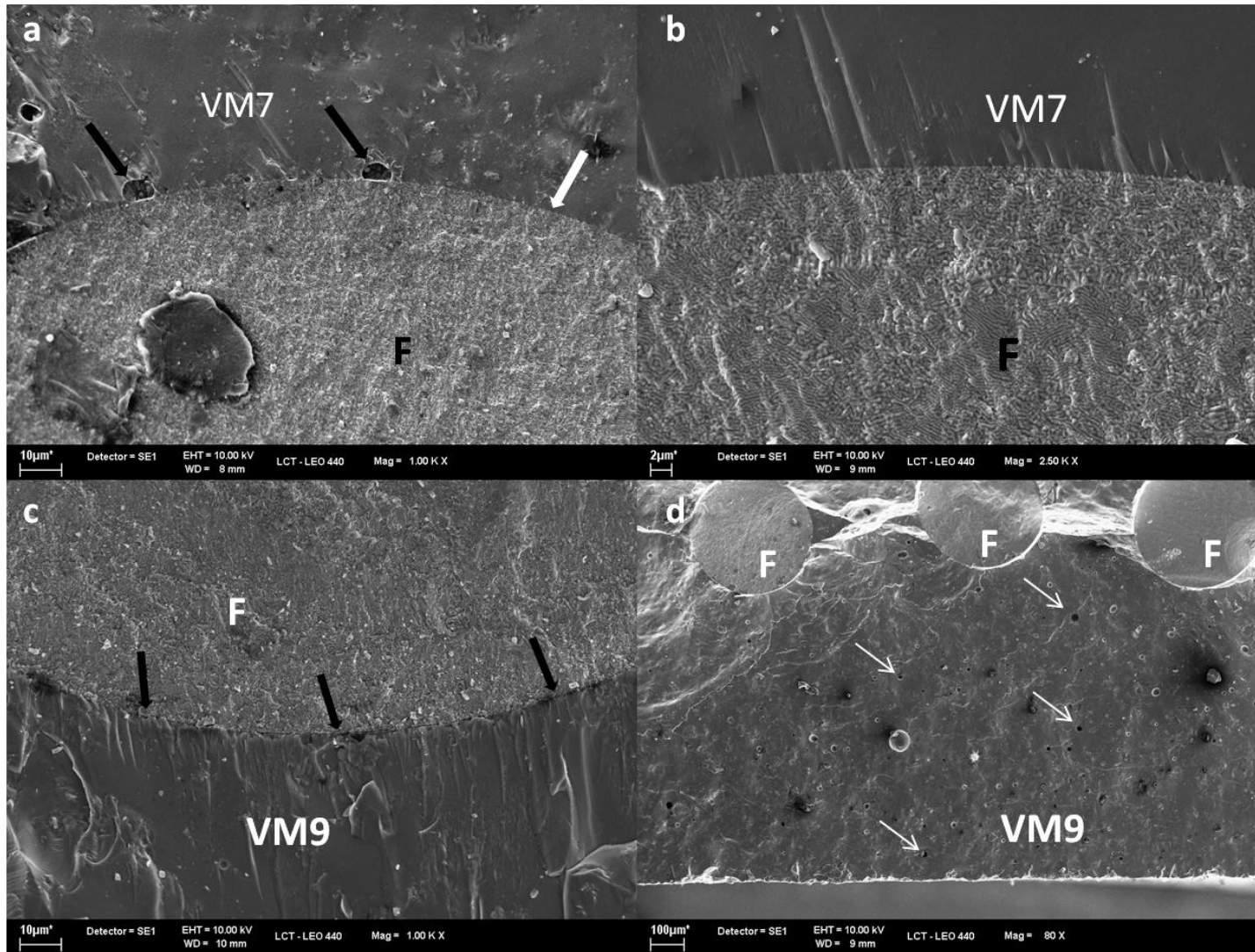


Figura 5.4 - Microscopia eletrônica de varredura. (a) fotomicrografia demonstrando a interface contínua (seta branca) entre a porcelana de cobertura VM7 e as fibras (F), com a presença de algumas poucas porosidades (setas pretas). (b) em um aumento maior, a ausência de fendas e justaposição dos materiais. (c) presença de vãos entre a fibra e porcelana VM9. (d) grande quantidade de porosidade encontrada na porcelana VM9

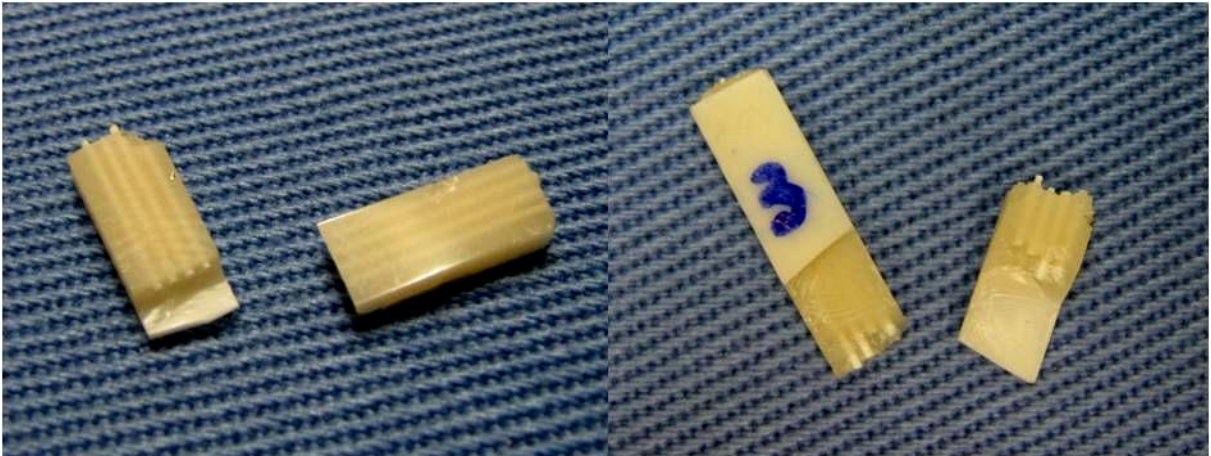


Figura 5.5 - Padrão de fratura de espécimes dos grupos ALC, AL4 e AL7, que sugere uma delaminação da peça antes da fratura da infraestrutura

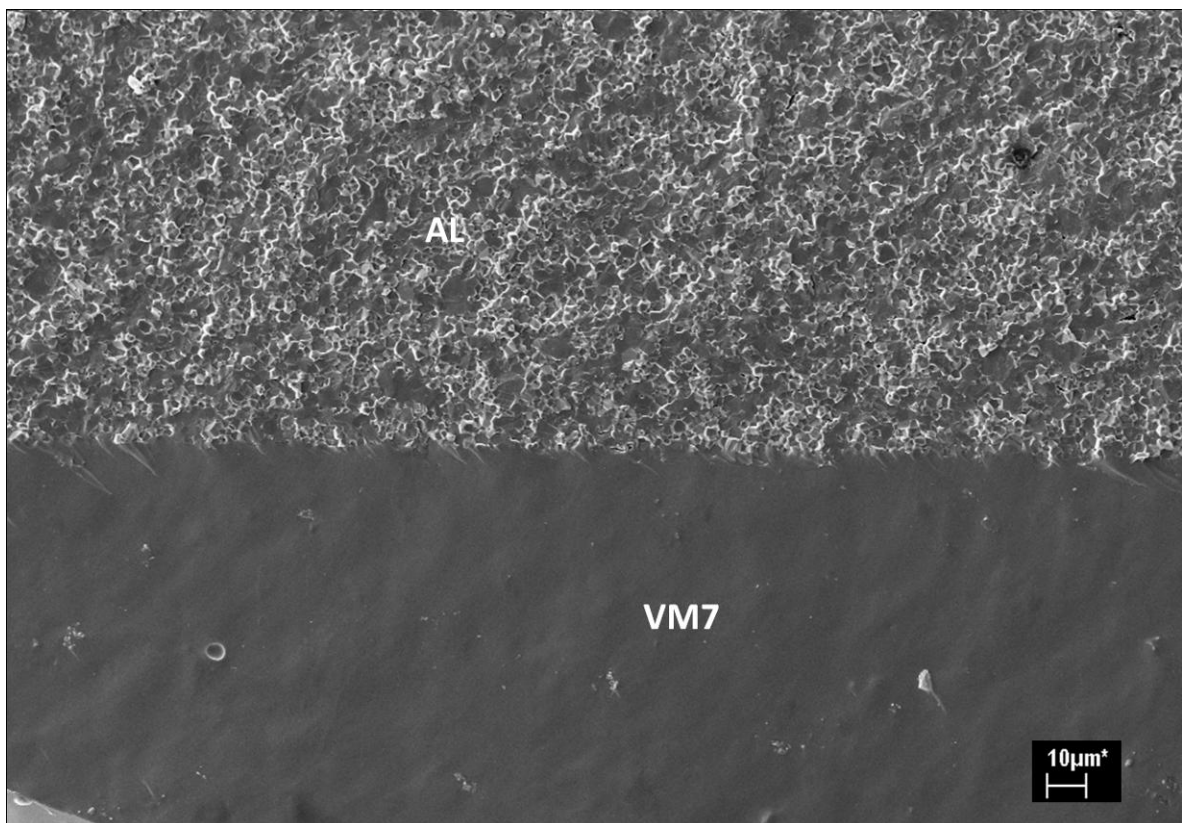


Figura 5.6 - Fotomicrografia revelando a interface íntegra entre a porcelana VM7 e a alumina da infraestrutura (AL)

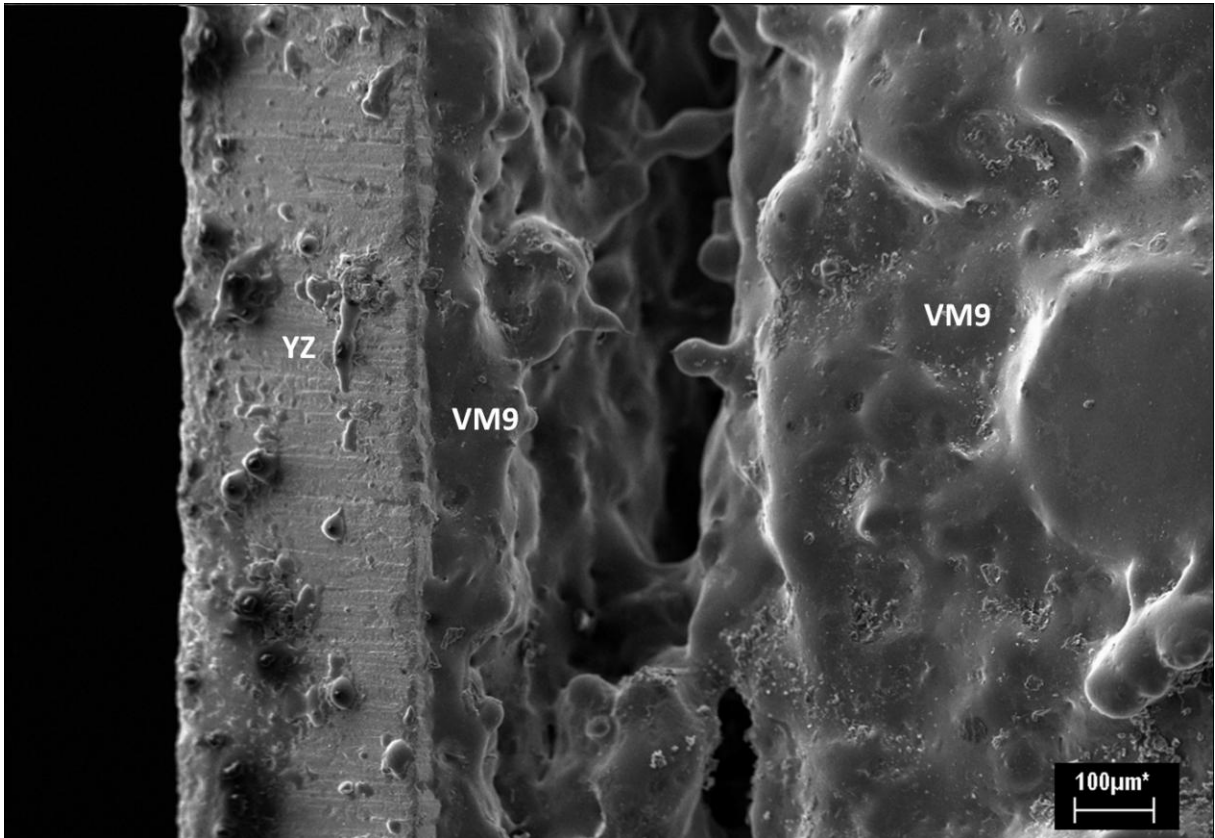


Figura 5.7 - Microscopia eletrônica de varredura de um corpo de prova bilaminado do grupo YZC após teste de flexão. Observação de uma falha coesiva na porcelana VM9 de cobertura

### 5.2.2 Dilatometria

A dilatometria para as porcelanas VM7 e VM9 revelaram os resultados apresentados no gráfico da figura 5.8.

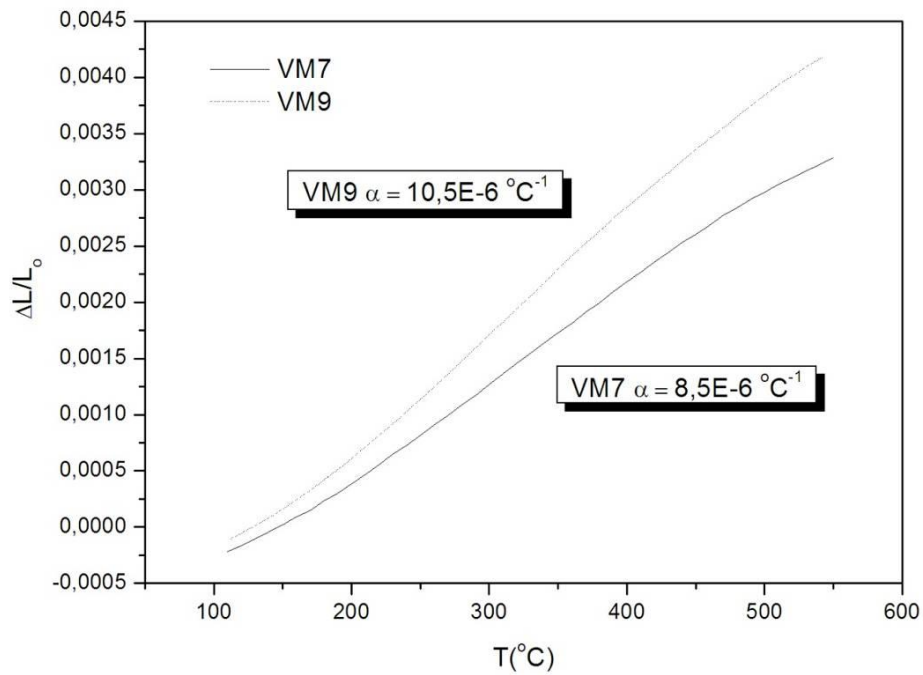


Figura 5.8 - Gráfico de dilatométrica para as porcelanas de cobertura VM7 e VM9 (Dilatômetro Netzsch Dil 402PC – Alemanha)

### 5.2.3 Difratometria

A difratometria das porcelanas VM7 e VM9 antes e após a sinterização apresentaram bandas largas, indicativo de estrutura amorfa (Figura 5.9).

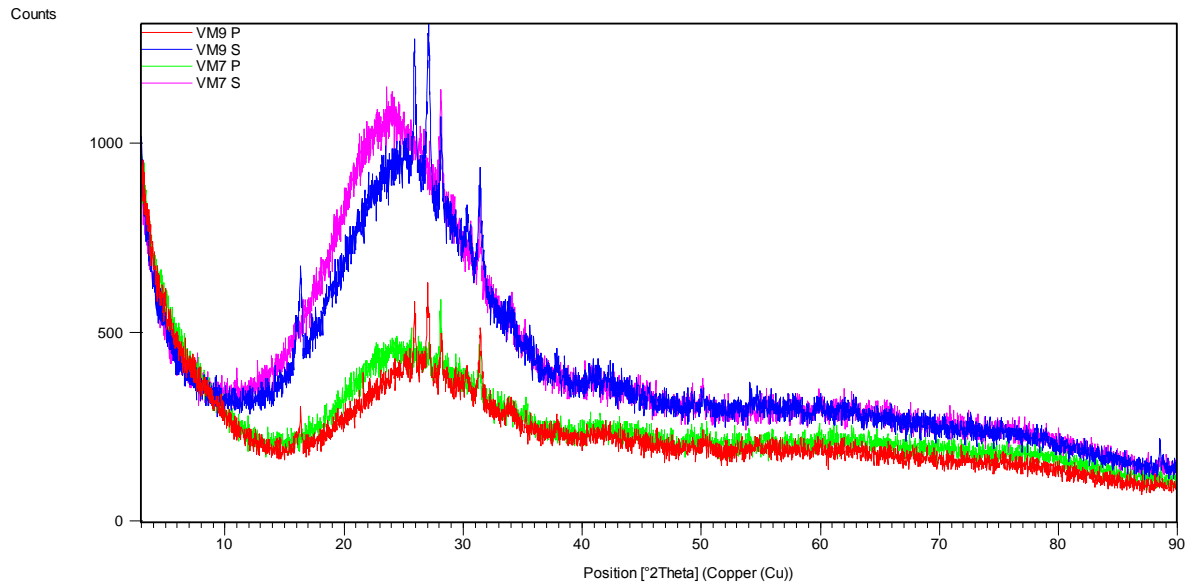


Figura 5.9 - Gráfico da análise de difratometria das porcelanas VM9 pré (VM9 P) e pós-sinterização (VM9 S) e VM7 pré (VM7 P) e pós-sinterização (VM7 S). As bandas amplas revelam a ausência de fase cristalina

As análises das amostras da cerâmica policristalina de alumina apresentaram como fase cristalina a alfa alumina, com estrutura cristalina romboédrica (figura 5.10).

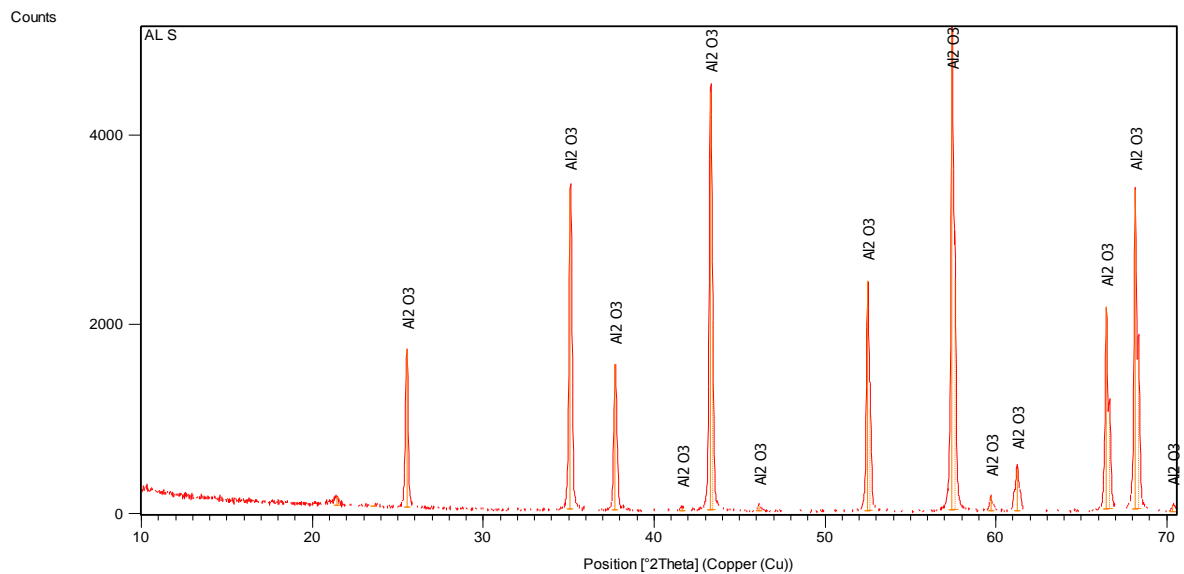


Figura 5.10 - Gráfico da análise de difratometria da cerâmica In Ceram 2000 AL Cubes. As amostras pré e pós-sinterizadas demonstraram os coincidência dos picos, com predominância da alumina alfa (óxido de alumínio romboédrico)



Na cerâmica (YZ N) pré-sinterização houve a prevalência de óxido de zircônia tetragonal. A cerâmica In Ceram YZ Cubes pós-sinterização (YZ S) apresentou picos indicativos de zircônia monoclinica e zircônia tetragonal estabilizada por ítria (figura 5.10).

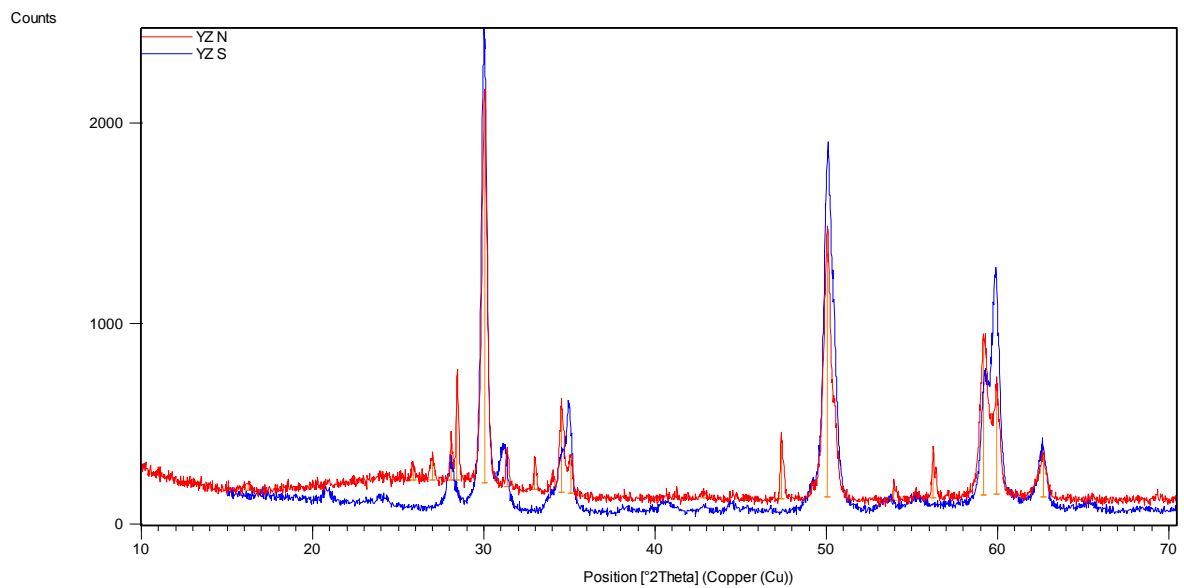


Figura 5.11 - Comparação das análises de difratometria para In Ceram YZ Cubes pré (YZ N) e pós sinterização (YZ S). Na cerâmica (YZ N) pré-sinterização houve a prevalência de óxido de zircônia tetragonal. A cerâmica In Ceram YZ Cubes pós-sinterização (YZ S) apresentou picos indicativos de zircônia monoclinica e zircônia tetragonal estabilizada por ítria

## 6 DISCUSSÃO

### 6.1 FIBRAS DE $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$

O objetivo prévio de produção das fibras de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$  com diâmetro de 0,5mm para aplicação na porcelana de cobertura dos corpos-de-prova foi alcançado. O valor médio de tenacidade à fratura pelo método de indentação encontrado para a fibra de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$  obtido neste trabalho ( $4,5 \pm 1,3 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ) foi ligeiramente menor do que o encontrado por Waku e Nakagawa, em 1997 (25), com fibras de mesma composição crescidas pelo método de crescimento de indução por alta frequência ( $\sim 5\text{-}6 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ). Uma das hipóteses para justificar a pequena diferença dos valores de tenacidade encontrados no presente estudo em relação ao trabalho de Waku e Nakagawa baseia-se no alto coeficiente de variação observado nos testes de indentação (*indentation fracture* – IF) e nas dificuldades em se estabelecer o limite das trincas durante sua medida (9).

O valor médio da resistência à flexão para a fibra (806 MPa) é maior do que o encontrado no estudo de Waku e Nakagawa (25) (695 MPa) e está dentro do intervalo de resistência à flexão observado por Medeiros et al. (24) que, ao variarem a velocidade e direcionamento do puxamento das fibras de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$ , obtiveram valores de 800 a 1780 MPa.

A avaliação microestrutural realizada por meio de microscopia eletrônica de varredura indicou a presença da microestrutura nos padrões “escrita chinesa” com algumas regiões apresentando a tendência de um padrão “complexo-regular” (figura 5.1). Esses resultados são concordantes com os padrões microestruturais observados nos estudos de Andreetta et al. (23) e Medeiros et al. (24).

Os padrões “complexo regular” propiciam anisotropia ao material e garantem uma maior resistência à flexão no modo como são solicitados no interior da matriz cerâmica.



## 6.2 CONJUGADOS CERÂMICOS

O presente estudo confirmou o papel do reforço das fibras nas porcelanas de cobertura, quando inseridas em *monolayers* da porcelana VM7. Os *bilayers* de VM7+infraestrutura de alumina, por sua vez, apresentaram um aumento numérico na resistência à flexão, porém não significativo estatisticamente. Para os grupos em que o material foi a porcelana VM9 e *bilayers* VM9+Y-TZP não foi possível a realização dos ensaios por apresentarem trincas e fendas.

Devido ao grande número de variáveis que podem influir na confecção de um corpo-de-prova cerâmico como a inclusão de poros e defeitos diversos, espera-se um grande coeficiente de variação para os corpos-de-prova deste material. A resistência mecânica de um material frágil como a cerâmica não segue uma distribuição Gaussiana e sim uma distribuição de Weibull (28). A distribuição de Weibull é um indicador da variabilidade da resistência mecânica que expressa a confiabilidade do processamento para obtenção de um material, considerando a distribuição dos defeitos e trincas de natureza e tamanho distintos. Nos estudos onde se aplica a distribuição de Weibull recomenda-se que o número de CP testados seja próximo a trinta, quando não se parte de nenhum outro parâmetro (29). Em razão de falhas no funcionamento da retificadora plana MSG 600 (Mitutoyo – JP), não foi possível, até o fim deste trabalho, obter o número de espécimes desejados para esta análise que demonstraria a probabilidade de falha do material cerâmico. Uma nova metodologia que utiliza a máquina de cortes e a politriz como técnica de obtenção de faces paralelas e planas está sendo testada, o que possibilitará um novo estudo com maior número de corpos-de-prova e a possibilidade de aplicação da análise de Weibull.

Quando se pretende produzir novos materiais com reforço por adição de fibras, alguns aspectos gerais a todos os compósitos devem ser considerados (12):

a. A adição de fibras na matriz requer um modo de processamento cuidadosamente desenhado. O molhamento e a homogeneidade são aspectos fundamentais para o melhor desempenho do conjugado.

b. Deve haver uma concordância entre o coeficiente de expansão da fibra com o da matriz.

c. A alta resistência mecânica do reforço (no caso, as fibras) não tem efeito se a interface de união não estiver íntegra e aderida. Quando solicitadas durante o carregamento funcional as fibras devem suportar os esforço aderidas à matriz ainda que sob a combinação de solicitações mecânicas e químicas combinadas (a mais agressiva das combinações).

No presente estudo, à medida que houve a adição de um maior volume de fibras, um aumento no desvio padrão das médias de resistência à flexão dos CP também foi observado. Verificou-se, portanto, que a inclusão das fibras na matriz de porcelana conduziu a uma menor confiabilidade do processamento, provavelmente pela inclusão de poros e defeitos em decorrência da manipulação da fibra e da dificuldade de aplicação da porcelana a seu redor.

Apesar de se conseguir padronizar o posicionamento das fibras com a matriz metálica, muitas vezes as fibras prendiam-se aos orifícios posicionadores, o que causava a movimentação destas quando da remoção do corpo verde. Tal fato pode ter sido um dos que contribuíram para a inclusão de algum defeito interno ao material, como, por exemplo, a presença das porosidades observadas ao redor de algumas fibras (Figura 5.4 a).

Por esta dificuldade de processamento pode-se inferir que o aumento no número de corpos-de-prova neste trabalho, além de permitir a análise de Weibull produziria resultados médios mais precisos de resistência à flexão.

Outra técnica proposta para a inclusão de fibras em cerâmica de forma padronizada descrita na literatura é a técnica denominada *tape casting* (20), no qual uma esteira contendo as fibras a serem incluídas corre por entre uma matriz cerâmica verde, porém esta não permitiria a inclusão das fibras em corpos-de-prova bilaminados e/ou a presença de mais do que uma camada de fibras.

Para verificar a compatibilidade térmica entre a fibra e as porcelanas, foram medidos os coeficientes de expansão térmico linear (CETL) das porcelanas para comparação ao da fibra. O CETL ( $\alpha$ ) das fibras descrito por Medeiros et al., 2009 (13) é de  $8,8 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ . O CETL das porcelanas VM7 e VM9 medidos foram de  $8,5 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  e  $10,5 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ , respectivamente.

As fendas observadas na figura 5.4c entre a porcelana VM9 e as fibras podem ter relação com a diferença de  $1,7 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  entre o CETL ( $\alpha$ ) da fibra e o desta porcelana a qual conduziria a tensões térmicas residuais, culminando no surgimento de trincas. Para os corpos-de prova que combinaram a porcelana VM7

com as fibras, a diferença de  $\alpha$  inferior a  $0,5 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  não foi suficiente para gerar falhas na interface dos materiais. A análise das imagens da interface da fibra com a matriz da porcelana VM7 indica uma interface íntegra sem a presença de fendas (Figura 5.4b).

Os resultados deste trabalho são suportados pelo estudo de Steiner et al. que observaram que cerâmicas combinadas em camadas (e.g. infraestrutura+porcelana) não apresentaram trincas ou fendas quando a diferença de  $\alpha$  entre os materiais é inferior a  $1 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$  (30).

Deste modo, a proximidade dos valores de CETL da fibra e da porcelana VM7 justifica a boa interação destes assim como a distância existente entre as medidas da fibra e da porcelana VM9 justificam sua incompatibilidade.

A falha na interação das fibras com a porcelana VM9, com o conseqüente surgimento de trincas, impediu que os corpos-de-prova dos grupos PY4, PY7 (*monolayers*) e YZ4 e YZ7 (*bilayers*) fossem testados. No entanto, os grupos controle, sem a presença das fibras foram submetidos ao ensaio para efeito de comparação.

Um resultado inesperado foi o baixo valor de resistência mecânica para o grupo YZC (VM9+infraestrutura de zircônia sem a adição de fibras). Como a zircônia estabilizada por ítria isoladamente atinge valores de até 1200 MPa de resistência à flexão (2), é de se estranhar que um compósito reforçado pela infraestrutura de zircônia atinja valores próximos ao da porcelana de cobertura isoladamente. Pela inspeção visual dos espécimes fraturados deste grupo foi possível observar que não houve fratura das infraestruturas, pois somente se fraturava a porcelana de cobertura. Alguns autores já investigaram e constataram uma interação negativa da porcelana VM9 com a infraestrutura de zircônia (31, 32).

Para uma observação mais detalhada, um CP bilaminado do grupo YZC, após o ensaio mecânico, foi analisado em MEV e revelou uma falha coesiva na porcelana próxima à infraestrutura (Figura 5.7). O assunto em questão, por sua complexidade, merece posteriores investigações. Outro aspecto microestrutural interessante na análise das imagens da porcelana VM9 foi a presença de uma maior quantidade de poros distribuídos pelo material (figura 5.4 d).

O grupo que apresentou um aumento estatisticamente significativo na resistência à flexão pela adição das fibras foi o grupo PA7 (porcelana VM7 com sete fibras). O percentual de 17% em volume de fibras adicionadas promoveu um

aumento de 43% na resistência dos corpos em relação ao controle. Em 2009, Medeiros et al.(13) com a adição de fibras contínuas de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$  em 30% em volume a uma porcelana de cobertura obtiveram um aumento na resistência à flexão dos espécimes de seu estudo em torno de 137%. Além das diferenças nos volumes percentuais apresentados nos dois estudos, duas diferenças metodológicas devem ser ressaltadas: o diâmetro das fibras do estudo de Medeiros et al. era de aproximadamente 0,8mm enquanto no presente estudo as fibras de reforço eram de 0,5mm de diâmetro; o outro aspecto relevante é o de que as fibras, no citado estudo, estavam dispostas paralelas e o mais próximo quanto possível da face submetida à tração no ensaio de flexão enquanto que no presente estudo estão dispostas em dois planos distintos (vide Figura 4.9).

São vários os mecanismos de aumento da resistência pela inclusão das fibras. A adição de fibras em materiais rígidos faz com que parte da força atuante sobre o corpo seja transferida para estas (33). Isso diminui o nível de tensão sobre as partes mais solicitadas do corpo, reduzindo o comprometimento ocasionado por eventuais defeitos microestruturais e elevando a resistência mecânica do material. Além disso, devido a essa redistribuição de tensão, a energia elástica armazenada não é dissipada através de uma única frente de propagação, mas possivelmente por várias microtrincas. O comprimento de cada uma destas microtrincas geradas, assim como a perda de resistência ocasionada, é inferior ao de uma única trinca, mesmo que sua área superficial total seja a mesma. A energia necessária para a fratura completa do corpo torna-se, assim, aumentada (34).

Além desses mecanismos, podemos citar o aumento da área real de fratura frente à área projetada, a deformação plástica da fibra, seu arrancamento ("*pull-out*") e fratura, e a formação de pequenas trincas ao redor das fibras (33, 34). Por contribuir para estes mecanismos, a compatibilidade entre a fibra e a matriz cerâmica favoreceu o aumento da resistência à flexão para a porcelana VM7 com a adição das fibras de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$ .

Os grupos de conjugados de In-Ceram Alumina (IAC, IA4, IA7), assim como os grupos de bilaminados In-Ceram AL Cubes (ALC, AL4 e AL7) demonstraram valores maiores de resistência à flexão quando da adição das fibras. No entanto, para todos os grupos não houve um aumento estatisticamente significativo em relação ao grupo controle. Talvez esta tendência venha a indicar um aumento

significante na resistência à flexão quando da elevação no número de corpos-de-prova em trabalhos futuros.

A análise fractográfica de espécimes de todos os grupos demonstrou que o início das fraturas se deu junto à superfície que sofre tração, na porcelana de cobertura. Nos bilaminados de alumina (In-Ceram Alumina e AL Cubes) as trincas se propagaram pela porcelana e delaminaram parcialmente, previamente à fratura secundária da infraestrutura (figura 5.5). Este padrão também foi observado por White et al. (7) em um estudo em que testaram a resistência à flexão de barras cerâmicas monolíticas e bilaminadas.

A difratometria do material cerâmico estudado foi realizada com o intuito de se comparar as fases cristalinas presentes antes e após a sinterização. Os materiais de porcelana (VM7 e VM9) apresentaram uma estrutura vítrea antes e após a sinterização, fato este evidenciado pela banda ampla obtida na análise difratométrica (figura 5.9). O In-Ceram AL Cubes apresentou o mesmo padrão cristalino, antes e após a sinterização, com predomínio da alfa alumina. Apenas os picos obtidos pela difratometria da cerâmica YZ Cubes modificaram-se após a sinterização do material. Neste caso, após a sinterização, alguns picos de zircônia monoclinica surgiram (Figuras 5.2 a 5.6) o que supõe uma transformação martensítica por conta de um agente externo, no caso o próprio tratamento térmico do material. No entanto, um estudo com o mesmo material não demonstrou formação de fase monoclinica após sinterização (35). Como existem poucos estudos sobre o assunto com a utilização de blocos cerâmicos de zircônia pré-sinterizados, novas investigações se fazem necessárias.

## 7 CONCLUSÕES

Considerando as limitações do presente estudo, pode-se concluir:

- Foi possível, através de ajustes na espessura do pedestal e velocidade de puxamento obter fibras de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$  com 0,5mm de diâmetro pela técnica de LHPG.

- Em relação aos conjugados cerâmicos, houve incompatibilidade das fibras com a porcelana VM9;

- Fibras de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$  incluídas a 17% em volume aumentaram em 43% a resistência a flexão da porcelana VM7;

- Apesar do aumento numérico na resistência à flexão, os bilaminados de alumina (In-Ceram Alumina, In-Ceram AL Cubes) e porcelana VM7 combinados às fibras de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$  não tiveram sua resistência à flexão aumentada;

## REFERÊNCIAS<sup>1</sup>

1. Raigrodski AJ, Chiche GJ. The safety and efficacy of anterior ceramic fixed partial dentures: A review of the literature. *J Prosthet Dent.* 2001 Nov;86(5):520-5.
2. Gomes EA. Cerâmicas Odontológicas: o estado atual. *Cerâmica.* 2008;54:319-25.
3. Anusavice KJ. Phillips' science of dental materials. 11<sup>th</sup> ed. Philadelphia: W.B. Saunders.; 2003.
4. McLean JW, Hughes TH. The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides. *Br Dent J.* 1965 Sep 21;119(6):251-67.
5. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part I. Pressable and alumina glass-infiltrated ceramics. *Dent Mater.* 2004 Jun;20(5):441-8.
6. Sundh A, Molin M, Sjogren G. Fracture resistance of yttrium oxide partially-stabilized zirconia all-ceramic bridges after veneering and mechanical fatigue testing. *Dent Mater.* 2005 May;21(5):476-82.
7. White SN, Caputo AA, Vidjak FM, Seghi RR. Moduli of rupture of layered dental ceramics. *Dent Mater.* 1994 Jan;10(1):52-8.
8. Taskonak B, Yan J, Mecholsky JJ, Jr., Sertgoz A, Kocak A. Fractographic analyses of zirconia-based fixed partial dentures. *Dent Mater.* 2008 Aug;24(8):1077-82.
9. Cesar PF. Tenacidade à fratura e microestrutura de porcelanas odontológicas. São Paulo: Universidade de São Paulo; 2002.
10. Dutton RE, Pagano NJ, Kim RY, Parthasarathy TA. Modeling the ultimate tensile strength of unidirectional glass-matrix composites. *J Am Ceram Soc.* 2000 Jan;83(1):166-74.
11. Kamino Y, Hirata Y, Kamata S. Preparation and mechanical properties of long alumina fiber alumina matrix composites. *Mater Lett.* 1996 Sep;28(1-3):161-4.

---

1 De acordo com Estilo Vancouver

12. Kelly A. Composite materials after seventy years. *J Mater Sci.* 2006 Feb;41(3):905-12.
13. Medeiros IS, Luz LA, Yoshimura HN, Cesar PF, Hernandez AC. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/GdAlO(3) fiber for dental porcelain reinforcement. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2009 Oct;2(5):471-7.
14. Lohbauer U, Petschelt A, Greil P. Lifetime prediction of CAD/CAM dental ceramics. *J Biomed Mater Res.* 2002;63(6):780-5.
15. Oh WS, Anusavice KJ. Effect of connector design on the fracture resistance of all-ceramic fixed partial dentures. *J Prosthet Dent.* 2002 May;87(5):536-42.
16. Rizkalla AS, Jones DW. Mechanical properties of commercial high strength ceramic core materials. *Dent Mater.* 2004 Feb;20(2):207-12.
17. Studart AR, Filser F, Kocher P, Luthy H, Gauckler LJ. Mechanical and fracture behavior of veneer-framework composites for all-ceramic dental bridges. *Dent Mater.* 2007 Jan;23(1):115-23.
18. Studart AR, Filser F, Kocher P, Luthy H, Gauckler LJ. Cyclic fatigue in water of veneer-framework composites for all-ceramic dental bridges. *Dent Mater.* 2007 Feb;23(2):177-85.
19. Motta AB, Pereira LC, da Cunha AR, Duda FP. The influence of the loading mode on the stress distribution on the connector region of metal-ceramic and all-ceramic fixed partial denture. *Artif Organs.* 2008 Apr;32(4):283-91.
20. Tanimoto Y, Nemoto K. Development of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> fiber-reinforced Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-based ceramics. *Dent Mater J.* 2004 Sep;23(3):297-304.
21. Fejer MM, Nightingale JL, Magel GA, Byer RL. Laser-Heated Miniature Pedestal Growth Apparatus for Single-Crystal Optical Fibers. *Rev Sci Instrum.* 1984;55(11):1791-6.
22. Stone J, Burrus CA. Nd-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Single-Crystal Fiber Laser - Room-Temperature Cw Operation at 1.07- $\mu$ m and 1.35- $\mu$ m Wavelength. *J Appl Phys.* 1978;49(4):2281-7.



23. Andreetta ERM, Andreetta MRB, Hernandez AC. Laser heated pedestal growth of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/GdAlO<sub>3</sub> eutectic fibers. *J Crystal Growth*. 2002 Feb;234(4):782-5.
24. Medeiros IS, Andreetta ERM, Hernandez AC. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/GdAlO<sub>3</sub> eutectic fibers of high modulus of rupture produced by the laser heated pedestal growth technique. *J Mater Sci*. 2007 Jun;42(11):3874-7.
25. Waku Y, Nakagawa N, Wakamoto T, Ohtsubo H, Shimizu K, Kohtoku Y. A ductile ceramic eutectic composite with high strength at 1,873 K. *Nature*. 1997 Sep 4;389(6646):49-52.
26. Lawn BR, Evans AG, Marshall DB. Elastic-Plastic Indentation Damage in Ceramics - the Median-Radial Crack System. *J Am Ceram Soc*. 1980;63(9-10):574-81.
27. Taskonak B, Griggs JA, Mecholsky JJ, Jr., Yan JH. Analysis of subcritical crack growth in dental ceramics using fracture mechanics and fractography. *Dent Mater*. 2008 May;24(5):700-7.
28. Askeland DR, Phulé PP. *The science and engineering of materials*. 4th ed. Pacific Grove, CA: Thomson Brooks/Cole; 2003.
29. Quinn JB, Quinn GD. A practical and systematic review of Weibull statistics for reporting strengths of dental materials. *Dent Mater* Feb;26(2):135-47.
30. Steiner PJ, Kelly JR, Giuseppetti AA. Compatibility of ceramic-ceramic systems for fixed prosthodontics. *Int J Prosthodont*. 1997 Jul-Aug;10(4):375-80.
31. Zahran M, El-Mowafy O, Tam L, Watson PA, Finer Y. Fracture strength and fatigue resistance of all-ceramic molar crowns manufactured with CAD/CAM technology. *J Prosthodont*. 2008 Jul;17(5):370-7.
32. Guess PC, Kulis A, Witkowski S, Wolkewitz M, Zhang Y, Strub JR. Shear bond strengths between different zirconia cores and veneering ceramics and their susceptibility to thermocycling. *Dent Mater*. 2008 Nov;24(11):1556-67.
33. Lawrence P. Some theoretical considerations of fibre pull-out from an elastic matrix. *J Mater Sci*. 1972;7(1):1-6.

34. Peret CMS, R.; Zambon, A. M.; Pandolfelli, V. C. . Reforço mecânico por fibras poliméricas e seus efeitos na secagem de concretos refratários. *Cerâmica* 2003;49:257-61.

35. Papanagiotou HP, Morgano SM, Giordano RA, Pober R. In vitro evaluation of low-temperature aging effects and finishing procedures on the flexural strength and structural stability of Y-TZP dental ceramics. *J Prosthet Dent.* 2006 Sep;96(3):154-64.

# 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](#)