

MOLDAGEM DE FORMA QUASE FINAL DE INFRA-ESTRUTURA CERÂMICA

Mônica Zacharias Jorge

TESE SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DA COORDENAÇÃO DOS PROGRAMAS DE PÓS-GRADUAÇÃO DE ENGENHARIA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE DOUTOR EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS.

Aprovada por:

Prof. Maria Cecília de Souza Nóbrega, D.Sc.

Prof. Cláudio Pinheiro Fernandes, D.Sc.

Prof. Tsuneharu Ogasawara, D.Sc.

Prof. Célio Albano da Costa Neto, D.Sc.

Prof. Cresus Vinicius Depes Gouvêa, D.Sc.

Prof. Carlos Nelson Elias, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL
ABRIL DE 2007

JORGE, MÔNICA ZACHARIAS

Moldagem de Forma Quase Final de Infra-
Estrutura Cerâmica Dental [Rio de Janeiro]
2007.

XVI, 146 p. 29,7 cm (COPPE/UFRJ, D.Sc.,
Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2007)

Tese - Universidade Federal do Rio de
Janeiro, COPPE

1. Cerâmicas dentais
2. Processamento
3. Espessura da infra-estrutura
4. Resistência à flexão

I. COPPE/UFRJ II. Título (série)

A Deus, toda honra e toda glória.

Aos meus filhos, Diogo, Caio e Paola,
benção e herança do Senhor. Vocês são
minha maior fonte de alegria e motivação.

A meu pai João Felix Jorge, *in memoriun*,
exemplo de amor e perseverança, por me
ensinar que não importa o problema mas
como se reage à ele.

A minha Família pelo apoio, compreensão
e ajuda em todos os momentos.

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. Orlando Chevitaresi (*in memorium*), pela inspiração, incentivo, apoio e credibilidade demonstrados ao longo da minha vida profissional e acadêmica, com quem tanto aprendi, e continuo aprendendo, pelo exemplo de vida deixado.

Aos Profs. Maria Cecília de Souza Nóbrega e Cláudio Pinheiro Fernandes, pela confiança depositada, pelos ensinamentos e orientação ministrados.

Ao Prof. Tsuneharu Ogasawara, pela constante atenção, estímulo e suporte, material e científico, fundamentais na realização desta pesquisa.

Ao Prof. Flávio Teixeira, pelo interesse, críticas e sugestões, me desafiando e tornando mais segura quanto os resultados.

Aos órgãos financiadores: CNPq, CAPES, FAPERJ e PRONEX, e à estrutura do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, PEMM/COPPE/UFRJ, que proporcionaram os recursos necessários ao desenvolvimento deste trabalho.

Aos Profs. do PEMM/COPPE, que com seus ensinamentos e paciência contribuíram para ampliar meus conhecimentos acerca do universo dos materiais.

Aos técnicos de laboratório do PEMM/COPPE, principalmente ao Srs. Roberto e Júlio, que com sua disposição e habilidade técnica, me ajudaram a vencer os obstáculos e dificuldades inerentes ao projeto.

Ao pessoal do MEV, Márcia, Carla, Felipe e Adriana, pela boa vontade e competência com que me atenderam.

Aos funcionários da secretaria do PEMM/COPPE, pela atenção e presteza com que executam seu trabalho.

As minhas secretárias Fátima, Walkíria e Bete, pela ajuda no cuidado da minha vida pessoal e familiar, principalmente durante esta etapa.

Aos meus colegas das Faculdades de Odontologia das Universidades Federal, Fluminense e Federal do Rio de Janeiro, pelo apoio e por ter, literalmente, “segurado as pontas” no decorrer deste período.

As amigas, Marília e Camila, pelo companheirismo e auxílio inestimável nas análises estatísticas e de imagem.

Ao Vinicius Benfica, companheiro de laboratório e amigo, pelo auxílio nos ensaios mecânicos, e que, com seu jeito alegre de ser estabelece um excelente ambiente de trabalho.

A colega e amiga Daniela Barini, pelo apoio e fraternal convivência, principalmente na etapa final desta caminhada.

As irmãs e amigas, em especial, Ana de Ava, Ana Maria, Ângela, Celeste, Eugênia, Kátia, Socorro, Rita e Roneisi, pela presença constante, orações, solidariedade e carinho, fundamentais na minha vida.

Ao meu Pastor e amigo, Vitor Manuel Valente, pela sensibilidade, atenção e sustento espiritual.

A todos que colaboraram direta ou indiretamente, e não foram poucos, o meu muito obrigado, e que Deus os abençoe.

Resumo da Tese apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Doutor em Ciências (D.Sc.)

MOLDAGEM DE FORMA QUASE FINAL DE INFRA-ESTRUTURA CERÂMICA DENTAL

Mônica Zacharias Jorge

Abril / 2007

Orientadores: Maria Cecília de Souza Nóbrega

Cláudio Pinheiro Fernandes

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

O processo de conformação desempenha um importante papel na homogeneidade e confiabilidade nas cerâmicas dentais. Um ponto crítico na confecção de próteses cerâmicas diz respeito aos efeitos da usinagem, uniformidade estrutural e manuseio. O objetivo desse trabalho foi desenvolver um processo de moldagem quase final (*near net shape*) para conformação de infra-estrutura cerâmica dental, onde a barbotina de uma alumina tenacificada por zirconia (ZTA), é moldada e consolidada em um molde sem usinagem, resultando em uma infra-estrutura com espessura uniforme. A influência do método de processamento e da espessura das amostras sobre a resistência à flexão biaxial, dureza e microestrutura do In Ceram Zirconia ® foram avaliadas. Os dados foram tratados estatisticamente pela análise de variância, teste de Tuckey e modulo de Weibull. Os resultados indicaram que o novo processamento foi capaz de produzir peças protéticas na forma quase final. O método de conformação não influenciou as propriedades mecânicas, entretanto, a redução da espessura associada ao produto na forma quase final aumentou significativamente a resistência. A conclusão do trabalho é que a conformação por moldagem na forma quase final minimiza a necessidade de usinagem e melhora a homogeneidade em espessuras mínimas da infra-estrutura, tornando o método promissor e capaz de agregar valor ao tradicional sistema de colagem por barbotina ZTA.

Abstract of Thesis presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Doctor of Science (D.Sc.)

NEAR NET SHAPE MOULDING OF DENTAL CERAMIC CORE

Mônica Zacharias Jorge

April / 2007

Advisors: Maria Cecília de Souza Nóbrega
Cláudio Pinheiro Fernandes

Department: Metallurgical and Materials Engineering

Forming process plays an important role in the homogeneity and reliability of dental ceramics. A critical area in the manufacturing of dental ceramic is the milling process, structural homogeneity and handling. The aim of the study was to develop a near net shape moulding system using a modified slip casting process. A zirconia toughened alumina ceramic (ZTA) slip, is shaped in a mould, resulting in an uniform and controlled thickness core. The influences of the near net shape method and the thickness on the flexural biaxial resistance, hardness and microstructure of In Ceram Zirconia® were evaluated. The data were statistically treated with ANOVA, Tukey statistical test and Weibull modulus. The results indicated that the new forming processing was able to produce near net shape prosthetic pieces. The new forming method did not have a significant effect on the mechanical properties, however, the thickness reduction associated with the near net shape product increased significantly the flexural biaxial resistance. The conclusion of this study is that near net shape forming minimizes the need of milling, and improves the homogeneity in minimal infrastructure thicknesses, thus making it a promising method capable of adding value to the traditional slip cast ZTA system.

ÍNDICE

ÍNDICE DE FIGURAS	xi
ÍNDICE DE TABELAS	xv
1. INTRODUÇÃO	1
1.1 Objetivos.....	5
Objetivos Específicos	5
1.2 Hipóteses.....	6
2 REVISÃO DA LITERATURA	7
2.2 CERAMICAS A BASE DE ALUMINA	10
2.2.1 SISTEMA IN CERAM ALUMINA	11
2.3 CERAMICAS A BASE DE ZIRCONIA	16
2.3.1 ALUMINA TENACIFICADA POR ZIRCONIA ZTA	22
2.3.1.1 SISTEMA IN CERAM ZIRCONIA	24
2.4 PROCESSAMENTO CERÂMICO	25
2.5 PROPRIEDADES MECÂNICAS.....	32
2.5.1 DUREZA.....	35
2.5.2 RESISTÊNCIA Á FLEXÃO	38
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	55
3.1 Material.....	55
3.2.1 Desenvolvimento do método de moldagem na forma quase final para barbotina ZTA.....	56
3.2.3 Preparação das Amostras	62
3.2.3.1 Obtenção das amostras à verde	63
3.2.3.1.1 Amostras do Grupos I, III e V (moldada)	63
3.2.3.1.2 Amostras do Grupo II e IV (pincelada)	67

3.2.3.2 Sinterização	68
3.2.4 Infiltração de Vidro de Lantânio.....	72
3.3 Propriedades Mecânicas	75
3.3.1 Resistência à Flexão	75
3.3.2 Microdureza Vickers	77
3.4 Caracterização Microestrutural.....	78
3.4.1 Análises Químicas Semi-Quantitativas por Espectroscopia por Energia	78
3.4.2 Análise Microestrutural por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	78
3.2.7 Análise Estatística	79
4 RESULTADOS	80
4.1 Propriedades Mecânicas	80
4.1.1 Resistência à Flexão	81
4.1.2 Microdureza Vickers	89
4.2 Avaliação Microestrutural	90
4.2.1 Micrografias de amostras compactadas à verde.....	90
4.2.2 Micrografias de amostras parcialmente sinterizadas	91
4.2.3 Micrografias de amostras infiltradas com vidro de lantânio.....	94
4.2.4 Micrografias de amostras infiltradas com vidro de lantânio com relação ao tratamento de superfície.....	98
4.2.5 Mapeamento e Análise por EDS das Amostras Infiltradas.....	100
5 DISCUSSÃO	108
6 RELEVANCIA CLÍNICA.....	120
7 CONCLUSÕES	121
8 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	122
9 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	123

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 - Esquema representando a transformação da zirconia tetragonal em monoclínica, induzida por tensão	17
Figura 2 - Gráfico mostrando a relação entre a resistência e o tamanho de grão	18
Figura 3 – Diagrama de fases zirconia – ítria.	20
Figura 4 - Diagrama de fases do sistema $ZrO_2 - CeO_2$	21
Figura 5 - Tensão de tração máxima calculada em função da espessura de barras monolíticas de cerâmica de cobertura aderidas ou não à dentina	43
Figura 6 - modelo metálico	56
Figura 7 – moldagem do modelo.....	56
Figura 8 - modelo de gesso especial recoberto com acetato	56
Figura 9 –modelo com linhas referentes aos limites do preparo e acetato	56
Figura 10 - caixa/moldeira LEGO® + modelo de gesso recoberto com acetato	57
Figura 11 - obtenção da moldagem.....	57
Figura 12 – moldagem após remoção da caixa/ moldeira LEGO®	57
Figura 13 - molde tri- partido	57
Figura 14 – molde sendo lubrificado.....	58
Figura 15 – barbotina sendo vertida.....	58
Figuras 16 a, b - modelo de gesso especial, com dispositivo posicionados na base .	59
Figuras 17 a, b, c, d - dispositivo desmontado e o molde desmembrado	59
Figura 18 - remoção inicial do excesso de barbotina respeitando	60
Figuras 19 a, b - infra-estrutura acabada e reposicionada na metade do molde	60
Figuras 20 a, b - padrão de acrílico perfurado transversalmente, em forma de cruz, com duas barras metálicas cilíndricas e posição de encaixe verificada	62
Figuras 21 a, b – moldagem do padrão de acrílico com silicona mostrando o encaixe da barra LEGO® fixada ao padrão na caixa	63

Figuras 22 a, b - padrão acrílico colocado no interior do molde, borrifado com antibolha e sobre ele, é vertido gesso tipo IV	63
Figuras 23 a, b - remoção do pistão do gesso, o molde dividido ao meio, padrão acrílico em forma de disco posicionado mostrando a relação entre eles	64
Figura 24 – marcação do limite do pistão com ponta de cera 0,5, a linha resultante e os canais para escape do ar	64
Figura 25 - posição do disco de gesso em relação ao pistão mostrando o espaço a ser preenchido com a barbotina , e a mesma sendo vertida no interior do molde.....	65
Figura 26 - pistão de gesso sendo introduzido no molde	65
Figura 27 – pistão sendo removido e molde aberto mostrando o disco recoberto.....	66
Figura 28 – Molde com sendo preenchido com o conjunto gesso/lama ZTA.....	67
Figura 29 – 1ª etapa de sinterização.....	68
Figura 30 - Redução do modelo de gesso	68
Figura 31 - infra-estrutura sobre a manta.....	69
Figura 32 - vista interna da infra-estrutura	69
Figuras 33 a,b - Verificação da adaptação do infra-estrutura ao modelo metálico e ao modelo de gesso	70
Figura 34 - verificação da espessura do infra-estrutura parcialmente sinterizado,	70
Figura 35 – amostras infiltradas com vidro de lantânio	72
Figura 36 – amostras após a queima controle no momento de abertura do forno....	73
Figura 37 - EMIC modelo DL 1000, acoplada ao computador	74
Figuras 38 - a, b – Amostra posicionada na base sobre as esferas e fraturada	75
Figura 39 – Teste normal para análise de resíduos para os valores dos grupos I (moldado 1,2) e II (pincelado 1,2).....	80
Figura 40 – Teste normal para análise de resíduos para os valores dos grupos III (moldado 0,7) e V (moldado 0,5).....	81
Figura 41– Teste normal para análise de resíduos para os valores do grupo IV (pincelado 0,7).....	81

Figura 42 -Gráfico da análise de Weibull do grupo I (moldado 1,2).....	85
Figura 43 - Gráfico da análise de Weibull do grupo II (pincelado 1,2)	86
Figura 44 - Gráfico da análise de Weibull do grupo III (moldado 0,7).....	86
Figura 45 - Gráfico da análise de Weibull do grupo IV (pincelado 0,7).....	87
Figura 46 - Gráfico da análise de Weibull do grupo V (moldado 0,5).....	86
Figuras 47 a e b – Micrografias da superfície de fratura das amostras à verde de In Ceram Zirconia moldadas (a) e pinceladas (b), mostrando boa compactação da peça à verde com variedade de tamanhos de partículas.....	89
Figuras 48 a e b – Micrografias da superfície de fratura de amostras parcialmente sinterizadas moldada e pincelada	90
Figuras 49 a e b – Micrografias da superfície fraturada das infra-estruturas parcialmente sinterizada moldada e pincelada	91
Figuras 50 a e b – Micrografias da superfície de uma amostra parcialmente sinterizada moldada e pincelada	92
Figuras 51 a e b - Micrografias da superfície de amostra infiltrada com vidro	93
Figuras 52 a, b - Micrografias da superfície de fratura de amostra moldada, infiltrada com vidro de lantânio com aumento de 1000X (a) e 3000X (b), onde pode ser observada uma considerável porosidade.....	94
Figuras 53 a, b - Micrografias da superfície de fratura de uma amostra pincelada infiltrada com vidro de lantânio , com aumento de 1000X (a) e 3000X (b).	95
Figuras 54 a, b - Micrografias da superfície de fratura da infra-estrutura moldada.....	96
Figuras 55 a, b - Micrografias da superfície de uma amostras infiltrada com vidro de lantânio	97
Figuras 56 a , b - Micrografias de superfícies de amostras infiltradas, jateadas, acabadas e polidas, após tratamento térmico.....	98
Figura 57 – Mapeamento do alumínio (Al), Silício (Si) e zircônio (Zr).....	99
Figura 58 - Mapeamento do lantânio (La) e céria (Ce)	100

Figura 59 – Mapeamento do alumínio (Al), Silício (Si) e zircônio (Zr).....	101
Figura 60 - Mapeamento do lantânio (La) e céria (Ce)	102
Figuras 61 a, b, c - Análise pontual por EDS	103
Figuras 62 a, b – Gráficos representativos da análise por EDS.....	104
Figuras 63 a, b, c - Análise pontual por EDS	105
Figuras 64 a, b - Análise por EDS da área total da microestrutura infiltrada	105

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 – Variação de densidade, tamanho do cristalito, composição de fase (monoclínica - m, Tetragonal – t , cúbica – c), tamanho de grão em relação à composição das cerâmicas Ce-ZrO ₂ sinterizadas.....	21
Tabela 2 - Características dos sistemas totalmente cerâmicos para PPFs	48
Tabela 3 - Composição química do Sistema In Ceram Zirconia Powder [®] ,	
de acordo com o fabricante	54
Tabela 4 - Propriedades Físicas do Sistema In Ceram Zirconia Powder [®] ,	
de acordo com o fabricante	55
Tabela 5 - Diâmetro e espessura das amostras de acordo com o método de conformação	61
Tabela 6- 1ª etapa de sinterização do In-Ceram Zirconia no Inceramat 3.....	68
Tabela 7 - 2ª etapa de sinterização In-Ceram Zirconia no Inceramat 3	69
Tabela 8- Ciclo de infiltração do vidro de lantânio (Vita In ceram Glass Powder)	71
Tabela 9 - Grupos experimentais	79
Tabela 10– Médias da resistência à flexão biaxial e desvio padrão	80
Tabela 11 – Análise de variância resistência grupos I e II	82
Tabela 12 – Análise de variância resistência grupos I, II, III e IV	82
Tabela 13 - Teste de Tuckey para os grupos I, II, III e IV	83

Tabela 14 – Análise de variância resistência grupos I, III e V	83
Tabela 15 - Teste de Tuckey grupos II, III e IV	84
Tabela 16 – Módulo de Weibull (m).....	84
Tabela 17 - Valores médios de dureza Vickers dos grupos I (moldado 1,2mm)..... e II (pincelado 1,2mm).....	88
Tabela 18 - Análise de variância dureza grupos I e II	88

1. INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de materiais odontológicos estéticos, resistentes e duráveis tem avançado significativamente nas últimas décadas, impulsionados pela demanda em relação à aparência. A ausência de dentes é um problema que afeta um bom número de pessoas e sua solução, através da substituição protética dos mesmos, constitui um grande desafio, uma vez que o desejo do paciente é que esta prótese se integre com a dentição natural a tal ponto que não tenha aparência de prótese. As cerâmicas, embora limitadas por sua fragilidade e risco de fratura, têm uma longa história de uso na odontologia. A biocompatibilidade e estética favorável incentivam o uso de restaurações sem a presença de metal (*metal-free*). Essas vantagens têm levado a substituição progressiva da infra-estrutura metálica pela infra-estrutura cerâmica em resposta ao desenvolvimento de novos materiais cerâmicos e aperfeiçoamento dos sistemas de processamento laboratoriais.

O uso de cerâmicas livre de metal ganhou grande popularidade nas indicações clínicas de substituições unitárias de dentes da região anterior da boca. As principais falhas são encontradas na região posterior, particularmente nos casos de indicação de próteses parciais fixas múltiplas. O uso de próteses odontológicas totalmente cerâmicas em regiões de dentes posteriores exige consideravelmente mais do desempenho do aparelho protético. O sistema mecânico de forças e tensões na região posterior é bem mais complexo que na região anterior da boca. Fatores como os níveis de carga mastigatória são duas vezes maiores na região de pré-molares e até três vezes maiores na região de 2^{os} molares que na região de dentes anteriores [1,2]. O sistema de controle neuromuscular da mastigação também difere da região anterior, pois possuem sensores pulpares e periodontais baseados em mecanorreceptores rapidamente adaptáveis, o que predispõe ao aumento de carregamento nessa região [3]. A forma da superfície oclusal e a maior área de trituração e o tipo de articulação com dentes antagonistas, caracterizam o sistema de

dentos posteriores como estaticamente indeterminado [4]. Dessa forma, a mastigação nessa região impõe uma constante alternância de tensões compressivas e trativas ao longo das três dimensões do aparelho dentário.

Entre as questões a serem respondidas para aumentar a confiabilidade de próteses cerâmicas na região posterior estão o material, o desenho e as dimensões da peça protética ideal.

Segundo Brown [5], a busca por uma cerâmica “inquebrável” deverá vir das cerâmicas ditas inteligentes, como a zircônia. A adição de óxidos estabilizadores, particularmente ítria (Y_2O_3) e céria (CeO_2), criou condições para a obtenção de zircônia parcialmente estabilizada, permitindo assim a manutenção da fase tetragonal metaestável à temperatura ambiente, necessária ao seu peculiar desempenho mecânico.

As cerâmicas de zircônia tetragonal policristalina são conhecidas como materiais tenazes, resistentes à fratura. Essa propriedade decorre da transformação martensítica à que estão sujeitas essas cerâmicas. O campo de tensões gerado por uma trinca pode vir a promover sobre os grãos metaestáveis uma transformação tetragonal-monoclínica à temperatura ambiente. Esta transformação vem acompanhada de um ligeiro aumento de volume (3–5%), o que resulta no estabelecimento de tensões compressivas na superfície e, principalmente, na ponta da trinca. A energia associada a este estado de tensão é absorvida, bloqueando desta forma o seu crescimento [6,7,8,9,10]

Entre as diferentes formas para se obter cerâmicas com elevados valores de resistência mecânica, a adição de uma segunda fase se mostra muito promissora. Esses materiais são conhecidos como compósitos cerâmicos. A utilização de partículas de zircônia em uma matriz de alumina proporciona não apenas um aumento da tenacidade à fratura com também um aumento na tensão de ruptura deste tipo de material [11], e sua obtenção pela técnica da barbotina, ou pelo método CAD CAM,

tem respondido à permanente demanda por restaurações estéticas, resistentes e duráveis. [12,13,14,15,16,17]

Diversos são os fatores que contribuem para o desempenho das coroas cerâmicas, incluindo aqueles que podem ser manipulados pelo clínico e aqueles que dependem do paciente. Entre os fatores que estão sob controle do clínico está a redução da coroa dental e respectiva espessura da coroa [18]. O estabelecimento da espessura ideal da infra-estrutura cerâmica vem sendo alvo de alguns pesquisadores [19,20,21,22,23,24], porém, ainda encontramos divergências.

Os preparos protéticos são norteados por princípios mecânicos e biológicos, fundamentais para o sucesso do tratamento restaurador de tal forma que, segundo SELTZER & BENDER [25], alguns procedimentos comumente usados na prática odontológica comprometem mais a saúde do dente do que os processos patológicos que eles tentam corrigir. A profundidade e extensão de uma cavidade têm influência direta na retenção, resistência estrutural e estética da restauração protética, assim como está intimamente relacionada à resposta pulpar provocada. Tendo tal fato em mente, qualquer diminuição no aprofundamento do preparo significará um grande ganho biológico.

O emprego de sofisticados equipamentos de processamento cerâmico, como, por exemplo, sistema CAD/CAM (Computer Aided Design / Computer Aided Manufacturing), tem produzido restaurações com alto desempenho mecânico no que tange a tenacidade à fratura. Entretanto, apresentam um alto custo de confecção quer seja pela via de importação direta do produto final (infra-estrutura pronta para receber a cerâmica de cobertura) ou pela aquisição do maquinário, tarefa difícil e cara, o que resulta no custo elevado da prótese cerâmica para o paciente.

De acordo com HASELTON *et al.* [26] o Sistema In-Ceram introduzido em 1987, disponível atualmente como um compósito ZTA (alumina tenacificada por zircônia), In Ceram Zirconia, na proporção de 67% de alumina e 33% de zirconia, é obtido através de um processo refinado de colagem de barbotina (slip casting). O

Sistema In-Ceram Zirconia consiste na confecção de uma cerâmica parcialmente sinterizada, porosa e infiltrada com vidro, o que lhe confere resistência mecânica compatível com a demanda mastigatória.

Uma das dificuldades para aplicação das cerâmicas estruturais de uma maneira geral é a confiabilidade, fator inerente ao próprio material cerâmico. Dentre as formas de se obter uma maior confiabilidade está a otimização das etapas de processamento cerâmico [27]. Peças cerâmicas estão sujeitas à presença de defeitos superficiais e internos, inerentes ao processo de fabricação, os quais comprometem seu desempenho mecânico. Porém suas propriedades não são influenciadas unicamente pelo processamento, condensação, fusão, solidificação e cristalização, mas são também, fortemente dependentes das habilidades individuais dos operadores [28].

A usinagem de peças cerâmicas já sinterizadas é um grande problema. Fatores como a elevada dureza do material e o custo na forma de brocas consumíveis e tempo de usinagem, dificultam o processamento desses materiais. Por isso, há um grande interesse no sentido de melhorar os processos de conformação "a verde" existentes, ou criar novos processos que permitam a obtenção de peças cada vez mais próximas do formato final desejado (near net shape) [29]. Tal procedimento pode reduzir significativamente os custos de fabricação dos componentes cerâmicos, e melhoram seu desempenho.

Visto que a obtenção de uma infra-estrutura cerâmica dental por colagem de barbotina na forma quase final diminuiria a necessidade de ajuste por usinagem, minimizando com isso os prováveis efeitos deletérios desse processo e as variáveis referentes à mão do operador, este trabalho tem por finalidade o desenvolvimento de um novo método de moldagem na forma quase final para conformação de cerâmicas estruturais por colagem de barbotina indicadas para próteses fixas múltiplas na região posterior da boca, no intuito de contribuir para melhorar o desempenho mecânico da restauração.

1.1 Objetivos

Objetivo Geral

O objetivo principal deste estudo é o desenvolvimento de uma metodologia de conformação na forma quase final para infra-estruturas cerâmicas a base de barbotina ZTA, que permita o controle da forma e espessura, próximas ao formato final, reduzindo a necessidade de ajuste por usinagem.

Objetivos Específicos

1 - Avaliar a influência do método de moldagem na forma quase final do In Ceram Zirconia sobre a resistência à flexão, dureza Vickers e microestrutura;

2 - Avaliar a influência do método de moldagem na forma quase final do In Ceram Zirconia em condições de espessuras variadas sobre a resistência à flexão.

1.2 Hipóteses

1 - A nova metodologia par de conformação na forma quase final a infra-estruturas cerâmicas a base de barbotina ZTA proporciona peças com espessura e forma controladas.

2 - As amostras de ZTA obtidas através da moldagem na forma quase final apresentam resultados mecânicos e microestruturais dentro dos parâmetros estabelecidos na literatura, bem como, comparáveis aos das amostras obtidas pela conformação convencional.

3 - A espessura das amostras exerce influência sobre a resistência mecânica do In Ceram Zirconia, independente do método de conformação empregado.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 CERÂMICAS ODONTOLÓGICAS

A maioria das culturas, através dos séculos, tem reconhecido os dentes como uma estrutura facial com reflexos na saúde, juventude, beleza e dignidade. A perda inesperada da estrutura dental, particularmente da região anterior, cria problemas físicos e funcionais e, freqüentemente associados a distúrbios psicológicos e sociais [30].

Os dentes funcionam em um dos ambientes mais inóspitos do corpo humano, pois estão sujeitos à variação de temperatura, do frio, por exemplo, com um sorvete a 0°C, ao quente com um café ou sopa. Também se encontram expostos às mudanças de pH numa extensão de 0,5 a 8, bem como à tensão gerada pela mastigação. O material restaurador a ser utilizado, enquanto se mantém estável neste meio, sendo capaz de suportar cargas mastigatórias e variações inerentes ao meio, deve satisfazer também requisitos estéticos. A sociedade atual exige que restaurações visíveis apresentem cor e translucidez, a mais próxima possível ao dente [31].

As cerâmicas se apresentam como excelente alternativa de tratamento restaurador da estrutura dental, devido à sua biocompatibilidade, resistência à compressão, condutibilidade térmica semelhante aos tecidos dentais, radiopacidade, integridade marginal, estabilidade de cor e, principalmente, excelente potencial para simular a aparência dos dentes [27,32,33].

Embora o emprego rotineiro de cerâmicas em odontologia restauradora seja um fenômeno recente, o desejo por um material estético e durável é antigo [30]. Segundo JONES [34], a introdução da arte de fundir porcelana, cerca de 200 anos

atrás, deve ser vista como um dos desenvolvimentos históricos mais importante e significativo na ciência dos materiais dentários.

MCLEAN [35] considera o desenvolvimento das porcelanas obtidas a vácuo por VINES *et al.* [36] e a união da porcelana às ligas áuricas, introduzidas por WEINSTEIN *et al.* [37] no início dos anos 60, um divisor de águas em estética dental, uma vez que a porcelana a vácuo tornou dentistas e técnicos mais conscientes do significado estético da transmissão de luz e das mudanças no índice de refração e reflexão das porcelanas opacas e, sua união ao metal permitiu que a infra-estrutura em ouro fosse ocultada esteticamente pela porcelana aderida.

Nos últimos 35 anos, refinamentos no sistema metalo-cerâmico dominaram a pesquisa em cerâmica dental e resultaram na melhoria de ligas, adesão da porcelana ao metal e diferentes porcelanas [37]. Embora as restaurações metalo-cerâmicas venham sendo empregadas com boa margem de sucesso clínico, preocupações quanto às limitações em relação a biocompatibilidade e qualidades óticas tem impellido ao desenvolvimento e aplicação de restaurações totalmente cerâmicas [38].

De acordo com MCLEAN [39], as restaurações dentais devem preencher três requisitos principais: resistência, adaptação e estética. A porcelana feldspática é a cerâmica dental mais comumente utilizada, porém, embora altamente estética, apresenta características estruturais e mecânicas pobres, fazendo-se necessário o uso de uma infra-estrutura de reforço [40].

Em 1965, MCLEAN & HUGHES [40], realizaram um estudo sobre a melhoria da porcelana dental através dos óxidos cerâmicos, e encontraram que o uso de cristais de alumina como fase de reforço (40-50%vol.) na matriz vítrea proporciona uma substancial melhora nas propriedades mecânicas das amostras, atingindo uma resistência à flexão de 130MPa. Várias possibilidades de reforço foram testadas e o efeito mais significativo foi obtido com o emprego da infra-estrutura de alumina já sinterizada recoberta por porcelana dental convencional.

Nas últimas duas décadas, diversos métodos foram introduzidos visando o aumento de resistência das cerâmicas. Esses métodos, através da manipulação microestrutural, têm conduzido a cerâmicas tenazes, cuja característica em comum é uma considerável fase cristalina numa matriz vítrea, a qual resulta numa substancial contribuição às propriedades físicas, químicas e mecânicas. O tamanho, a distribuição, a natureza e quantidade da fase cristalina afetam a mecânica da fratura dessas cerâmicas, assim como as diferenças de coeficientes de expansão térmica entre as várias fases podem causar tensões localizadas, que, por sua vez, geram um aumento da tenacidade [41].

O continuo desenvolvimento dos materiais cerâmicos e das técnicas de fabricação, somados aos recentes avanços nos materiais e métodos adesivos, conduziram a introdução de novos sistemas totalmente cerâmicos [42].

Mesmo com as vantagens apresentadas pelas restaurações totalmente cerâmicas, incluindo estética, biocompatibilidade, durabilidade, capacidade de ser condicionada e resistência em meio oral por longo tempo sem se deteriorar, percebe-se clinicamente que estes materiais apresentam algumas desvantagens. Seu potencial para fratura catastrófica e desgaste abrasivo dos dentes antagonistas é considerado um ponto problemático quanto ao seu uso [40,43,44].

De uma maneira geral, todos os sistemas cerâmicos parecem possuir a adequada resistência para coroas unitárias. Muito embora a resistência à fratura da maioria desses sistemas seja significativamente menor que a das restaurações metalo-cerâmicas, sua capacidade de adesão à estrutura dental pode ser considerada como um mecanismo de resistência adicional [45].

Conforme ROSENBLUM [45], nenhum sistema cerâmico disponível até aquele momento pode ser considerado ideal para substituição da estrutura dental perdida, contudo, nos últimos anos, investimentos têm sido feitos no desenvolvimento destes sistemas.

O aparecimento de cerâmicas com diferentes características, melhores propriedades mecânicas e óticas ampliou a oferta desses materiais: porcelanas reforçadas por leucita, aluminizadas e à base de zircônia, disponibilizadas em distintos métodos de processamento: condensação, prensagem à quente, fundidas, infiltração (colagem de barbotina), e CAD/CAM nas suas variadas formas [14,46].

A cerâmica desempenha importante papel na odontologia restauradora e não há dúvidas de que melhorias nas propriedades mecânicas, resistência e abrasão virão, e com elas, sua aplicação sob parâmetros mais confiáveis [45].

2.2 CERÂMICAS A BASE DE ALUMINA

As cerâmicas de alumina, preferencialmente na sua forma cristalina mais estável chamada de alfa ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$), destacam-se, pois apresentam propriedades físico-químicas que possibilitam uma larga escala de aplicações devido à suas propriedades mecânicas (alta dureza), químicas (resistência à maioria dos reagentes químicos orgânicos e inorgânicos), elétricas (resistividade elétrica superior) e térmicas (alta temperatura de fusão) [47].

O desenvolvimento de pesquisas em materiais cerâmicos à base de óxido de alumínio (alumina) tem se intensificado nas últimas décadas, principalmente motivado pelo baixo custo associado a esta matéria-prima e pelas suas características físicas e químicas. As propriedades e aplicações da alumina estão relacionadas com suas fases cristalinas. 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. Dentre suas fases, a Al_2O_3 é a mais comum e termodinamicamente estável, remetendo-se usualmente a

esta fase quando há referencia à alumina. Esta fase se destaca pela resistência ao calor, à corrosão e alta resistência mecânica, fazendo com que, suas aplicações estruturais estejam concentradas quase que inteiramente nesta fase cristalina. Sendo um sólido com ligações químicas predominantemente iônicas, suas ligações são fortes e, deste modo, apresentam um alto ponto de fusão (da ordem de 2054°C). Além disto, sua condutividade elétrica é baixa, devido a este tipo de ligação [48].

Segundo MCLEAN & KEDGE [23], a infra-estrutura de porcelana aluminizada é o exemplo típico de fortalecimento por dispersão da fase cristalina. A alumina tem um alto módulo de elasticidade (350GPa) e tenacidade a fratura de 3,5 a 4 MPa m^{0.5}. Sua dispersão numa matriz vítrea de semelhante coeficiente de expansão confere resistência à infra-estrutura [40]. Porém esta incorporação reduz a translucidez da porcelana, limitando seu uso apenas como base para aplicação da porcelana feldspática, tendo ainda a desvantagem da sinterização poder resultar em microporosidades e heterogenicidade entre as partículas, formando trincas [49].

2.2.1 SISTEMA IN CERAM ALUMINA

Em 1988, segundo WILDGNOOSE *et al.* [17], TYSZBLAT [50] inventou um novo método de confecção de restaurações de cerâmica pura com alta resistência e uma baixa contração de processamento, que consiste na infiltração de um esqueleto poroso de alumina (65%) com vidro fundido.

O sistema In-Ceram (Vita Zahnfabrik), de acordo com MCLEAN [35], foi desenvolvido a partir do refinamento da técnica da colagem em barbotina (*slip casting*), introduzido por SADOON [51], para fabricação de infra-estruturas resistentes, com alta concentração de alumina (72%). O método consiste no pincelamento da

barbotina (“Slip Coating”) de óxido de alumínio sobre um modelo de gesso especial que absorve a fase líquida por capilaridade, a qual é parcialmente sinterizada produzindo assim uma infra-estrutura porosa, com poros abertos e interconectados. O material obtém sua resistência por intermédio da infiltração do material poroso com um vidro de alumino-silicato de lantânio. A alta resistência à flexão da alumina infiltrada por vidro de lantânio (400-605 MPa) depende da união entre as partículas de óxido de alumínio e do completo molhamento da microestrutura porosa pelo infiltrado de vidro de lantânio.

A baixa temperatura de sinterização da infra-estrutura é responsável pelo bom ajuste do Sistema In Ceram, em função da contração volumétrica mínima inerente ao processo, tendo como resultado uma excelente adaptação marginal. [52]

O lantânio pertence à família das terras raras, a qual compreende a série dos Lantanídeos e dos Actinídeos. Além de não ser encontrado isoladamente na natureza, a separação das demais terras raras (purificação) é extremamente complexa e difícil. A principal fonte de Lantânio é a areia monazítica [53,54], e sua presença diminui a viscosidade, melhorando a fluidez do vidro próximo ao ponto de amolecimento, agindo como modificador de rede do vidro [55]. A adição de ítrio e magnésio melhora as propriedades mecânicas dos vidros de alumino-silicato de lantânio. Esses vidros apresentam como propriedades físicas: alto módulo de elasticidade, dureza e temperatura de transição vítrea alta ($T_g = 900^\circ\text{C}$) [56].

SILVA [57], avaliando a influência do tempo e da temperatura de infiltração do vidro de lantânio na resistência à flexão e na microestrutura do Sistema In Ceram Alumina conclui que as pequenas alterações na temperatura não exerceram influência, porém, o aumento do tempo de infiltração aumentou a resistência à flexão.

Segundo SEGHI *et al.* [41], as cerâmicas podem falhar devido ao crescimento de microscópicos defeitos de superfície que são introduzidos durante o processamento ou pelo impacto sobre a superfície quando em função. Ao longo dos últimos 20 anos, materiais restauradores têm sido desenvolvidos para melhorar a

resistência à propagação destes defeitos. Dentre esses materiais, os autores avaliaram a resistência à fratura das cerâmicas: Soda Lime Glass (Hugh Courtwright, sem reforço cristalino), Vita VMK 68 (Vita, reforçada com leucita), Excelco (Excelco, reforçada com leucita), Cerinate (Den-Mat, reforçada com leucita), Mirage II (Myron, reforçada com zircônia), Mark II (Vita reforçado com sanidina), Optec HSP (Jeneric/Penton, reforçada com leucita), IPS-Empress (Ivoclar, reforçada com leucita), Dicor (Dentsply, reforçada com fluormica tetrasilica), Dicor MGC (Dentsplay), Vitadur N (Vita, reforçada com alumina) e In-Ceram (Vita, reforçada com alumina). Com objetivo de facilitar a observação das fendas superficiais, as amostras foram polidas com uma série de abrasivos diamantados, sendo levadas posteriormente a um forno a 660°C por 30 min para aliviar as possíveis tensões residuais causadas pelo polimento. Os autores concluíram que: (1) várias cerâmicas novas exibem maior resistência à fratura em relação às porcelanas feldspáticas; (2) o In-Ceram apresentou a maior resistência à fratura das cerâmicas; (3) a alumina mostrou-se o melhor reforço para as cerâmicas e (4) Leucita e fluormica são reforços efetivos para o aumento da resistência à flexão das cerâmicas.

GIORDANO *et al.* [58] compararam a resistência à flexão, em quatro pontos, dos sistemas Dicor (Dentsply), In-Ceram (Vita) e a cerâmica feldspática VMK 58 (Vita). Os materiais selecionados para a caracterização do Sistema In-Ceram foram: 1. In-Ceram Alumina sem infusão de vidro, 2. In-Ceram Alumina com a infusão de vidro e 3. Vidro do In-Ceram analisado isoladamente. A resistência à flexão do grupo 2 foi 2,5 vezes maior em relação ao Sistema Dicor polido e 3 vezes maior em relação a porcelana feldspática. Os autores atribuíram o aumento da resistência à flexão do grupo 1 para o grupo 2 à infusão do vidro, diminuindo, portanto, as porosidades do material. Além disso, o contato entre os cristais de alumina e o vidro previne a propagação de fratura, aumentando a resistência do material. Em relação à resistência à flexão do Dicor polido ser maior do que o mesmo material não polido, o fato se explica pela remoção, através do polimento, da camada superficial formada

durante o processamento; camada esta que contém inúmeros poros e defeitos que agem como iniciadores de fratura, prejudicando a resistência do material. Os autores concluíram que o In-Ceram é o sistema totalmente cerâmico mais resistente avaliado para procedimentos restauradores.

SCHERRER *et al.* [59] avaliaram a resistência à fratura de molares hígidos extraídos e de três tipos de coroas de cerâmica pura: porcelana feldspática Ceramco (Johnson & Johnson), cerâmica reforçada com fluormica tetrasilica Dicor (Dentsply) e cerâmica reforçada com alumina In-Ceram (Vita). Todas as coroas foram cimentadas com cimento resinoso, com exceção de 10 coroas de cerâmica feldspática, que foram cimentadas com cimento de fosfato de zindo. Os resultados mostraram valores de tensão de fratura de 2,62kN para os dentes naturais, 2,06kN para as coroas de In-Ceram, 1,56kN para o sistema Dicor, 28kN e 0,99kN para as coroas de cerâmica feldspática cimentadas com cimento resinoso e fosfato de zinco, respectivamente. Os autores concluíram que: (1) os diversos tipos de coroas de cerâmica pura apresentam uma resistência significativamente menor em relação ao dente natural; (2) todas as coroas cimentadas com cimento resinoso apresentaram resistência maior em relação à cerâmica feldspática cimentada com cimento de fosfato de zinco e (3) o sistema In-Ceram apresentou a maior resistência à fratura dos sistemas cerâmicos estudados.

SADOUN [51] em estudo apresentado no 7º Simpósio Internacional de Cerâmicas, 1989, mostrou que, trabalhando com diversos dentistas da França, testando clinicamente sua nova cerâmica, obteve um resultado de 100% de sucesso para coroas unitárias anteriores e posteriores. Em próteses parciais fixas o resultado foi de 100% de sucesso para anteriores e 91% de sucesso para posteriores.

SEGAL [60] realizou uma avaliação retrospectiva de seis anos, em coroas In Ceram Alumina em dentes anteriores e posteriores, e encontrou uma porcentagem de sucesso de 99% , concluindo que essas coroas são duráveis e propiciam uma ótima opção estética para regiões anteriores e posteriores da cavidade oral.

SORENSEN *et al.* [61] baseados nos resultados obtidos de uma pesquisa clínica de três anos, sobre o desempenho das próteses parciais fixas em In Ceram Alumina, concluíram que as mesmas podem ser utilizadas na região anterior com segurança, sustentado pelo índice de sucesso de 100% obtido. Acrescentam ainda que os achados não dão suporte ao emprego da mesma na região posterior.

2.3 CERÂMICAS À BASE DE ZIRCÔNIA

A zircônia exhibe três estruturas polimórficas bem definidas, as fases monoclinica, tetragonal e cúbica [10]. A zircônia pura é monoclinica à temperatura ambiente. A fase monoclinica é estável até 1170°C, a qual se transforma em fase tetragonal, que permanece estável até 2370°C quando então, a fase cúbica se estabelece até atingir o ponto de fusão de 2680°C. A transformação tetragonal-monoclinica é de grande significado, uma vez que vem acompanhada de um aumento de volume de cerca de 3 a 5 %, que, por exceder os limites elásticos e de fratura, só pode ser acomodado através de trincas. Tal fato torna a fabricação de grandes componentes de zircônia pura inviável, devido ao aparecimento espontâneo de trincas ou fratura da peça durante o resfriamento.

Nos anos 70, GARVIER *et al.* [62] propuseram o conceito de “liga” de zircônia que revolucionou a engenharia cerâmica. A adição de óxidos estabilizadores, CeO_2 , Y_2O_3 , CaO e MgO à zircônia pura, permitiu a estabilização da fase tetragonal ou cúbica, à temperatura ambiente, e deu origem a um material multifásico conhecido como zircônia parcialmente estabilizada (PSZ).

O desenvolvimento da zircônia como material de engenharia se deu devido ao fato desta apresentar um fenômeno particularmente interessante e promissor,

resultante da transformação de fases tetragonal-monoclínica, apropriadamente chamada de *aumento de tenacidade por transformação*. Um campo de tensões em frente a uma trinca que se propaga faz com que os grãos tetragonais, mantidas metaestavelmente, sofram transformação para fase monoclínica estável. O ligeiro aumento de volume que acompanha esta transformação resulta em tensões compressivas junto à superfície e ponta da trinca, as quais tendem a fechar a mesma, obstruindo assim o seu crescimento [6].

De acordo com PICONI & MACCAURO [8], a melhoria da tenacidade é obtida porque a energia associada com a propagação da trinca é dissipada tanto na transformação T – M, como no aumento de tensões compressivas devido à expansão do volume. Este campo de tensões compressivas se contrapõe a tensão trativa necessária para a propagação da trinca sendo, portanto, necessária a adição de mais energia para conduzir o material à ruptura [63]. A representação esquemática deste fenômeno é apresentada na Figura 1.

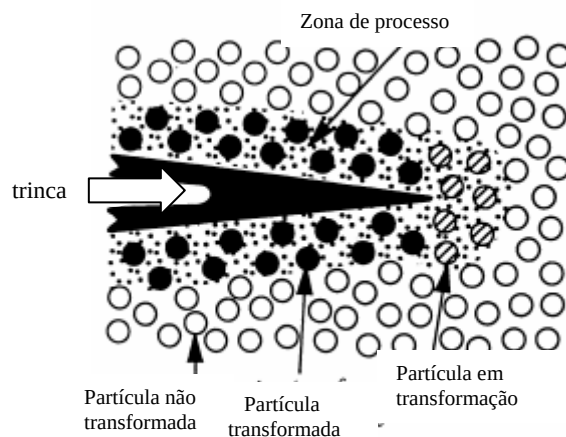


Figura 1 - Esquema representando a transformação da zircônia tetragonal em monoclínica, induzida por tensão. [8]

Um outro mecanismo relacionado à transformação $t \rightarrow m$ é a formação de microtrincas. O aumento do volume resultante da transformação tetragonal - monoclínica gera tensões tangenciais ao redor do grão ou precipitado transformado, que induz ao aparecimento de microtrincas [10]. A trinca propaga-se até encontrar um

grão de fase monoclínica, depois é desviada e torna-se ramificada, absorvendo parte da energia de fratura associada à propagação inicial. Esta capacidade de absorver ou dissipar a energia da trinca propagante, resulta em um aumento da tenacidade à fratura da cerâmica. Nas cerâmicas de zircônia, a transformação da fase tetragonal para a fase monoclínica ainda não foi completamente explicada, embora a ocorrência dessa fase tetragonal em altas temperaturas seja altamente embasada na literatura [11]. Sabe-se que a fase tetragonal, que é responsável pelo desenvolvimento da alta tenacidade à fratura da cerâmica de zircônia, sofre a influência de alguns fatores, que atuam em conjunto para ocorrência ou não da transformação desta fase cristalina. Dentre esses fatores, podem ser citados [64,65,66]:

- a) Defeitos estruturais;
- b) Tamanho do grão ou precipitado;
- c) Tipo e quantidade do dopante estabilizante de fases cristalinas;
- d) Energias do sistema;
- e) Temperatura de transformação de fases cristalinas

Segundo STEVENS [10] existe um tamanho crítico do grão de zircônia, com o qual grãos tetragonais podem ser transformados por tensão. Se a partícula for menor que o tamanho crítico ela não se transforma; se for maior ela pode se transformar espontaneamente. Este tamanho crítico limite depende da matriz que a confina e da composição da zircônia. O gráfico a seguir (Figura 2) ilustra a dependência entre o tamanho de grão e a resistência à fratura.

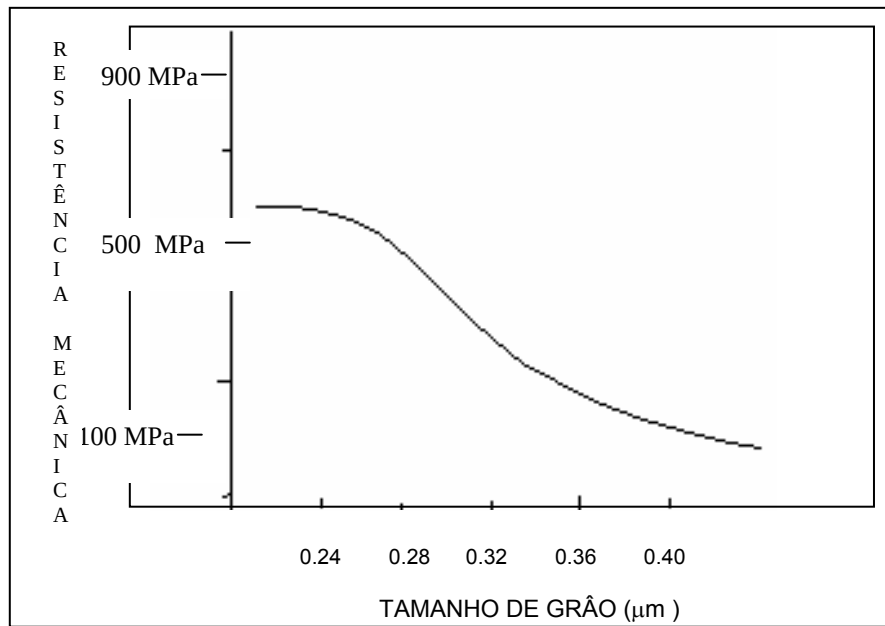


Figura 2 - Gráfico mostrando a relação entre a resistência e o tamanho de grão [10]

O sistema $ZrO_2 - Y_2O_3$, permite não só a obtenção da zircônia parcialmente estabilizada (PSZ), como também é possível obter cerâmicas formadas a temperatura ambiente somente com fase tetragonal, chamada TZP [4]. Materiais à base de TZP, contendo aproximadamente 2-3 mol% de Y_2O_3 , são completamente constituídos de grãos tetragonais com tamanho na ordem de centenas de nanômetros. A fração de fase *t* (tetragonal) retida à temperatura ambiente depende do tamanho de grão, do conteúdo de ítrio e do nível de confinamento, ou pressão, exercida pela matriz sobre eles. O conteúdo de dopante é de extrema importância, pois caso uma quantidade insuficiente de óxido tenha sido adicionada será produzida uma zircônia parcialmente estabilizada, cujas fases presentes, suas quantidades, tamanho e distribuição terão profunda influência nas propriedades do material. [10]

De acordo com BASU [67], está claro na literatura que a tenacidade à fratura aumenta quando a quantidade de ítria diminui de 3% para 2%, e que a distribuição do dopante, foi identificada como um outro fator chave no controle da tenacidade da zircônia dopada com ítria.

STEVENS [10] apresenta um diagrama de fases da $\text{ZrO}_2 - \text{Y}_2\text{O}_3$, descrito por SCOTT [68] (Figura 3), cuja característica mais importante é a diminuição da temperatura de transformação tetragonal-monoclínica com o aumento do conteúdo de ítria, um fenômeno que não ocorre com a adição de MgO ou CaO. A solução sólida tetragonal transformável, a qual se transformará, no resfriamento, na estrutura monoclínica, existe na composição que varia de 0 a 5 mol%, e a proporção de 3 mol% propicia segurança contra uma subestabilização e uma sobrestabilização.

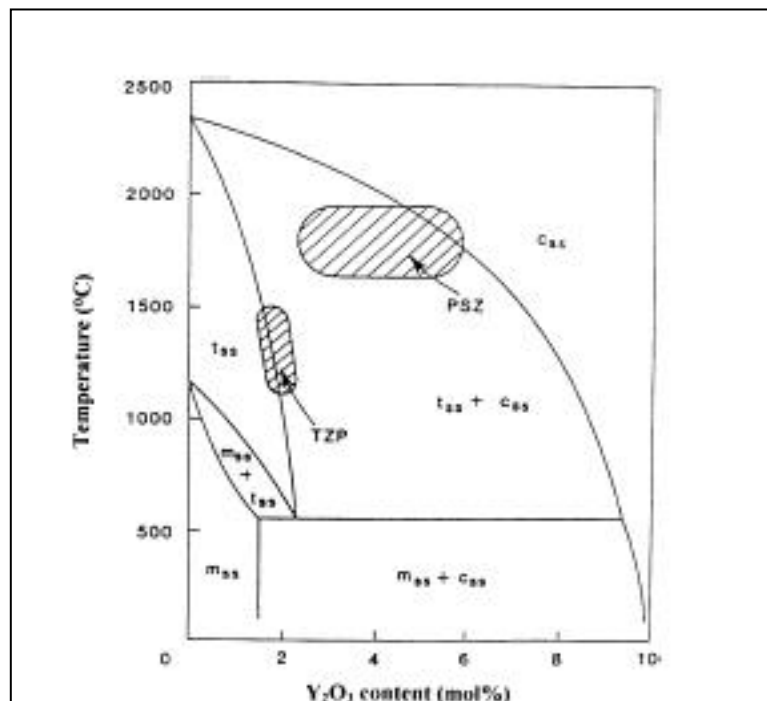


Figura 3 – Diagrama de fases zircônia – ítria. As regiões assinaladas mostram as composições comerciais de PSZ e ZTP, e, respectivamente, suas temperaturas de processamento [68]

Segundo TAKADORO & MUCCILLO [69], cerâmicas tetragonais policristalinas contendo ítria (Y-TZP) ou céria (Ce-TZP) têm sido extensivamente estudadas e propostas em diversas aplicações devidas, principalmente, às suas propriedades

termomecânicas. Comparativamente, a Ce-TZP apresenta maiores valores de tenacidade à fratura e estabilidade térmica e menor resistência mecânica do que Y-TZP. Por outro lado, a Ce-TZP apresenta sinterabilidade baixa e tamanho de grão superior ao da Y-TZP, em condições similares de processamento.

De acordo com LI *et al.* [70], a dopagem da zircônia com ítria resulta num material com elevada tenacidade e resistência, e dureza aceitável, porém, quando dopado com céria, ainda que resulte em materiais tenazes, a dureza não é bastante para serem usados em aplicações abrasivas. Fazendo ressalvas quanto à precisão da temperatura eutetóide, os autores apresentaram o diagrama de fases do sistema ZrO_2 - CeO_2 , transcrito abaixo (Figura 4), resultado dos trabalhos experimentais de TANI *et al.* [71]

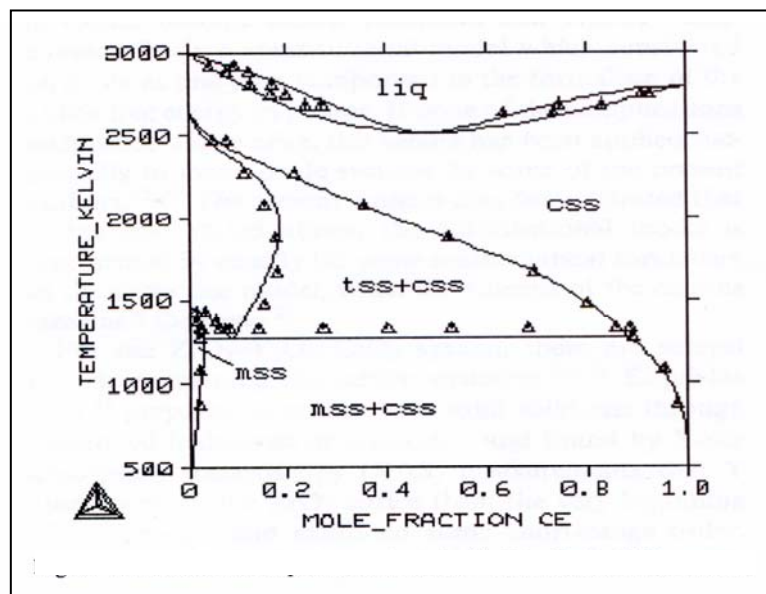


Figura 4 - Diagrama de fases do sistema ZrO_2 – CeO_2 [71]

Os dados obtidos por SHARMA *et al.* [72] em seu trabalho sobre zircônia estabilizada com céria, onde foram utilizadas concentrações variando de 6 a 16 mol%, cujos resultados com relação à densidade, tamanho do cristalito, composição de fases e tamanho de grão (Tabela 1), mostraram que para pós contendo 6 e 8 mol% de CeO_2 encontram-se fases monoclínicas (*m*) e tetragonais transformáveis (*t*) ; para pós

contendo 10, 12 e 14 mol% de CeO_2 tem-se fases totalmente tetragonais ($t + t'$), enquanto que com 16 mol% começa à aparecer fase cúbica (c).

Tabela 1 – Variação de densidade, tamanho do cristalito, composição de fase (monoclínica - m , Tetragonal - t , cúbica - c), tamanho de grão em relação à composição das cerâmicas Ce-ZrO₂ sinterizadas. [72]

Composição	densidade (% teórica)	tamanho do cristalito (nm)	composição de fase (mol%)			tamanho de grão médio (μm)
			m	$t + t'$	c	
6Ce-ZrO ₂	97.05	30.0	22	78 + 0	0	2.5
8Ce-ZrO ₂	98.26	27.1	10	90 + 0	0	2.3
10Ce-ZrO ₂	98.42	24.0	0	100 + 0	0	2.2
12Ce-ZrO ₂	98.60	22.5	0	100 + 0	0	2.0
14Ce-ZrO ₂	98.60	21.3	0	77 + 23	0	1.9
16Ce-ZrO ₂	98.60	20.6	0	42 + 46	12	1.9

2.3.1 ALUMINA TENACIFICADA POR ZIRCÔNIA - ZTA

A alumina é um material cerâmico muito utilizado em Engenharia devido as suas excelentes propriedades térmicas, químicas, mecânicas e elétricas. No entanto, seu uso, como cerâmica estrutural, é limitado pela sua baixa tenacidade à fratura. Uma das soluções utilizadas para o aumento de tenacidade é a incorporação de uma segunda fase dispersa na matriz da alumina. A adição de zircônia tetragonal policristalina à alumina (ZTA) é interessante, pois a mesma não é solúvel em alumina, conferindo, portanto, maior tenacidade a este compósito. A alumina tenacificada por zircônia (ZTA) tem sido objeto de várias pesquisas, uma vez que ela alia a alta tenacidade da zircônia com propriedades peculiares da alumina como, por exemplo,

boa resistência ao desgaste e estabilidade química e um elevado módulo de elasticidade, o que torna bastante efetiva a transmissão de tensão à zircônia estabilizada [10,73,74].

A microestrutura desenvolvida durante a sinterização dos materiais cerâmicos e as propriedades das partes sinterizadas são determinadas, em grande parte, pelas características do pó, tamanho de partícula, distribuição, forma e estado de agregação, composição química e de fases e da microestrutura verde. Por estas razões os compósitos alumina-zircônia precisam que a fase dispersa esteja homogeneamente distribuída na matriz [75,76].

Segundo KERKWIJK *et al.* [77], se uma distribuição homogênea da zircônia é obtida, deve ser possível inibir o crescimento do grão de alumina durante a sinterização. Estudos têm demonstrado que menores grãos de alumina propiciam um aumento da resistência ao desgaste e das propriedades mecânicas [45].

OLIVEIRA [23] verificou uma correlação direta entre os valores da tenacidade à fratura (K_{IC}) com a forma e distribuição dos grãos de zircônia na matriz alumina. O valor de K_{IC} aumenta à medida que a microestrutura se torna mais homogênea e um menor nível de crescimento anormal dos grãos de alumina ocorre.

Um cuidado especial deve ser tomado a fim de se otimizar o ciclo de queima, de tal forma que se obtenha uma alta densificação da alumina que permita a adequada tensão de compressão sobre a zircônia ao mesmo tempo em que propicie um crescimento do grão de zircônia até um diâmetro em que estejam sob a forma tetragonal metaestável e, portanto transformáveis, mas que não excedam o tamanho crítico onde a transformação tetragonal – monoclinica espontânea aconteça [10].

O mecanismo de microtrincamento e a quantidade de zircônia tetragonal passível de ser transformada durante a propagação da trinca são responsáveis pelo mecanismo de reforço em ZTAs. As trincas tendem a se propagar em direção aos cristais de zircônia, devido ao seu módulo de elasticidade ser mais baixo que o da

alumina, fazendo com que a energia da trinca seja absorvida pela região onde ocorre a transformação tetragonal-monoclínica [10,78].

GREGORI *et al.* [73], mostraram que a tensão na matriz de alumina induzida pela transformação tetragonal - monoclínica é determinada somente pela quantidade de zircônia monoclínica, proveniente do aumento de volume, e que todos os outros fatores, tais como tamanho de grão, tratamento térmico ou mecânico, afetam o estado de tensão da matriz apenas através de sua contribuição à transformação tetragonal - monoclínica.

A dificuldade técnica em compensar a contração durante a sinterização de uma cerâmica densa, seja ela alumina, zircônia ou um compósito ZTA, bem como o ajuste final desta peça, tem limitado e ainda desafia seu uso na Odontologia.

2.3.1.1 SISTEMA IN CERAM ZIRCONIA

A evolução da tecnologia In Ceram continuou com a introdução do Sistema a base de zircônia, In Ceram Zirconia (Vita Zahnfabrick), o qual consiste numa estrutura mista de óxido de zirconia e óxido de alumina (ZTA), parcialmente sinterizada, porosa, e infiltrada com vidro, contendo 33% de zircônia estabilizada com óxido de céria [79].

Com processamento semelhante ao In Ceram Alumina uma infra-estrutura cerâmica é confeccionada sobre o modelo refratário a partir de uma fina “lama” de pó de alumina-zircônia, através do processo conhecido como colagem de barbotina (*Slip Casting*). Após a aplicação da barbotina de alumina-zircônia sobre o refratário, ocorre

a sinterização parcial do pó cerâmico no estado sólido na temperatura de 1100° C durante 2 horas e complementado por mais 2 horas a 1180° C. Por causa da baixa temperatura usada, considera-se que a sinterização do ZTA não passa do seu estágio inicial, obtendo-se assim, uma cerâmica com estrutura porosa. Com uma resistência mecânica baixa possibilita, nesta etapa, a usinagem da estrutura. Com a subsequente aplicação, sobre a infra-estrutura porosa, do vidro de lantânio, o qual possui baixa viscosidade quando aquecido a 1140° C durante 2,5 horas, os poros do cerâmico são infiltrados através de capilaridade, produzindo um corpo denso, com propriedades mecânicas finais elevadas. A remoção do excesso de vidro fundido deve ser feita, segundo o fabricante, através de usinagem e jateamento com partículas de óxido de alumínio (Al_2O_3), deixando a peça pronta para ser recoberta com uma cerâmica de revestimento [13, 15, 80].

A estrutura polifásica interpenetrante (ZTA), combinado com a alta resistência da zircônia, propiciou o aumento da resistência à propagação de trincas [81].

Materiais de alto desempenho, como a alumina tenacificada por zircônia, geralmente carecem de características de cor e translucidez dos dentes naturais [12,13,16,17,82]. Em função de uma maior diferença entre os índices de refração do ZTA e do vidro, esse material apresenta uma menor translucidez que o In Ceram alumina, sendo indicado, portanto para regiões onde esta característica não seja essencial.

O In Ceram Zirconia parece ter excelentes características mecânicas, entretanto, por ser bastante recente, são necessários estudos clínicos longitudinais de longo prazo para que seu desempenho mecânico possa ser confirmado clinicamente nas coroas e próteses fixas posteriores [83].

2.4 PROCESSAMENTO CERÂMICO

Os processos de fabricação de materiais cerâmicos são basicamente constituídos pelas etapas de obtenção do pó, 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 [84].

Em aplicações estruturais, o correto processamento de pós é fundamental para a obtenção de peças cerâmicas com alta resistência à flexão e tenacidade à fratura. Defeitos presentes na microestrutura de uma cerâmica estrutural, tais como poros, microtrincas ou segundas fases mais frágeis, são altamente deletérios, pois diminuem os valores dos parâmetros das propriedades mecânicas esperados para o material sinterizado, necessitando assim um controle rigoroso no processamento desde a obtenção do pó até a fabricação do corpo cerâmico final [9,85]. Os poros têm sua origem no tipo de empacotamento das partículas do pó durante a etapa de conformação da cerâmica. A porosidade exerce um efeito negativo sobre a resistência mecânica uma vez que os poros agem como concentradores de tensões, influenciando diretamente tanto no módulo de elasticidade como na resistência e tenacidade à fratura das cerâmicas [6].

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 se não forem destruídos podem contribuir para diminuir o valor das propriedades mecânicas, pois resultam em uma densificação não homogênea [86,87]. Os aglomerados são grupos de partículas unidas fracamente por forças de Van der Waals, fáceis de serem destruídos durante a prensagem. No entanto, em alguns tipos de conformação de cerâmicas como *slip casting* eles podem permanecer intactos apresentando resultados parecidos aos agregados.

STEVENS [10] observa que uma microestrutura apresentando aglomerados de zircônia estabilizada em uma matriz de alumina pode ser mais eficiente em impedir a propagação de trincas do que grãos de zircônia finamente dispersos na matriz.

Corpos cerâmicos com formas mais complexas podem ser obtidos com o uso de técnicas de conformação (*slip casting*, *tape casting*, extrusão, injeção) que resultam em corpos cerâmicos porosos e em muitos casos deformados, se a sinterização for realizada via estado sólido. Por estas razões as cerâmicas densas obtidas por estas técnicas são sinterizadas via fase líquida (por prensagem ou por infiltração de fase vítrea em cerâmicas sinterizadas com poros interconectantes), para se obter um alto grau de densificação [88].

A obtenção de uma microestrutura à verde homogênea é um importante alvo no processamento cerâmico, principalmente para o comportamento durante a sinterização e propriedades finais do material. Este objetivo é geralmente impedido pelo fenômeno de segregação que normalmente ocorre quando a suspensão apresenta diferenças significantes no tamanho de partículas, assim como durante o processo de consolidação envolvendo a remoção de líquido como no processo de colagem por barbotina. Estes fenômenos causam microestruturas à verde não homogênea e, conseqüentemente, corpos sinterizados com baixa resistência mecânica [89].

A colagem por barbotina (*slip casting*) é um processo no qual um molde poroso, tipicamente feito de gesso Paris, é preenchido por uma suspensão de um fino pó cerâmico em um líquido. Por capilaridade o líquido é removido da barbotina pelos poros do molde de gesso. Enquanto o líquido penetra no molde as camadas vão se acomodando e a peça cerâmica vai, simultaneamente, se conformando sobre o mesmo [90]. Como no processo de colagem por barbotina uma quantidade considerável de água fica retida no gesso, é de se esperar que peças obtidas por essa rota de processamento apresentem boa compactação à verde e baixa taxa de contração durante a secagem.

A colagem por barbotina é um dos mais promissores métodos de conformação e é amplamente usado para produção comercial de cerâmicas. Contudo, o método precisa ser melhorado. A deformação durante a sinterização é um dos problemas mais sérios. Uma possível origem deste problema é certamente o empacotamento anisotrópico das partículas de pó no corpo verde, o qual deve ser inerente a este método de conformação. Partículas de forma alongada, as quais são típicas nos produtos brutos (verdes) das categorias industriais e sistemas não cúbicos, devem desenvolver este tipo de estrutura sob campo de tensões de cisalhamento na operação de conformação. O processo convencional de colagem por barbotina é realizado com uma lama de pó bruto (verde) dispersado em água. O rigoroso escoamento da água durante a colagem por barbotina é claramente responsável pelo desenvolvimento do empacotamento anisotrópico das partículas [91].

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 [92]. 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 [93].

TSENG e WU [94] avaliaram o comportamento reológico de suspensões de Al_2O_3 em pH 2 e 11 e encontraram que em pH 2 a suspensão de alumina apresentou uma melhor estabilidade de dispersão, resultando em um empacotamento mais denso na colagem da barbotina. Entretanto, em pH 11, as partículas tenderam a formação de agregados no início da sedimentação, desestabilizando, assim, a suspensão.

TYSZBLAT [50], em sua patente de 1988, estabeleceu que o pH da barbotina vai de 7 a 8, e que o agente de controle de pH é o ácido cítrico.

Segundo ZACCHÉ [95], quanto ao processamento do ZTA por colagem de barbotina (In Ceram Zirconia), fica clara a necessidade de se obter uma suspensão suficientemente estável e bem dispersa, para que as partículas de alumina e zircônia não sofram segregação ou precipitação em virtude da diferença de densidade entre os

materiais. O autor ressalta a necessidade de se utilizar suspensões com elevada concentração de sólidos visando maximizar a taxa de deposição, proporcionando uma satisfatória densificação à verde. Analisando o comportamento do pó do ZTA frente aos solventes e dispersantes/ligantes fornecidos pelo fabricante, observou que o solvente utilizado na dispersão dos pós apresentava um pH ácido (≈ 2), e que a partir da adição do dispersante/ligante, o pH se elevava até uma faixa ligeiramente alcalina (≈ 8.5). A análise do potencial zeta em função do pH mostrou que tanto em pH ácido quanto alcalino existem boas condições de dispersão das partículas de alumina e zircônia.

No processamento cerâmico, as características físicas e químicas dos precursores influenciam fortemente seu comportamento na etapa de conformação e na microestrutura resultante do corpo a verde, isto é, no corpo cerâmico compacto após a conformação. A microestrutura do corpo a verde influencia, por sua vez, o comportamento na sinterização [96].

A sinterização é um tratamento térmico ao corpo compactado em que a temperatura varia de acordo com os componentes do pó inicial e dos processamentos anteriores a esta etapa. Na sinterização as partículas do corpo compactado se ligam formando uma sólida estrutura. Nesta etapa, a formação de contornos de grãos e o crescimento de pescoços de união entre partículas ocorrem por mecanismos de transporte de matéria, geralmente processos difusionais atômicos ativados termicamente, em temperaturas abaixo do ponto de fusão, preenchendo a região de contato entre as partículas (poros). 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 [97,98]. A sinterização das cerâmicas é normalmente realizada em fornos convencionais, com o objetivo principal de realizar uma forte união entre as partículas do pó inicial, por ativação térmica. O processo de sinterização ocorre em temperaturas abaixo do ponto

de fusão do material, caso contrário seria fusão simples, através do transporte de átomos por difusão.

Um método utilizado para sinterizar materiais cerâmicos em baixas temperaturas é a técnica da infiltração de fase vítrea nos poros interconectantes de uma matriz cerâmica porosa. No procedimento de infiltração, a matriz cerâmica é levada ao forno e sinterizada por um tempo suficiente para que o sistema seja submetido apenas ao primeiro estágio da sinterização via estado sólido resultando em uma cerâmica porosa. Posteriormente, é adicionada a fase vítrea, seja por um processo de aplicação do vidro suspensa em um líquido, acompanhada de tratamento térmico para fusão do vidro e conseqüente penetração nos poros da cerâmica, ou por injeção da fase líquida (fase vítrea fundida) sob pressão. Em ambos os casos a fase vítrea deverá preencher os poros e espera-se que atue como um ligante para as partículas cerâmicas e, como agente minimizador de porosidade. A vantagem desta técnica é a obtenção de cerâmicas densas em temperaturas muito inferiores às obtidas pela sinterização via fase vítrea convencional e a quase nulidade da contração de sinterização da cerâmica. Além disso, a redução na temperatura de sinterização torna, economicamente, muito favorável o uso desta técnica. Além disso, as peças parcialmente sinterizadas permitem o ajuste por desgaste com facilidade e menor introdução de defeitos. Como desvantagem, ocorre diminuição de todos os valores dos parâmetros de resistência mecânica, quando comparados aos valores obtidos por uma cerâmica sem fase vítrea [99,100].

BECK [101] realizou um estudo de cerâmicas Al_2O_3 - ZrO_2 - CeO_2 onde o Sistema In Ceram Zirconia foi utilizado com grupo controle. As micrografias obtidas por MEV dos pós do grupo controle e vidro à base de silicato de lantânio mostraram partículas e agregados com tamanhos e formas irregulares e a distribuição dos tamanhos apresentando-se bastante heterogênea. Sendo que o pó é formado quase que totalmente por agregados, com partículas com tamanhos de 0,5 a 10 μm e o vidro é formado por partículas grandes e densas, com formas muito irregulares,

características de vidros submetidos à moagem. Em trabalhos futuros, o autor pretende desenvolver um vidro com tamanho médio de partículas menores do que 1 µm, mais barato e preferencialmente com matérias-primas brasileiras. A idéia é conseguir uma maior homogeneização da penetração da fase líquida durante a infiltração, podendo até eliminar a necessidade de jateamento da superfície da peça cerâmica para a retirada de partículas grandes, após a infiltração do vidro, o que mostra que parte deste material não funde totalmente.

VON STEYERN *et al.* [102] relataram que a confecção de PPFs em In Ceram foi considerada, pelos dentistas protesistas, como tecnicamente sensível e que a habilidade do técnico de laboratório era, provavelmente, mais decisiva para o sucesso das restaurações totalmente cerâmicas do que para as restaurações reforçadas por metal. Além disso, os procedimentos laboratoriais devem ser realizados estritamente de acordo com as recomendações do fabricante. Tal trabalho consome muito tempo e recursos em comparação com outros sistemas e a confecção das infra-estruturas exige muita habilidade por parte do técnico principalmente para restaurações mais extensas. A aplicação da barbotina é feita em camadas, e devem ser aplicadas ainda com a superfície úmida, pois do contrário, poderão se formar a chamada laminação tipo cebola (*onion-skin lamination*), fatal para o desempenho do material.

Conjuntamente, muitos estudos foram e continuam sendo feitos no sentido de aperfeiçoar as técnicas de processamento cerâmico existentes e também na direção de se investigar técnicas não-convencionais que possibilitem a obtenção de pós adequados para a fabricação de cerâmicas com menores quantidade e tamanho de defeitos estruturais aliados a maiores homogeneidades física e química.

Segundo KELLY [103], as pesquisas em cerâmicas dentais alinham-se em três grandes categorias: a) trabalhos direcionados a melhorar o entendimento da relação microestrutura/processamento/propriedades e comportamento clínico, e testes laboratoriais de cerâmicas atuais e sistemas metalo-cerâmicos; b) estudos voltados para otimização das cerâmicas existentes através da aplicação de tratamentos de

superfície pós-fabricação, modificação microestrutural e melhores esquemas de processamento; c) desenvolvimento de novos materiais ou emprego de avançadas tecnologias de processamento que possibilitem uma flexível manufatura de próteses dentais em cerâmicas avançadas.

Melhorias na tecnologia cerâmica têm tomado a forma de novas técnicas de processamento e, juntamente com a demanda estética por parte dos pacientes, tem conduzido a um renovado interesse em odontologia totalmente cerâmica [104].

A reconstrução de dentes por próteses artificiais é um dos mais importantes processos no tratamento dentário. A maioria das próteses é confeccionada manualmente pelos técnicos em prótese dental, porém o trabalho manual pode causar vários problemas, pois a exatidão da prótese está na dependência da habilidade do técnico [105]. O processo de conformação manual pode introduzir diversas variáveis, dependendo da experiência e responsabilidade do operador [106].

O fabricação de peças cerâmicas via *near net shape*, confecção de peças com a forma próxima a do produto final, ou por processos semelhantes, tem sido alvo de diversos trabalhos [105,106,107,108,109]. Esta rota de processamento propicia uniformidade da estrutura à verde, diminuição da necessidade de ajustes por desgaste, e redução de custos, tornado o processo mais confiável.

LA CROIX [110] desenvolveu um novo processamento de cerâmica dental (porcelana feldspática), com objetivos de aumentar a tenacidade à fratura do material quando utilizado em restauração totalmente cerâmica, assim como padronizar e simplificar as etapas de conformação e condensação durante sua confecção. Utilizando um processo de prensagem uniaxial através de muflos metálicos, usados para acondicionar o molde da peça cerâmica em revestimento refratário fabricado pelo processo de cera perdida, uma massa de baixa viscosidade de porcelana dental misturada a um aditivo ligante, é conduzida ao molde refratário e submetida a uma carga de compressão de 40 MPa. Em seguida o muflo é aberto, a porcelana prensada é levada ao forno para uma etapa de secagem, e sinterização a vácuo.

Segundo o autor, a substituição da etapa de escultura da massa cerâmica do processo convencional, pela etapa de prensagem uniaxial do processo apresentado, proporciona ao profissional protético a obtenção da morfologia do dente, e a condensação da massa cerâmica, num só procedimento. Essa inovação aproxima-se do novo conceito de produção “material - processo - produto”, numa só operação, podendo ser considerada uma técnica de baixo custo, entre os processos de fabricação de próteses dentais totalmente cerâmicos atualmente existentes.

2.5 PROPRIEDADES MECÂNICAS

Os materiais cerâmicos possuem propriedades muito desejáveis em aplicações estruturais como a alta dureza, estabilidade química, alto ponto de fusão e a resistência à abrasão, entretanto, a fragilidade e baixa resistência à tração são seus pontos fracos [111]. Isso ocorre pela natureza de suas ligações atômicas, de caráter iônico e/ou covalente, sendo que os óxidos possuem ligações predominantemente iônicas. No entanto, 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 [112].

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, composições químicas e fases cristalinas) e da

microestrutura à verde (grau de compactação dos pós). Por esse motivo, os compósitos alumina-zircônia necessitam que a fase dispersa (zircônia) seja distribuída homogeneamente na matriz (alumina) [113].

A tenacidade à fratura é uma propriedade intrínseca do material, definida como a energia necessária para iniciar e propagar uma falha no material até que ocorra a sua ruptura. Nas cerâmicas esta propriedade, de um modo geral, apresenta valores muito baixos quando comparados aos metais.

As ligas metálicas e metais dúcteis possuem valores de K_{IC} que, de uma maneira geral, ultrapassam $50 \text{ MPa m}^{1/2}$. No entanto, em baixa temperatura, alguns metais tornam-se frágeis fazendo com que a tenacidade à fratura caia para aproximadamente $10 \text{ MPa m}^{1/2}$. As cerâmicas odontológicas raramente possuem um K_{IC} que exceda $5 \text{ MPa m}^{1/2}$ [83].

A zircônia possui uma série de vantagens sobre as outras cerâmicas devido a mecanismo de tenacidade por transformação, operado em sua microestrutura, o qual pode conferir aos componentes feitos com este material, propriedades mecânicas bastante interessantes [8].

No sistema alumina-zircônia, onde a alumina é a matriz, a zircônia, fase precipitada, é responsável pelo aumento da resistência à fratura, da tenacidade à fratura e da dureza da cerâmica. Estes compósitos apresentam altas resistências à corrosão, resistência à ruptura e tenacidade à fratura. Uma vez que o material possua uma microestrutura polifásica, suas propriedades dependem fortemente dos percentuais das diferentes fases, assim como sua forma e distribuição.

De acordo com CASELLAS [114] o aumento do K_{IC} do ZTA é diretamente proporcional ao percentual de zircônia.

Segundo MORAES [115], em seu estudo sobre compósitos alumina-zircônia, o aumento da tenacidade à fratura está relacionado com a presença de uma microestrutura homogênea, maior densidade e maior fração de zircônia tetragonal disponível para transformação, indicando que este aumento é devido principalmente

ao mecanismo de tenacificação por transformação. Um segundo mecanismo de tenacificação, microtrincamento, foi observado nas superfícies de fratura dos compósitos com maior teor de zircônia.

Quando defeitos estruturais estão presentes na microestrutura de um material frágil 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 do material cerâmico [116].

As microtrincas presentes na superfície das cerâmicas dentais podem causar fraturas devido à concentração de tensão. Ao redor das trincas as tensões atingem níveis altíssimos [117].

Dois aspectos direcionam os estudos da mecânica da fratura: o primeiro diz respeito a observação dos detalhes do processo de fratura em si, de forma a aumentar os conhecimentos dos princípios básicos de fratura e a resistência mecânica; o segundo é a análise das causas da fratura, na detecção de defeitos que provocam as falhas. Pode-se, portanto, avaliar pela observação direta ou indireta da superfície de fratura, a sua textura, diferenciar a fratura intergranular da intragranular, o papel dos poros e das segundas fases, de forma a se atingir um aumento relevante do conhecimento sobre o comportamento de materiais cerâmicos quando utilizados em aplicações estruturais [118].

Segundo KELLY *et al.* [37], duas importantes informações podem ser obtidas através da análise fractográfica: (1) identificação da origem da falha, e (2) calcular a tensão de tração no ponto da falha. Para os autores, este tipo de análise se presta

bem a pesquisa de materiais dentários porque as próteses dentárias são necessariamente complexas e únicas em forma e as cargas (tensão de fratura) difíceis de calcular.

O cálculo da tensão teórica sob a qual se espera que uma cerâmica frature pode ser aproximadamente estimado dividindo-se seu módulo de Young por 10. Dado que o valor desse módulo pode variar entre 100 e 500 GPa [75], é possível inferir que a tensão de fratura teórica para esses materiais seja da ordem de 10 a 50 GPa. Porém, a presença de defeitos na superfície e no interior dos materiais cerâmicos reduz muito o valor de sua tensão de fratura. Assim, a presença de defeitos nos materiais leva à sua fratura sob tensões que são muito menores do que a tensão teórica calculada com base no módulo de elasticidade [119].

2.5.1 DUREZA

A dureza de um material é medida pela resistência a uma deformação plástica localizada, por exemplo, risco ou penetração por algum corpo duro. As durezas medidas são apenas relativas, e deve-se tomar cuidado ao se comparar valores determinados segundo técnicas diferentes [6].

O conhecimento da dureza dos materiais é útil para o engenheiro e fornece informações valiosas ao dentista. Existem vários testes de dureza superficial. A maioria é baseada na capacidade da superfície do material resistir à penetração por uma ponta de diamante ou esfera de aço sob carga específica. O teste de dureza Vickers utiliza uma ponta em forma de pirâmide com um ângulo de diedro de 136° , com base quadrada [14].

Segundo GONG *et al.* [120], a dureza de um dado cerâmico é a função da carga de teste aplicada, onde medidas experimentais de dureza aumentam com o decréscimo da carga de teste.

Verificando a dureza Vickers do Sistema In Ceram zirconia, VON SCHALCH [121], através do ensaio de dureza em durômetro com força de 1,0Kgf por 30 segundos, encontrou um valor médio de 972,00 VHN.

BECK [101] realizou um estudo sobre ZTA dopado com céria, onde um dos aspectos avaliado foi a dureza Vickers. Para o autor a utilização do método Vickers oferece algumas vantagens como: impressões que não inutilizam a peça; grande precisão de medida; deformação nula do penetrador e existência de apenas uma escala de dureza. O valor médio encontrado para o Sistema In Ceram Zirconia foi de 1112,775 VHN.

GUZZATO *et al* [11], avaliando as propriedades mecânicas do In Ceram Alumina (ICA) e In Ceram Zirconia (ICZ), encontrou para dureza Vickers o valor de 11,0 GPa para ICA e 10.5 GPa para o ICZ.

LIN & DUH [122] avaliaram a tenacidade à fratura e dureza da cerâmica zircônia tetragonal dopada com céria e ítria conjuntamente. Segundo os autores o desenvolvimento de uma cerâmica $\text{CeO}_2 - \text{Y}_2\text{O}_3 - \text{ZrO}_2$ é crítico e potencialmente promissor para aumentar a resistência da Ce-TZP e também melhorar a resistência à degradação da Y-TZP. Utilizando a técnica de indentação e diversas composições de Ce-Y-ZTA, concluíram que a dureza aumenta com o aumento percentual (mol%) de óxido de ítria no conjugado, porém com o aumento do conteúdo céria ocorre o inverso, ou seja, a dureza diminuiu.

Quando comparada à Y-TZP(3mol%), Y-TZP(6mol%) e Mg-PSZ, Ce-TPZ mostrou a melhor resistência em relação a fadiga cíclica com indentação [123], sendo

também a mais estável ambientalmente e menos propensa a degradação das propriedades mecânicas em meio aquoso [124].

As infra-estruturas de coroas e pontes confeccionadas em In Ceran Zirconia podem ter contato com a umidade por meio da água presente nos agentes cimentantes e proveniente dos túbulos dentinários, a presença de céria, dopante do sistema, diminui a fadiga estática nestas condições [125].

INSLEY *et al.* [126], avaliando a influência da adição de zircônia, na resistência e tenacidade da alumina, fazendo uso de duas composições : (1) NZTA com 75% alumina e 25% zircônia ; (2) CZTA com 74% alumina, 24% zircônia e 1% de uma mistura de óxidos, concluíram que ocorreu um aumento de tenacidade e resistência do material, embora a dureza tenha permanecido inalterada, e que este aumento foi mais significativa com a adição de 25% de zircônia.

MORAES [115] analisando as propriedades de compósitos alumina–zirconia para próteses dentárias em várias composições percentuais, observou que com o aumento do percentual de zircônia presente no compósito, ou ainda, com a redução do percentual de alumina, a dureza dos compósitos diminui. Este fato deve considerar, segundo a autora, a diferença de dureza entre a alumina e a zircônia, considerando as faixas de valores de dureza de 17-18 para a alumina e 12-13 GPa para a zircônia encontradas em seu trabalho. Foi verificado também que existe uma dependência inversa entre os valores de K_{IC} e os valores de dureza.

Elevadas durezas implicam em boa resistência ao risco e ao desgaste, porém acarretam maior dificuldade de usinagem. Materiais com menor dureza seriam mais indicados para serem utilizados na confecção de pilares cerâmicos uma vez que após a sinterização necessitam ser usinados pelos profissionais de prótese dentária para obtenção da forma final adequada para adaptação do pilar ao elemento dentário a ser reabilitado [115].

2.5.2 RESISTÊNCIA À FLEXÃO

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), acabamento superficial (polimento, retífica) ou durante a sua exposição à ambientes quimicamente agressivos. Entretanto, as trincas podem ser interrompidas ou ter sua velocidade de propagação reduzida, se sua energia puder ser absorvida por um encontro com inclusões, contornos de grão, ou ainda, em uma transformação de fases cristalinas na região da ponta da trinca, que possa alterar o campo de tensões como ocorre nas cerâmicas de zircônia parcial ou totalmente compostas pela fase tetragonal [9].

A resistência mecânica do material é afetada pela quantidade e severidade dessas microtrincas. Falhas microscópicas na superfície do material agem como concentradoras de tensão e quando forças de tração são aplicadas ocorre a propagação dos defeitos. A probabilidade de falha é diretamente proporcional à tensão aplicada sobre o material [127,128,129,130].

As próteses parciais fixas totalmente cerâmicas exibem proeminente estética e excelente biocompatibilidade, entretanto, apresenta limitado potencial de carregamento. Isto é crítico no caso de próteses com maior extensão entre os pilares e especialmente quando localizadas posteriormente, porque as forças mastigatórias são muito maiores na região de molares do que na bateria labial. Esta limitação no carregamento é devido a limitada resistência à flexão e a baixa tenacidade à fratura de materiais cerâmicos. Estes fenômenos são explicados pelo crescimento de trincas e subcríticas. Falhas microscópicas distribuídas em componentes cerâmicos podem

alongar-se causando fratura mesmo com um nível baixo de tensão. Quanto mais os defeitos microscópicos crescerem, menor será a resistência do material cerâmico, isto é, menor é a capacidade de carregamento da ponte totalmente cerâmica [131].

Para tensões de compressão, não ocorre amplificação de tensões associada com qualquer defeito existente. Por essa razão, as cerâmicas frágeis exibem valores de resistência muito maiores em compressão do que em tração [71].

Os valores de resistência mecânica são frequentemente utilizados como indicadores do desempenho estrutural para materiais dentais frágeis, como as cerâmicas. Entretanto, trata-se apenas de uma propriedade inerente do material e os seus valores, sozinhos não podem ser diretamente extrapolados para prever o desempenho estrutural da prótese dental em serviço. Os dados da resistência mecânica são significativos quando colocados no contexto através do conhecimento da microestrutura do material, histórico do processamento, a metodologia e ambiente de teste e o(s) mecanismo(s) da falha [128].

A Norma ISO 6872 (*INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION*), estabelece como valores mínimos de resistência à flexão: 100MPa para infra-estrutura cerâmica, 55MPa para cerâmica de corpo (dentina), e 50MPa para cerâmica de cobertura (esmalte) [132].

O desempenho das coroas cerâmicas é determinado por uma complexa combinação de fatores, incluindo aqueles que podem ser manipulados pelo clínico e aqueles que dependem do paciente. Entre os fatores que estão sob controle do clínico está a redução dentária e respectiva espessura da coroa [18,133].

À medida que aprofundamos um preparo aumenta a permeabilidade da dentina, pois esta é proporcional ao diâmetro e número de túbulos dentinários existentes que, por sua vez, aumenta numa relação de aproximadamente 1 : 5 a medida que penetra em direção a polpa. A extensão de um preparo para coroas totais determina o comprometimento de milhões de canalículos dentinários, pois, a cada

1mm², envolvemos entre 12.000 a 50.000 canalículos dependendo de sua profundidade [19].

DONG & DARVELL [134] relatam que a carga de fratura é claramente dependente da espessura da cerâmica, e que, a carga de fratura aumenta logaritmicamente com a espessura cerâmica, mas, a tensão crítica de tração aumenta linearmente.

Segundo BAN & ANUSAVICE [135] a espessura da amostra, a zona de contato no carregamento, a homogeneidade e porosidade da amostra são importantes parâmetros a serem levados em conta nos testes de resistência mecânica.

De acordo com ANUSAVICE & HOJJATIE [136], porosidades e defeitos são responsáveis pelo fracasso de restaurações cerâmicas, especialmente em coroas com reduzida espessura oclusal.

ROSEMBLUM [39] aponta como uma das três razões para o aumento no uso de restaurações totalmente cerâmica, a diminuição da incidência de fratura clínica, devido ao fato dessas restaurações exigirem uma maior redução dentária do que a necessária para as coroas de jaqueta de porcelana, e com isto, propiciarem a obtenção de restaurações com maior espessura e resistência.

De acordo com DONAVAM & CHO [20], coroas totalmente cerâmica têm como importante vantagem o potencial estético, porém apresentam diversas desvantagens em relação as coroas totalmente cerâmica, entre elas, um preparo dentário mais agressivo do que para as metalo-cerâmicas. Como não existe consenso sobre o fato, os autores recomendam que o preparo deva promover a redução de 1,5mm da estrutura dental circunferencial e 2,0mm na oclusal, para atingir resistência máxima e ótima estética. Outro aspecto abordado é quanto a uniformidade da camada da cerâmica de cobertura tão facilmente obtida nas metalo-cerâmicas, pela técnica de enceramento regressivo da infra-estrutura metálica, e que resulta em uma estética satisfatória, mas, principalmente, em uma tensão mínima na interface porcelana/metal durante o resfriamento da restauração após a cocção da porcelana.

HÜLS [22] indica a espessura de camada uniforme de 0,5 para as infra-estruturas do Sistema In Ceram.

VÖLKL [21] relata que no caso das restaurações CAD/CAM a base de zircônia o preparo pode ser menos invasivo pois é necessária apenas uma espessura de 0,4mm para o infra-estrutura devido a alta confiabilidade da zircônia .

Segundo MCLEAN & KEDGE [23], a espessura ideal para confecção de uma infra-estrutura de restaurações totalmente cerâmica em áreas onde houvesse concentração de forças mecânicas deveria ser de pelo menos 1,0 mm sendo que em áreas estéticas poderia ser de até 0,3 mm. A confecção de um colar na região cérvico-vestibular e cérvico-lingual da infra-estrutura como forma de aumentar a resistência, poderia ser feita da mesma forma que nas próteses metalo-cerâmicas.

WHITE *et al.* [137] avaliaram a resistência à flexão de um sistema totalmente cerâmico utilizando as duas camadas presentes numa restauração, infra-estrutura e cobertura. Tendo uma espessura final de 4mm, as barras foram confeccionadas com variadas espessuras de zircônia (LAVA) e porcelana feldspática (LAVA), indo de totalmente em zircônia até totalmente em porcelana. Os autores concluíram, em função dos resultados encontrados, que as áreas de tensão de uma PPF não deverão estar recobertas de porcelana. Recomendam também que, devido à clara tendência de que o aumento de espessura do material resistente da infra-estrutura leva ao aumento das cargas de fratura, as próteses sejam projetadas com a maior espessura de infra-estrutura e menor espessura de porcelana de cobertura possível.

HARRINGTON *et al.* [138], investigando a carga de fratura em relação à espessura oclusal de coroas Procera AllCeram e In Ceram encontrou que aumentando a espessura aumentava a carga necessária para fratura, e que, não houve diferença significativa entre as cargas das coroas In Ceram e Procera.

Buscando determinar a influência da porcelana de cobertura na resistência das infra-estruturas em Procera AllCeram , variando a espessura dos mesmos (1,0 e

1,5mm), WAGNER & CHU [139] concluíram que os infra-estruturas com maior espessura (1,5mm) apresentaram o maior valor de resistência à flexão (415 MPa).

THOMPSON & REKOW [133] revisando as pesquisas clínicas em coroas totalmente cerâmicas e buscando entender os fracassos clínicos concluíram que: (1) a fratura radial originada da superfície de cimentação da coroa, é e ainda permanece como mecanismo de falha predominante para coroas totalmente cerâmicas apesar da introdução de materiais mais resistentes. Para uma dada cerâmica, a carga que inicia a fratura radial é primeiramente influenciada pela espessura da coroa e, em menor extensão, ao módulo de elasticidade relativo entre a coroa e o substrato dentário de suporte; (2) Para coroas laminadas, onde infra-estruturas com alto módulo de elasticidade suportam a maior parte da carga oclusal, aumentar a espessura da infra-estrutura acima de 0,5 mm, enquanto se mantém constante a espessura total da coroa (1,5mm) contribui pouco para o aumento da resistência da coroa. Os autores apontam a espessura oclusal de 1,5mm como a recomendada para materiais que suportam cargas oclusais típicas, 100 a 200 N. No entanto, estudos têm mostrado medidas substancialmente maiores de forças oclusais (216 a 890 N), sugerem, como fator de segurança, que maiores espessuras são desejáveis.

LAWN *et al.* [24] afirmam que é claramente essencial maximizar a espessura da coroa para reduzir as chances de trincamento radial, e que, uma espessura oclusal mínima de 2,0mm parece ser uma medida conservadora. Chamam ainda atenção para o fato de que questões como a relação de espessura infra-estrutura/porcelana de cobertura ideal, permanecem sem resposta.

LAWN *et al.* [19] reafirmam que a carga crítica para a fratura radial é fortemente influenciada pela espessura da coroa, e recomendam uma espessura de 1,5 mm , de acordo com a pratica clinica atual.

Avaliando a influência da espessura na permanência de coroas Dicor (14 anos), MALAMENT & SOCRANSKY [140] concluíram não haver relação entre a

espessura da restauração, medida no meio de cada face, com a sobrevivência da mesma.

Segundo MORRIS & KELLY [141], altas tensões de tração se desenvolvem na cerâmica aderida ao dente na interface cimento/cerâmica. E que essas tensões são extremamente sensíveis a razão entre o módulo de elasticidade da cerâmica e o cimento e a dentina, e em muito menor extensão a espessura da cerâmica. O gráfico abaixo (Figura 5) apresenta as curvas provenientes dos testes de ambas as barras de cerâmica de cobertura, aderida a dentina e sob carregamento no ensaio de resistência a flexão em 3 pontos [142] .

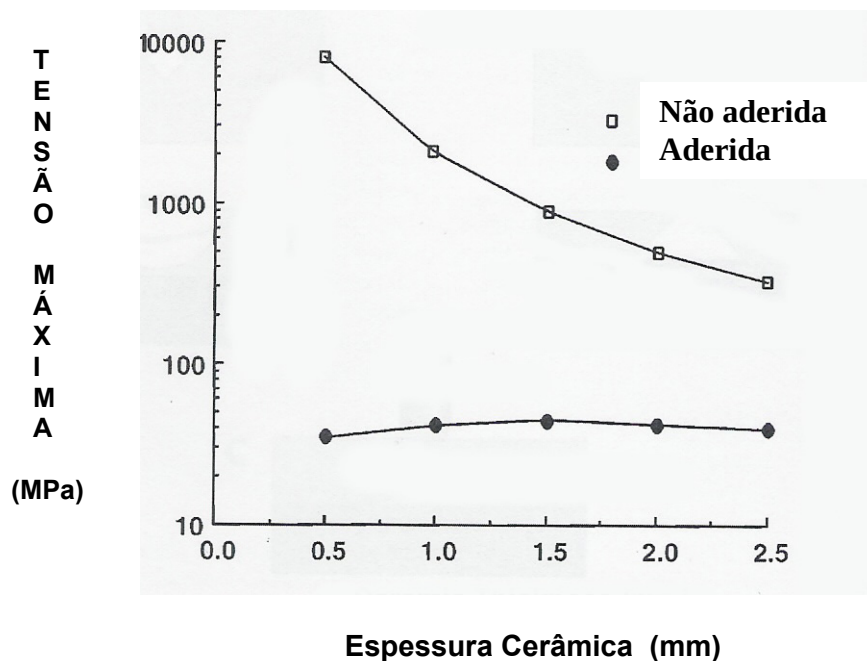


Figura 5 - Tensão de tração máxima calculada em função da espessura de barras monolíticas de cerâmica de cobertura aderidas ou não à dentina .

RASETTTO *et al.* [143] relatam que embora a resistência da infra-estrutura seja uma importante característica, o sucesso clínico de restaurações cerâmicas aderidas é multifatorial. As variáveis que contribuem para a durabilidade e prognóstico das restaurações cerâmicas incluem o material adesivo, seu comportamento e

mecanismo de polimerização, a luz para polimerização e a natureza e espessura do material cerâmico.

UCTALASI *et al.* [144] estudaram a resistência à flexão biaxial do material IPS Empress (Ivoclar), sob diferentes condições de processamento técnico. Os autores concluíram que as técnicas de caracterização extrínseca ou estratificada não interferem na resistência do material depois de injetado e, a espessura de 1,0mm do material de estrutura fornece valores estatisticamente semelhantes à espessura de 2,0mm do mesmo.

Com o objetivo de verificar o efeito da espessura (0,5 e 0,7mm) na resistência à fratura de coroas Procera AllCeram, ABED *et al.* [145] construíram espécimes que simulavam a estrutura oral, coroas cimentadas, e não encontraram diferença significativa entre a carga de fratura média obtida para as espessuras 0,5mm (225 kg) e 0,7mm (220 kg).

KELLY [142] avaliando as propriedades mecânicas de cerâmicas dentais para infra-estrutura, observou discrepâncias entre as condições laboratoriais e aquelas encontradas clinicamente na cavidade bucal. 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.

BICA [146] avaliando a influência da espessura na resistência a flexão uniaxial por três pontos, do material In Ceram Zirconia, encontrou valores de resistência significativamente maiores para o grupo com menor espessura (1,0 mm) em comparação com os outros dois grupos (2,0 e 3,0 mm) .

HERFFERMAN *et al.* [146], apontam a influência da espessura na resistência propriedades óticas do material do infra-estrutura, e que, para assegurar resistência os fabricantes recomendam uma espessura mínima na fabricação de restaurações totalmente cerâmicas.

Analisando a contribuição relativa dos diversos fatores que podem influenciar na magnitude da tensão máxima (limite de resistência à tração) em coroas totalmente

cerâmicas, REKOW *et al.* [18] concluíram que as interações indicaram que a tensão máxima na coroa pode ser sensível à diferentes fatores para diferentes materiais, e que a tensão máxima na coroa é em larga medida dependente do material utilizado e a espessura da coroa, como por exemplo coroas em zircônia onde a redução da espessura (1,0mm para 0,8mm) provocou um grande aumento na tensão (139,8 para 199,3 MPa).

A resistência à tração é a propriedade mecânica mais comumente considerada e seu resultado depende do teste utilizado bem como das condições de acabamento da superfície da amostra. Geralmente a resistência dos materiais frágeis é medida em flexão devido à relativa facilidade de realização [148].

Numerosos testes estão disponíveis para avaliar as propriedades mecânicas das cerâmicas. O comportamento tensão-deformação das cerâmicas frágeis não é avaliado através de um ensaio de tração tradicional, a norma ISO 6872 [132] padroniza os métodos para ensaio da resistência à flexão de materiais cerâmicos odontológicos à temperatura ambiente. Dentre eles podemos citar o ensaio de flexão em 4 pontos, flexão em 3 pontos e biaxial.

Embora o teste em 3 pontos possa ser considerado padrão, é extremamente sensível aos defeitos existentes ao longo do bordo da amostra [139].

A avaliação da resistência de materiais frágeis sob condições biaxiais ao invés de uniaxiais (3 ou 4 pontos), é frequentemente considerado mais confiável, uma vez que as falhas provenientes do bordo (atribuídos ao preparo das amostras), não exercem influência sobre os resultados. O teste de flexão biaxial envolve uma amostra suportada por três ou mais pontos (esferas), periféricos e equidistantes do centro, e o carregamento se localiza na região central desta amostra. A vantagem deste teste mecânica é que a região de máxima tensão se desenvolve efetivamente no centro do corpo de prova [139,149,150].

BAN & ANUSAVICE [135] realizaram um estudo sobre a influência da metodologia do teste na tensão de fratura dos materiais frágeis. Ao compararem o

teste de flexão biaxial com o teste de flexão em quatro pontos e com o teste de tração diametral para o cimento de fosfato de zinco (Glendora), porcelana feldspática (Jelenko), opaco de porcelana feldspática (Jelenko) e uma resina composta (HerculiteXR/Kerr) concluíram que o teste de flexão biaxial é o mais adequado para promover uma melhor simulação clínica em relação aos demais testes. O teste de resistência à flexão biaxial é um método confiável para determinar a resistência dos materiais dentários frágeis, pois é relativamente insensível a determinadas condições do teste como dimensões do pistão ou da amostra e geometria da amostra.

ZENG *et al.* [151] compararam três métodos de determinação da resistência à flexão (3 pontos, biaxial *ring-on-ring* e biaxial *piston-on-three ball*) para a cerâmica Procera e dois métodos biaxiais (*ring-on-ring* e *piston-on-three ball*) para as cerâmicas In-Ceram (Vita) e IPS-Empress (Ivoclar). Nestes testes biaxiais, o diâmetro de aplicação de carga e de suporte circular dos discos foram, respectivamente, 1,41mm e 10 mm. A comparação estatística entre todos os métodos considerou a área efetiva do espécime submetida à tensão, e foi realizada pelo método de Weibull. Quanto maior for o módulo (m) deste método melhor é a distribuição do estresse mecânico e defeitos internos do material, e consequentemente, mais confiável é a cerâmica. Comparando-se os três testes mecânicos, os autores afirmaram que o biaxial *ring-on-ring* é o mais indicado, pois mostrou os maiores valores do módulo de Weibull (melhor distribuição de estresse). Além disso, possui a maior área do espécime sujeita ao estresse e assim, a tensão máxima, é sempre menor em relação aos outros métodos. Apesar do teste em 3 pontos ser muito simples e bastante utilizado, possui uma pequena área do corpo-de-prova submetido ao estresse, e é dependente das margens e do acabamento de superfície das barras.

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 tensão do que compressão. A resistência, confiabilidade e variabilidade dos materiais frágeis devem ser estudadas em função da distribuição de

tamanhos de defeitos no material, pois as tensões de falha estarão estatisticamente distribuídas, [161]

Portanto, um conceito chave a respeito da resistência a mecânica de materiais frágeis é que os valores de resistência obtidos são estatisticamente distribuídos em função da homogeneidade do material. Como esta distribuição é quase sempre aleatória, a resistência avaliada experimentalmente apresenta uma dispersão. Para obter a resistência mecânica experimentalmente não é suficiente apresentar o valor médio, mas é essencial levar em consideração a dispersão dos resultados. Quantitativamente esta dispersão dos valores de resistência mecânica pode ser obtida através da distribuição de Weibull. O módulo de Weibull (m) fornece um indicativo da reprodutibilidade da resistência mecânica do produto. Quanto maior o módulo de Weibull, menor é a dispersão dos valores de resistência mecânica e mais homogêneo é o material [162].

ANUSAVICE [10], relata que o valor descrito de resistência a flexão para o In Ceram Zirconia é de 700 MPa . Apesar deste alto valor seu emprego não é recomendado para restaurações anteriores em virtude do seu alto grau de opacidade, sendo indicado para próteses unitárias e PPFs posteriores.

Estudos [14,163,164,165] mostram que a adição de 31 % de zircônia parcialmente estabilizada com céria, confere ao In Ceram uma resistência à flexão de até 750 MPa, enquanto que o K_{IC} pode dobrar. Porém a melhoria das propriedades mecânicas devido a zircônia é afetada pela presença de outra fase e pela metaestabilidade da transformação tetragonal-monoclínica [15].

RAIGRODSKI [166] realizou uma revisão da literatura sobre as tecnologias e materiais totalmente cerâmicos contemporâneos para próteses parciais fixas (PPFs) e apresentou o seguinte quadro com suas características (Tabela 2) :

Tabela 2 - Características dos sistemas totalmente cerâmicos para PPFs [166]

Sistema Fabricante	Material	Resistência à Flexão (MPa)	Tenacidade a fratura (MPa/m^{1/2})	Conector (área superficial)
Empress II (Ivoclar)	Lithium disilicate	300 -400	2.8 – 3.5	12 – 20 mm ²
In Ceram Alumina (Vita Zahnfabrick)	Alumina infiltrada por vidro	236 – 600	3.1 – 4.61	12 mm ²
In Ceram Zirconia (Vita Zahnfabrick)	Alumina com 35% zirconia infiltrada por vidro	421 - 800	6 - 8	12 – 20 mm ²
Procera AllCeram Bridges (Nobel Biocare)	Alumina de alta pureza, densa- mente sinterizada	487 – 699	4.48 – 6	6 mm ²
Cercon (Dentisply Ceramco)	Y-TZP	900 – 1200	9 – 10	7 – 11 mm ²
DC-Zirkon (dents- ply Austenal)	Y-TZP	900 – 1200	9 – 10	16 mm ²
Lava (3M ESPE)	Y-TZP	900 – 1200	9 – 10	9 mm ²

CHONG *et al.* [167] compararam a resistência à flexão dos sistemas In Ceram Alumina e do In Ceram Zircônia. A probabilidade de falha dos dois materiais foi analisada com e sem cobertura de porcelana Vitadur – Alpha. Foram preparadas dez amostras (barras) de cada material, sendo que as com cobertura tinham metade da espessura (1,0mm) das amostras sem cobertura, e sobre elas foi aplicada uma camada de porcelana Vitadur Alpha. Os valores médios de resistência obtidos no ensaio de 3 pontos foram de 362 MPa para In-Ceram Alumina; 513 MPa para o In-Ceram Zirconia; 47 MPa para o In-Ceram Alumina laminado; e 64 MPa para o In-Ceram Zirconia laminado. A microscopia eletrônica de varredura realizada nas superfícies fraturadas revelou texturas similares entre os materiais. No In Ceram

Zirconia é observada a presença de aglomerados de aproximadamente 1 μ m (ou maiores). Embebido pela matriz vítrea, estes aglomerados, segundo os autores, poderiam ser de zircônia monoclinica, que diminui a propagação de trincas, aumentando a característica de resistência deste material. O modo de fratura em ambos os sistemas foi predominantemente transgranular das placas de alumina – tipo de fratura que ocorre frequentemente em cerâmicas de tamanho granular grande.

GUAZZATO *et al.* [168] avaliaram as propriedades mecânicas do In-Ceram Alumina (ICA) e do In-Ceram Zirconia (ICZ). Os resultados da análise comparativa das superfícies do ICZG (face onde foi aplicado o vidro) e ICZN (face oposta) demonstraram não haver diferença na composição das fases. Nos ensaios de flexão biaxial não foram observadas diferenças significativas entre os grupos ICA (600 MPa) e ICZ (620MPa). A análise de difração de raios-X mostrou uma pequena transformação dos cristais de zircônia tetragonal em monoclinicos, quando as amostras eram fraturadas, justificando a existência de uma modesta diferença na resistência à fratura entre as duas cerâmicas.

SEGHI & SORENSEN [169] estudaram a resistência à flexão em três pontos das cerâmicas Mark II (Vita, reforçada com sanidina) IPS-Empress (Ivoclar, reforçada com leucita), Dicor MGC (Dentsply, reforçada com fluormica tetrasilica), In-Ceram Alumina (Vita, reforçada com óxido de alumínio), In-Ceram Spinel (Vita, reforçada com óxidos de magnésio e alumínio) In-Ceram Zirconia (67% de oxido de alumínio e 33% de óxido de zircônio) (Vita). O grupo controle foi formado por uma cerâmica sem reforço cristalino (Soda-Lime Glass, Hugh Courtwright) e uma porcelana feldspática reforçada com leucita VMK 68 (Vita). Os autores concluíram que a cerâmica In-Ceram Zirconia apresentou o maior valor de resistência à flexão (603,70 MPa) e, todas as cerâmicas estudadas apresentaram uma maior resistência em relação às cerâmicas utilizadas como controle sendo que, os valores encontrados apresentaram diferença significativa entre as diferentes cerâmicas..

ITINOCHE *et al.* [170] avaliou a influência da ciclagem mecânica na resistência à flexão de cerâmicas. Foram estudados quatro materiais cerâmicos utilizados em infra-estruturas de próteses parciais fixas: Procera AllCeram e In-Ceram Zirconia. Para a realização do ensaio de flexão biaxial foram confeccionados 20 corpos-de-prova de cada material em forma de disco com dimensões de aproximadas de 15,0mm de diâmetro e 1,2mm de espessura. O número total de amostras de cada material foi dividido em dois subgrupos, de acordo com realização ou não de ciclagem mecânica (20.000 ciclos com carga de 50N, imersos em água destilada a 37°C). Os dados foram tratados estatisticamente pela ANOVA e pelo teste de *Tukey* e os resultados indicaram que: a) a ciclagem mecânica resultou em um decréscimo na resistência à flexão, sem significância estatística; b) as medidas dos valores de resistência à flexão para os materiais cerâmicos avaliados, com e sem ciclagem, foram respectivamente: Procera AllCeram (630,77 e 647,16 MPa); In-Ceram Zirconia (457,83 e 496,45 MPa). A análise pela microscopia eletrônica de varredura apresentou alterações nas superfícies após a ciclagem mecânica.

Segundo KELLY [128], os corpos de prova, de porcelana dental em forma de barras fabricadas pela técnica do pincelamento, possuem menores valores de resistência do que barras da construção monolítica.

Em um estudo sobre a influência dos tratamentos de superfície e térmico na Resistência à flexão uniaxial de um ZTA infiltrado com vidro de uso odontológico In Ceram Zirconia (ICZ), GUAZZATO *et al.*, [171] obtiveram valores que variaram de 452 (± 35) MPa, para o grupo em que foi realizado apenas o jateamento da superfície, 512(± 28)MPa para o grupo que foi jateado e depois passou pelo tratamento térmico, até 563 (± 62) MPa, para as amostras que foram usinadas paralelamente ao longo eixo e depois sofreram tratamento térmico. Concluíram que o principal fator para determinar a resistência final do In Ceram Zirconia é a temperatura desenvolvida durante o tratamento térmico realizado após o tratamento de superfície e conseqüente fechamento dos defeitos pelo vidro que flui. A resistência à flexão de todas as

amostras foi melhorada após o tratamento térmico e por isso deve ser sempre indicado posteriormente ao desgaste, jateamento e polimento da superfície.

O ciclo térmico (1000°C) recomendado pelo fabricante como queima controle do In Ceram Zirconia, está contido na faixa de temperatura correspondente a transformação monoclinica-tetragonal encontrada no digrama de fases do sistema $ZrO_2 - CeO_2$. (Figura 4) [71].

Segundo ZACCHÉ [95], parece haver um consenso de que a influência do processo de usinagem na microestrutura e propriedades mecânicas de cerâmicas dependem de vários fatores, dentre os quais se destacam o tipo de zircônia, tipo e quantidade de estabilizante, os processamentos adotados, os tipos de abrasivos e o grau de usinagem (velocidade, pressão e refrigeração), assim como a natureza e espessura da camada superficial compressiva, resultado do próprio processo de usinagem. Portanto, dependendo do grau de usinagem a qual a peça está submetida, pode ocorrer incremento ou degradação de suas propriedades mecânicas.

KOSMAC *et al.* [172] observou a presença de faíscas durante a usinagem à seco indicando conjuntamente excessivo calor gerado e elevadas tensões mecânicas durante o procedimento. Porém a quantidade de zircônia transformada na superfície usinada e a espessura calculada da camada compressiva superficial foram baixas. O processo de jateamento, ao contrário, se mostrou eficiente em promover a transformação matensítica da zircônia tetragonal para monoclinica. Os autores verificaram que apesar de qualquer tratamento de superfície em cerâmicas de zircônia parcialmente estabilizada com ítria reduzir a confiabilidade do material , o jateamento produziu menor perda.

Em seu estudo sobre a influência do polimento/jateamento na tenacidade a fratura do ZTA, ZACCHÉ [95] encontrou que, entre outros aspectos, o grupo que foi jateado teve um valor de tenacidade significativamente maior que o grupo usinado, provavelmente, segundo ele, em decorrência do menor tamanho e quantidade de defeitos decorrentes do processo de jateamento. Sendo que o grupo que foi usinado,

jateado e tratado termicamente apresentou valores de tenacidade maiores em razão da recuperação microestrutural e da provável redução, tanto em tamanho quanto em quantidade, dos defeitos promovidos pelo tratamento térmico.

Segundo estudo realizado por BECK [101] sobre cerâmicas ZTA dopada com céria, a resistência à flexão (4 pontos) do In Ceram Zirconia foi o que apresentou maior valor individual (462,8 MPa) com média de $275,87 \pm 141,26$, onde o desvio padrão foi de 106,68. A identificação das fases cristalinas utilizando a técnica de difratometria de raios X realizadas nas superfícies das cerâmicas ZTA sinterizadas não mostrou a ocorrência da transformação de fases de zircônia nas cerâmicas estudadas. De acordo com o autor, isto está coerente com resultados obtidos em outros [7,8] relatando que a fase tetragonal de baixa temperatura não se transforma em fase monoclinica durante o aquecimento ou resfriamento. Esta transformação, neste sistema, somente ocorre quando induzida por tensão mecânica.

Segundo GUAZZATO *et al.* [15], algumas das mais representativas cerâmicas a base de zircônia são In Ceram Zirconia (IZ) e DC-Zircon (DZ). O IZ está disponível no mercado na forma de barbotina e *dry-pressed*. Existe falta de estudos comparando os dois materiais, embora sejam esperados melhores resultados mecânicos do IZ *dry-pressed*, em função de seu processamento mais consistente. DZ é uma cerâmica Y_2O_3 , TZP, prensada a quente e densamente sinterizada. Os autores avaliaram a resistência mecânica (3 pontos), dureza, tenacidade à fratura e microestrutura desses materiais entre outros. Os valores de resistência à flexão foram: IZ barbotina (630 MPa), IZ *dry-pressed* (476 MPa) e DZ (840 MPa). Eles concluíram que um processamento mais consistente, como no caso do IZ *dry-pressed* sobre o IZ barbotina, não necessariamente significa melhores propriedades mecânicas como hipoteticamente previsto. O presente estudo mostrou que outros fatores como tamanho de grão, forma e porosidade, devem ser considerados.

FILSER *et al.* [173] estudando o uso de cerâmicas em dentes posteriores, através de um programa de elementos finitos encontrou que as pontes

confeccionadas em zircônia densa pelo processo CAD-CAM apresentam tenacidade e resistência a flexão altas, que permitem sua aplicação na região de molares suportando altas cargas ($> 1280\text{N}$).

3 . MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Material

Foi utilizado o Sistema In-Ceram Zirconia, material comercial da Vita Zahnfabrik (Bäd Sackingen, Alemanha), composto por: Vita In Ceram Zirconia Powder[®] (Al_2O_3 - ZrO_2 - CeO_2 / Ce-ZTA) e Vita In Ceram Glass Powder[®] (vidro à base de silicato de lantânio). A composição química e as propriedades físicas segundo o fabricante, estão dispostas nas Tabelas 3 e 4, respectivamente.

Tabela 3- Composição química do Sistema In Ceram Zirconia Powder[®],
de acordo com o fabricante [174]

Óxidos	Zirconia Powder [®]	Zirconia GlassPowder [®]
	% peso	%peso
Al_2O_3	67	14 - 18
ZrO_2	33	-
SiO_2	-	14 - 18
B_2O_3	-	11 - 15
TiO_2	-	2 - 7
La_2O_3	-	25 - 30
CeO_2	-	6 – 10
CaO	-	4 – 8
ZrO_2	-	1 – 4
Y_2O_3	-	2 - 6

Tabela 4- Propriedades Físicas do Sistema In Ceram Zirconia Powder®, de acordo com o fabricante [175]

Propriedade	Valor	Unidade
Coeficiente de Expansão Térmica (20-500°C)	7,8	10^{-6} K^{-1}
Solubilidade Química (ISO 6872)	1118	$\mu\text{g}/\text{cm}^2$
Densidade infiltrada	4,24	g/cm^3
Resistência à flexão (ISO6872)	600	MPa
Tenacidade à fratura	4,4	$\text{MPa m}^{1/2}$
Módulo de Young (Método de ressonância)	258	GPa

3.2 MÉTODOS

3.2.1 Desenvolvimento do método de moldagem na forma quase final para barbotina ZTA

A partir de um modelo metálico de um premolar, fixado em um dispositivo acrílico com base quadrangular e paredes inclinadas (Figura 6), foi feita uma moldagem em silicone de adição (*Elite H-D+*, *Zhermarck, Itália*), técnica da dupla moldagem, utilizando-se como moldeira uma caixa acrílica confeccionada para este fim (Figura 7). O molde foi vazado com gesso especial disponibilizado comercialmente pela Vita Zahnfabrik (Bäd Sackingen, Alemanha) obtendo-se o modelo refratário. Sobre esse modelo foi confeccionada uma infra-estrutura de acetato utilizando-se uma plastificadora à vácuo e um disco de acetato com 1mm de espessura, tipo cristal (*Bio art equipamentos odontológicos Ltda./ Brasil*). Após a plastificação, a infra-estrutura obtida foi recortada deixando um colar de aproximadamente 4 mm a partir do bordo

cervical para servir de escape para barbotina excedente (Figura 8). A espessura final da infra-estrutura é de 0,7mm. A Figura 9 evidencia os limites do preparo em vermelho (uma estrela) e do acetato em verde (três estrelas), marcados com lápis cera 0,5. A linha intermediária (duas estrelas) foi colocada com o objetivo de alertar quanto à proximidade do término cervical.

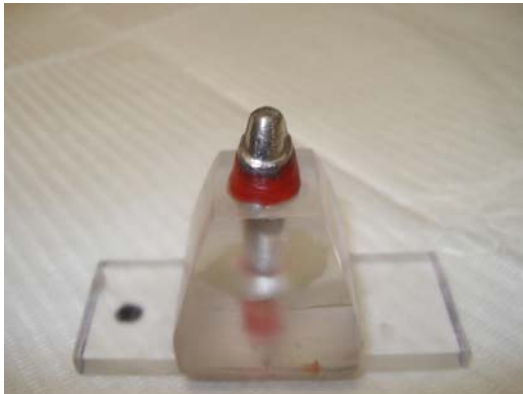


Figura 6 - modelo metálico

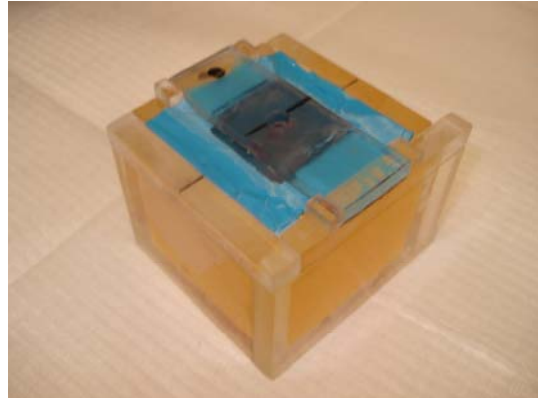


Figura 7 – moldagem do modelo



Figura 8 – modelo de gesso especial recoberto com acetato

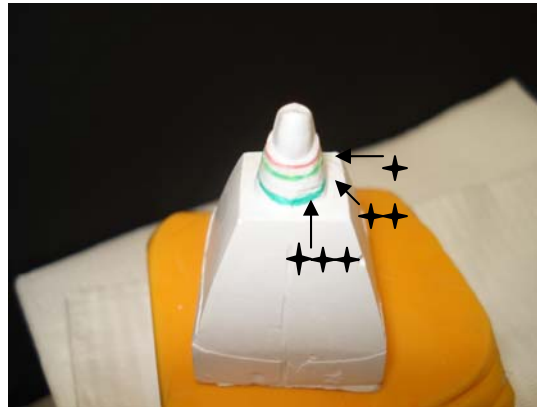


Figura 9 – modelo com linhas referentes aos limites do preparo (★) e do acetato (★★★)

Utilizando um dispositivo, em forma de caixa, como moldeira/suporte, criado a partir de peças de brinquedo LEGO® (*LEGO® Group*) que permite o desmonte e retorno a mesma posição, procedimento necessário para remoção do modelo recoberto sem que o mesmo sofra avarias, foi confeccionado um molde conformador da barbotina em silicone de condensação para laboratório (*Zetalabor* , *Zhermack*)

S.p..A. - Itália). O molde foi obtido através da moldagem do modelo de gesso especial recoberto com a infra-estrutura em acetato, cuja base tem, fixado a ela, uma peça do mesmo LEGO® (Figura 10) para servir de guia, posicionando, assim, o modelo de maneira que ele localize o mais centralizado possível (Figura 11).

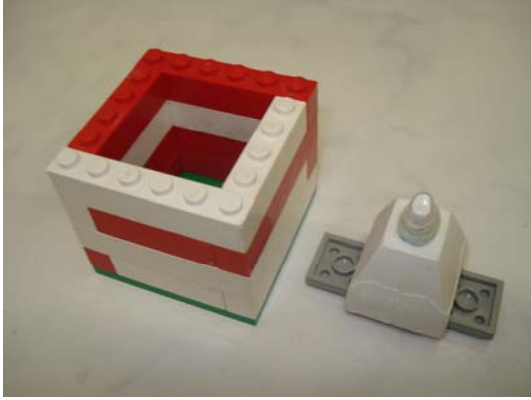


Figura 10 - caixa/moldeira LEGO® + modelo de gesso recoberto com acetato



Figura 11 - obtenção da moldagem conformadora a partir do modelo recoberto

O molde foi retirado do dispositivo sem remover o modelo de gesso (Figura 12). Com um estilete cortou-se o molde longitudinalmente em 2 partes. Uma vez liberado o modelo, verificou-se a superfície recortada observando a posição do corte e se esta permitia a remoção do modelo com barbotina sem que houvesse dano à mesma, devido às retenções de contorno. Se houver necessidade, um segundo corte deverá ser feito dividindo então a moldagem em 3 partes como mostra a Figura 13.

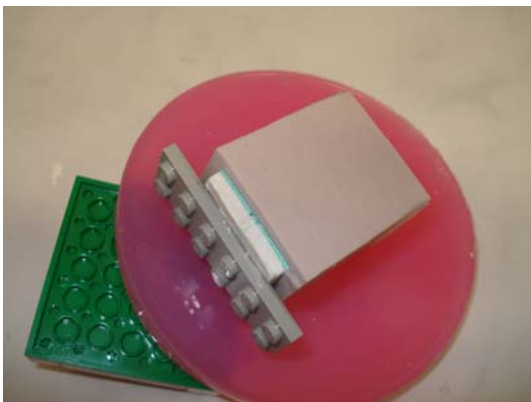


Figura 12 – moldagem após remoção da caixa/ moldeira LEGO®



Figura 13 - molde tri- partido

Obteve-se então a barbotina de ZTA seguindo as recomendações do fabricante onde 45g do pó (*VITA In-Ceram Zirconia powder*) foram misturados ao solvente (*VITA In-Ceram Zirconia Mixing liquid*), acrescido de 4 gotas de um aditivo (*VITA In-Ceram Zirconia additive*) em um becher, sob ultra-som preenchido com água gelada e cubos de gelo. A inserção do pó foi feita em pequenas quantidades com o objetivo de se obter uma suspensão a mais dispersa e estável possível. Ao final a barbotina foi mantida no ultra-som por 7 minutos para uma melhor dispersão uma vez que a densidade da zircônia é maior que a da alumina. Ao término da manipulação, a barbotina foi separada, em três ou mais recipientes plásticos com porções semelhantes. A barbotina não utilizada naquele dia é então congelada para posterior utilização.

O molde reposicionado no dispositivo foi lubrificado com óleo mineral (Figura 14) e preenchido até altura de cervical do preparo com a barbotina preparada (Figura 15). O modelo, agora sem a infra-estrutura de acetato, foi então introduzido no molde (Figura 16a) e mantido nesta posição através do encaixe da peça fixada na base do modelo e a caixa LEGO® (Figura 16b). Após cerca de 1 hora, o dispositivo foi desmontado (Figura 17a) e, o molde liberado foi desmembrado cuidadosamente para não danificar a infra-estrutura cerâmica moldada (Figuras 17 b, c, d).



Figura 14 – molde sendo lubrificado com óleo mineral

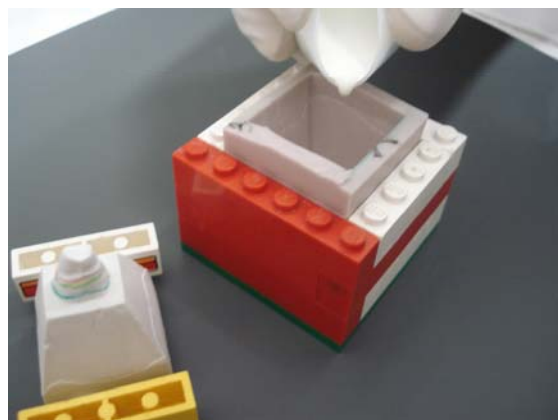
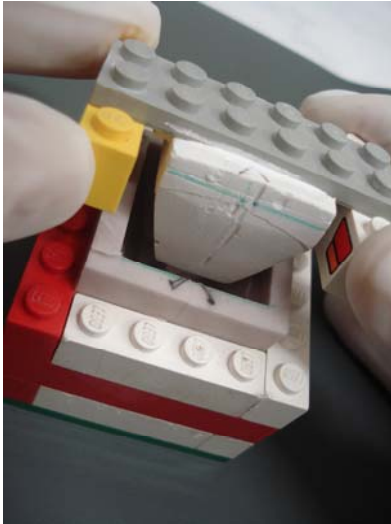
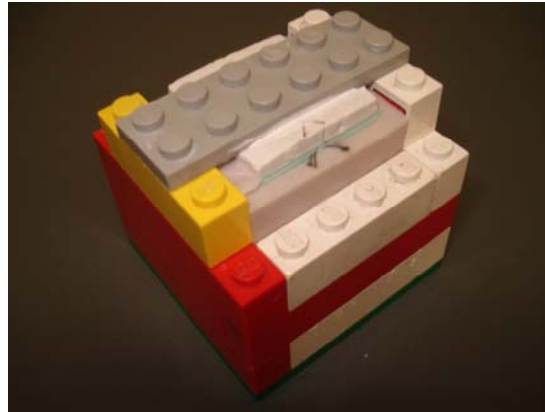


Figura 15 – barbotina sendo vertida no interior do molde

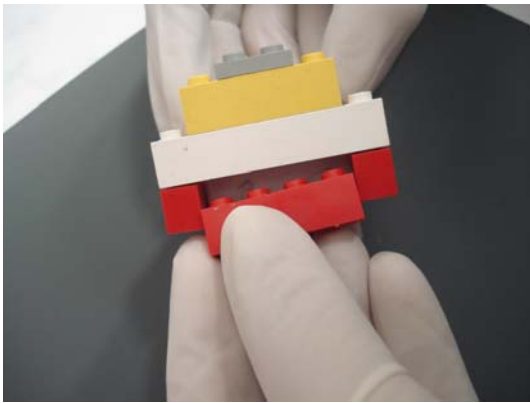


a

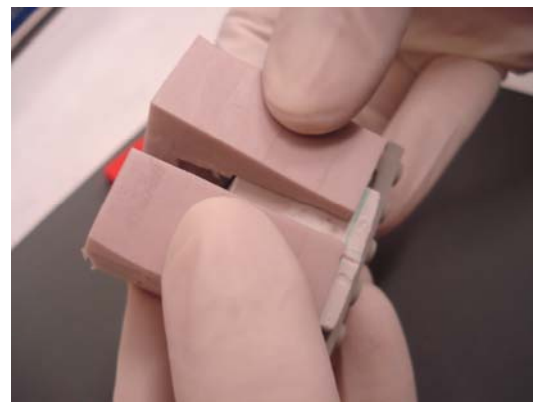


b

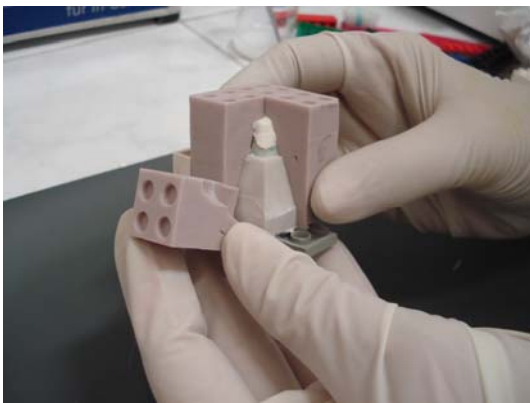
Figura 16 a, b - modelo de gesso especial, com dispositivo posicionados na base sendo introduzido no molde conformador preenchido com a barbotina ZTA



a



b



c



d

Figura 17 a, b, c, d - dispositivo é desmontado (a) e o molde liberado é desmembrado cuidadosamente (b, c, d), para não danificar o infra-estrutura cerâmica moldada

Após ser exposto, esperou-se até a completa secagem para se realizar a remoção inicial do excesso de barbotina respeitando as linhas de orientação previamente descritas (Figura 18). O modelo com a infra-estrutura foi então levado novamente ao molde conformador para que fosse verificada a adequação do contorno (Figuras 19 a e b).

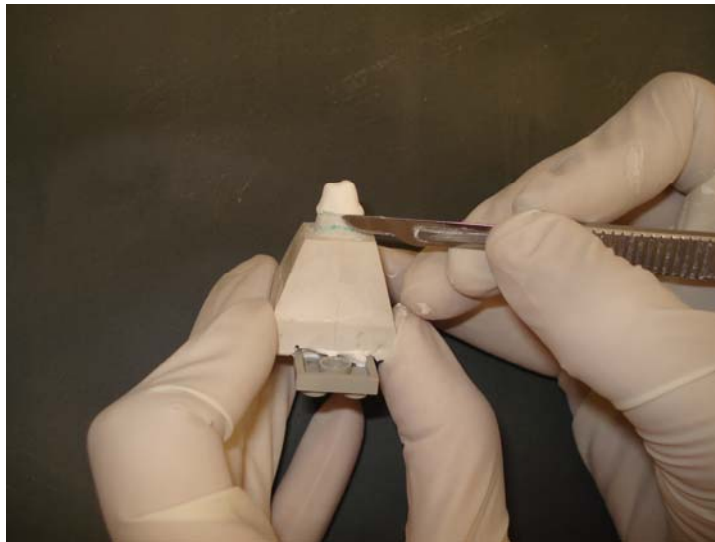


Figura 18 - remoção inicial do excesso de barbotina respeitando as linhas de orientação



Figura 19 a, b - infra-estrutura acabada(a) e reposicionada na metade do molde, demonstrando a relação de contorno.

Uma vez seco e acabado, o modelo recoberto foi levado para sinterização dentro dos parâmetros preconizados pelo fabricante, como será descrito posteriormente.

3.2.3 Preparação das Amostras

Foram confeccionadas 40 amostras cerâmicas parcialmente sinterizadas de In Ceram Zirconia® respeitando a norma ISO 6872:1995 [132] para o teste de flexão biaxial, em forma de disco, com diâmetro de 12 a 16mm e espessura de $1,2 \pm 0,2$ mm. As 40 amostras foram divididas em 4 grupos de 10. Os grupos II e IV foram obtidos através da técnica da barbotina convencional (pincelada) e os outros 3 grupos foram obtidos pela *técnica da barbotina proposta* (moldada). O diâmetro e espessura das amostras estão descritos na Tabela 5:

Tabela 5 – Diâmetro e espessura das amostras de acordo com o método de conformação.

Método de			
Grupo	Conformação	Espessura em mm	Diâmetro em mm
I	moldado	$1,2 \pm 0,2$	15
II	Pincelado	$1,2 \pm 0,2$	15
III	moldado	0,7	15
IV	Pincelado	0,7	15
V	moldado	0,5	15

3.2.3.1 Obtenção das amostras verdes

3.2.3.1.1 Amostras do Grupos I, III e V (moldadas)

Utilizando o mesmo dispositivo criado com peças de LEGO®, que permite o desmonte e retorno a mesma posição, e um padrão em acrílico cilíndrico com diâmetro de 17 mm e altura de 4 cm (Figura 21), foi confeccionado um molde (Figura 22) em silicone de condensação para laboratório (*Zetalabor fabricada pela Zhermack S.p.A. – Itália*). O padrão de acrílico foi perfurado transversalmente para que fossem introduzidas duas barras metálicas cilíndricas com 2 mm de diâmetro (Figura 20 a), em forma de cruz, com o objetivo de criar perfurações no molde para a saída de ar quando da penetração do pistão de gesso, as quais podem ser vistas na Figuras 23 e 24. A Figura 20b, mostra a verificação do encaixe do padrão de acrílico através da barra LEGO® fixada a parte superior do mesmo, e sua localização na caixa LEGO®, usada neste experimento como moldeira/suporte para a moldagem. As Figuras 21 a e b mostram esse procedimento de moldagem com silicone e o encaixe da barra LEGO® fixada ao padrão à caixa.

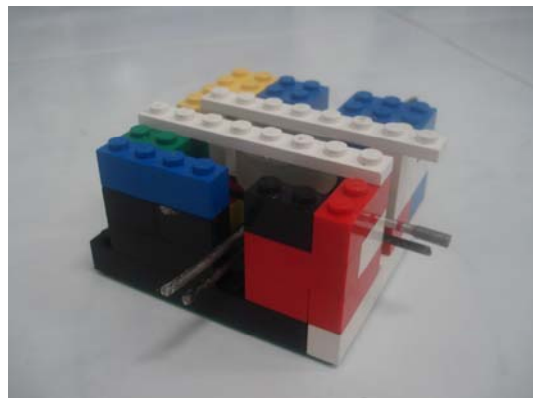
**a****b**

Figura 20 a, b - padrão de acrílico perfurado transversalmente, em forma de cruz, com duas barras metálicas cilíndricas posicionadas (a) e sua posição de encaixe sendo verificada.

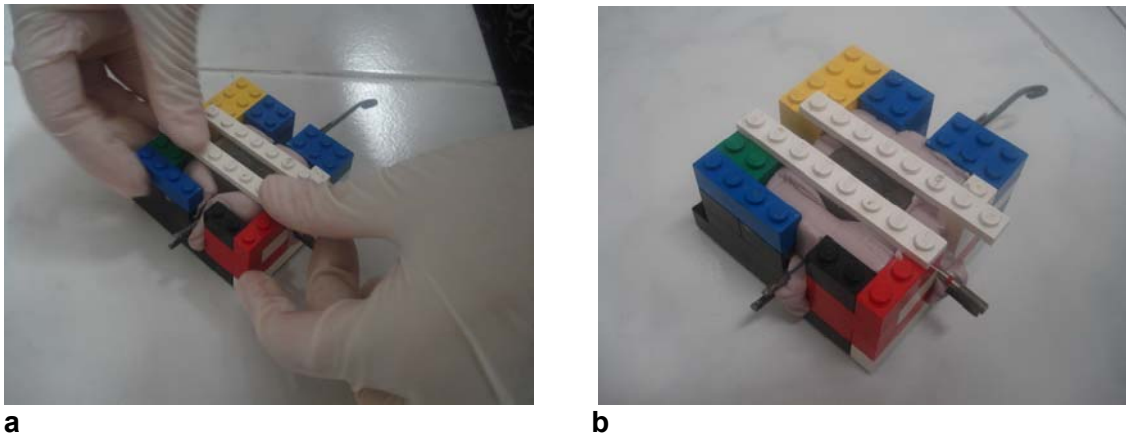


Figura 21 a, b – moldagem do padrão de acrílico com silicone mostrando o encaixe da barra LEGO® fixada ao padrão na caixa

Uma vez obtido o molde de silicone, foram removidas as sobras laterais e recortado na porção superior para modelagem do pistão de gesso, sendo então reposicionado no dispositivo LEGO®. Um padrão acrílico em forma de disco, com 4 mm de espessura e 17 mm de diâmetro (Figura 23 b) foi utilizado com a finalidade de criar o espaço para a barbotina vertida sobre o disco de gesso refratário. Este padrão foi colocado no interior do molde, borrifado com anti-bolhas, e, sobre ele, vertido gesso tipo IV (*Durone verde -Dentisply*) para confecção do pistão de (Figuras 22 a e b)

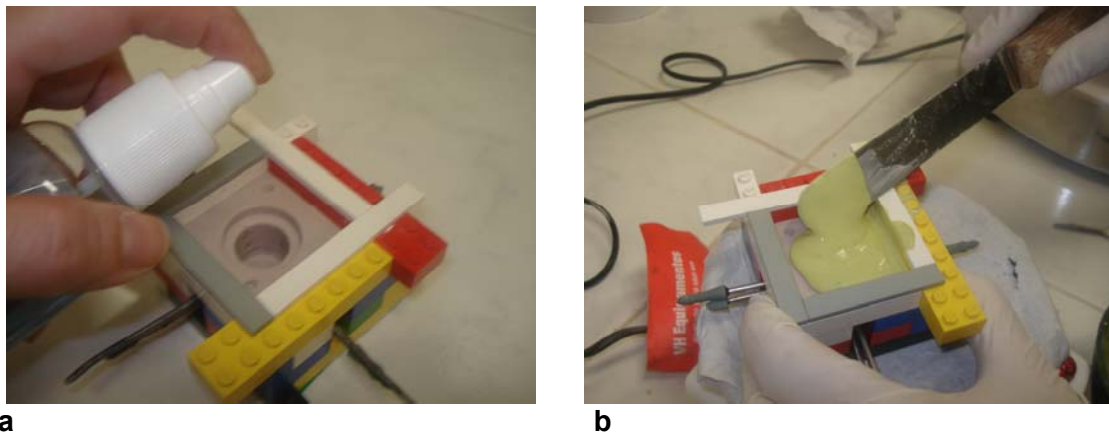


Figura 22 a, b - padrão acrílico colocado no interior do molde, borrifado com anti-bolhas (a), e sobre ele, é vertido gesso tipo IV (b)

Após a cristalização o pistão de gesso foi removido e o molde dividido ao meio, de forma a permitir a posterior remoção do disco de ZTA (Figuras 23 a e b).

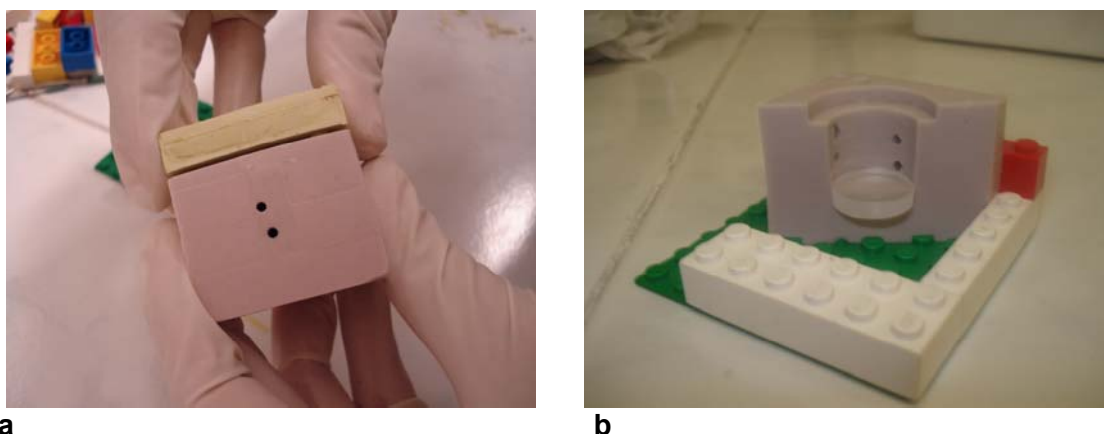


Figura 23 a, b - remoção do pistão do gesso (a), o molde dividido ao meio, padrão acrílico em forma de disco posicionado mostrando a relação entre eles (b)

Com ponta de cera 0,5 foi feita uma marcação (Figura 24a) com o intuito de deixar visível o limite do pistão (Figura 24b), guiando assim o volume de barbotina a ser vertida.

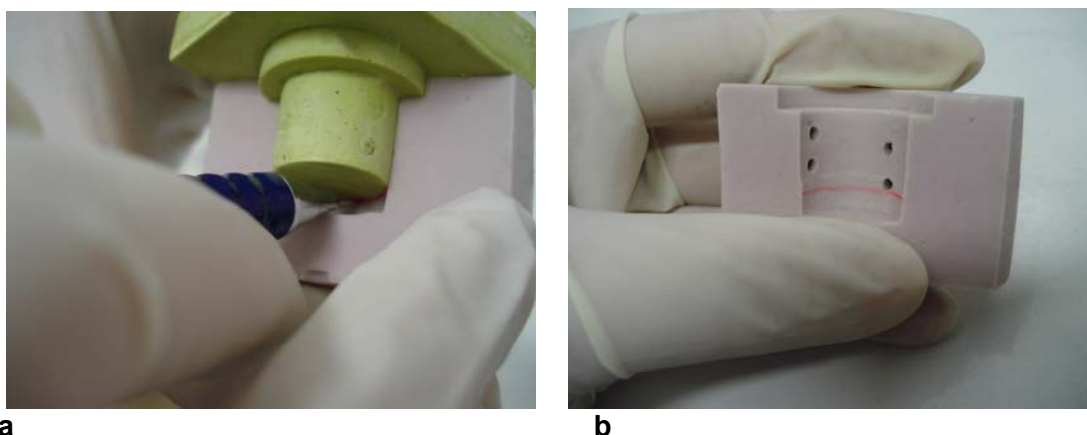


Figura 24 a, b – marcação do limite do pistão com ponta de cera 0,5 (a), a linha resultante e os canais para escape do ar (b)

Discos de gesso especial, obtidos através de um molde de polivinilsiloxano (Elite Double) confeccionado a partir de um padrão polimérico em forma de disco com 17 mm de diâmetro e 2,5mm de espessura, após serem reduzidos para 2mm de espessura, foram colocados no interior do molde (Figura 25a). Sobre eles foi vertida a

barbotina de In Ceram Zirconia preparada conforme recomendação do fabricante, como relatado anteriormente. (Figura 25b).

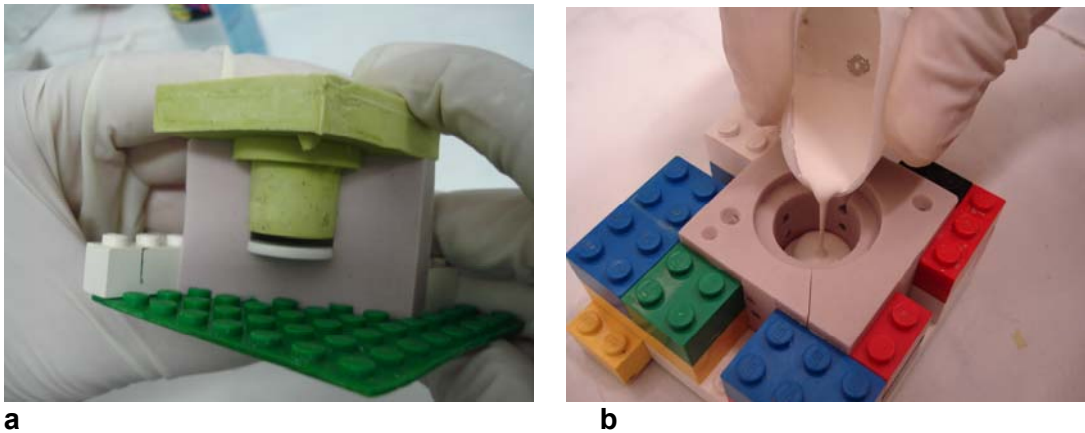


Figura 25 a,b - posição do disco de gesso em relação ao pistão mostrando o espaço a ser preenchido com a barbotina (a), e a mesma sendo vertida no interior do molde.

Uma vez que a barbotina atingiu a linha limite, o pistão de gesso foi introduzido até o perfeito ajuste no molde (Figuras 26 a e b).

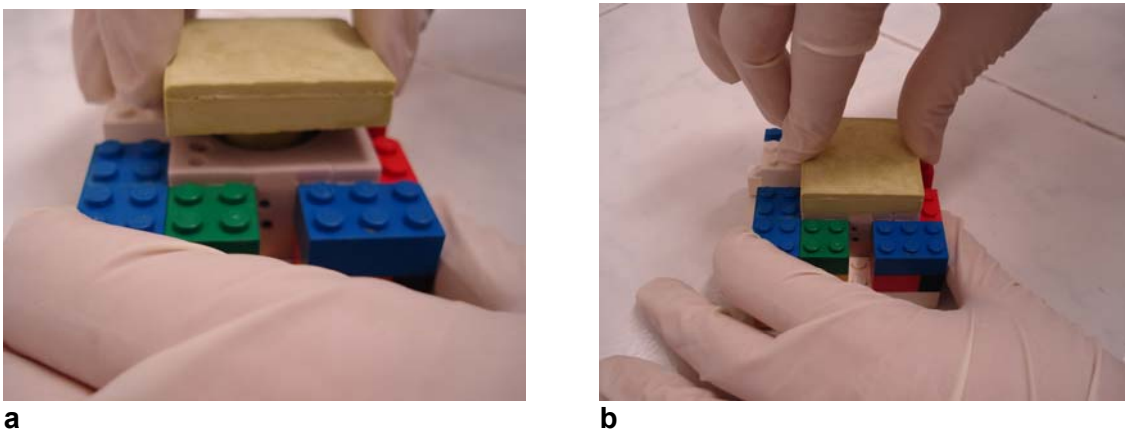


Figura 26 a,b - pistão de gesso sendo introduzido no molde (a) até o perfeito ajuste do mesmo ao bordo.

Após um período de aproximadamente 1 hora, o pistão de gesso foi retirado, o molde aberto, conforme mostram as Figuras 27 a e b, e o disco de gesso refratário recoberto pela cerâmica foi removido e colocado para secar.

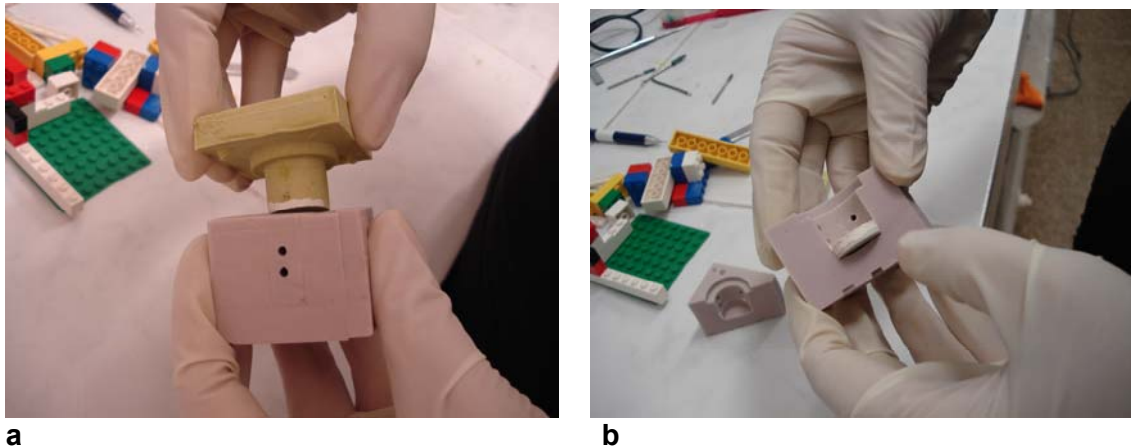


Figura 27 a,b – pistão sendo removido (a) e molde aberto mostrando o disco recoberto por barbotina

As amostras obtidas por este novo método de conformação da barbotina foram chamadas de moldadas.

3.2.3.1.2 Amostras dos Grupos II e IV (pinceladas)

As amostras dos grupos I e III, obtidas pela técnica da barbotina (*slip casting*), ora chamadas de pinceladas, foram elaboradas sobre discos de gesso especial do Sistema In Ceram assentados em um molde de polivinilsiloxano, Elite Double 8 (Zhermack, Itália), confeccionado a partir de um padrão polimérico em forma de disco com 17mm de diâmetro e espessura de 4mm. Os discos de gesso especial foram obtidos através do mesmo dispositivo, porém com padrões de 2,5mm de espessura, Após 2 horas, período de cristalização do gesso, os mesmos foram removidos do molde e lixados a seco até a espessura de 2mm. A barbotina de ZTA obtida seguindo as recomendações do fabricante como descrito anteriormente, foi então pincelada sobre o gesso assentado no molde (Figura 28), até atingir a aborda superior do molde.

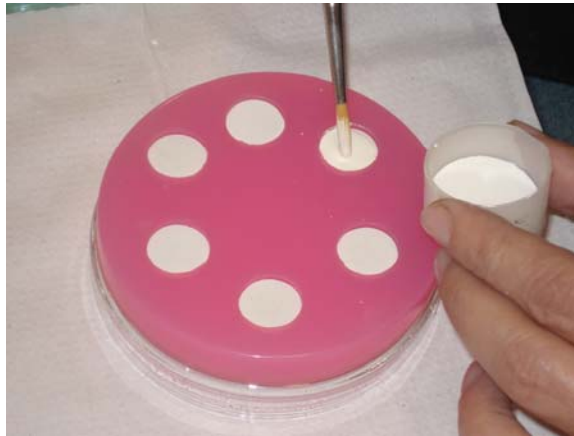


Figura 28 – Molde com sendo preenchido com o conjunto gesso/lama ZTA

Durante a colagem por barbotina, o solvente é removido por capilaridade pelo gesso, enquanto as partículas são depositadas sobre o mesmo, isto faz com que volume da lama diminua sendo necessário a adição de mais suspensão até que o nível desejado seja obtido.

3.2.3.2 Sinterização

Após a secagem, o conjunto gesso + ZTA (In Ceram Zirconia) foi levado para ser parcialmente sinterizado no forno Vita Inceramt[®] 3 (Vita Zahnfabrik (Bäd Sackingen, Alemanha), de acordo com as recomendações do fabricante. Esse processo de sinterização se dá em duas etapas devido a temperatura de sinterização do ZTA ser superior à suportada pelo gesso refratário, sendo, portanto, necessária a remoção do mesmo para que se complete a sinterização.

A primeira etapa de sinterização consiste em um período de 10 horas. Nas primeiras seis horas, o forno atinge a temperatura de 120°C para promover a secagem do conjunto modelo + amostra; após este período de secagem, o forno passa por uma

rampa de aquecimento com taxa de $8,3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ durante 2 horas, atingindo desta forma a temperatura final de 1120° , na qual é mantido por mais duas horas (Tabela 6). Após este período de 10 horas, aguardou-se o resfriamento do interior do forno até a temperatura ambiente para que se pudesse proceder a remoção do modelo de gesso especial (refratário), que sofreu contração, do interior do forno.

Tabela 6 - 1ª etapa de sinterização do In-Ceram Zirconia no Incerammat 3 [175].

Tempo 1 H:min	Temper.1 $^{\circ}\text{C}$	$\nearrow$ min	$\nearrow$ $^{\circ}\text{C}/\text{min}$	Temper.2 $^{\circ}\text{C}$	Tempo 2 H:min
6:00	120	120	8,3	1120	2:00

A Figura 29 mostra as infra-estruturas no forno já parcialmente sinterizadas e, a Figura 30, expõe a comparação do modelo antes e depois de ter passado pelo processo de sinterização, onde fica bem visível a contração sofrida pelo modelo e o conseqüente desajuste da infra-estrutura parcialmente sinterizada em relação ao mesmo.



Figura 29 – 1ª etapa de sinterização



Figura 30 - Redução do modelo de gesso especial após a 1ª etapa de sinterização

Na segunda etapa da sinterização, a amostra retornou ao forno sobre uma manta própria, fornecida pelo fabricante (Figura 31), sendo aquecida rapidamente até 120°C. Após atingir essa temperatura, a taxa de aquecimento passou a ser de, aproximadamente, 17,6°C/min durante uma hora para então atingir a temperatura final de aproximadamente 1180°C, onde permaneceu por mais duas horas (Tabela 7); sendo em seguida resfriada no interior do forno até retornar à temperatura ambiente.

Tabela 7 - 2ª etapa de sinterização In-Ceram Zirconia no Inceramat 3 [175].

Tempo 1	Temper.1			Temper.2	Tempo 2
H:min	°C	↗ Min	↗ °C/min	°C	H:min
0:00	120	60	17,6	1180	2:00

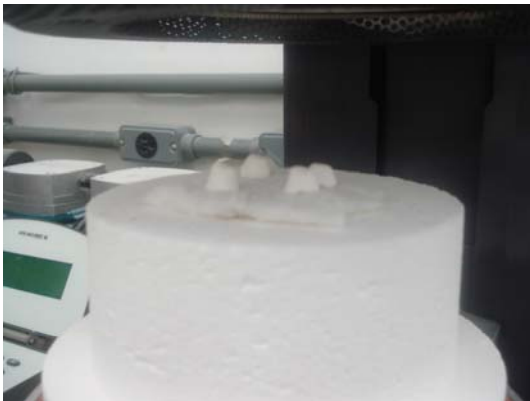


Figura 31 - infra-estrutura sobre a manta, pronta para 2ª etapa da sinterização



Figura 32 - vista interna da infra-estrutura após a 2ª etapa da sinterização

Após a 2ª etapa de sinterização foram feitos os ajustes finais na cervical com broca diamantada a seco, em baixa rotação (5000 RPM), com o auxílio do motor

elétrico da W&H, MF-PERFECTA 9975. As infra-estruturas foram testadas nos modelos metálico e de gesso, réplica do modelo em gesso especial (Figuras 33 a e b) e a espessura (0,7mm) das paredes do mesmo foi verificada com um espessímetro (Figura 34).



Figura 33 a,b - Verificação da adaptação da infra-estrutura ao modelo metálico(a) e ao modelo de gesso (b)



Figura 34 - verificação da espessura da infra-estrutura parcialmente sinterizada, seta apontando para 0,7 no espessímetro

As amostras (discos) parcialmente sinterizadas foram usinadas a seco, com brocas diamantadas em baixa rotação (5000 RPM), com o auxílio do motor elétrico da

W&H, MF-PERFECTA 9975, para redução do diâmetro e, com lixas 320, 400 e 600, para redução da espessura, até atingirem as dimensões finais de 15 mm de diâmetro e $1,2 \pm 0,2$ mm (grupos I e II), 0,7mm (grupos III e IV) 0,5mm (grupo V) de espessura.

3.2.4 Infiltração de Vidro de Lantânio

As amostras em forma de discos foram recobertas com uma suspensão de pó de vidro de lantânio (Vita In ceram Glass Powder) e água bi-destilada, de modo que toda superfície superior ficou recoberta pelo vidro. O conjunto foi então levado ao forno sobre uma placa de platina (Figura 35) para um ciclo de queima para infiltração por um período de 3 horas e 20 minutos atingindo a temperatura de 1140°C (Tabela 8).

Tabela 8- Ciclo de infiltração do vidro de lantânio (Vita In ceram Glass Powder) [175].

Tempo 1	Temper.1			Temper.2	Tempo 2
H:min	°C	min	°C/min	°C	H:min
0:00	200	50	18,8	1140	2:30



Figura 5 – amostras infiltradas pelo vidro de lantânio sobre placa de platina ao ser retirada do forno.

A remoção do excesso de vidro foi realizada através de jateamento com óxido de alumínio. As amostras foram posicionadas a aproximadamente 2,0 cm de distância da saída do jato, com uma angulação de 45° em relação ao mesmo e, para remoção da camada de vidro mais superficial, procedeu-se o jateamento com óxido de alumínio de 110 μm de tamanho de partícula e pressão constante de 3 *bar*, com o objetivo de substituir o uso da ponta diamantada. Após a remoção mais grosseira, o restante do vidro foi removido com jato de óxido de alumínio de 50 μm e pressão 3*bar*. Através da inspeção visual verificou-se a remoção do excesso de vidro. As amostras foram então levadas para acabamento com lixa d'água granulação 100, afim de que as superfícies das mesmas se tornassem o mais plana e uniforme possível. Após este acabamento inicial as amostras foram levadas ao forno para tratamento térmico, queima de controle segundo o fabricante, com o objetivo de eliminar todo vidro excedente. Procede-se novamente o jateamento com óxido de alumínio de 50 μm para eliminar o vidro que por ventura tenha aflorado. Volta-se então ao acabamento final com lixas d'água 220, 320, 400, 500, 600 e 1200 sob refrigeração constante evitando o aquecimento até que seja obtida uma superfície passível de polimento com pastas

diamantadas (DP-Paste M, Struers) de 3 e 1 μm . Após o polimento as amostras foram submetidas à limpeza com álcool isopropílico em ultra-som durante 1 min, lavadas, secas e levadas para novo tratamento térmico (Figura 36), de 600 a 1000°C, durante 5 minutos, permanecendo mais 5 minutos a 1000°C, para alívio das tensões resultantes do processo de acabamento e polimento [24,36,95,171].



Figura 36 – amostras após a queima controle no momento de abertura do forno.

3.3 Propriedades Mecânicas

3.3.1 Resistência à Flexão

A resistência à flexão foi aferida através do teste de flexão biaxial (pistão sobre 3 bilhas), de acordo com as diretrizes da ISO 6872, em máquina de ensaios mecânicos (EMIC modelo DL 1000, São José dos Pinhais, Brasil), com velocidade de 0,5 mm/s (Figura 37).



Figura 37 - EMIC modelo DL 1000, acoplada ao computador



a



b

Figura 38 - a, b – Amostra posicionada na base sobre as bilhas e próxima ao pistão (a) e fraturada após o teste (b).

Os discos tiveram diâmetro e espessura medidos em três pontos através de um paquímetro (Starret 125MEB / Brasil) e valor médio registrado. Foram então posicionadas centralmente sobre o suporte, onde estão inseridas as 3 esferas eqüidistantes, na forma de um círculo com 12 mm de diâmetro. A carga foi aplicada através de um pistão cilíndrico com 1,6 mm de diâmetro, no centro da amostra (Figuras 38 a e b).

O valor da resistência à flexão biaxial (S) foi calculada para cada amostra através da seguinte equação [132]:

$$S = - 0,2387 P (X - Y) / d^2$$

Onde:

S é a máxima tensão de tração central, em MPa;

P é a força de fratura, em newtons;

$$X = (1 + \nu) \ln (r_2 / r_3)^2 + [(1 - \nu) / 2] (r_2 / r_3)^2$$

$$Y = (1 + \nu) [1 + \ln (r_1 / r_3)^2 + (1 - \nu) (r_1 / r_3)^2]$$

ν - é a razão de Poisson

r_1 - é o raio do círculo de suporte, em milímetros

r_2 - é o raio da área carregada, em milímetros

r_3 - é o raio da amostra, em milímetros

d - é a espessura da amostra na área de fratura, em milímetros

3.3.2 Microdureza Vickers

A microdureza das amostras foi determinada pelo uso da técnica de penetração Vickers. Nesta técnica, a determinação da microdureza está baseada no tamanho da impressão causada na superfície do material pela carga aplicada no penetrador de diamante. Este penetrador tem forma to piramidal, com seção quadrada. As impressões de microdureza, 7 em cada amostra, foram feitas em um Micro-durômetro Leitz Duremiter 2, com carga de 2,0 Kg.

A microdureza Vickers do material é calculada através da seguinte equação

$$H_v = 1,854 P/L^2$$

onde:

H_v = dureza Vickers (GPa)

P = carga aplicada pelo penetrador (Kgf)

L = comprimento médio da diagonal da impressão (mm)

3.4 Caracterização Microestrutural

3.4.1 Análises Químicas Semi-Quantitativas por Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios X (EDX)

As análises semi-quantitativas dos elementos químicos presentes na cerâmica parcialmente sinterizada foram feitas utilizando a técnica de EDX (Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios X), por mapeamento por área, com o objetivo de confirmação dos dados fornecidos pelo fabricante. O dispositivo EDX utilizado está acoplado ao Microscópio Eletrônico de Varredura. A técnica de EDX é baseada na análise da energia característica emitida por cada elemento químico componente da Tabela Periódica, como resultado da incidência de um feixe de elétron na superfície da amostra em análise.

3.4.2 Análise Microestrutural por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura foi utilizada para avaliar a efetividade dos parâmetros de sinterização, incluindo as variações de composição estudadas. Para isto, foram observadas tanto as superfícies polidas como as superfícies de fratura obtidas para os diferentes grupos.

As microestruturas das cerâmicas parcialmente sinterizadas foram analisadas através das imagens obtidas, com o objetivo de constatar as fases presentes, verificar a existência de porosidades, falhas de empacotamento e a distribuição de defeitos. A obtenção destas imagens pode ser por elétrons secundários ou retro-espalhados, dependendo do que se almeja. Basicamente é conseguida pelo princípio da reflexão do feixe de elétrons, que é projetado sobre a superfície da amostra. O equipamento utilizado foi um microscópio eletrônico de varredura (MEV) da marca Jeol, modelo 6460LV.

3.2.7 Análise Estatística

Os resultados obtidos nos ensaios de flexão foram submetidos à análise estatística pelo teste de variância (ANOVA multifatorial) com $\alpha = 0,5$ e ao teste de Tukey (com intervalo de confiança de 95%). Realizou-se a análise de resíduos e o cálculo do módulo de Weibull para avaliar a dispersão dos resultados obtidos para cada grupo.

Weibull propôs uma função empírica de distribuição de probabilidade de falhas e obteve a expressão para probabilidade de fratura acumulada, conhecida com distribuição de Weibull, e representa, quantitativamente, a dispersão dos valores de resistência mecânica. O módulo de Weibull (m) é adimensional e fornece a homogeneidade do material e conseqüentemente, da dispersão de seus valores de resistência e confiabilidade. Quanto maior o módulo de Weibull, menor é a dispersão dos valores de tensões de ruptura e maior a confiabilidade do material [176,177].

Com o ensaio de flexão, tornam-se conhecidas as tensões de ruptura de cada um dos N corpos-de-prova da amostra, isto é, σ_j . A probabilidade de fratura acumulada, por sua vez, pode ser avaliada com ajuda de um estimador. Neste trabalho o estimador foi dado por $F_j = (j - 0,5)/N$. Com isto, a função pode ser plotada em um gráfico $\ln[\ln(1/1 - F_j)]$ versus $\ln \sigma_j$.

4 RESULTADOS

4.1 Propriedades Mecânicas

Para determinação da resistência à flexão biaxial e microdureza Vickers dos corpos de prova de ZTA infiltrados por vidro, foram adotados os grupos discriminados na Tabela 9.

Tabela 9 - Grupos experimentais

GRUPOS	PROCESSAMENTO	ESPESSURA
I	moldado	1,2
II	pincelado	1,2
III	moldado	0,7
IV	pincelado	0,7
V	moldado	0,5

Os materiais cerâmicos porosos com infiltração de fase vítrea, conforme BECK [101], apresentam valores altos de dispersões na tensão de ruptura (P), que podem ser relacionados às microestruturas dos materiais, que apresentaram poros de vários tamanhos. Os poros são considerados defeitos nas cerâmicas estruturais e atuam como regiões concentradoras de tensão. Quando o material é submetido a uma tensão externa, este campo de tensões é amplificado, iniciando trincas na sua microestrutura, precipitando a fratura do material e conseqüentemente diminuindo seu valor de resistência mecânica. Além de minimizar o efeito da concentração de tensões, pois tende a preencher os poros, a fase vítrea confere uma resistência maior ao “esqueleto” poroso e este material passa a ser um compósito cerâmico, onde as duas fases presentes (sólida cristalina e vítrea) contribuem para os valores dos parâmetros de propriedades mecânicas do sistema.

4.1.1 Resistência à Flexão

Os resultados relativos as médias da resistência à flexão biaxial e desvio padrão dos grupos I, II, III, IV e V , estão descritos na Tabela 10.

Tabela 10– Médias da resistência à flexão biaxial e desvio padrão

Resistência Biaxial	Grupo I (moldado1,2)	Grupo II (pincelado1,2)	Grupo III (moldado0,7)	Grupo IV (pincelado1,2)	Grupo V (moldado0,5)
Média (MPa)	534,59	560,12	660,93	595,29	624,42
Desvio Padrão	68,42	77,86	55,84	57,10	113,74

Afim de, testar a probidade dos resultados foi realizado o Teste Normal para Análise de Resíduos para os valores dos grupos I e II, III e IV, e V, como pode ser visto nas Figuras 39, 40 e 41 abaixo.

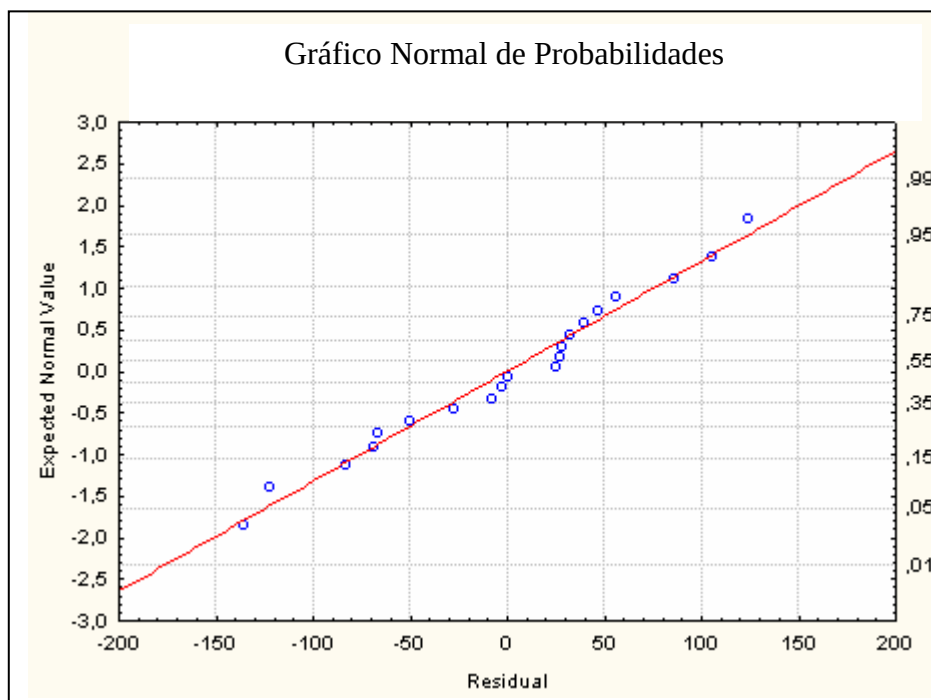


Figura 39 – Teste normal para análise de resíduos para os valores dos grupos I moldado 1,2) e II (pincelado 1,2).

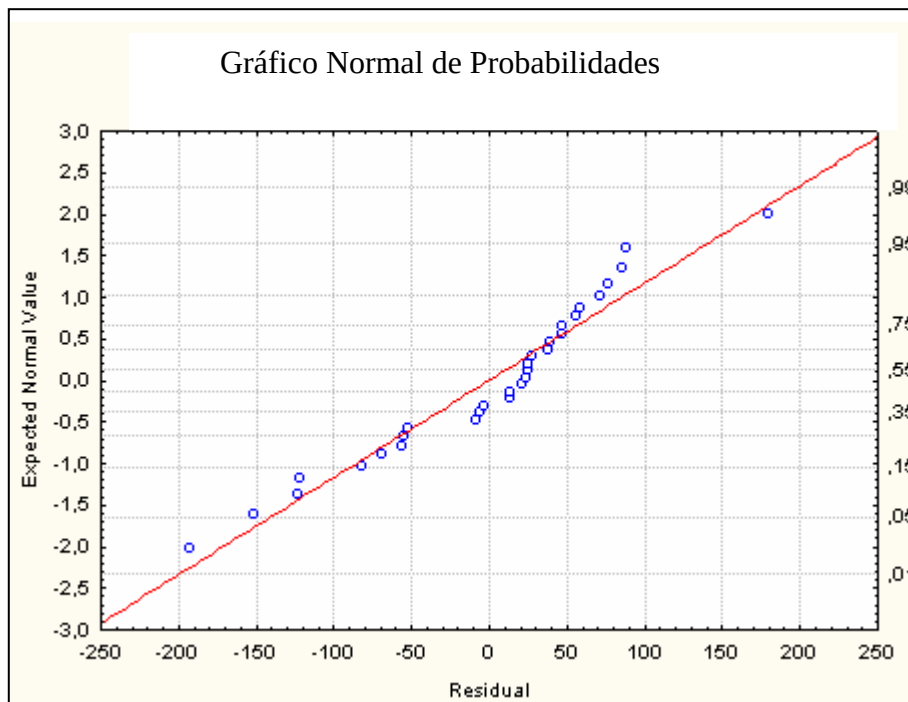


Figura 40 – Teste normal para análise de resíduos para os valores dos grupos III (moldado 0,7) e V (moldado 0,5).

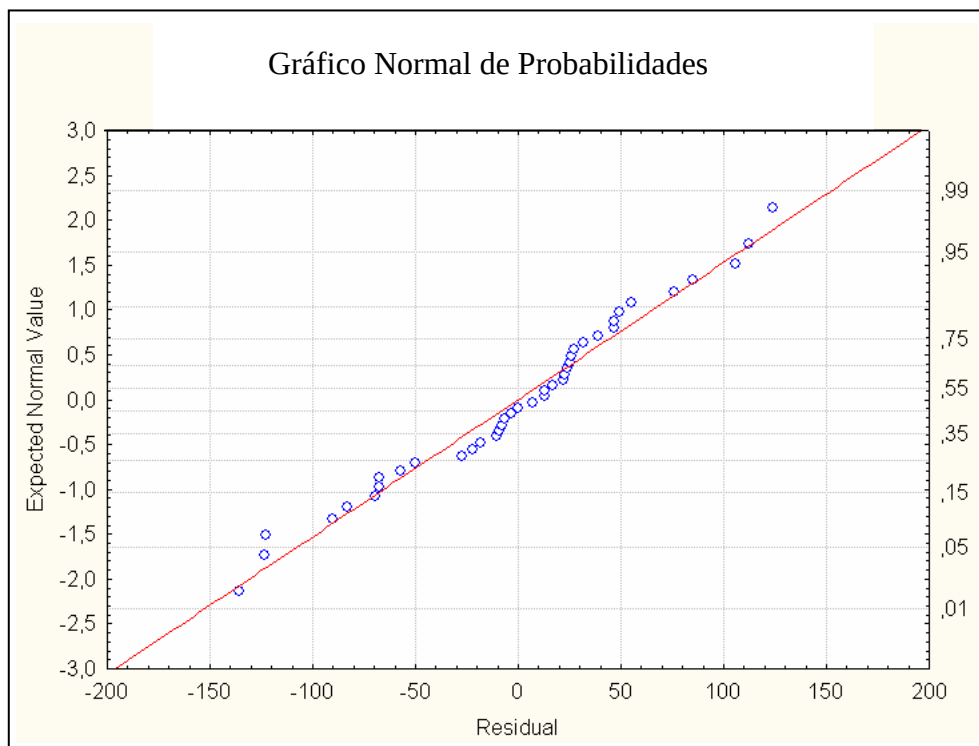


Figura 41– Teste normal para análise de resíduos para os valores do grupo IV (pincelado 0,7).

Os resultados obtidos foram analisados primeiramente através do teste de análise de variância (ANOVA fator único), obtidos através do software SAS (Statistical Analysis System) onde o valor de alfa utilizado foi de 0,05.

A análise dos grupos I e II mostrou que o efeito processamento sobre a resistência biaxial não foi significativo ($p = 0,446041$), e estão representados na Tabela 11.

Tabela 11 – Análise de variância resistência (ANOVA) grupos I e II

Teste de Significância fator único para Resistência à Flexão Biaxial					
	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Média dos quadrados	F	p
Interação	5991978	1	5991978	1115,432	0,000000
Processamento	3261	1	3261	0,607	<u>0,446041</u>
Erro	96694	18	5372		

Os resultados dos grupos I, II, III e IV foram analisados através do teste de análise de variância (ANOVA multifatorial), onde o valor de alfa utilizado foi de 0,05. A análise mostrou que o efeito da espessura e do processamento x espessura, sobre a resistência biaxial, foi significativo com 95% de confiança ($p = 0,006444$), como mostra a Tabela 12.

Tabela 12 – Análise de variância resistência (ANOVA) grupos I, II, III e IV

Teste de Variância Multifatorial para Resistência à Flexão Biaxial					
	Soma dos Quadrados	Grau de liberdade	Quadrados médios	F	p
Interação	13817260	1	13817260	3227,878	0,000000
Processamento	4021	1	4021	0,939	0,338917
Espessura	65215	1	65215	15,235	<u>0,000399</u>
Processamento*Espessura	20784	1	20784	4,855	<u>0,034043</u>
Erro	154102	36	4281		

Embora a análise de variância confirme que há diferença estatística entre os grupos, esta não mostra entre quais grupos existe significância. Para tal utilizou-se o teste de Tuckey com intervalo de confiança de 95%.

O teste de Tuckey mostrou que o resultado do grupo III (moldado 0,7mm) diferiu estatisticamente do grupo I e II (moldado e pincelado 1,2mm), enquanto que, não houve diferença significativa entre o grupo IV (pincelado 0,7) e os grupos I, II e III, como podem ser observados na Tabela 13.

Tabela 13 - Teste de Tuckey para os grupos I, II, III e IV

Teste de Tukey HSD ; variável Resistência à Flexão Biaxial						
	Processamento	Espessura	{I}	{II}	{III}	{IV}
I	moldado	1,2		0,818878	<u>0,000786</u>	0,180866
II	Pincelado	1,2	0,818878		<u>0,007751</u>	0,629735
III	moldado	0,7	<u>0,000786</u>	<u>0,007751</u>		0,131040
IV	Pincelado	0,7	0,180866	0,629735	0,131040	

Os resultados dos grupos I, III e V (moldados) foram analisados através do teste de análise de variância (ANOVA de fator único), onde o valor de alfa utilizado foi de 0,05. A análise mostrou que o efeito espessura sobre a resistência biaxial, nas amostras moldadas, foi significativo com 95% de confiança ($p = 0,006444$), como mostra a Tabela 14.

Tabela 14 – Análise de variância resistência (ANOVA) grupos I, III e V

Teste ANOVA (fator único) Resistência à Flexão Biaxial					
	Soma dos quadrados	Grau de Liberdade	Quadrados Médios	F	p
Interação	11040588	1	11040588	1597,288	0,000000
Espessura	84553	2	42277	6,116	<u>0,006444</u>
Erro	186626	27	6912		

O teste de Tuckey mostrou que o resultado do grupo III (0,7) diferiu estatisticamente do grupo I (1,2), enquanto que, não houve diferença significativa entre os grupos III (0,7) e V (0,5) nem entre os grupos I (1,2) e V (0,5), como pode ser observado na Tabela 15.

Tabela 15 - Teste de Tuckey grupos II, III e IV

Teste de Tukey HSD ; variável Resistência à Flexão Biaxial			
	Espessura	{1,2}	{0,7}
I	Moldado 1,2		0,057340
III	Moldado 0,7	0,005911	0,594304
V	Moldado 0,5	0,057340	0,594304

Com a finalidade de verificar a dispersão dos resultados de resistência à flexão biaxial obtidos em cada grupo, realizou-se o cálculo do módulo de Weibull (m), a partir da expressão:

$$P(\sigma) = 1 - \exp \left[- \left(\sigma / \sigma_0 \right)^m \right]$$

O módulo de Weibull (m) é um indicativo da dispersão da resistência mecânica do produto. Quanto maior o módulo de Weibull, menor é a dispersão dos valores de resistência mecânica e mais homogêneo o material. Os valores do módulo de Weibull para cada grupo estão descritos na Tabela 16.

Tabela 16 – Módulo de Weibull (m)

Grupos	Método	Módulo (m)	R ²
I	moldado 1,2	7,02	0,97
II	pincelado 1,2	6,58	0,96
III	moldado 0,7	10,7	0,98
IV	pincelado 0,7	9,44	0,93
V	moldado 0,5	4,91	0,97

A distribuição de Weibull é uma expressão da probabilidade de fratura acumulada e representa quantitativamente a dispersão dos valores de resistência mecânica.

As Figuras 42, 43, 44, 45 e 46 descrevem, respectivamente, as distribuições dos resultados dos grupos I, II, III, IV e V, através do gráfico de $\ln \ln(1/1-P_f) \times \ln \sigma$ (MPa).

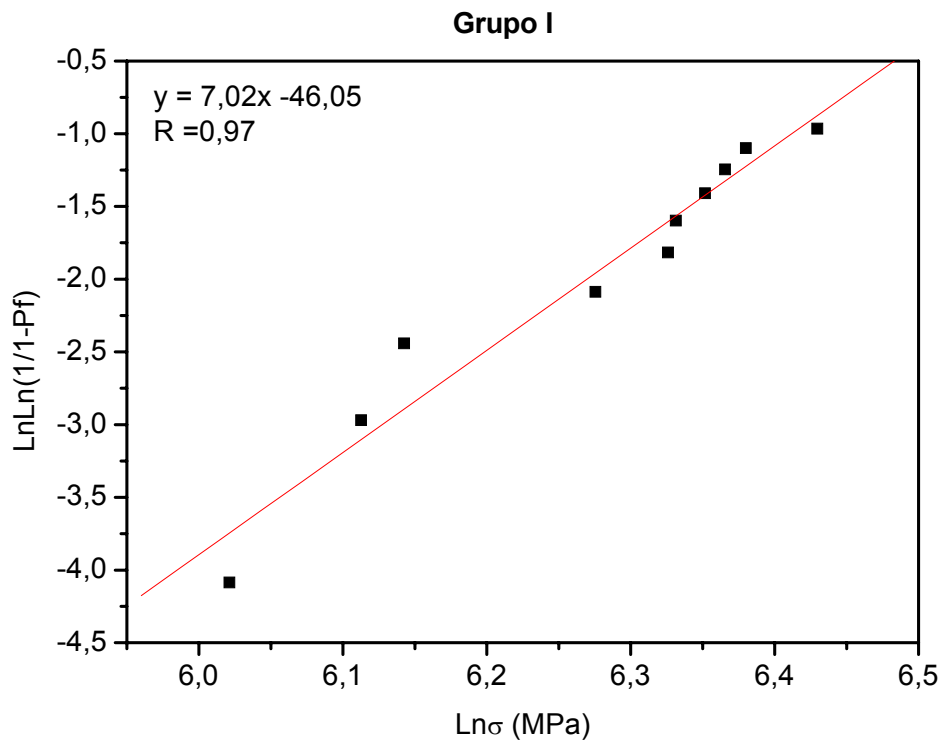


Figura 42 -Gráfico da análise de Weibull do grupo I (moldado 1,2).

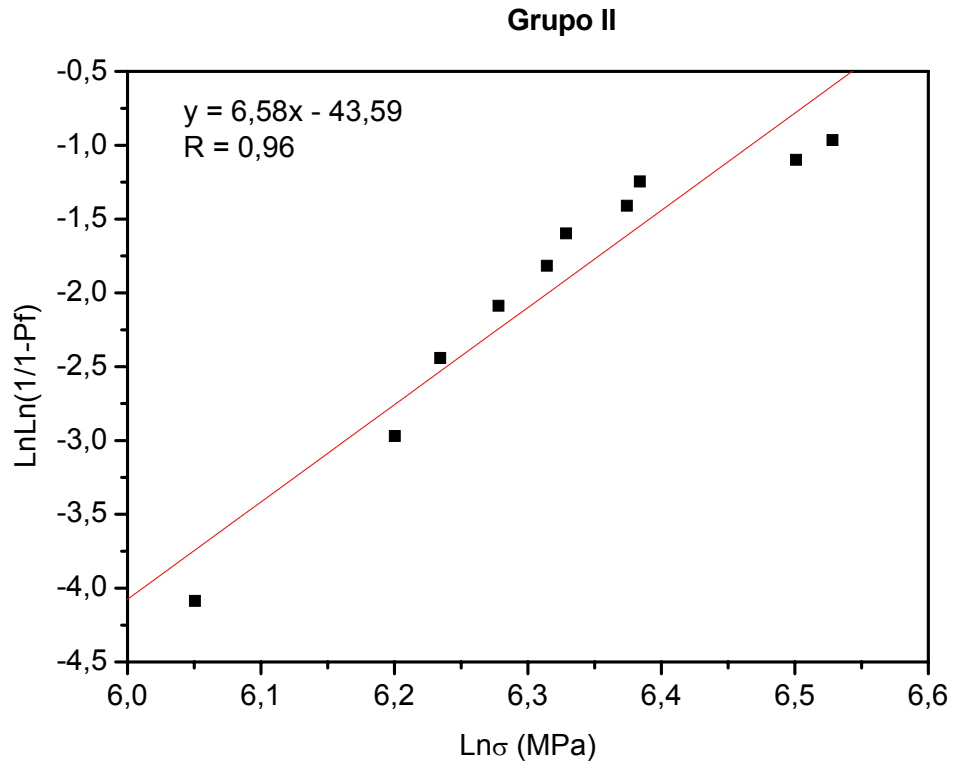


Figura 43 - Gráfico da análise de Weibull do grupo II (pincelado 1,2)

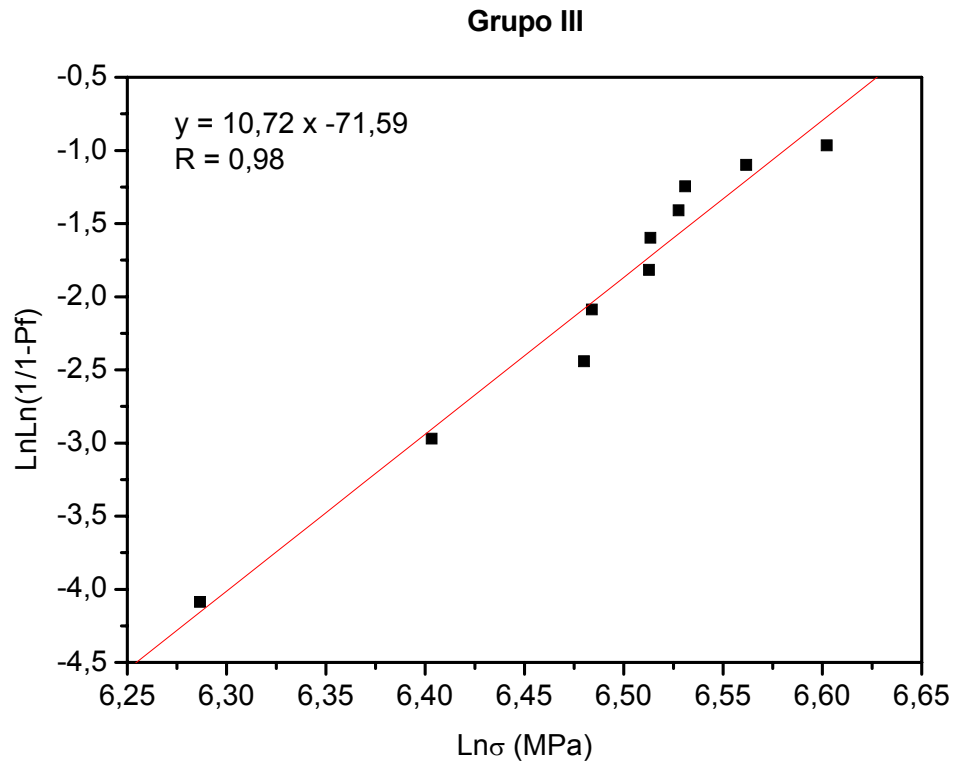


Figura 44 - Gráfico da análise de Weibull do grupo III (moldado 0,7)

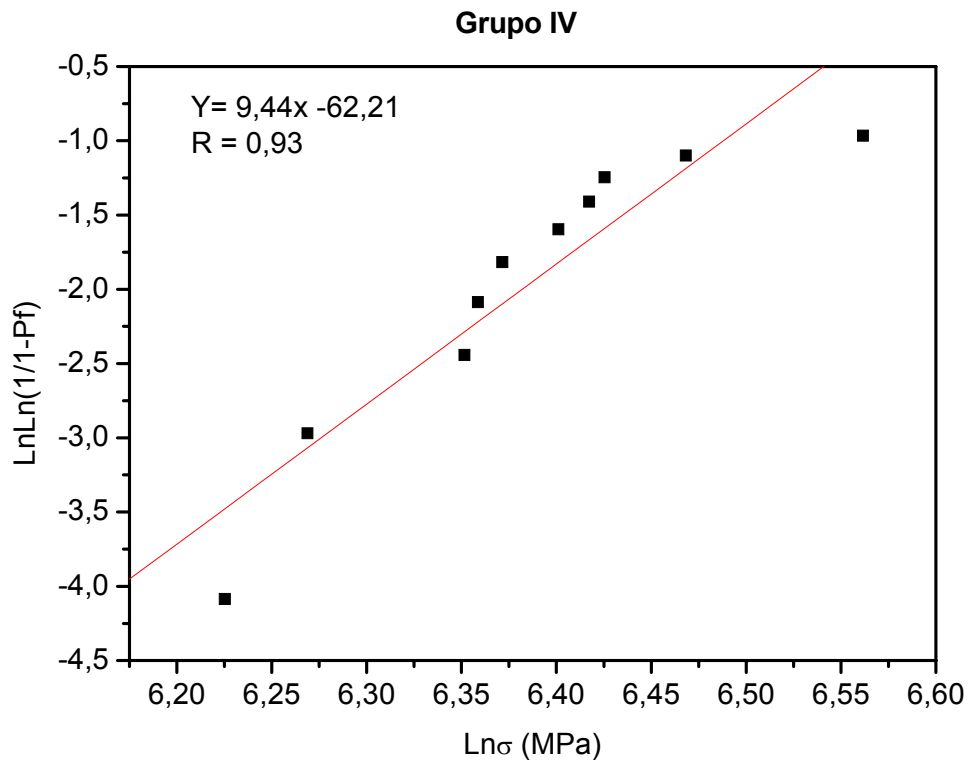


Figura 15 - Gráfico da análise de Weibull do grupo IV (pincelado 0,7)

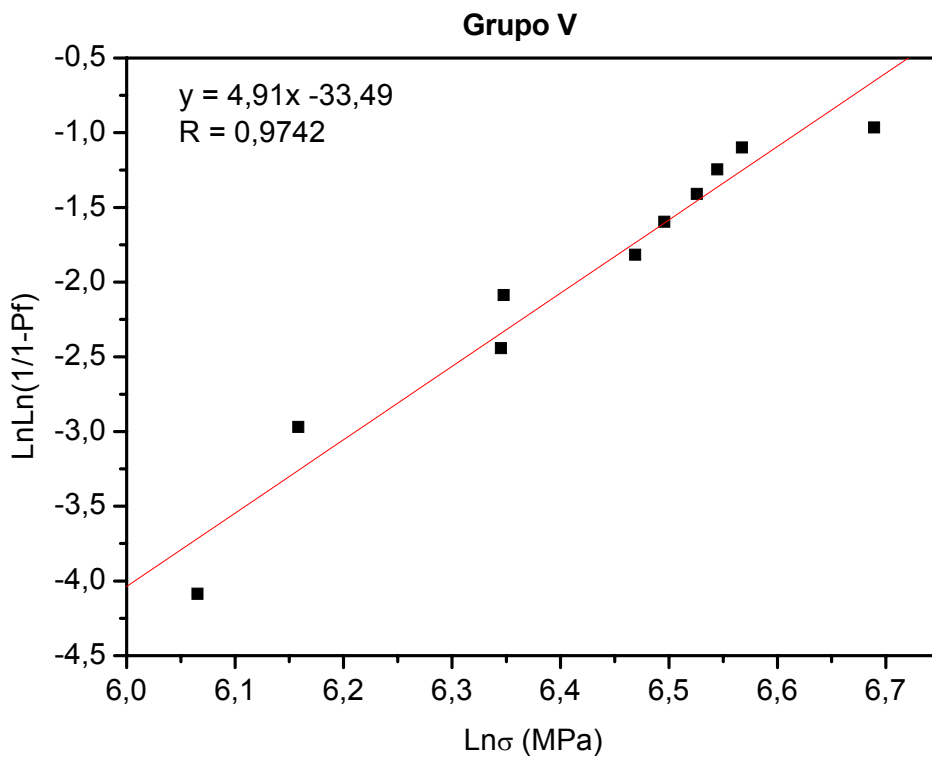


Figura 46 - Gráfico da análise de Weibull do grupo V (moldado 0,5)

4.1.2 Microdureza Vickers

A utilização do método Vickers tem sido reportada para determinar a microdureza superficial de materiais cerâmicos. Os resultados de dureza obtidos podem ser conferidos na Tabela 16.

Tabela 17 - Valores médios de dureza Vickers dos grupos I (moldado 1,2mm) e II (pincelado 1,2mm).

Grupos	Método	Média (HVN)	Desvio Padrão
I	moldado	1110,40	93,03
II	pincelado	1142,04	53,38

Os resultados obtidos foram analisados através do teste de análise de variância (ANOVA de fator único), onde o valor de alfa utilizado foi de 0,05.

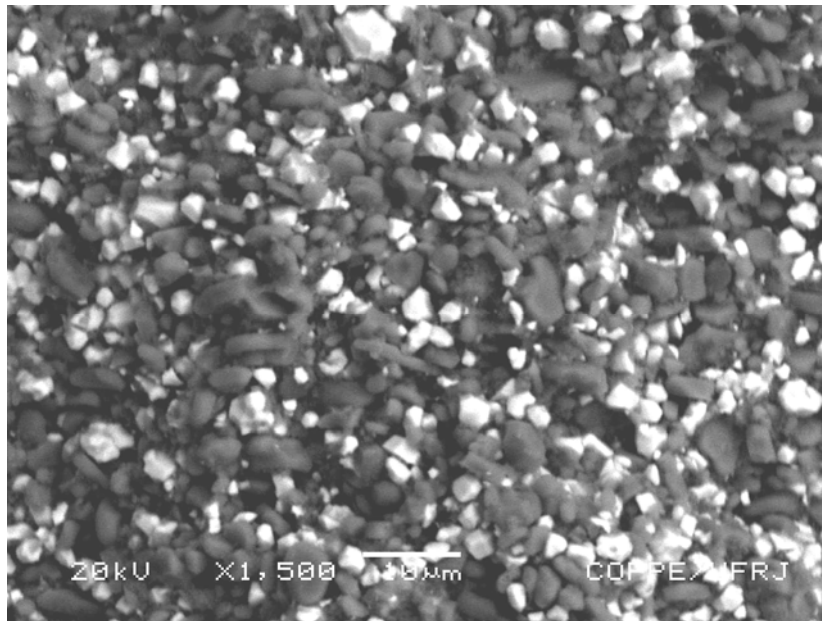
A análise dos grupos I e II mostrou que o efeito processamento sobre a Dureza Vickers não foi significativo ($p = 0,194950$), como mostra a Tabela 17.

Tabela 18 - Análise de variância dureza grupos I e II

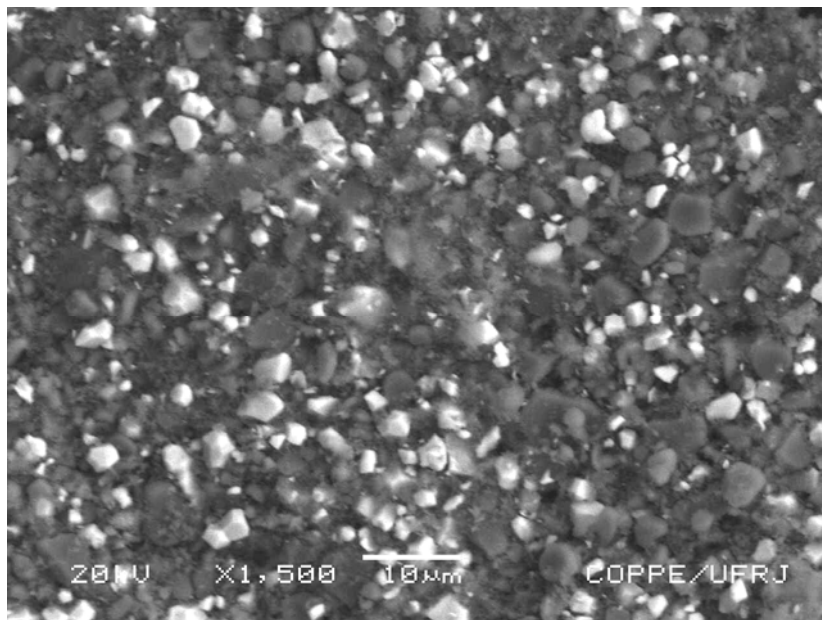
Teste ANOVA (fator único) Dureza					
	Soma dos quadrados	Grau de Liberdade	Quadrados Médios	F	p
Interação	50734962	1	50734962	8820,074	0,000000
Processamento	10013	1	10013	1,741	<u>0,194950</u>
Erro	218584	38	5752		

4.2 Avaliação Microestrutural

4.2.1 Micrografias de amostras compactadas a verde



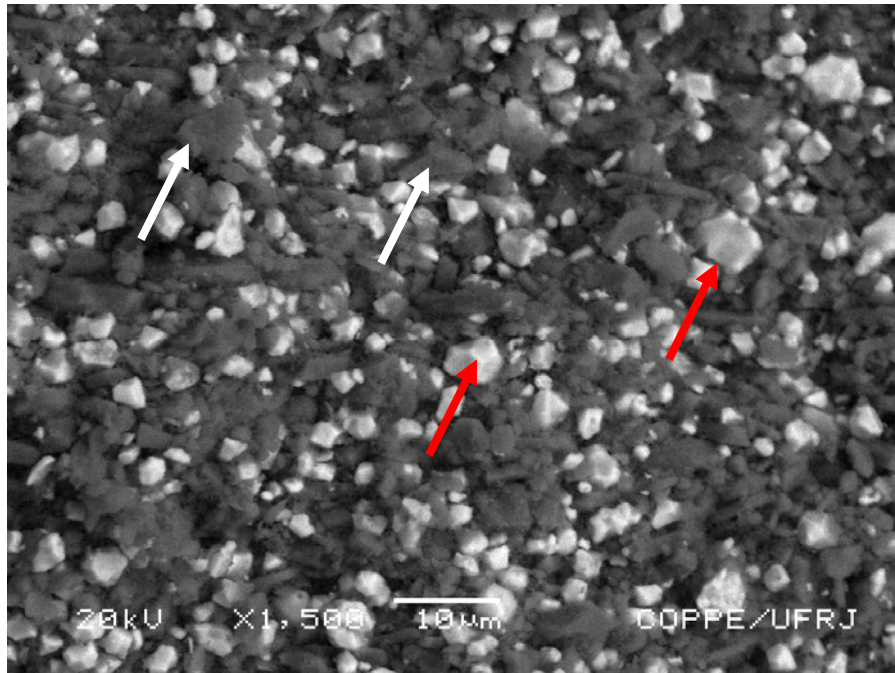
a



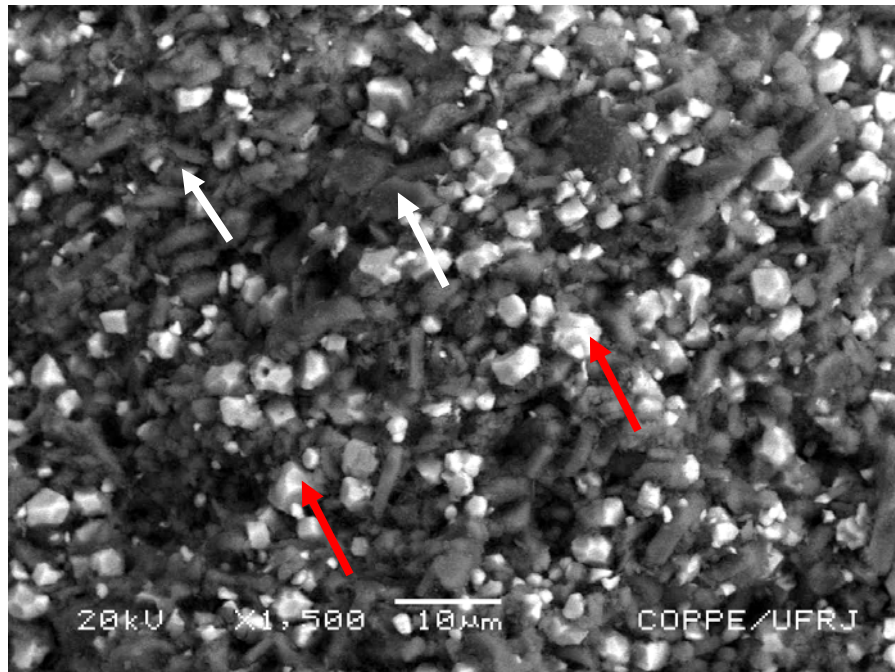
b

Figuras 47 a e b – Micrografias da superfície de fratura das amostras a verde de In Ceram Zirconia moldadas (a) e pinceladas (b), mostrando boa compactação da peça à verde com variedade de tamanhos de partículas.

4.2.2 Micrografias de amostras parcialmente sinterizadas

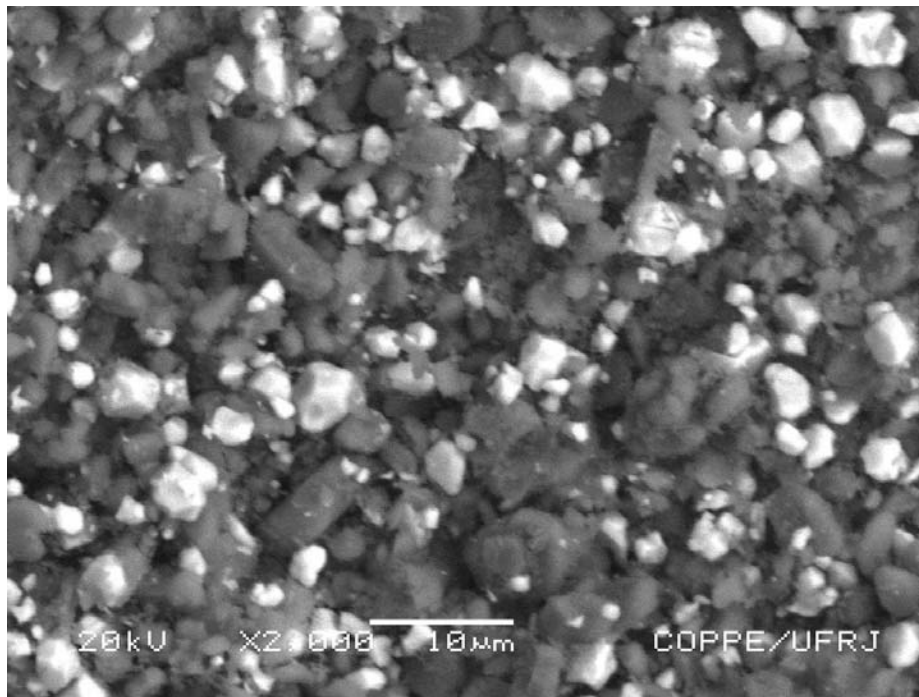
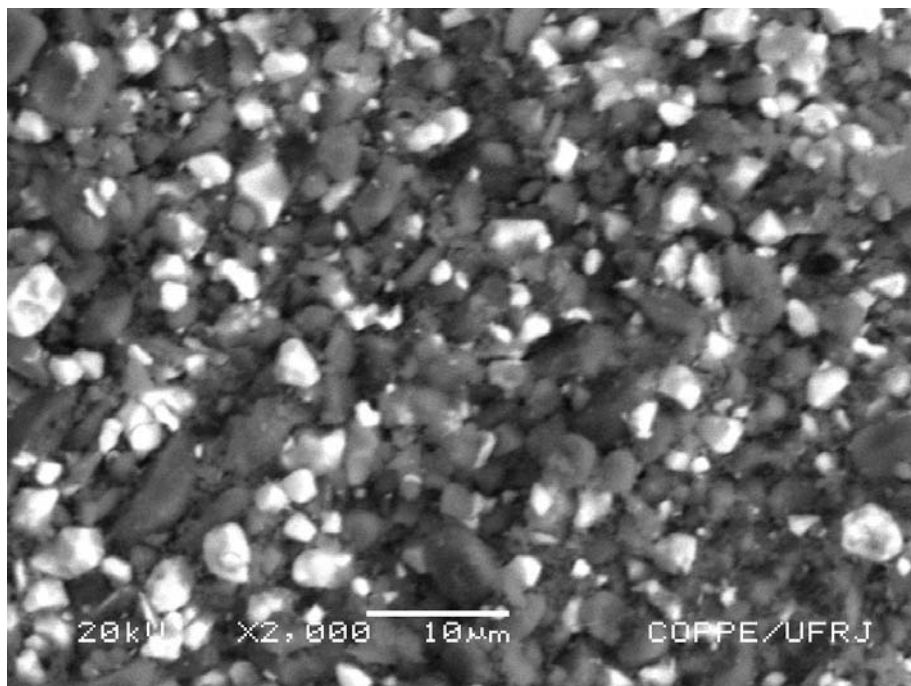


a

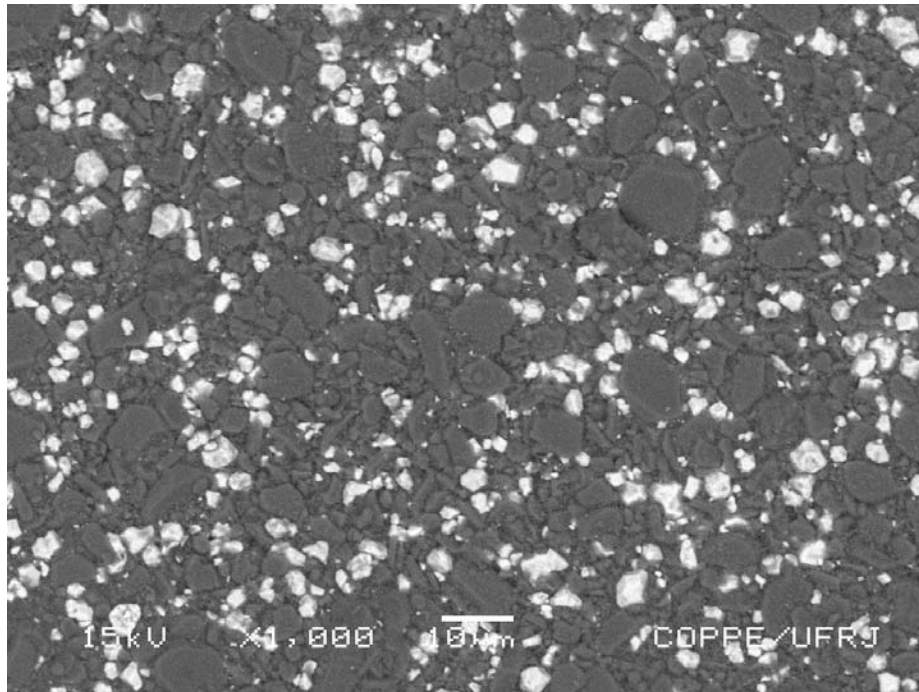
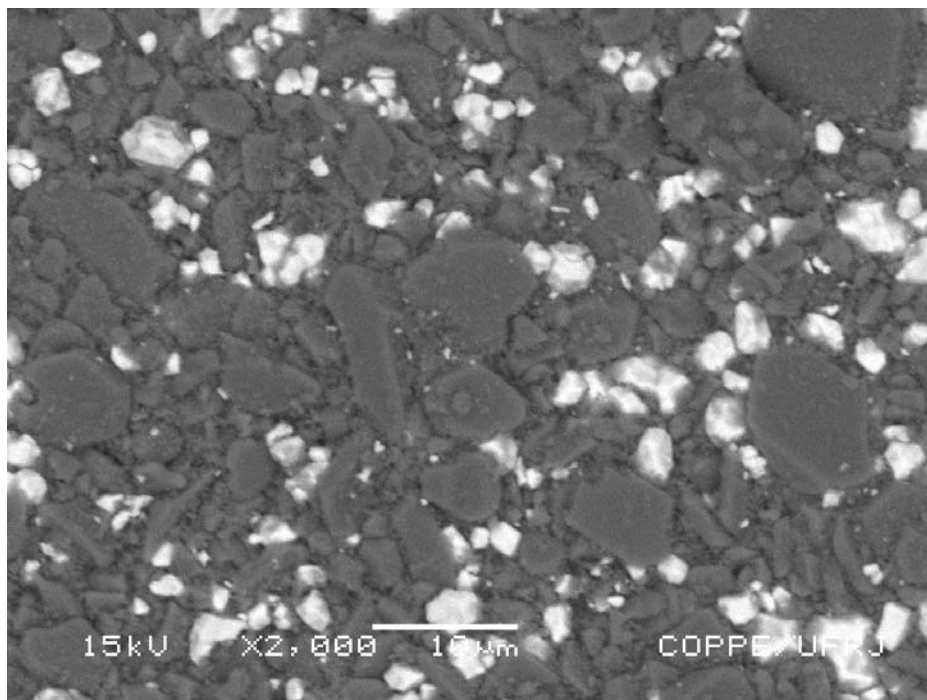


b

Figuras 48 a e b – Micrografias da superfície de fratura de amostras parcialmente sinterizadas moldada (a) e pincelada (b), com aumento de 1500X, onde pode ser observada a presença de partículas de zircônia (seta vermelha) isoladas e em pequenos aglomerados finamente dispersos na matriz de alumina (seta branca).

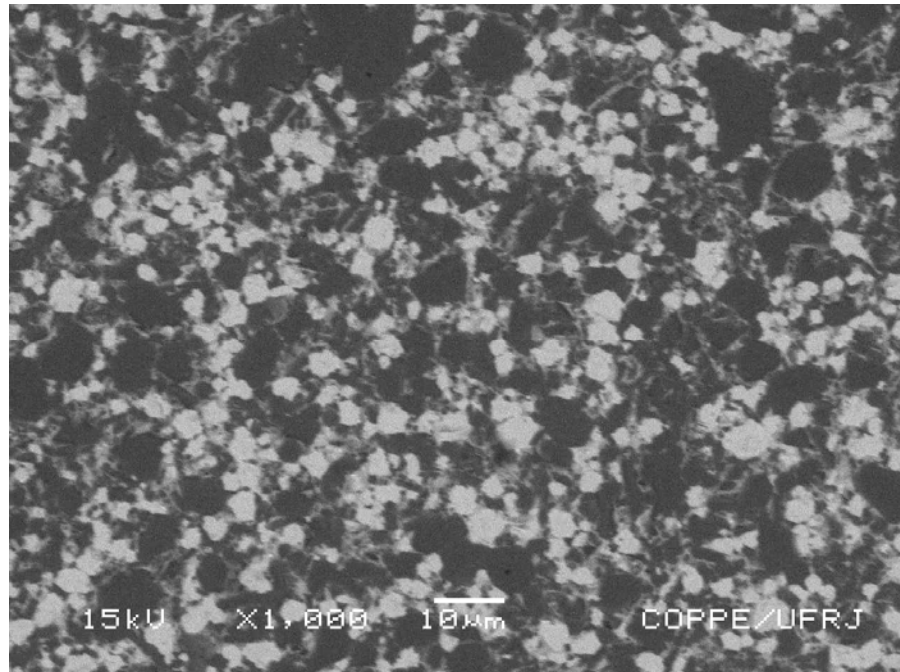
**a****b**

Figuras 49 a e b – Micrografias da superfície fraturada das infra-estruturas parcialmente sinterizadas, moldada (a) e pincelada (b) evidenciando o grau de dispersão das partículas de alumina e zircônia,

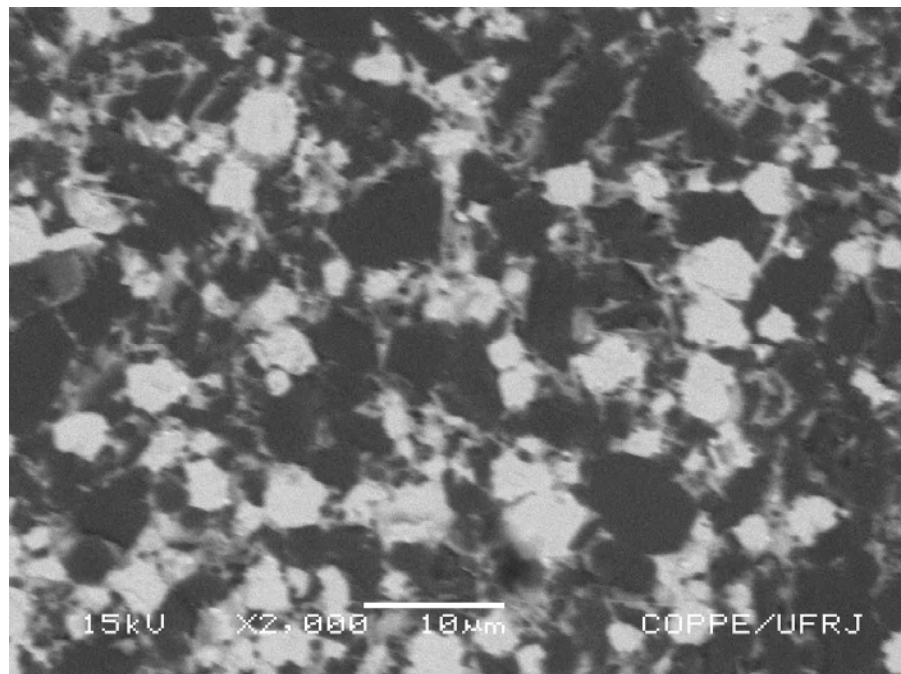
**a****b**

Figuras 50 a e b – Micrografias da superfície de uma amostra parcialmente sinterizada, densificada com bom empacotamento, aumento de 1000 (a) e 2000 vezes (b),

4.2.3 Micrografias de amostras infiltradas por vidro de lantânio

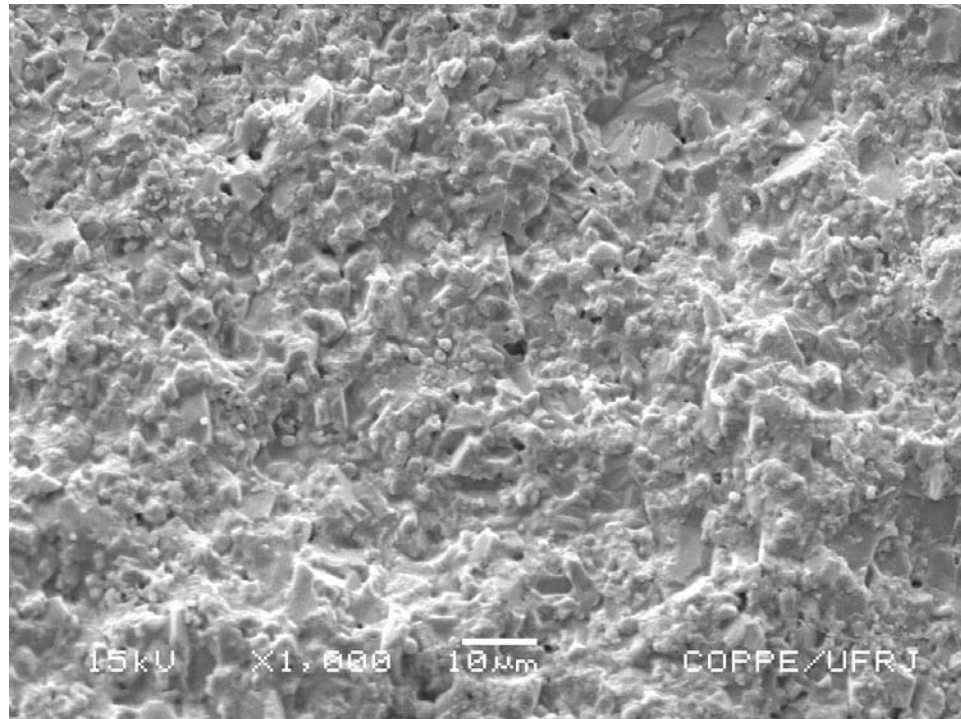
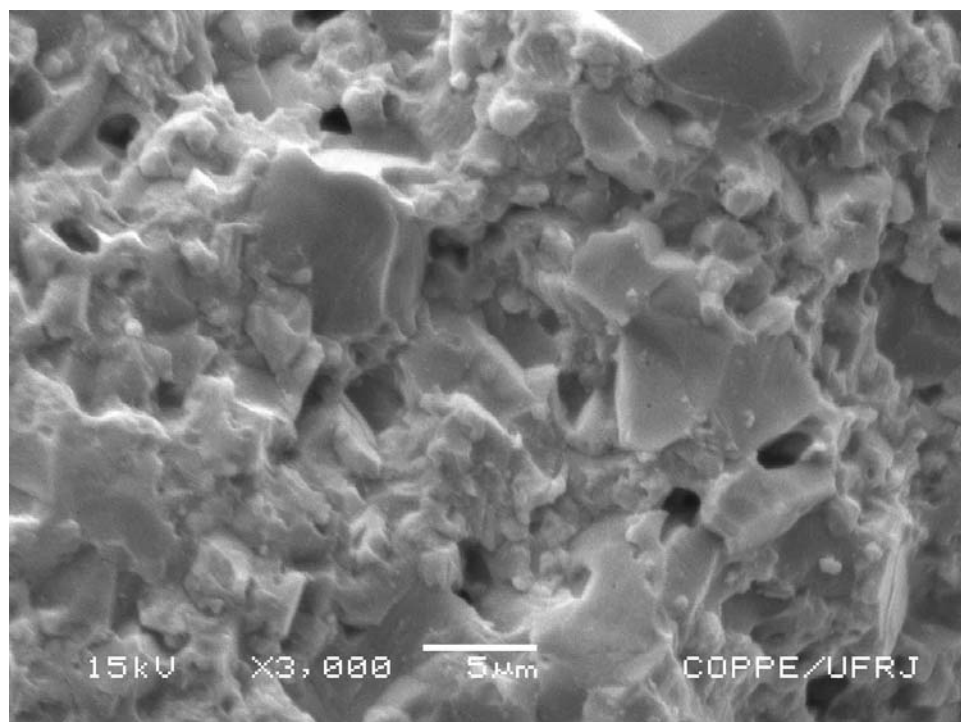


a

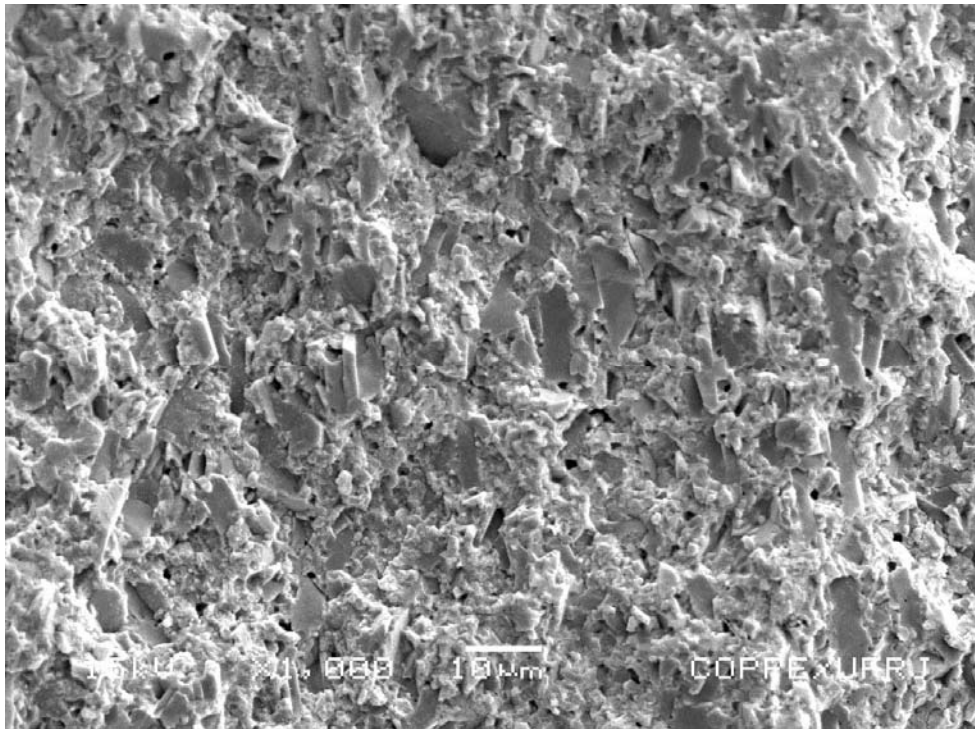
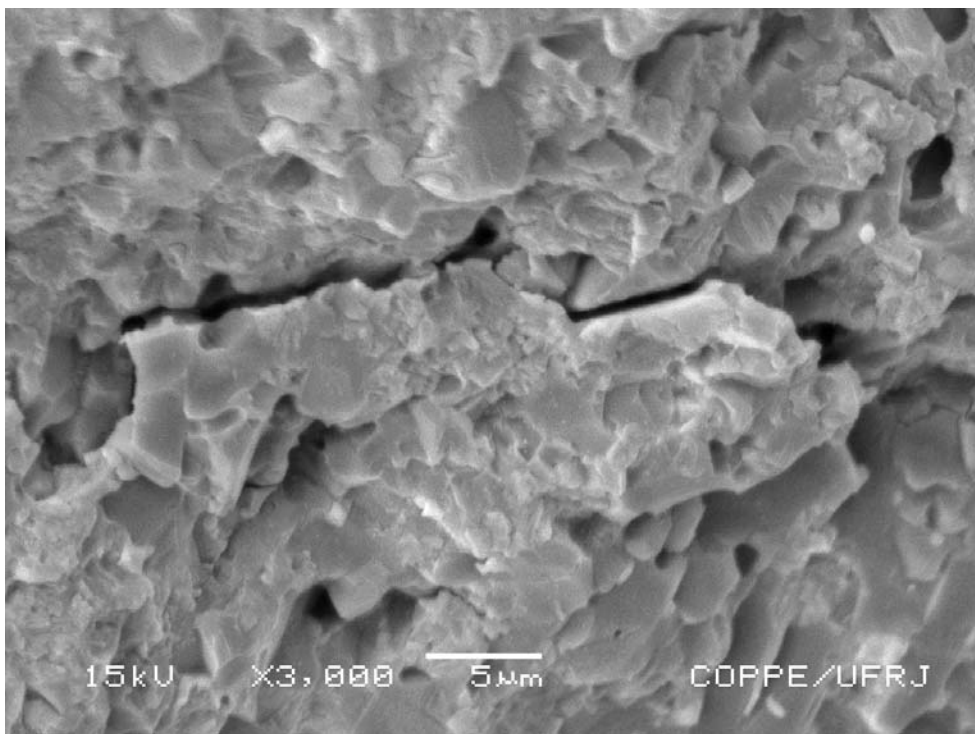


b

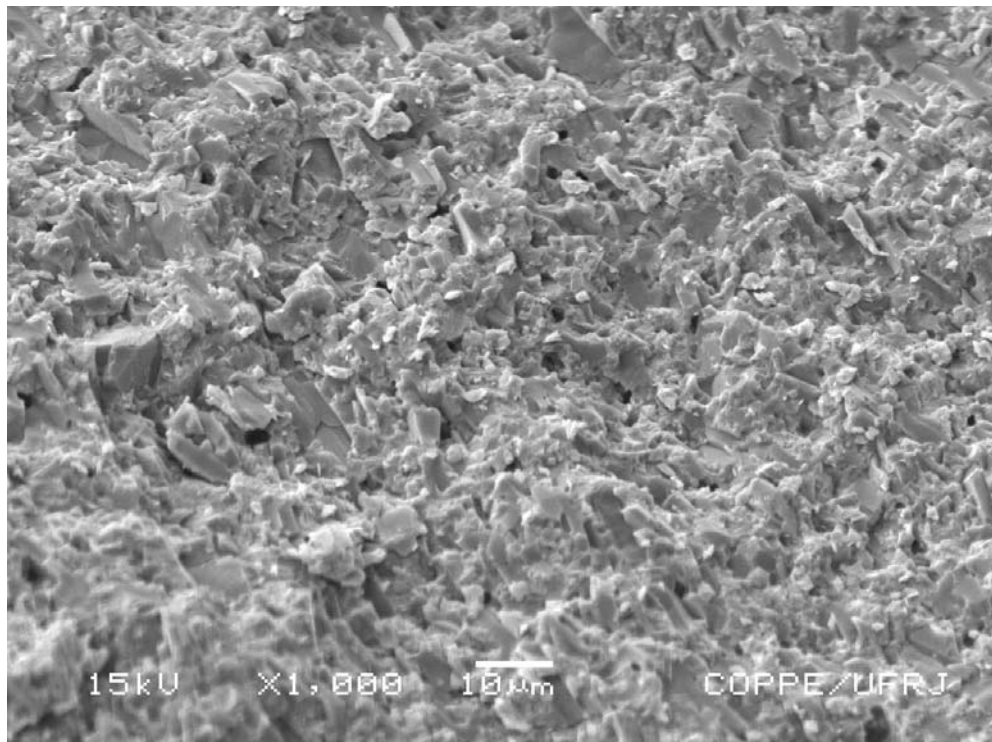
Figuras 51 a e b - Micrografias da superfície de amostra infiltrada com vidro de lantânio, mostrando a relação entre fase vítrea e partículas cerâmicas, o vidro recobre as partículas, penetrando nos poros formados durante a sinterização com aumento de 1000 (a) e 2000 vezes (b).

**a****b**

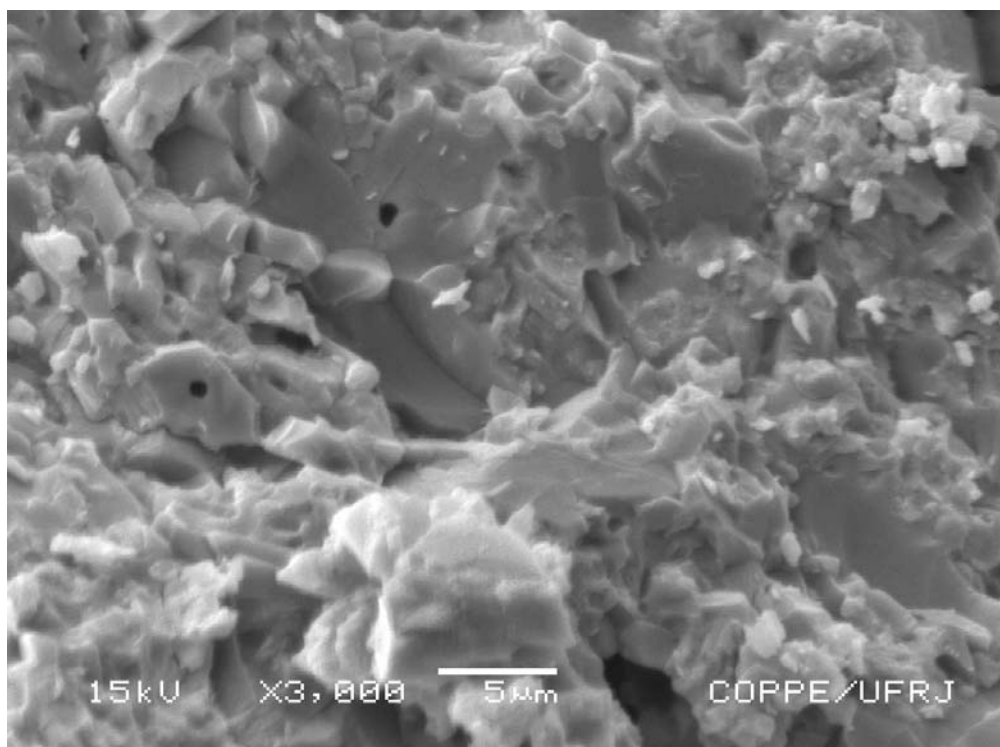
Figuras 52 a, b - Micrografias da superfície de fratura de amostra moldada, infiltrada por vidro de lantânio com aumento de 1000X (a) e 3000X (b), onde pode ser observada uma considerável porosidade.

**a****b**

Figuras 53 a, b - Micrografias da superfície de fratura de uma amostra pincelada infiltrada por vidro de lantânio , com aumento de 1000X (a) e 3000X (b).



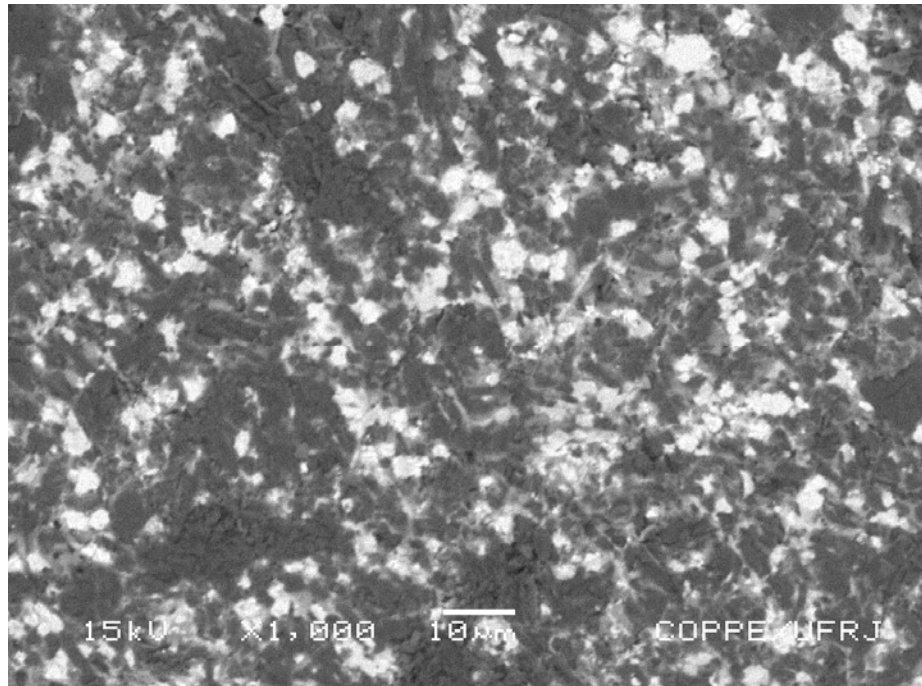
a



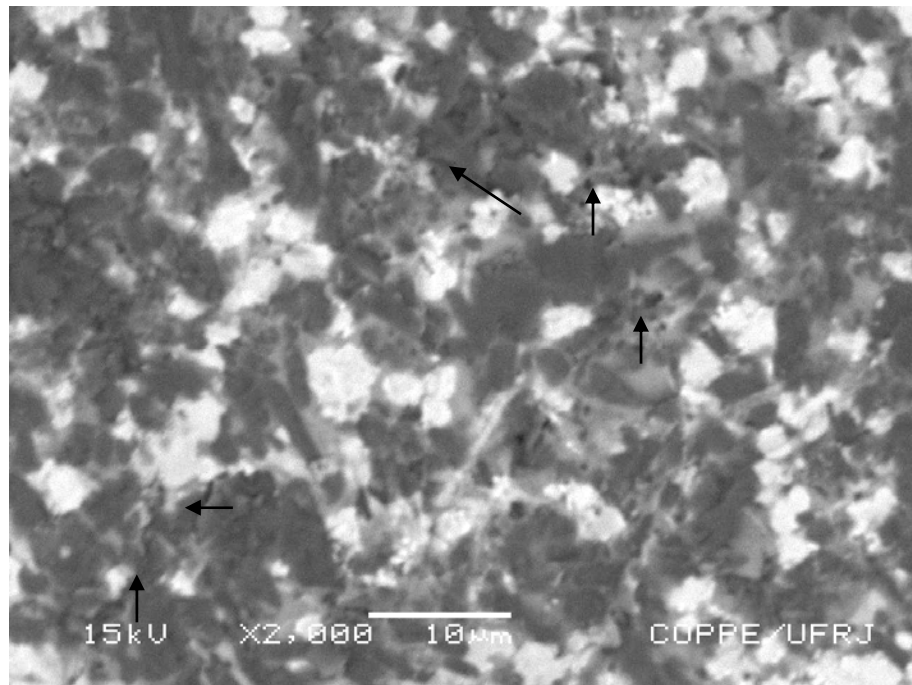
b

Figuras 54 a, b - Micrografias da superfície de fratura da infra-estrutura moldada infiltrada por vidro de lantânio, com aumento de 1000X (a) e 3000X (b) .

4.2.4 Micrografias de amostras infiltradas por vidro de lantânio com relação ao tratamento de superfície

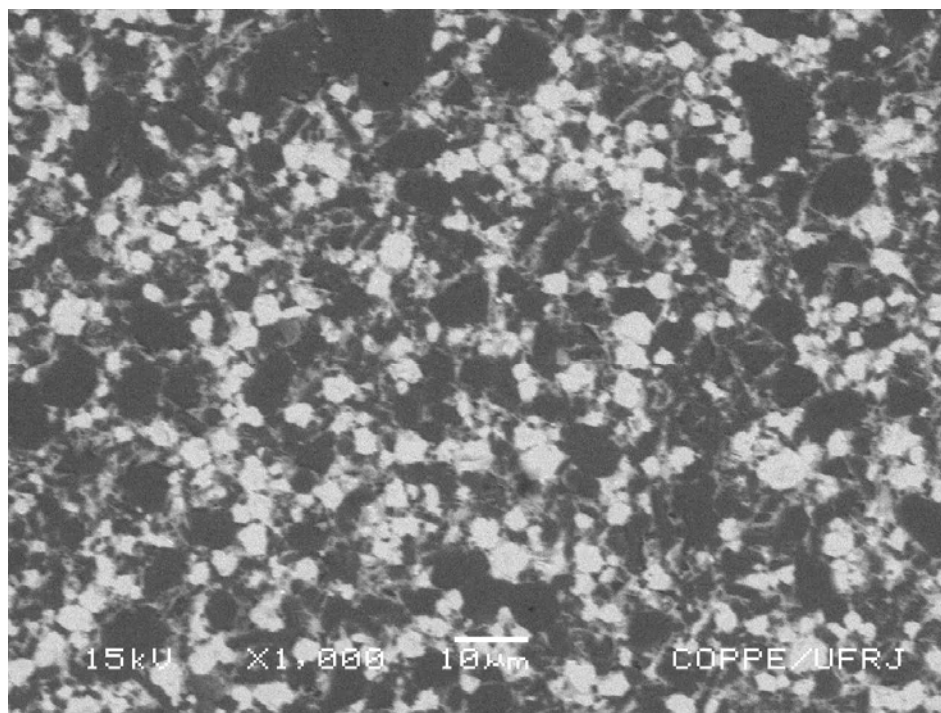
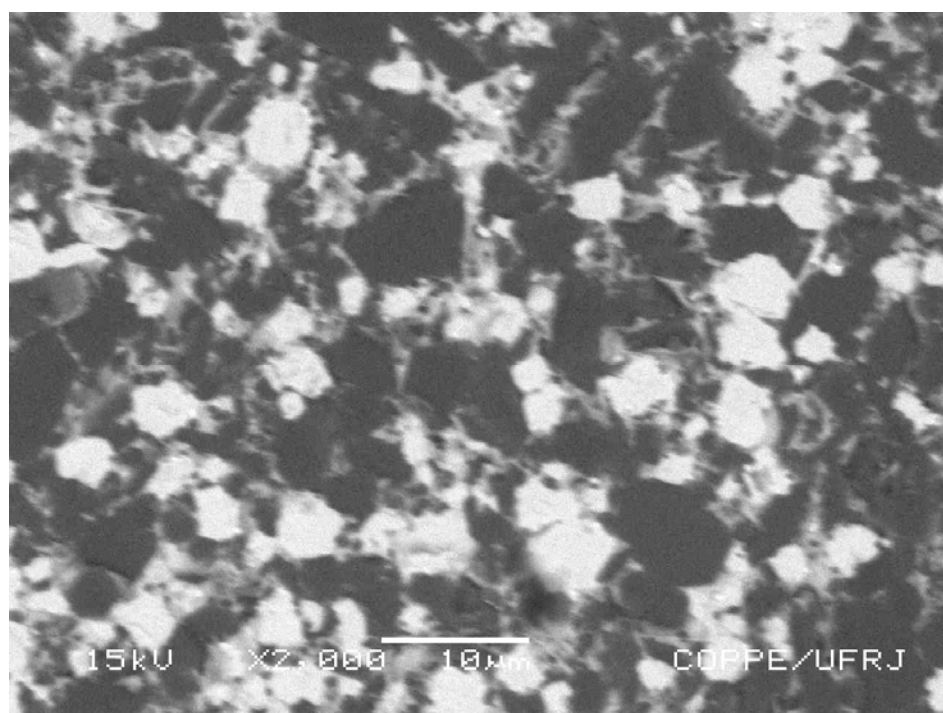


a



b

Figuras 55 a, b - Micrografias da superfície de uma amostra infiltrada com vidro de lantânio, após jateamento. As setas apontam para algumas irregularidades, trincas e poros, resultantes, em grande parte, do procedimento.

**a****b**

Figuras 56 a , b - Micrografias de superfícies de amostras infiltradas, jateadas, acabadas e polidas, após tratamento térmico.

4.2.5 Mapeamento e Análise por EDS das Amostras Infiltradas

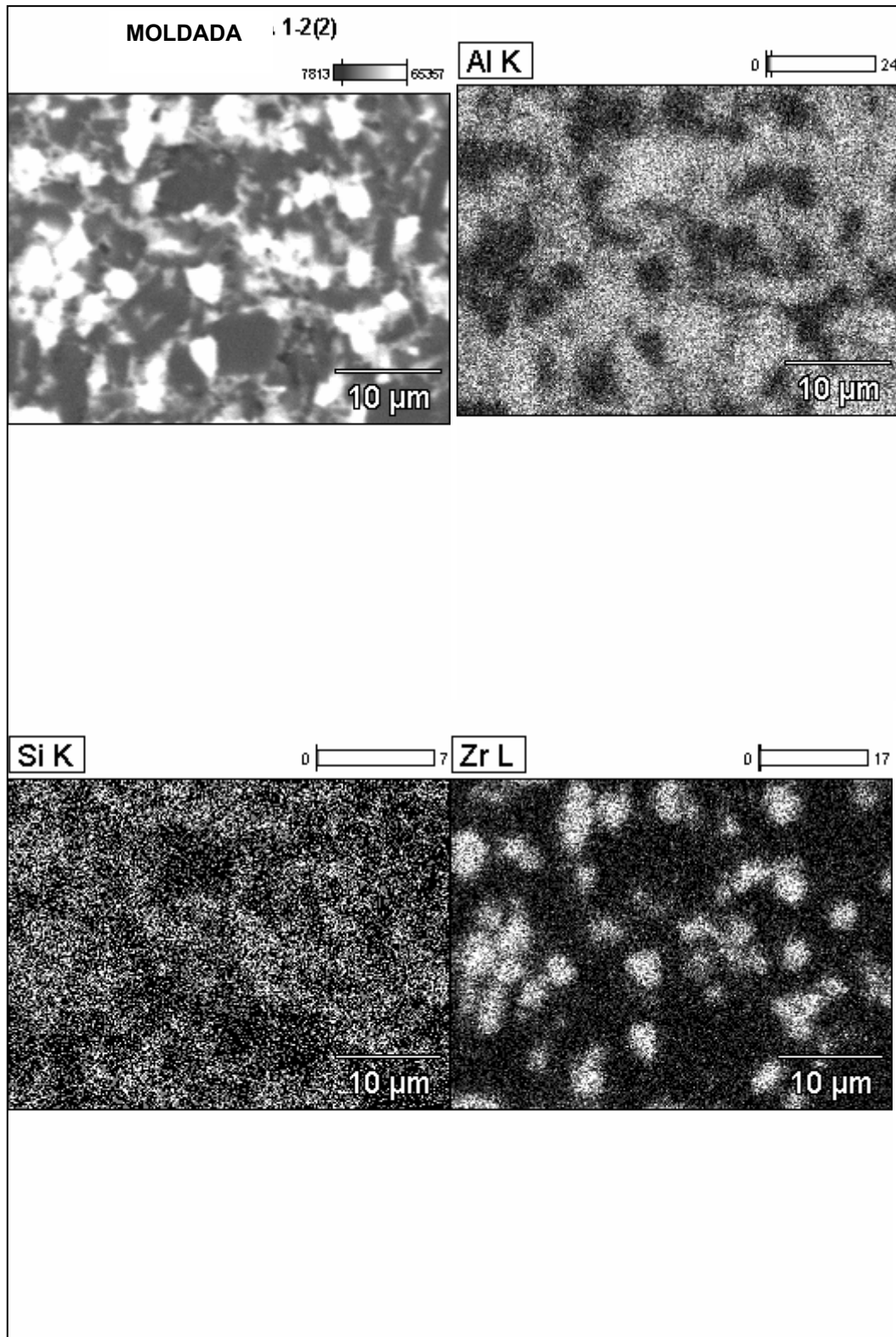


Figura 57 – Mapeamento do alumínio (Al), Silício (Si) e zircônio (Zr) a partir da micrografia da amostra moldada . As regiões mais claras indicam uma maior concentração do elemento. (aumento de 1500X)

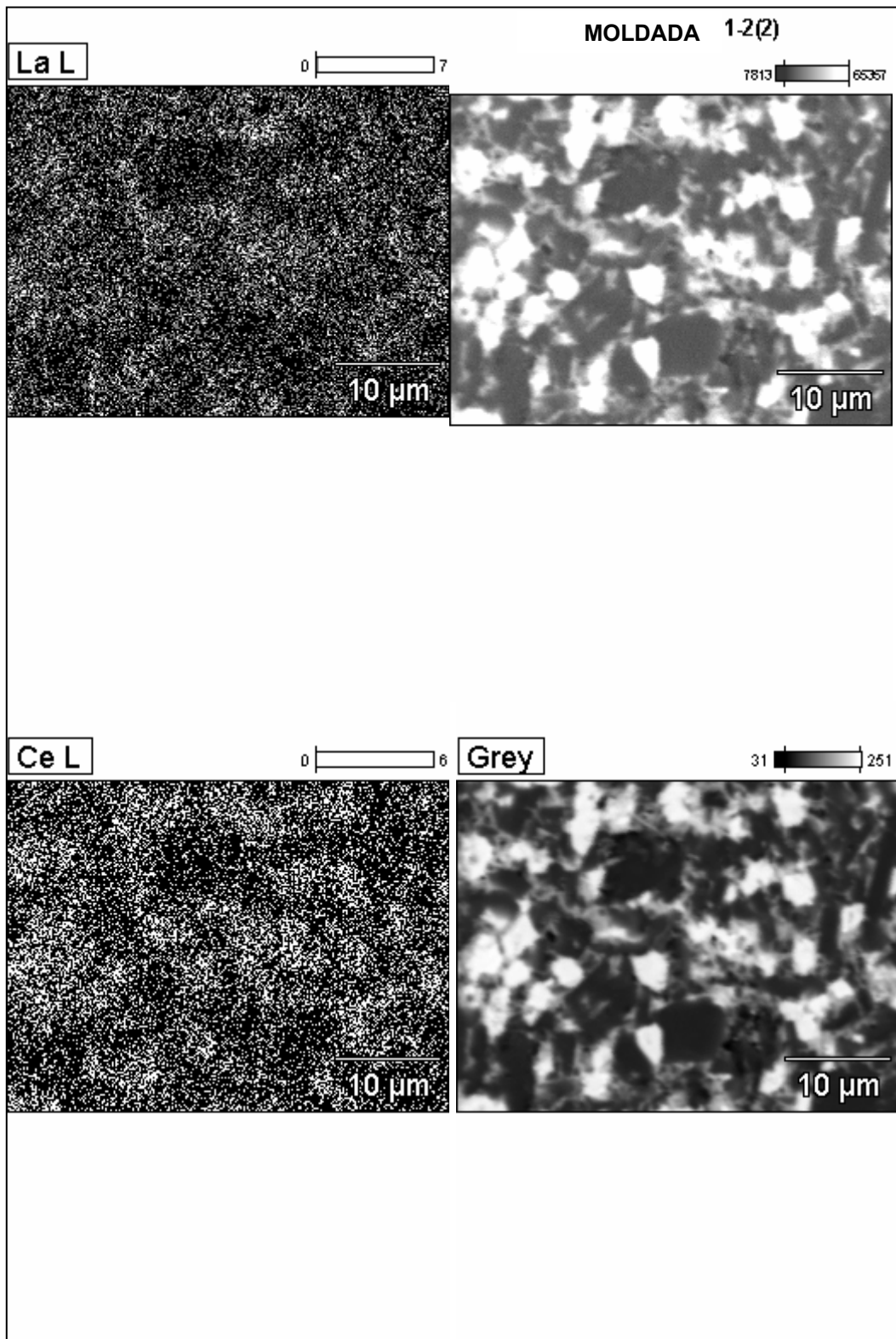


Figura 58 - Mapeamento do lantânio (La) e céria (Ce) a partir da micrografia da amostra moldada. As regiões mais claras indicam uma maior concentração do elemento. (aumento de 1500X)

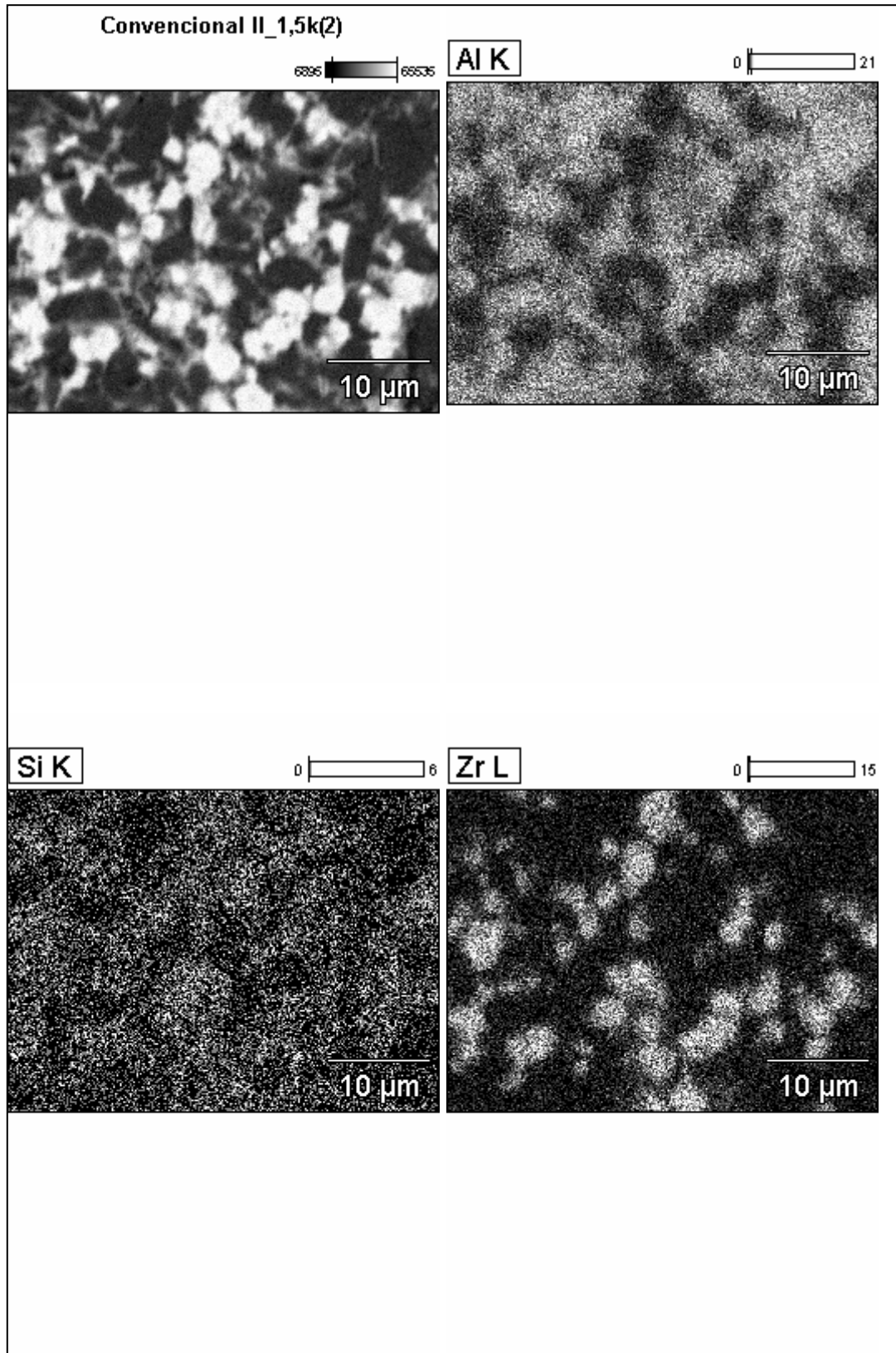


Figura 59 – Mapeamento do alumínio (Al), Silício (Si) e zircônio (Zr) a partir da micrografia da amostra convencional (pincelada) . As regiões mais claras indicam uma maior concentração do elemento. (aumento de 1500X)

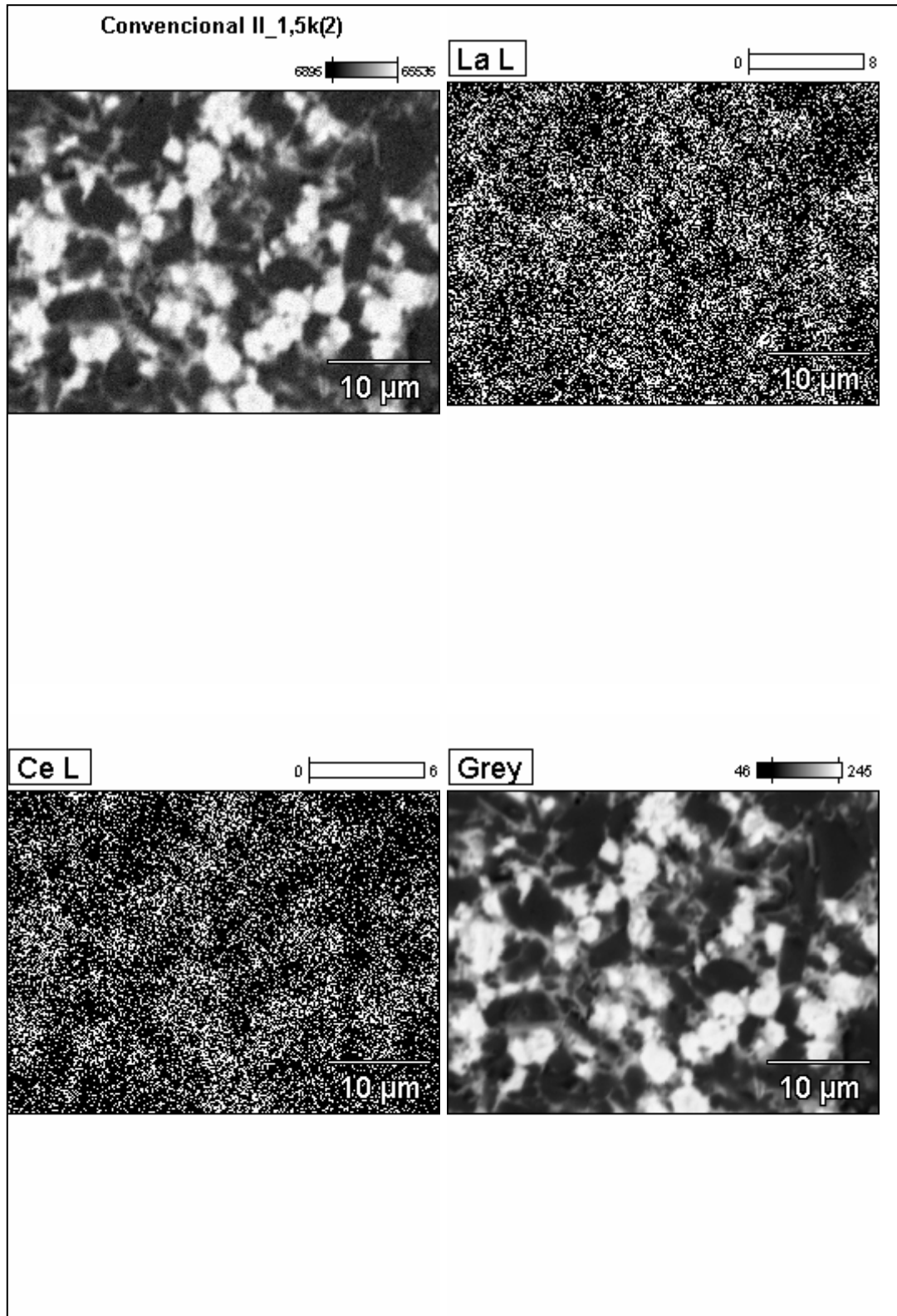
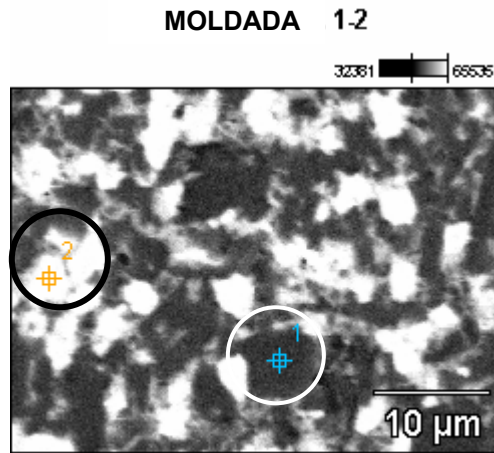
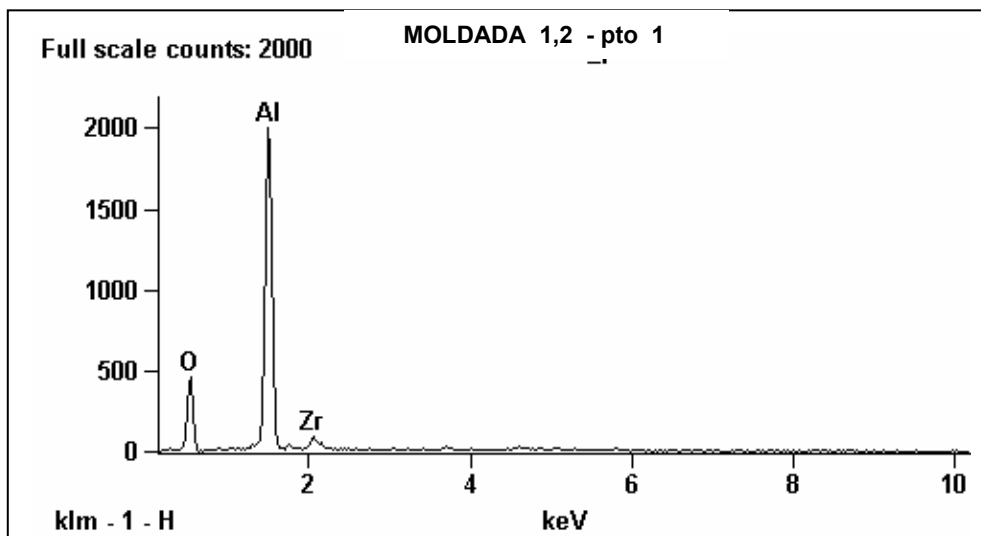
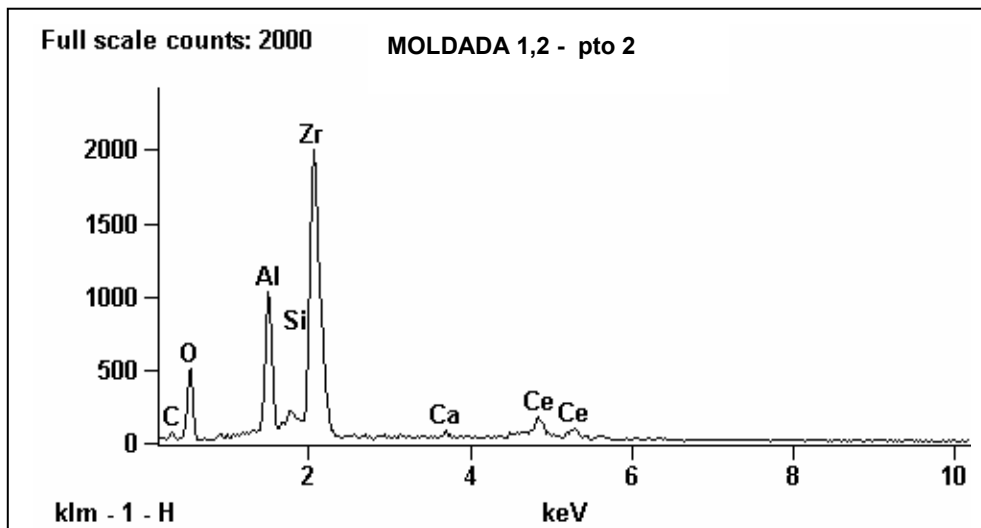
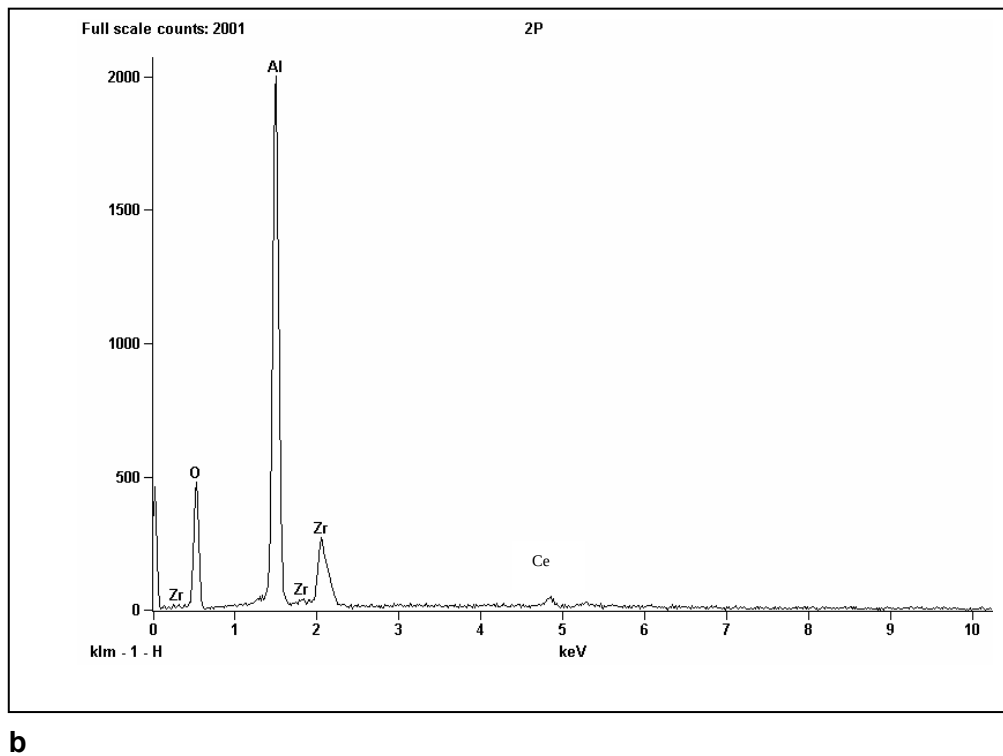
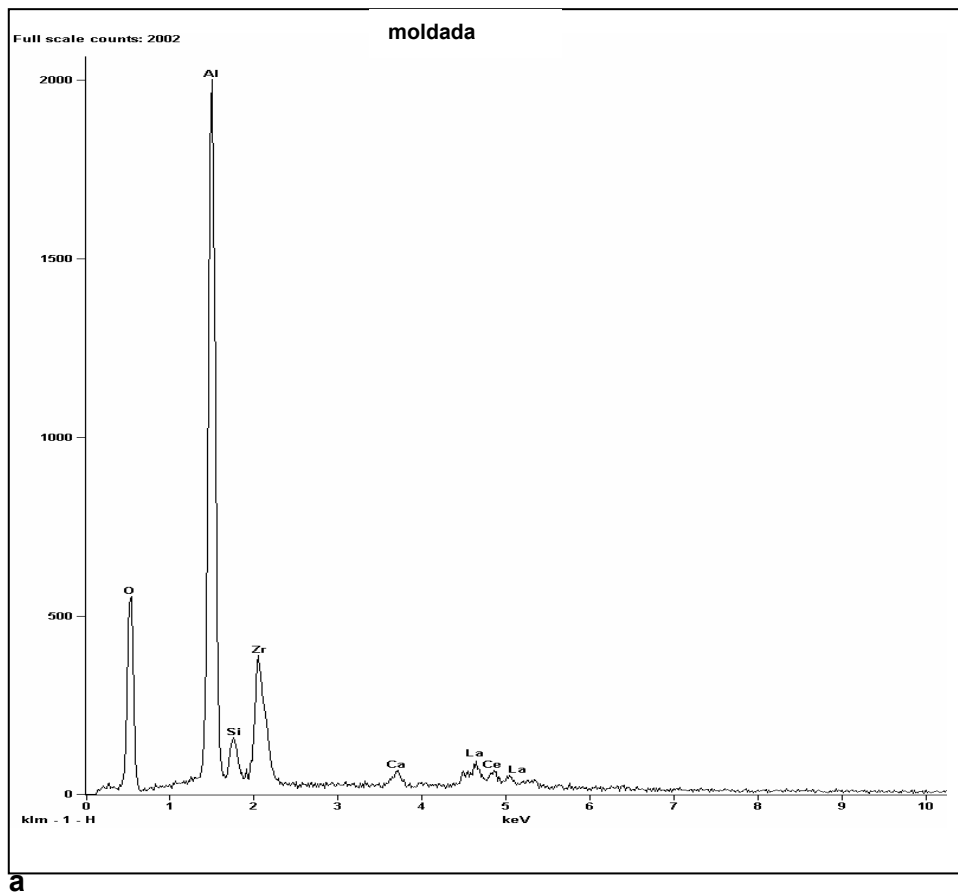


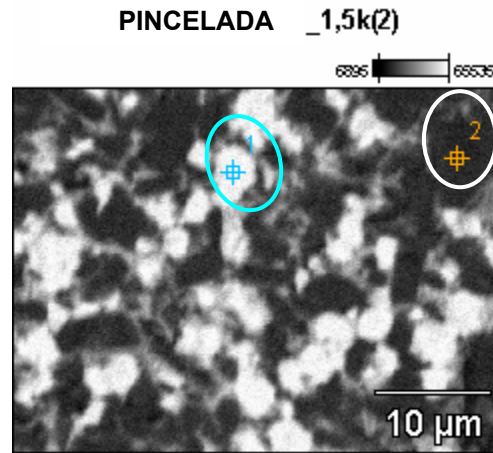
Figura 60 - Mapeamento do lantânio (La) e céria (Ce) a partir da micrografia da amostra convencional (pincelada) . As regiões mais claras indicam uma maior concentração do elemento. (aumento de 1500X)

**a****b****c**

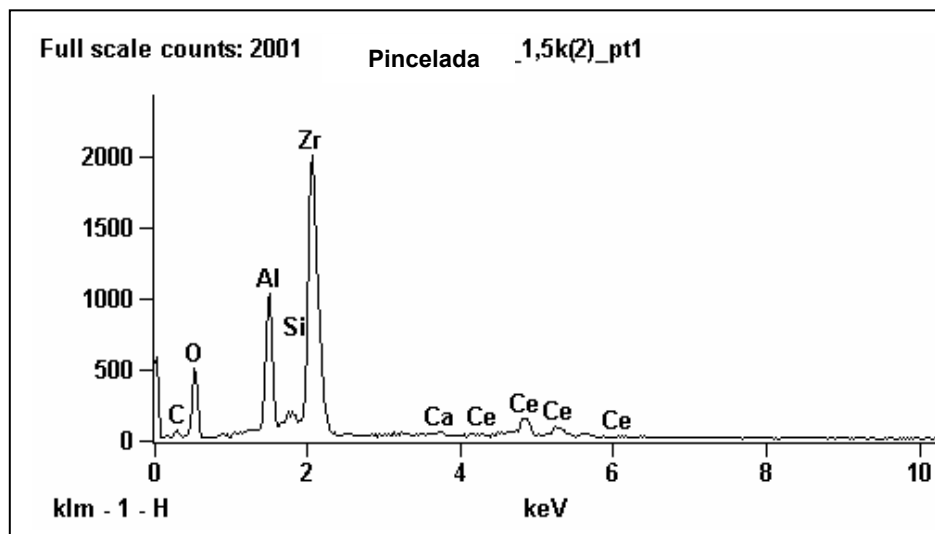
Figuras 61 a, b, c - Análise pontual por EDS das partículas assinaladas, 1 e 2, na micrografia (a), partícula preta1) representada no gráfico b e partícula branca (2) representada no gráfico c, da amostra moldada



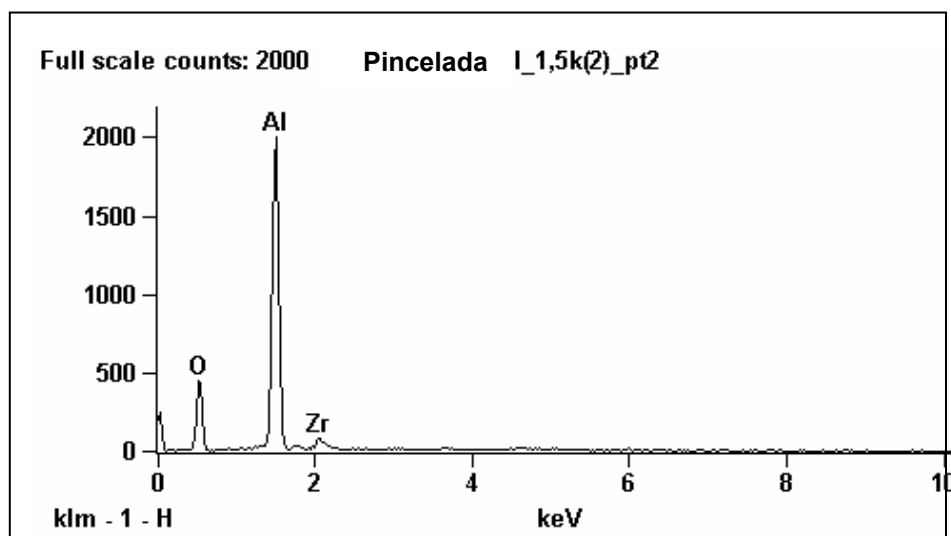
Figuras 62 a, b – Gráficos representativos da análise por EDS da área total da microestrutura infiltrada (a) parcialmente sinterizada (b) da amostra moldada .



a

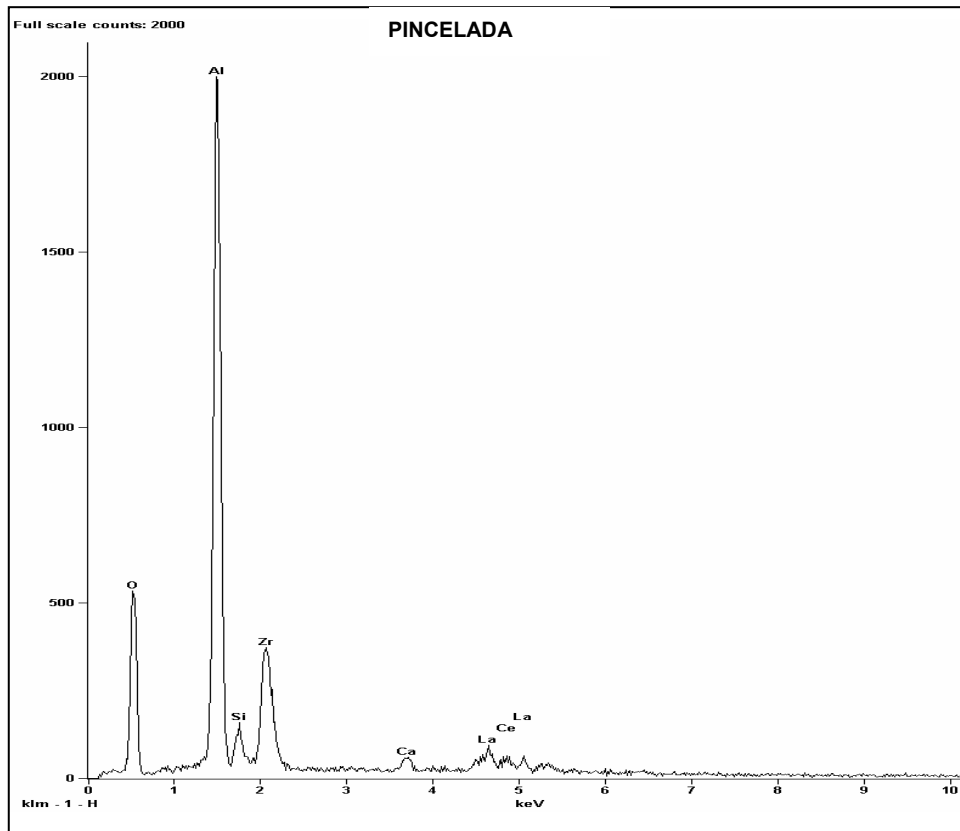


b

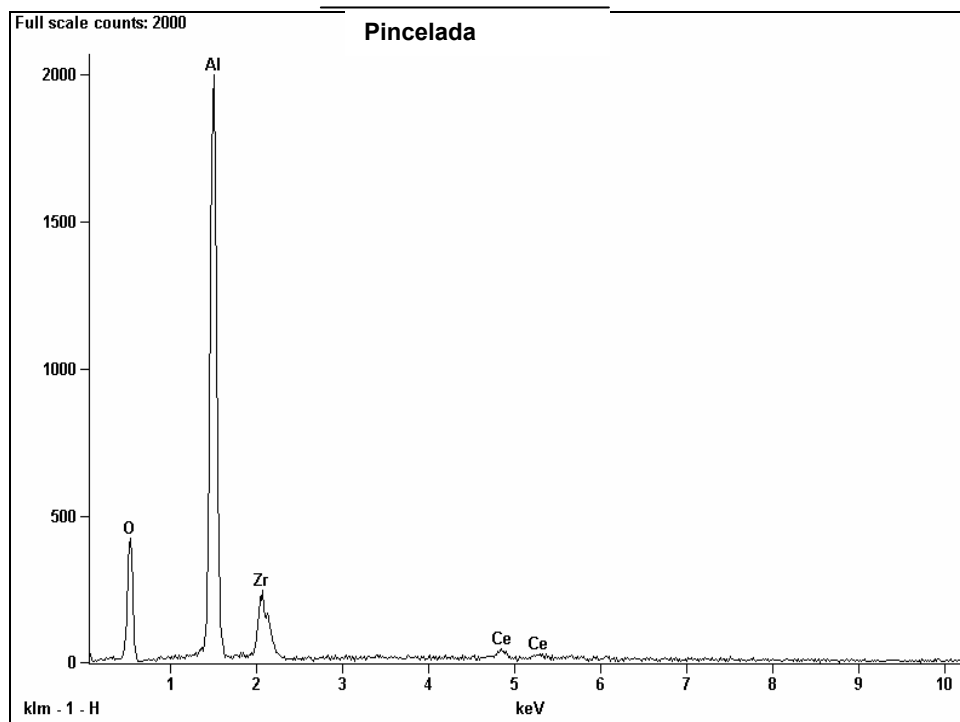


c

Figuras 63 a, b, c - Análise pontual por EDS das partículas assinaladas, 1 e 2, na micrografia (a), partícula branca (1) representada no gráfico b e partícula preta (2) representada no gráfico c, da amostra pincelada.



a



b

Figuras 64 a, b - Análise por EDS da área total da microestrutura infiltrada (a) e parcialmente sinterizada da amostra pincelada

5 DISCUSSÃO

O patamar atingido pelas próteses totalmente cerâmicas na odontologia é fruto do sucesso obtido nos últimos 15 anos de experiência com sistemas de barbotina e/ou densamente sinterizados à base de Alumina [20,26,60,61,82,102]. É importante observar, no entanto, que as indicações clínicas de utilização destes materiais estavam restritas a restaurações parciais, coroas unitárias e próteses múltiplas de no máximo três elementos localizadas em região de dentes anteriores [60,61,179].

O uso de próteses odontológicas totalmente cerâmicas em regiões de dentes posteriores exige consideravelmente mais do desempenho do aparelho protético. O sistema mecânico de forças e tensões na região posterior é bem mais complexo que na região anterior da boca. Fatores como os níveis de carga mastigatória, controle neuromuscular da mastigação, forma da superfície oclusal e a maior área de trituração e o tipo de articulação com dentes antagonistas fazem com que a mastigação nessa região imponha uma constante alternância de tensões compressivas e trativas ao longo das três dimensões do aparelho dentário [1,2,3,4]. Considerando que próteses parciais múltiplas sustentam dentes pânticos entre pilares, é crítico para a estabilidade da estrutura da prótese que as zonas de conexão entre vigas e pilares sejam capazes de resistir a esse sistema mecânico.

O sucesso de uma prótese dentária depende em grande parte dos princípios de preparo aplicados, do material utilizado e do nível estético obtido. Para que isso seja possível, a fabricação da peça requer trabalho, tempo e proficiência de técnicos extremamente habilidosos. Não creio ser exagerado dizer que o Estado da Arte em cerâmicas dentais revela o traço artístico do trabalho manual. Porém, enquanto a estética atinge patamares elevados devido à mão do operador, a homogeneidade microestrutural pode estar comprometida justamente por este fator, afetando, conseqüentemente, o desempenho mecânico e a confiabilidade da restauração.

A escolha do Sistema In Ceram Zirconia, um compósito ZTA (alumina tenacificada por zircônia), cujo desempenho tem se mostrado uma alternativa viável para substituição de infra-estruturas metálicas, se deu por ser o material cerâmico odontológico manualmente manufaturado disponível no mercado.

Os estudos clínicos longitudinais sobre o desempenho de próteses parciais fixas confeccionadas em In Ceram Zirconia obtidas pela técnica da colagem de barbotina, são poucos e alguns ainda, questionáveis em função da metodologia utilizada. A confiabilidade em relação ao desempenho deste material na forma como vem sendo processado, nos parece ser incerto, tendo em vista os possíveis efeitos deletérios advindos da usinagem da peça e da própria mão do operador.

Dentre as formas de se obter uma maior confiabilidade está a otimização das etapas de processamento cerâmico e diversos trabalhos [105,106,107,108,109,110] tem sido realizados no intuito de obter um novo tipo ou rota de processamento, chamando a atenção para, entre outros aspectos, necessidade de minimizar as variáveis introduzidas pelo processo manufaturado, mais especificamente, pela mão do operador.

A adequação ou adaptação dos produtos já existentes não é tão simples, pois depende da percepção do produto como um processo, ou seja, da fabricação à aplicação, fazendo com que seja necessária uma abordagem multidisciplinar que associa a visão do pesquisador, à visão do fabricante, do técnico de laboratório e do dentista.

A tendência atual é a criação de novos processos de conformação cerâmico, ou melhorar os existentes, de forma a obter peças cada vez mais próximas do formato final desejado (*near net shape*). O processamento cerâmico *na forma quase final* envolve a fabricação de cerâmicas cuja forma requer um desgaste mínimo, após a sinterização, para alcançar as dimensões desejadas. Tal procedimento pode reduzir significativamente os custos de fabricação dos componentes cerâmicos, uma vez que estes precisariam ser trabalhados, para atingir a forma almejada.

Tendo tal conceito em mente, foi desenvolvido um novo processo de conformação, moldagem na forma quase final, com controle de forma, espessura e uniformidade de infra-estruturas cerâmicas à verde, com o objetivo de minimizar as possibilidades de introdução de defeitos inerentes ao processo convencional manufaturado. No processo convencional dependente da mão do operador, obtém-se a peça através do pincelamento da barbotina e da usinagem da estrutura parcialmente sinterizada, método pelo qual se almeja atingir a uniformidade e espessura adequada da peça. O pincelamento da barbotina pode conduzir a problemas de homogeneidade microestrutural, como, por exemplo, a laminação das camadas cerâmicas, dando um aspecto semelhante ao de polpa de cebola [102]. A usinagem da peça é um processo que traz consigo a possibilidade de introdução de defeitos, demanda tempo para ajuste para obter uma estrutura com espessura uniforme e medida desejada, e um custo significativo, já que as brocas utilizadas para este fim são caras e pouco duráveis. A moldagem na forma quase final de infra-estruturas In Ceram Zirconia, com forma e espessura predeterminada, não só propicia sua conformação e condensação simultaneamente, como também uma compactação otimizada da massa cerâmica formada, devido ao empacotamento das partículas cerâmicas imposto pelo confinamento do molde. A uniformidade da camada cerâmica é um fator importante e almejado, pois evita a concentração de tensões advindas das diferenças de espessura numa mesma peça.

Outro aspecto a ser levado em consideração, é que a substituição da colagem da barbotina ZTA pincelada do processo convencional, pelo método de conformação apresentado, permite ao técnico de laboratório dentário a obtenção da morfologia da infra-estrutura e a condensação da massa cerâmica, num só procedimento, diminuindo com isso a possibilidade de falhas, proporcionando a padronização do processo de produção na fabricação de próteses desse tipo. A padronização na execução pode gerar uma reavaliação da funcionalidade do laboratório de prótese dental, pois permite a confecção de infra-estruturas cerâmicas por um maior número de protéticos,

ampliando sua produção diária e, conseqüente, possibilitando uma redução de custo de fabricação.

É da interação entre a microestrutura e as condições ambientais que emergem as propriedades físicas e químicas dos materiais, as quais, manifestando-se, determinarão o desempenho dos materiais quando em uso. Por sua vez, a microestrutura é resultado do processo de fabricação do material considerado, dependente, portanto, das variáveis de processamento. A influência da mão do operador, a usinagem da peça, a difícil obtenção de uma espessura uniforme da infra-estrutura foram variáveis negativas eliminadas ou minimizadas neste novo processamento.

Uma vez estabelecido, o novo método de conformação através da moldagem na forma quase final resultou na obtenção de uma infra-estrutura padrão com pequena margem de perda por defeitos superficiais, como bolhas ou falhas no contorno. Entretanto, o mesmo não ocorreu na conformação dos discos através de uma versão do novo método utilizado. A freqüência de bolhas, em função do confinamento do ar, foi alta, comprometendo inclusive, o tempo previsto para sua realização. Hoje, após inúmeras tentativas para melhorar o escape do ar, acreditamos que o problema esteja na disposição espacial do disco no molde. Novos protótipos já estão sendo idealizados no sentido de propiciar a obtenção de discos com a mesma facilidade e características alcançadas nas infra-estruturas obtidas através da moldagem na forma quase final.

Os parâmetros utilizados para testar as variáveis abordadas neste estudo, processamento e espessura, foram os testes de resistência à flexão, microdureza Vickers e análise microestrutural.

A resistência à tração é a propriedade mecânica mais comumente considerada e depende do teste utilizado bem como das condições de acabamento da superfície da amostra. Geralmente a resistência dos materiais frágeis é medida em flexão devido à relativa facilidade de realização [151]. Diferentes métodos para avaliação da resistência à flexão estão disponíveis, entre eles: flexão em 4 pontos,

flexão em 3 pontos e biaxial. Embora o teste em 3 pontos possa ser considerado padrão, é extremamente sensível aos defeitos existentes ao longo do bordo da amostra [139]. Como é impossível eliminar todos os defeitos e a fratura, freqüentemente, se inicia nos bordos, uma grande variação nos dados de resistência, tem sido reportada [135]. O teste de flexão biaxial elimina o efeito dos bordos, pois eles não são carregados diretamente, devendo, portanto, produzir menor grau de dispersão nos resultados. Este teste tem sido um método efetivo para comparar a resistência de amostras ideais, ou seja, praticamente livre de defeitos, o que raramente acontece em amostras de coroas artificiais [139]. Nestes casos o teste mais indicado seria o de tenacidade à fratura, que determina a sensibilidade do material aos defeitos presentes.

Como nosso interesse era a comparação entre os dois métodos de conformação e o efeito da espessura na resistência, optamos pelo teste de resistência à flexão biaxial tendo o cuidado de obter amostras bem acabadas e polidas, dada às características do mesmo.

Os resultados mostraram valores altos de resistência à flexão (Tabela 10) e devido à natureza probabilística das fraturas frágeis, característica das cerâmicas, tornou-se imprescindível que a massa de dados fornecida pelo ensaio de flexão sofresse um tratamento estatístico adequado, distribuição de Weibull (Figuras 42-46), análise de resíduos (Figuras 40-42), desvio padrão (Tabela 10) e análises de variância (ANOVA) e de Tuckey.

Os dados de resistência mecânica encontrados juntamente com o tratamento estatístico aplicado, mostraram que não houve diferença estatística entre os grupos I e II, ou seja, o método de conformação, para as amostras com 1,2 mm de espessura, não exerceu influência sobre os resultados. Quando consideramos, porém, a variação de espessura juntamente com o processamento vemos que quando reduzimos a espessura nas amostras obtidas pela moldagem na forma quase final os valores de resistência aumentaram e houve uma diferença estatística fortemente significativa

entre os grupos I (1,2mm) e III (0,7mm), o mesmo não ocorrendo nas amostras obtidas pelo método convencional. Apesar do valor de resistência também ter aumentado numericamente quando a espessura da amostra obtida pela moldagem na forma quase final foi reduzida para 0,5, não foi significativo estatisticamente. A relação entre o módulo de Weibull (m) e o desvio-padrão da resistência é direta, pois ambos podem ser entendidos como estimadores da homogeneidade do material. Os valores encontrados para o parâmetro m estão dentro do esperado, exceto, talvez, pelo valor do grupo V (Tabela 16), pois a literatura normalmente reporta como sendo, aproximadamente 10 para cerâmicas, podendo variar de 5 a 20. Diante desses resultados acreditamos que o novo método de conformação promoveu uma melhor distribuição de defeitos e homogeneidade da estrutura.

A conformação através da moldagem na forma quase final não mostrou aumento de resistência à flexão sobre a conformação convencional em níveis estatisticamente significantes. O resultado é em parte devido à natureza do ensaio mecânico proposto e não exclui possíveis ganhos de desempenho mecânico em peças protéticas dentais. Alguns fatores devem ser levados em conta para isso. A possibilidade de evitar a usinagem pós-processamento cerâmico, por exemplo, é fator que pode ter alta relevância no melhor desempenho clínico de peças protéticas, particularmente onde a demanda de carregamento pelo sistema mastigatório é maior, como na região de próteses múltiplas posteriores. ZACCHÉ [95] e KOSMAC *et al.* [172] indicam um consenso de que há influência do processo de usinagem na microestrutura e sobre as propriedades mecânicas de cerâmicas de infra-estrutura. Portanto, quanto maior o grau de usinagem a qual a peça está submetida, maior poderá ser a degradação de suas propriedades mecânicas. Os principais fatores apontados são: a transformação de fase tetragonal-monoclínica, imposta, pela alta temperatura gerada no contato de pontas de fresagem com a peça cerâmica e também a inclusão de micro-trincas capazes de iniciar fraturas.

Os resultados encontrados neste trabalho mostraram que as infra-estruturas de 1,2 mm apresentaram valores médios de resistência à flexão inferiores aos das amostras de 0,7 mm. Alguns fatores precisam ser considerados ao avaliar a importância da espessura de cerâmicas para infra-estruturas de próteses dentárias. A infiltração do vidro de lantânio é o processo responsável pelo aumento na resistência à flexão, numa proporção treze vezes maior do que a verde [58]. O resultado mecânico encontrado neste estudo talvez possa ser explicado por uma infiltração de vidro mais efetiva para as amostras mais finas. Uma inadequada infiltração do vidro foi também a possível explicação para os resultados encontrados no trabalho de CHONG *et al.* [167]. Outra explicação possível é que as amostras de maior volume apresentam maior probabilidade de incorporação de defeitos, já que estes ocorrem de forma aleatória. Sendo assim, a incorporação destes defeitos também explica a variação de resultados de uma amostra para outra e entre testes [180]. RITTER [181] ainda ressaltou, que as amostras de maior volume apresentam valores de resistência menores que as amostras de menor volume, pela simples razão de existir maior probabilidade estatística de encontrarmos defeitos maiores em amostras mais volumosas.

Há grande polêmica na literatura sobre a importância da espessura da infra-estrutura para o desempenho mecânico do aparelho protético. WHITE *et al.* [137], LAWN *et al.* [24], WAGNER & CHU [139], HARRINGTON *et al.* [138], DONG & DARVELL [134], BAN & ANUSAVICE [135], ROSEMBLUM [39], REKOW *et al.* [18] são favoráveis a aumentar a espessura da infra-estrutura para melhorar o desempenho mecânico da restauração cerâmica. Porém, outros autores como UCTALASI *et al.* [144], ABED *et al.* [145], Kelly [142], BICA [146], HERFFERMAN *et al.* [146], encontraram maior resistência a flexão em amostras cerâmicas de menor espessura. MORRIS & KELLY [141], inclusive, questionam o valor da espessura sobre a resistência à flexão, argumentando que o fator espessura é neutralizado após a cimentação da peça protética. Deve-se lembrar, no entanto,

que existe uma considerável diferença entre próteses unitárias e próteses múltiplas. As zonas de conexão entre pilares e vigas agregam grande complexidade de múltiplas tensões de tração se desenvolvem na cerâmica aderida ao dente na interface cimento/cerâmica.

Dessa forma, é necessário analisar os dados com cautela, e enfatizar que os melhores resultados obtidos com espessuras menores nesse estudo não necessariamente invalidam o recurso de aumentar o volume de determinadas áreas da peça protética com objetivo de ganho de desempenho no desenho biomecânico. Nos estudos clínicos realizados por STEYERN *et al* [102], os resultados mostraram que a falha nos espécimes estava localizada na área de conexão entre o pântico e o pilar distal. Porém, não houve diferença estatística significativa, quando o pântico estava situado na região de molar ou pré-molares. Os autores consideraram ainda, a interface núcleo cerâmico e material de cobertura como o de mais alta tensão, tornando este ponto mais provável para falha, principalmente na área de conexão. Portanto, o aumento das dimensões do núcleo cerâmico poderia contribuir para o aumento da resistência deste tipo de prótese.

Os valores altos de dureza (Tabela 17) bem como os de resistência à flexão encontrados refletem a importância dos procedimentos de acabamento, polimento e tratamento térmico realizados.

O termo *microestrutura* designa o número e identidade de fases as quantidades relativas dessas fases, e as características de tamanho, forma, orientação e distribuição destas fases, em conjunto com as estruturas de defeitos existentes incluindo porosidade, num material" [95,139]; sendo utilizado para descrever as características estruturais encontradas nos materiais poligranulares (policristalinos ou polifásicos). As microestruturas podem ser caracterizadas pelo tipo, proporção e composição das fases presentes, e pela forma, tamanho, distribuição e orientação dos grãos, para cada fase existente.

A microscopia eletrônica de varredura foi utilizada para avaliar a efetividade dos parâmetros de sinterização, a partir da introdução da moldagem na forma quase final. Para isto, foram observadas tanto as superfícies polidas ou não, como as superfícies de fratura obtidas para os diferentes grupos. As microestruturas das cerâmicas verdes, parcialmente sinterizadas e infiltradas foram analisadas usando imagens obtidas por elétrons retroespalhados ou secundários conforme o objetivo, a fim de constatar as fases presentes, verificar a existência de porosidades, falhas de empacotamento e a distribuição de defeitos na microestrutura destas cerâmicas.

Os grupos estudados mostraram estados de compactação de partículas coerentes com as características físicas dos pós usados, observando-se, portanto, com bastante nitidez a diferença entre as morfologias da alumina e da zircônia.

Ao observarmos as micrografias (Figuras 47 a e b) constatamos uma boa compactação da peça verde com variedade de tamanhos de partículas, o que está em sintonia com os achados de ZACCHÉ [95] e BECK [101] com relação a análise granulométrica do ZTA / In Ceram Zirconia,. Esses autores encontraram uma ampla distribuição de tamanho de partícula, de 0,21 e 5,39 μm [95], e de 0,05 a 25 μm , com uma frequência maior de partículas com 5,7 μm [101].

A microestrutura desenvolvida durante a sinterização da cerâmica e as propriedades mecânicas como resistência à ruptura, dureza e tenacidade à fratura dependem das características do pó (forma, tamanho e distribuição de partículas, estado de aglomeração, composições químicas e de fases cristalinas) e da microestrutura à verde (grau de compactação dos pós). Por este motivo, os compósitos alumina-zircônia necessitam que a fase dispersa (zircônia) seja distribuída homogeneamente na matriz (alumina) [52].

Ao analisarmos o grau de dispersão das partículas de alumina e zircônia, Figuras 48 a e b, podemos observar a presença de partículas de zircônia isoladas e em pequenos aglomerados finamente dispersos na matriz de alumina. A densificação observada nas micrografias é proveniente do maior empacotamento a verde

favorecido pela dispersão efetiva das partículas de alumina e zircônia. O empacotamento heterogêneo das partículas dos pós pode gerar materiais com regiões de porosidade diferentes.

Nas Figuras 48 e 49 pode ser constatada a presença de microporos, com bastante variação na forma e no tamanho, resultantes do estágio de sinterização e de possíveis falhas no empacotamento das partículas do pó durante a etapa de conformação. Esta porosidade, no entanto é necessária para a infiltração da fase vítrea.

Os materiais cerâmicos porosos com infiltração de fase vítrea, conforme BECK [101], apresentam valores altos de dispersões na tensão de ruptura (P), que podem ser relacionados às microestruturas dos materiais, que apresentaram poros de vários tamanhos. Os poros são considerados defeitos nas cerâmicas estruturais e atuam como regiões concentradoras de tensão. Quando o material é submetido a uma tensão externa, este campo de tensões é amplificado, iniciando trincas na sua microestrutura, precipitando a fratura do material e conseqüentemente diminuindo seu valor de resistência mecânica. Além de minimizar o efeito da concentração de tensões, pois tende a preencher os poros, a fase vítrea confere uma resistência maior ao “esqueleto” poroso e este material passa a ser um compósito cerâmico, onde as duas fases presentes (sólida cristalina e vítrea) contribuem para os valores dos parâmetros de propriedades mecânicas do sistema. Nas superfícies das amostras (Figuras 51 a e b) pode-se perceber a relação entre fase vítrea e partículas cerâmicas, a fase vítrea recobre as partículas, penetrando nos poros formados durante a pré-sinterização.

Após a fase de infiltração, as amostras foram jateadas com óxido de alumínio para remoção do excesso de vidro. Tal procedimento, embora necessário, pode deixar seqüelas na superfície. Ao observarmos a superfície após o jateamento constatamos algumas irregularidades, trincas e também alguma porosidade (Figuras 55 a e b). Estudo realizado por GUAZZATO *et al.* [171] que a alumina (In Ceram Alumina) infiltrada apresentava após o jateamento uma superfície rugosa e com grande

quantidade de trincas. Provavelmente a diferença esteja no tamanho da partícula de óxido de alumínio utilizada no jateamento, média (110 μ m) bem como na pressão (5 bar) em relação a utilizada em nosso experimento, 50 μ m e 3 bar, de acordo com a orientação do fabricante. Após passarem pelo tratamento térmico, conforme recomendação do fabricante, as superfícies se apresentaram praticamente sem defeitos, principalmente as que passaram por acabamento e polimento com 2ª queima (Figuras 56 a e b). O segundo tratamento térmico gerou também, aparentemente um crescimento no tamanho de cristais, particularmente Alumina. CASELLAS *et al.* [79] em 2003, já havia demonstrado a cinética de crescimento de grãos com tratamentos térmicos, porém em temperaturas mais elevadas em decorrência de tempos mais longos que aqueles realizados neste estudo.

As Figuras 52, 53 e 54 mostram as micrografias das superfícies de fratura das cerâmicas com infiltração de fase vítrea obtidas por elétrons secundários. As imagens apresentam alguma porosidade remanescente. Segundo BECK [101], o pó de vidro, *VITA In-Ceram Zirconia Glass Powder*, agente formador de fase líquida, possui partículas muito grandes o que resultaria em uma distribuição heterogênea no interior dos corpos cerâmicos, dificultando o preenchimento de todos os poros. No entanto, pós muito finos não são bons condutores de calor o que redundaria em prejuízo para fundição do vidro e, conseqüentemente, prejudicaria a eficiência da infiltração do vidro no tempo praticado comercialmente. Os poros maiores podem ser falhas de empacotamento ou bolhas incorporadas durante a etapa de conformação, que não foram preenchidas pela fase vítrea.

Em decorrência dos resultados obtidos neste estudo tornou-se interessante aprofundar as investigações no intuito de interpretar a utilidade do método de conformação proposto. Serão, portanto, de grande valia a determinação de propriedades mecânicas como tenacidade à fratura e fadiga assim como a caracterização numérica da dispersão das fases cristalinas obtidas e também a densidade de empacotamento à verde e pós-infiltração de vidro.

6 RELEVÂNCIA CLÍNICA

As cerâmicas estruturais avançadas são atraentes candidatas a diversas aplicações em engenharia e biomédicas, devido as suas especiais propriedades mecânicas. Podemos afirmar que as cerâmicas têm captado a atenção e desafiado a imaginação de dentistas e técnicos de laboratório, principalmente nos últimos anos. Em parte incitados por este interesse e, em parte, abastecendo-o por si só, os pesquisadores e fabricantes têm sido ativos no desenvolvimento de novos produtos restauradores, em especial, as restaurações totalmente cerâmicas. Dentistas e técnicos têm estado ansiosos para experimentar produtos que prometem proporcionar resultados mais estéticos que atinjam as expectativas dos pacientes. Esperam também que esses materiais apresentem resultados mais consistentes, mecânica e biologicamente, e se tornem menos sensíveis a técnica. Somado a isto, existe o desejo que esses novos materiais se coordenem com equipamentos e técnicas já existentes.

O estudo contribui para o avanço da prótese dentária, com um método de moldagem na forma quase final, que pode reduzir o risco de fracasso de próteses fixas múltiplas, particularmente em região posterior da boca. Através de um processo de conformação que minimiza a necessidade de usinagem e confere uniformidade e homogeneidade em espessuras mínimas da infra-estrutura, o método se torna promissor e pode agregar valor ao tradicional sistema de colagem por barbotina ZTA, In Ceram Zirconia, propiciando vida mais longa ao sistema.

7 CONCLUSÕES

Os estudos efetuados e os resultados obtidos durante a realização desta tese permitiram a formulação das seguintes conclusões:

- (1) No que diz respeito ao desenvolvimento de um novo método de conformação para o processamento, via colagem de barbotina, de cerâmicas ZTA, este se mostrou viável no controle da forma e da espessura, minimizando a necessidade de ajustes por desgaste.
- (2) O método de moldagem na forma quase final desenvolvido no presente trabalho não exerceu influência na resistência à flexão nem na dureza Vickers da cerâmica ZTA em comparação ao método convencional.
- (3) A espessura é um fator significativo na resistência à flexão do ZTA (Alumina Tenacificada por Zircônia) quando associada ao método de conformação por moldagem na forma quase final.
- (4) A microestrutura resultante do método de conformação por moldagem na forma quase final mostrou boa compactação a verde e boa dispersão com variedade de tamanhos de partículas com resultados semelhantes aos do método de conformação convencional conforme os parâmetros estabelecidos na literatura.

8 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Aprofundar a investigação da influência da conformação por moldagem na forma quase final sobre as propriedades mecânicas e sobre a microestrutura do material obtido através da:

1. determinação de propriedades mecânicas como tenacidade à fratura e fadiga;
2. caracterização numérica da dispersão das fases cristalinas obtidas e também a densidade de empacotamento a verde, parcialmente sinterizadas e pós-infiltração por vidro.

9 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1 – HAGBERG, C. “Assessment of Bite Force. A review”, *J Craniomand Disord Facial Oral Pain*, v.1, pp.162-169, 1987.

2 – BAKKE, M., “ Mandibular Elevator Muscles: Physiology, Action and Effect of Dental Occlusion”, *Scand J Dent Res*, v.1001, pp. 314-331, 1993.

3- BONTE, B., LINDEN, R.W.A., SCOTT, B.J.J., “Role of Periodontal Mechano-Receptors in Evoking Reflexes in the Jaw-Closing Muscles of the Cat”, *J Physiol* , v.465, pp.581-594, 1993.

4 - FERNANDES, C.P., GLANZ, P-OJ., SVENSSON, S.A., BERMARK, A., “A Novel Sensor for Bite Force Determination”, *Dental Materials* ,v.19, issue 2, pp.118-126, 2003.

5 - BROWN, D., “A Material Scientist’s Glimpse into the New Millennium”, *Prim. Dent Care* , pp. 25- 28, 2000.

6- CALLISTER, W. D. – Ciência e Engenharia de Materiais : Uma Introdução - LCT ; 2002 .

7 –GARVIER, R. C., Hannik, R.H., Pascoe, R. T., 1975 : In : STEVENS, R., “ *Zirconia and Zirconia Ceramics.*”, 2^a Ed. Twickenham:Magnesium Elektron, (Magnesium Elektron Publication, n.113), 1986.

8– PICONI, C., MACCAURO, G., – “Review : Zirconia as a Ceramic Biomaterial” , *Biomaterials* v. 20, pp. 1-25, 1999.

9 - HANNINK, R. H. J., KELLY, P. M., MUDDLE, B. C., “Transformation Toughening in Zirconia-Containing Ceramics, *Journal of the American Ceramic Society*, v.83, n.3, pp.461-487, 2000.

10 - STEVENS, R., “ *Zirconia and Zirconia Ceramics.*”, 2^a Ed. Twickenham:Magnesium Elektron, (Magnesium Elektron Publication, n.113), 1986.

11 - HUANG, X. W.; YU, J. C.; LI, Q.; HUANG, X. D.; LI, X. Q.; LIU, X. L., “Microstructure and mechanical properties of 3Y-TZP/Al₂O₃ composites fabricated by liquid phase sintering”, *Journal of Materials Science*, v.40, n.3, pp.1693-1697, 2005

.

12 - PIDDOCK, V., QUALTROUGH, A.J.E., “Dental Ceramics – an update”, *Journal of Dentistry*, v. 18, n.5, pp. 227-35, 1990.

13 - QUALTROUGH, A.J.E, PIDDOCK, V., “Ceramics Update”, *Journal of Dentistry*, v. 25, n.2, pp. 91-95, 1997.

14 - ANUSAVICE, K.J., "Phillips Materiais Dentários" , 11ª edição, Elsevier Editora Ltda, Rio de Janeiro,2005.

15 - GUAZZATO, M., ALBAKRY, M., RINGER, S.P., SWAIN, M.V., "Strength, Fracture Toughness and Microstructure of a Selection of All-ceramic Materials. Part II. Zirconia-Based Ceramics", *Dental Materials*, v.20, pp. 449-456, 2004.

16 - RIZKALLA, A.S., JONES, D.W., "Mechanical Properties of Commercial High Strength Ceramic Core Materials", *Dental Materials*, v.20, n.3, pp. 207-12, 2004.

17 - WILDGNOOSE, G.D., JOHNSON, A., WINSTANLEY, R.B., "Glass/ ceramic/ refractory techniques, their development and introduction into dentistry: A historical review", *Journal of Prosthetic Dentistry*, v.91, n.2, pp. 136-43, 2004.

18 – REKOW, E. D., HARSONO, M., JANAL, M., THOMPSON, V.P., ZHANG, G., "Factorial Analysis of Variables Influencing Stress in All-Ceramic Crowns", *Dental Materials*, v. 22, pp. 125-132, 2006.

19 - LAWN, B.R., PAJARES, A., ZHANG, Y., DENG, Y., POLACK, M. A., LLOYD, I. K., REKOW, E. D., THOMPSON, V.P., "Materials Design in Performance of All Ceramic Crowns", *Biomaterial*, v. 25, pp. 2885-2892, 2004.

20 - DONOVAN, T.E., CHO, G.C., " The Role of All-Ceramic Crowns in Contemporary Restorative Dentistry", *J Califórnia Dental Association* ,2003.

- 21 – VÖLKL, L., “Cercon – The All-Ceramic CAM System by Degussa Dental”, *Quintessence*, v. 52, n.8, pp. 811-814, 2001.
- 22- HÜLS, A., “Prótese Cerâmica Sem Metal de In Ceram”, Breve Compêndio Vita Zahnfabrik –Alemanha, 1995.
- 23 – MCLEAN, J. W., KEDGE, M. LI., “High-Strength Ceramics”, *Quintessence Int*, v. 18, n.2, pp. 97-106, 1987.
- 24 - LAWN, B. R., DENG, Y., THOMPSON, V. P., “Use of Contact Testing in the Characterization and Design of All-Ceramic Crownlike Layer Structures: a review”, *J Prosthet Dent* v.86 pp. 495-510, 2001.
- 25 - SELTZER, S., BENDER, I.B., “A Polpa Dental”, 2ª Edição, Editorial Labor Brasil S.A., 1979.
- 26 – HASELTON, D., R., DIAZ-ARNOLD, A., M., HILLIS, S., L., “ Clinical Assessment of High-Strength All-Ceramic Crowns”. *J Prosthetic Dentistry*, v.83, n.4, pp. 396-401, 2000.
- 27 – OLIVEIRA, L., “ Efeito do Processamento nas Propriedades Mecânicas da Alumina Tenacificada por Zircônia Parcialmente Estabilizada”, Dissertação de Mestrado, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2002.

- 28 - CHEN, H.Y., HICKEL,R., SETCOS,J.C., KUNZELMANN, K,H,. “ Effects of surface finish and fatigue testing on fracture of CAD-CAN and pressed-ceramic crowns”, *J Prosthetic Dentistry*, v.82, n.4, pp. 468-475, 1999.
- 29 - ZORZI, J. E., Perottoni, C. A., Jornada, J. A. H., “ Moldagem por Injeção em Baixa Pressão de Peças Complexas de Cerâmicas Avançadas Produzidas com Pós Submicrométricos”, *Cerâmica* , v..50, n. 315, July/Sept., 2004.
- 30 - KELLY, J.R., NISHIMURA, I., CAMPBELL, S.D., *Ceramics in Dentistry: Historical Roots and Current Perspectives* , *J Prosthet Dent*, v.75, n.1, pp. 18-32, 1996.
- 31 - AZOM.COM, “Ceramics in Modern Dentistry”, disponível em <<http://www.azom.com/details.asp???ArticleID=1422>> acesso em 2003.
- 32 – CHAIM, M.C., ARCARI, G.M., LOPES, G.C., “Restaurações Cerâmicas Estéticas e Próteses Livres de Metal”, *RGO* , v.48 n.2, pp. 67-70, 2000.
- 33 – LAMS, P., SERRA, M.C., FRANSCICONE, C.E., “Cerâmicas ewm Dentes Posteriores”, *ROBRAC*, v.6, pp. 37-39, 1997.
- 34 – JONES, D.W., “Desenvolvimento da Cerâmica Odontológica – Uma Perspectiva Histórica”, *Clin Odontol Am Norte – Simpósio sobreCerâmicas*, pp. 1-26, 1988.
- 35 - MCLEAN, J. W., “Evolutiun of Dental Cerâmicas in the Twentieh Century”, *J Prosthetic Dentistry*, v.85, n.1, pp. 62-66, 2001.

- 36 – VINES, R.F., SEMMELMAN, J.O., LEE,P.W.,FONVIELLE,F.D., “Mechanisms Involved in Securing Dense, Vitrified Ceramics from Pre-Shaped Partly Crystalline Bodies”, *J Am Ceram Soc*, v.41, pp.304-308, 1958.
- 37 – WEINSTEIM, M., KATZ, S., WEINSTEIN, A.B., “Fused Porcelain-to-Metal Teeth”, US PATENT 3052, 982, 1962.
- 37 - KELLY, J.R., CAMPBELL, S.D., BOWEN, H.K., “ Fracture-Surface Analysis of Dental Ceramics – *J Prosthetic Dentistry*, v. 62, n.5, pp. 536-541, 1989.
- 38 - SADOWSKY, S.J., “An Overview of Treatment Considerations for Esthetic Restorations: A Review of The Literature”, *J Prosthetic Dentistry*, v. 96, n.6, pp. 433-442, 2006.
- 39 – MCLEAN, J.W. “ The Science and Art of Dental Ceramics” vol.I , Quintessence Publishing Co., Inc, Chicago , 1979.
- 40 - MCLEAN, J.W. , HUGHES, T.H., “The Reinforcement of Dental Porcelain with Ceramic Oxides “, *Br Dent J*, v. 119, pp. 251-267, 1965.
- 41 – SEGHI, R. R., DENRY,I.L., ROSESTIEL,S.F., “ Relative Fracture Toughness and Hardness of New Dental Ceramics - *J Prosth Dent* v. 74 , pp. 145-150, 1995.

42 – KERN, M., DOUGLAS, W.H., FECHTIG, T., STUB,J.R., DELONG, R., “ Fracture strength of All-Porcelain, Resin-Bonded Bridges After Testing in an Artificial Oral Environment”, *J Dent* , v.21, pp. 117-121, 1993.

43 - CRONIN, R.J., CAGNA, D.R.” An Update on Fixed Prosthodontics”, *J Am Dental Assos*, v.128, pp.425-436, 1997.

44- BINDL, A., MORMANN,W.H., “ An Up to 5-Yaer Clinical Evaluation of Posterior In Ceram CAD/CAM Core Crown “, *Int J Prosthodont* , v. 15, pp. 451-456, 2002.

45 - ROSENBLUM, M.A., SCHULMAN, A., “ A Review of All-Ceramic Restorations”, *J Am Dental Assos* v.128, pp.297-307, 1997.

46 – POUJADE, J.M., ZERBIB, C., SERRE, D.”Céramiques Dentaires” *EMC Dentisterie* , v.1, pp. 101-117, 2004.

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

48 - CASTRO, R. H. R.” *Estudo da influência de aditivos na transformação de fase gama-alfa da alumina*”, 109p. Tese de D.Sc., Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo. 2005.

49– ANDAKU, M.A., CARREIRA, A.J., VIEIRA, D., “ Próteses livres de metal em porcelana – Reabilitação de espaços protéticos”, *Rev Eletronic Dental Special, J Am Dent Assoc*, disponível em março 2002, www.dentalspecial.com.br

50 – TYSZBLAT, M. “Process for the Preparation of a Dental Prosthesis by Slight Solid Phase Fritting of a Metal Oxide Based Infrastructure”, *United States Patent* nº 4,772,436, USA, September 20, 1988.

51 - SADOUN, M. Slip cast alumina ceramics, *GC International Conference on Dental Ceramics*, Leeds Castle, Inglaterra, Setembro, 1989.

52 – PELLETIER, L.B., GIORDANO, R.A., CAMPBELL, S.D., POBER, R.L., “ Dimensional and Compositional analysis and die material” (Abstract n.1180), *J Dent Res* (Special Issue), v.71, pp.253, 1992.

53 - LOS ALAMOS NATIONAL LABORATORY, Periodic Table of the Elements, disponível em < <http://periodic.lanl.gov/>>, acesso em Janeiro de 2006.

54 - WINTER, M., WebElements™ Periodic table (professional edition), disponível em <<http://www.webelements.com>>, acesso em janeiro de 2006.

55 – LEE, S.J., KRIVEN, W.M., “Shrinkage-Free, Alumina-Glass Dental Composites via Aluminium Oxidation”, *J Am Cer Soc*, v.80, n.8, pp.2141-2147, 1997.

- 56 – BOIS, L., L., BARRÉ,N., GUITTEET, M.J. S., TROCELLIER, P., GAUTIER-SOYER, M., VERDIER, P., LAURENT, Y., “Aqueous Corrosion of Lanthanum Alumino-Silicate Glasses: Influence of Inorganic Anions” , *Journal of Nuclear Materials*, v. 300, pp. 141-150, 2001.
- 57 – SILVA, R.C., *Influência do Processamento de Infiltração na Resistência a Flexão e na Microestrutura do Compósito Alumina-Vidro de Lantânio* , Dissertação de Mestrado,COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2006.
- 58 - GIORDANO, R. A., PELLETIER, L., CAMPBELL, S., POBER, R., “ Flexural Strength of an Infused Ceramic, Glass Ceramic e Feldspathic Porcelain”, *J Prosthetic Dentistry*, v. 73, n.5, pp. 411-418, 1995.
- 59 – SCHERRER,S.S., De RIJK, W.G., BESEL, U.C.,” Fracture Resistance of Human Enamel and Three All-Ceramic Crown Systems on Extracted Teeth”, *Int J Prosthodont* v.9, n.6, pp. 580-585, 1996.
- 60 – SEGAL, B.S., “Retrospective Assessment of 546 All-Ceramic Anterior and Posterior Crowns in a General Practice”, *J Prosth Dent* v. 85, n.6, , pp. 544-550, 2001.
- 61 – SORENSEN, J.A., KANG, S.K., TORRES, T.J., KNODE, H., “In Ceram Fixed Partial Dentures: Three-Year Clinical Trial Results”, *J California Dental Assoc*, march, 1998.

62 – GARVIER, R.C., , HANNIK, R. H., , PASCOE, R. T.,- Ceramic steel ? Nature 1975:
In : STEVENS, R., “ *Zirconia and Zirconia Ceramics.*”, 2^a Ed. Twickenham: Magnesium
Elektron, (Magnesium Elektron Publication, n.113), 1986.

63- STEVENS, R.” Zirconia: Second Phase Particle Transformation Toughening of
Ceramics”, *British Ceramics.*, n. 80, n.4, p.81-85, 1981.

64 - JANSEN, S. R., WINNUST, Y. J. H. E.; VERWEIJ, H.; VAN DER VARST, P.G.;
WITH, G D. Effects of Grain Size and Ceria Addition on Ageing Behaviour and
Tribological Properties of Y-TZP Ceramics.. *Journal of the European Ceramic Society*,
v. 18, n.4, p.557-563, 1998.

65 - HIRANO, M.; WATANABE, S.; KATO, E.; MIZUTANI, Y.; KAWAI, M.; NAKAMURA,
Y., “ Fabrication, Electrical Conductivity and Mechanical Properties of Sc₂O₃-Doped
Tetragonal Zirconia Ceramics”. *Solid State Ionics*, v.111, n.1, pp.161-169, 1998.

66 - LIU, D. M.,” Adsorption Rheology, Packing, and Sintering of Nanosize Ceramic
Powders”, *Ceramics International*, v.25, n.3, pp.107-113, 1999.

67 – BASU, B., VLEUGELS, J., DIERICKX, D., VAN DER BIEST, O., On controlling
toughness of zirconia ceramics – Bélgica – disponível em <
<http://www.home.iit.ac.in/~bikram/cimt> >

68 - SCOTT, M. G., " Phase Relationships in the Zirconia-Yttria System " *J Mater Sci*; v.10, p. 1527-35, 1975.

69 – TAKADORO, S.K., MUCCILLO,E.N.S., " Zircônia Tetragonal Policristalina. Parte I: Síntese e Caracterização", *Cerâmica*, v.46, n.300, oct./nov./dec., 2000.

70 - LI, L., VAN DER BIEST, O., WANG, P.L., VEUGELS, J., CHEN, W.W., HUANG, S.G., " Estimation of the Phase Diagram for ZrO_2 - Y_2O_3 - CeO_2 System , *J Eur Ceram Soc*, v. 21, pp. 903-910, 2001.

71 – TANI, E., YOSHIMURA, M., KOURA, T., SOMIYA, S., " Revised Phase Diagram of the System ZrO_2 - CeO_2 ", *Journal of the American Ceramic Society*, v.66, pp. 506-520, 1983.

72 – SHARMA, S.C., GOKHALE, N.M., DAYAL, R., LAL, R., " Synthesis, Microstructure and Mechanical Properties of Ceria Stabilized Tetragonal Zirconia Prepared by Spray Drying Technique", *Bull Mater Sci* , v.25, pp. 15-20, 2002.

73 - GREGORI, G. , BURGER, W., SERGO, V. – Piezo-Spectroscopic Analysis of the Residual Stresses in Zirconia-Toughened-Alumina Ceramics : The influence of the tetragonal to monoclinic transformation – *Mat Sci Eng*; v.1, pp. 401-406, 1999.

74 - DE AZA, A. H.; CHEVALIER, J.; FANTOZZI, G., SCHEHL, M., TORRECILLAS, R., "Crack Growth Resistance of Alumina, Zirconia and Zirconia Toughened Alumina Ceramics for Joint Prostheses", *Biomaterials*, v.23, n.3, pp. 937-945, 2002.

75 - OLIVEIRA, A. C. C., "Desenvolvimento de compósito cerâmico nanoestruturado de ZrO_2 - Y_2O_3 - CeO_2 com tamanho e quantidade de poros controladas para aplicação em sistemas de refrigeração de satélites" In: BECK, H., Estudo das Cerâmicas de ZrO_2 - CeO_2 - Al_2O_3 Consolidadas por Infiltração e Sinterização na Presença de Vidro Visando Aplicações Estruturais", Dissertação de Mestrado, Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE) São José dos Campos, SP, Brasil, 2006.

76 - MOFFAT, W.C., CORTEZZI, P., WHITE, P., BOWEN, H. K., " *Alternative Processing Technologies for Alumina- Zirconia Composites*", In: MANGALARAJA, R.V., CHANDRASEKHAR, B.K., MANOHAR, P., "Effect of Ceria on Physical, Mechanical and Thermal Properties of Yttria Stabilized Zirconia", *Mat Sci Eng*, pp. 1-5, 2002 .

77 – KERKWIJK, B., WINNUBST, A.J.A., VERWEIJ, H., MULDER, E.J., METSELAAR, H.S.C., SCHIPPER, D.J., "Tribological Properties of Nanoscale alumina-zirconia Composites", *Wear* 225-229 , p.1293-1302, 1999.

78 - CASELLAS, D., NAGL, M.M., LLANES, L., ANGLADA, M., " Fracture Toughness of Alumina and ZTA Ceramics: Microstructural Coarsening Effects" , *Journal of Materials Processing Technology*, v.143-144, pp. 148-152, 2003.

79 - SUAREZ, M.J., LOZANO, J.F.L., PAZ SALIDO, M.P., MARTINEZ, F., "Three-Year Clinical Evalution of In Ceram Zirconia Posterior FPDs", *Int J Prosthodont*, v.17, pp. 35-38, 2004.

80 - NOORT, R.V., "An Introduction to Dental Materials", 2nd edition, Mosby, Sheffield, UK, 2002.

81 - MCLAREN E. A., WHITE, S.N., "Survival of In-Ceram Crowns in a Private Practice: a Prospective Clinical Trial", *J Prosthet Dent*, v.83, n.2, pp. 216-222, 2000.

82 - QUINN, J.B., SUNDAR, V., LLOYD, I.K., "Influence of Microstructure and Chemistry on the Fracture Toughness of Dental Ceramics", *Dental Materials*, v.19, pp. 603-11, 2003.

83 - ROCHA, S.S., ANDRADE, G.S., SEGALLA, J.C.M., "Sistemas In Ceram de Infra-Estruturas Totalmente Cerâmicas", *Ver. Fac. Odontol.lins, Piracicaba*, v.16, n.1, pp. 7-12, 2004.

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

85 - MARSHALL, D. B; RITTER, J. E., " Reability of Advanced Structural Ceramics and Ceramic Matrix Composites – a review", *Am Ceramic Society Bulletin*, v.66, n.13, pp. 309-312, 1987.

86 - GROOT-ZEVERT, W.F.M.; WIIUBST. A.J.A.; THEUNISSEN, G.S.A.M.; BURGGRAAF, A. J., "Powder Preparation and Compaction Behavior of Fine Grained Y-TZP", *J Mat Sci*, v.25, n.1, pp.3449-3455,1990.

87 - RHODES, W. H., "Agglomerate and Particle Size Effects on Sintering Yttria-Stabilized Zirconia", *J Am Ceramic Society*, v.64, n.3, pp. 19-22, 1981

88 - CESAR, P. F. Tenacidade à Fratura e Microestrutura de Porcelanas Odontológicas. Tese de D.Sc., USP, São Paulo, SP, Brasil. 2002.

89 – OLHERO, S.M., FERREIRA, J.M.F., " Particle Segregation Phenomena Occuring During the Slip Casting Process ", *Ceramics Intern*, v.28, pp. 377-386, 2002.

90 - ZHANG, Y., BINNER, J., "Enhanced Casting Rate by Dinamic Heating During Slip Casting", *J Euro Ceramic Soc*, v. 22, pp. 135-142, 2002.

91- TAKAO, Y., HOTTA, T., NAITO, M., SHINOHARA, N., OKUMIYA, M., UEMATSU K. "Microstructure of Alumina Compact Body Made by Slip Casting", *J Euro Ceramic Society*, vol.22, pp. 397-401, 2002.

92 - SCHNEIDER, S.J., *Engineered Materials Handbook*. v. 4, USA, ASM International, 1991.

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

94 - TSENG, W.J., WU, C.H. "Sedimentation Rheology and Particle-Packing Structure

of Aqueous Al₂O₃ Suspensions”, *Ceramics International* vol. 29, pp. 821-828, 2003.

95 – ZACCHÉ, M.A.N., *Influência do Polimento/Jateamento na Tenacidade à Fratura de um ZTA Infiltrado com Vidro*, Dissertação de Mestrado, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2004.

96 – PRAES, E. P., SILVA, M.M., “Uma Revisão da Síntese de Pós Cerâmicos via Alcóxidos – Estudo de casos : Alcóxidos de Terras Raras – *Série tecnologia mineral*, Rio de Janeiro, nº 71 ; 1995.

97 - CUTLER, R. A.; REYNOLDS, J. R.; JONES, A. “Sintering and Characterization of Polycrystalline Monoclinic, Tetragonal, and Cubic Zirconia”, *J Am Ceram Society*, v. 75, n.8, pp. 2173-83, 1992.

98 - VAN DE GRAAF, M. A. C. G.; TERMAAT, J. H. H.; BURGGRAAF, A. J. “Microstructure and Sintering Kinetics of Highly Reactive ZrO₂- Y₂O₃ Ceramics”, *J Mat Sci*, v. 20, n. 4, p.1407-1418, 1985.

99 - SCHMIDSEDER, J. *Odontologia estética*. São Paulo: ArtMed, 2000.

100 - ANDERSON, O., “A New All-Ceramic Crown”, *Acta Scandinava*, v.53, n.1, pp. 53-63, 1993.

101 – BECK, H., *Estudo das Cerâmicas de CeO_2 - ZrO_2 - Al_2O_3 Consolidadas por Infiltração e Sinterização na Presença de Vidro Visando Aplicações Estruturadas*, Dissertação de Mestrado, INPE, São José dos Campos, SP, Brasil, 2006.

102 - VON STEYERN , P.V., JÖNSSON, O., NILMER, K., “Five-Year Evalution of Posterior All-Ceramic Three-unit (In Ceram) FPDs”, *Int J Prosthodont*, v.14, n.4, pp. 379-384, 2001.

103 - KELLY, J.R., “ *Perspectives on Strength* “, *Dental Material.*, v.11, pp. 103-110, 1995.

104 – GORMAN, C.M., MCDEVITT, W.E., HILL, R.G., “Comparison of Two Haet-Pressed All-Ceramic Dental Materials”, *Dental Materials*, v.16, pp.389-395, 2000.

105 - YOO, K-H, HA, J-S, “ An Effective Modeling of Single Cores Prostheses Using Geometric Techniques”, *Comp aided Design*, v.37, pp. 35-44, 2005.

106 - REN, C.Z., WU, Z.Y., JIN, X.M., WANG, C.J., XU, Q., “ A New Shaping Model for Green Ceramic Balls”, *J Mat Proc Tech*, v.129, pp. 423-426, 2002.

107 - ZHU, Q., DE WITH, G., DORTMANS, L.J.M.G., FEENSTRA, F., “ Near Net-Shape fabrication of Alumina Glass Composites”, *J Eur Cer Soc*, v.25, pp. 633-638, 2005.

108 - LIN, S.I-E., "Near Net Shape Forming of Zirconia Optical Sleeves by Ceramics Injection Molding", *Ceramics Inte* , v.27, pp. 205-214, 2001.

109 – ZHANG, D., SU,B., BUTTON, T.W., "Improvements in the Structural Integrity of Green Ceramic Microcomponents by a Modified Soft Moulding Process", *J Eur Ceramic Society*, v.27, pp. 645-650, 2007.

110 - LA CROIX, S.P., JOÃO, M., NÓBREGA, M.C., "Prensagem Uniaxial de Cerâmica Dental", *RBO - Rio de Janeiro*, v.56, n. 1, pp.20-28, 1999.

111 – 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*, v.14, n.3, pp.231-238, 2001.

112 - SCHWARTZ, H. "Application for Ceramic Materials and Processes", *Structural Ceramics*, v.14, n.8, pp. 8.1-8.85, 1992.

113 - XIA, B.; DUAN, L.; XIE, Y., " ZrO₂ Nanopowders Prepared by Low-Temperature Vapor-Phase Hydrolysis", *J Mat Science*, v.83, n.5, pp.1077-1080, 2000.

114 - CASELLAS, D., RÀFOLS, I., LLANES, L., ANGLADA, M., "Fracture Toughness of Zirconia-Alumina Composites", *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, v.17, pp. 11-20, 1999.

115 – MORAES, M.C.C.S.B., *Microestrutura e Propriedades Mecânicas de Compósitos Alumina-Zircônia para Próteses Dentárias*, Tese de D.Sc., IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2004.

116 - MARSHALL, D. B; RITTER, J. E. “Reability of Advanced Structural ceramics and Ceramic Matrix Composites – A Review”, *Am Ceramic Society Bulletin*, v.66, n.13, pp. 309-312, 1987.

117 - ROSENSTIEL, S.F., PORTER, S.S., “Apparent Fracture Toughness of Dental Porcelain with Metal Substructure”, *Dental Materials*, v.4, n.4, pp. 187-190, 1988.

118 - PIORINO, F.N. *Sobre as Variáveis que Afetam a Avaliação do Módulo de Ruptura em Ensaios de Flexão*, Dissertação de Mestrado– Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP, Brasil, 1990.

119 - AZA, A. H.; CHEVALIER, J.; FANTOZZI, G. “Slow-Crack-Growth Behavior of Zirconia-Toughened Alumina Ceramics Processed by Different Methods”. *J Am Ceramic Society*, v.86, n.1, pp. 115-120, 2003.

120 – GONG, J., WU, J., GUAN, Z., “Analysis of The Indentation size Effect on Apparent Hardness for Ceramics” , *Materials Letters*, v.38, pp. 197-201, 1999.

121 – VON SCHALCH, M., *Resistência à Flexão, Resistência à Tração Diametral e Dureza de Sistemas Cerâmicos para Infra-Estrutura*, Dissertação de Mestrado, Univ Estadual Paulista “Julio Mesquita Filho”, Araraquara, SP, Brasil, 2003.

122 – LIN, J.D., DUH, J.G., “ Fracture Toughness and Hardness of Ceria-and-Yttria-Doped Tetragonal Zirconia Ceramics”, *Chem Physics* , v. 78, pp. 253-261, 2002.

123 - MATSUZAWA, M., YAJIMA, N., HORIBE, S., “ Damage accumulation caused by cyclic indentation in zirconia ceramics”, *J Mat Sci*, v.34, pp.5199-5204, 1999.

124 - WHITNEY, E.D., “ Ceramic Cutting Tools”, cap. 7, pp.166, Noyes Publications, USA, 1994.

125 - OLIVEIRA, A.H.G.,” Relação Entre a Microestrutura e Módulo de Ruptura em Sistemas Cerâmicos Empregados em Prótese Odontológica Fixa”, Dissertação de Mestrado, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2002.

126 – INSLEY, G., TURNER, I., STREIGHER, R., “ The Next Generation Bearing – Zirconia Toughened Alumina”, *47 th Annual Meeting Orthopaedic Research Society* , 2001.

127 - HONDRUM, S.O., A review of the strength properties of dental ceramics , *Journal of Prosthet Dent*, v.67, n.6, pp. 859-865, 1992.

128 - KELLY, J.R., Perspectives on strength , *Dental Material.*, v.11, pp. 103-110, 1995.

129 – SCHERRER, S.S., DENRY, I.L., WISKOTT, A.H.W., Comparison of three fracture toughness testing techniques using a dental glass and a dental ceramic , *Dental Materials*, v.14, n.4, pp. 246-255, 1998.

130 - ALBAKRY, M., GUAZZATO, M., SWAIN, M.V., Fracture toughness and hardness evaluation of three pressable all-ceramic dental materials , *Journal of Dentistry*, v. 31, n.3, pp. 181-188, 2003.

131 - FISCHER, H., WEBER, M., MARX, R., Lifetime Prediction of All-ceramic Bridges by Computational Methods , *Journal of Dent Res.*, v.82, n.3, pp. 238-242, 2003.

132 – INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, Dental Ceramic ISO Standard 6872. Geneva: ISO, 1995.

133 - THOMPSON, V.P., REKOW, D.E., “Dental Ceramics and the Molar Crown Testing Ground”, *J Appl Oral Sci*, v.12, sp. Issue, pp. 26-36, 2004.

134 - DONG, X.D., DARVELL, B.W., “Stress Distribution and Failure Mode of Dental Ceramic Structures under Hertzian Indentation”, *Dental Materials*, v.19, pp.542-551, 2003.

135 – BAN, S., ANUSAVICE, K.J., “Influence of Test Method on Failure Stress of Brittle Materials”, *J Dent Res*, v.69, n.12, pp.1791-1799, 1990.

136- ANUSAVICE, K. J., HOJJATIE, B., “ Tensile Stress in Glass-Ceramic Crowns: Effects of Flaws and Cements Voids”, *Int Journal Prosthodont*, v.5, pp. 351-358, 1992.

137 – WHITE, S.N, MIKLUS, V.G., MCLAREN, E.A., LANG, L.A., CAPUTO, A.A., “Flexural Strength of Layered Zirconia and Porcelain Dental All-Ceramic System”, *J Prosth Dent* , v.94, n.2, pp. 125-131, 2005.

138 - HARRINGTON, Z., MCDONALD, A., KNOWLES, J., “An in Vitro Study to Investigate the Load of Procera AllCeram Crowns With Varius Thickness of Oclusal Veneer Porcelain”, *Int J Prosthodont*, v. 16, n.1, pp.54-58, 2003.

139 - WAGNER, W.C, CHU,T.M., “Biaxial Flexural Strength and Indentation Fracture Toughness of Three New Dental Core Ceramics”, *J Prosthet Dent* , v.76, n.2, pp.140-144, 1996.

140 - MALAMENT, K.A., SOCRANSKY, S.S, “Survival of Dicor Glass-Ceramic Dental Restorations over 14 Years: Part I. Survival of Dicor Complete Coverage Restorations and Effect of Internal Surface Acid Etching, Tooth position, Gender, and Age”, *J Prosthet Dent*, v. 81, pp. 23-32, 1999a

141 - MORRIS, D.R., KELLY, J.R., “Failure Loads of Bonded Ceramics Influenced by Hydrostatic Compressive Stresses”, *J Dent Res (AADR Abstracts)*, v.74, abstract 1666, pp.220, 1995.

142 - KELLY, J.R., "Clinically Relevant Approach to Failure Testing of All-Ceramic Restoration", ", *J Prosth Dent* , v.81, n.6, pp. 652-661, 1999.

143 - RASETTTO, F.H., DRISCOLL,C.F., PRESTIPINO,V., MASRI, R., VON FRAUNHOFER, J.A., "Light Transmission Through All-Ceramic Dental Materials: A Pilot Study", *J Prosth Dent* , v.91, n.5, pp.441-446, 2004.

144 - UCTALASI *et al.* " The Strength of a Heat-Pressed All-Ceramic Restorative Material", *J Oral Rehabil.*, v.23, n.4, pp.257-261, 1996.

145 - ABED, H., RAZZOOG, M., LANG, B., YAMAN, P., "The Effect off Alumina Core Thickness on the Fracture Resistance of. All-Ceramic Crowns", *Abstract 394, IADR* 1997.

146 - BICA, M.V.R., *Influência da espessura do corpo de prova sobre o valor da resistência à flexão por três pontos*, Dissertação de Mestrado, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2006 .

147 - HERFFERMAN, M.J., AQUILINO, S.A., DIAZ-ARNOLD, A.M., HASELTON, D.R., STANFORD, C.M., VARGAS, M.A., "Relative Translucency of Six All-Ceramic Systems. Part I: Core Materials", *J Prosth Dent* , v.88, n.1, pp. 4-9, 2002.

148 - ZENG, K., ODÉN, A., ROWCLIFFE, D., " Evaluation of Mechanical Properties of Dental Ceramic Core Material in Combination with Porcelains", *Int J Prosthodont*, v.11, n. 2, pp. 183-189, 1998.

149 – HIGGS, W.A.J., LUCKSANASOMBOOL, P., HIGGS, R. J. E. D., SWAIN, M. V.,
 “Evaluating Acrylic and Glass-Ionomer Cement Strength Using the Biaxial Flexure
 Test”, *Biomaterials* v.22, p. 1583-1590, 2001.

150 - CATTELL, M.J., CLARKE, R.L., LYNCH, E.J.R., “The Transverse Strength,
 Reliability and Microstructural Features of Four Dental Ceramics”, *J Dent*, v.25, n.5,
 pp. 399-407, 1997.

151 - ZENG, K., ODÉN, A., ROWCLIFFE, D., “Flexural Tests on Densely Sintered High
 Purity Alumina”, *Int J Prosthodont*, v.9, n. 5, pp. 434-439, 1996.

161 - BONA, A.D., ANUSAVICE, K.J., DEHOFF, P.H., “Weibull Analysis and Flexural
 Strength of Hot-Pressed Core and Veneered Ceramic Structure”, *Dent Mater*, v.19, pp.
 662-669, 2003.

162 - MENEGAZZO, A.P. M., PASCHOAL, J. D. A., ANDRADE, A.M., CARVALHO, J.C.,
 GOUVÊA, D., “Avaliação da Resistência Mecânica e Módulo de Weibull de Produtos Tipo
 Grês Porcelanato e Granito” *Ceram Indust* , v.7 , pp. 24-32 , 2002.

163 – BOTTINO, M., A., et al., Estética em reabilitação: metal free, Artes Médicas, 1ª
 Edição, São Paulo, 2000.

164 - CRAIG, R.G., POWERS, J.M., Materiais Dentários Restauradores, Livraria e
 Editora Santos, 11ª edição, São Paulo, 2004.

165 - APHOLT, W., et al., Flexural strength of Cerec 2 machined and jointed In-Ceram Alumina and In-Ceram Zirconia bars , *Dental Materials*, v.17, pp.260-7, 2001.

166 – RAIGRODSKI, A.J., “Contemporary Materials and Technologies for All-Ceramic Fixed Partial Dentures: A Review of Literature”, *J Prosth Dent* , v.92, n.6, pp. 557-562, 2004.

167 – CHONG, K-H., CHAI,J., TAKAHASHI, Y., WOZNIAK, W., “Flexural Strength o In Ceram Alumina and In Ceram Zirconia Core Materials”, *Int J Prosthodont*, v.15, n. 2, pp. 183-189, 2002.

168 – GUAZZATO, M., ALBAKRY, M., SWAIN, M.V., IRONSIDE, J.V., “ The Mechanical Properties of In Ceram Alumina and In Ceram Zirconia”, *Int J Prosthodont*, v.15, n. 4, pp. 339-346, 2002.

169 – SEGHI, R.R., SORENSEN, J.A., “Relative Flexural Strength of Six New Ceramic Materials”, *Int J Prosthodont*, v.8, n. 3, pp. 239-246, 1995.

170 – ITINOCHE, M.K., OYAFUSO, D.K., MIYASHITA, E., ARAÚJO, M.A.J.,BOTTINO, M.A., “ Avaliação da Influência da Ciclagem Mecanica na Resistência à flexão de Ceramicas”, *Cienc Odontol Bras*, v.7, n.2, pp. 47-54, 2004.

171 – GUAZZATO, M., ALBAKRY, M., QUACH, L., SWAIN, M.V., “Influence of Surface and Heat Treatments on Flexural Strength of Glass-infiltrated Alumina/Zirconia-Reinforced Dental Ceramic” , *Dental Materials*, v.21, pp. 454-463, 2005.

172 - KOSMAC, T., OBLACK, C., JEVNIKAR, P., FUNFUK, N., MARION, L., “ The Effect of Surface Grinding and Sandblasting on Flexural Strength and Reliability of Y-TZP Zirconia Ceramic , *Dental Materials*, v.15, n.6, pp. 426-433, 1999.

173 – FILSER, F., KOCHER, P., WEIBEL, F., LUTHY, H., SHARER, P., GAUCKLER, L.J., “ Realibility and Strength of All-Ceramic Dental Restoration Fabricated by DCM” *Inter J Comput Dent* , v. 4 : 89-106, 2001.

174 - VITA, Product Information for VITA In Ceram Classic ZIRCONIA: Chemical Data, disponível em <http://www.vita-in-ceram.de/em/media/phy_zirconia.pdf> acesso em dezembro de 2005^a.

175 - VITA, Product Information for VITA In Ceram Classic ZIRCONIA: Physical Data, disponível em <http://www.vita-in-ceram.de/em/media/chem_zirconia.pdf>, acesso em dezembro de 2005^b.

176 - Vita Zahnfabrik – *Catálogo do Sistema InCeram Zirconia*, manual fornecido pelo fabricante.

177 – SULLIVAN, J.D., LAUZON,P.H., “Experimental Probability Estimators for Weibull Plots”, *J Mat Sci Letters*, v.5, pp. 1245-1247, 1986.

178 - BUSH, D.R., “Designing Ceramic Components for Structural Applications”, *J Mat Eng Performance*, v.2, n.6, pp.851-862, 1993.

179 - BLATZ,M.B. "Long-Term Clinical Success All-Ceramic Posterior Restorations".
Quintessence Int., v.33, n.6, p.415-426, 2002.

180 - WISKOTT,H.W.A.; NICHOLLS,J.I.; BELSER,U.B., "Stress Fatigue: Basic
Principles and Prosthodontic Implications", *Int. J. Prosthod.*, v.8, n.2, p.105-116, 1995.

181 - RITTER,J.E. "Predicting Lifetimes of Materials and Materials Structures", *Dent.
Mater.*, n.11,p.142-146, 1995.