

CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA E MICROESTRUTURAL DE ALUMINA  
INFILTRADA POR VIDRO OBTIDA POR DIFERENTES ROTAS DE  
PROCESSAMENTO

Alessandra Barbejat

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 MESTRE EM CIÊNCIAS  
EM ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS.

Aprovada por:

---

Prof. Flávio Teixeira da Silva, D.Sc.

---

Prof. Hélio Rodrigues Sampaio Filho, D.Sc.

---

Prof<sup>a</sup>. Kátia Regina Hostílio Cervantes Dias, D.Sc.

---

Prof<sup>a</sup>. Maria Cecília de Souza Nóbrega, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ-BRASIL  
JUNHO DE 2004

BARBEJAT, ALESSANDRA

Caracterização mecânica e microestrutural  
de alumina infiltrada por vidro obtida por diferentes  
rotas de processamento [Rio de Janeiro] 2004.

XI 77p. 29,7cm (COPPE/UFRJ, M.Sc.,  
Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2004.)

Tese- Universidade Federal do Rio de  
Janeiro, COPPE/PEMM

1. Cerâmicas Odontológicas
2. Processamento Cerâmico
3. Colagem por Barbotina

I.COPPE/UFRJ II. Título (série)

## AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus acima de tudo.

Aos professores Flávio Teixeira da Silva e Hélio Rodrigues Sampaio Filho pela dedicada e incansável orientação.

Aos professores Tsuneharu Ogasawara e Maria Cecília de Souza Nóbrega pelos ensinamentos.

À professora Kátia Regina Hostílio Cervantes Dias, pelo constante apoio e prontidão.

Ao Centro de Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia da UERJ, onde foram realizados os ensaios mecânicos e análise estatística.

Ao técnico em prótese dentária Cassius Sleier pela dedicação e colaboração durante a etapa de confecção dos corpos de prova.

Aos técnicos do Laboratório de Microscopia Eletrônica de Varredura do PEMM/UFRJ e da UERJ.

Ao funcionário Vicente Silva do INCQS (Instituto Nacional de Controle e Qualidade em Saúde – FIOCRUZ) pela confecção do padrão em aço inoxidável e extrator de teflon de acordo com as normas do InMetro.

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

CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA E MICROESTRUTURAL DE ALUMINA  
INFILTRADA POR VIDRO OBTIDA POR DIFERENTES ROTAS DE  
PROCESSAMENTO

Alessandra Barbejat

Junho/2004

Orientadores: Flávio Teixeira da Silva  
Hélio Rodrigues Sampaio Filho

Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais

O objetivo desta tese foi avaliar a correlação entre as condições de processamento e a resistência à flexão de alumina infiltrada por vidro utilizada em odontologia.

Foram avaliadas diferentes rotas de processamento à luz dos processos comerciais denominados *In-Ceram Alumina* e *In-Ceram Sprint*. Foram realizadas quatro rotas de processamento, partindo de uma barbotina de alumina:

- 1- Processamento adotado na rota *In-Ceram Alumina*
- 2- Processamento adotado na rota *In-Ceram Sprint*
- 3- Associação das duas rotas – Utilização de gesso da rota *Sprint* e ciclo de secagem/sinterização da rota *In-Ceram Alumina*
- 4- Associação das duas rotas – Utilização de gesso da rota *In-Ceram Alumina* e ciclo de secagem/sinterização da rota *Sprint*

Os corpos de prova foram confeccionados de acordo com a norma ISO 6872 para especificações técnicas de materiais dentários. Como relatado anteriormente, foram utilizados dois ciclos distintos de sinterização parcial da alumina e dois tipos de gesso, conforme as normas de processamento sugeridas pela *Vita Zahnfabrick*, sendo que os dois outros processamentos utilizados no trabalho foram realizados visando caracterizar a influência do tipo de gesso e do ciclo de sinterização na microestrutura e na resistência à flexão dos compósitos alumina-vidro. O ciclo de infiltração de vidro foi comum a todas as rotas.

Concluiu-se que o ciclo de secagem/sinterização da alumina e posterior etapa de infiltração de vidro tem uma influência marcante nas propriedades mecânicas e microestruturais. Mudanças no tipo de gesso utilizado na técnica da colagem por barbotina, influenciam de maneira significativa nas propriedades mecânicas da peça independentemente da rota de processamento adotada.

Abstract of Thesis presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirement for the degree of Master of Sciences (M.Sc.)

MECHANICAL AND MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF  
ALUMINA GLASS-INFILTRATED CERAMIC BODIES MADE BY DIFFERENT  
PROCESSING ROUTES

Alessandra Barbejat

Junho/2004

Advisors: Flávio Teixeira da Silva  
Hélio Rodrigues Sampaio Filho

Department: Metallurgical and Materials Engineering

The aim of this thesis was correlate the processing conditions with the flexural strength of alumina glass infiltrated used in dentistry.

Different processing routes were evaluated as recommended by the manufacture of *In-Ceram Alumina* and *In-Ceram Sprint*. Four processing routes were made beginning from an alumina slip:

- 1- *In-Ceram Alumina* processing route
- 2- *In-Ceram Sprint* processing route
- 3- Both processing routes association – use of *Sprint* route gypsum and drying/sintering cycle of *In-Ceram Alumina* route
- 4- Both processing routes association – use of *In-Ceram Alumina* route gypsum and drying/sintering cycle of *Sprint* route.

The test bodies were obtained according to ISO 6872 standard for technical specifications of dental materials. As related previously, were used two distinct cycles of partial sintering alumina and two types of gypsum, in agreement with the processing suggested by *Vita Zahnfabrik*, and the other two processing used in this work were realized in order to characterize the influence of gypsum type and drying/sintering cycle in microstructure and flexural strength of alumina-glass composites. The glass infiltration cycle was the same in all routes.

It was concluded that the drying/sintering cycle of alumina and posterior glass infiltration has a deeply influence in mechanical properties and microstructure. Changes in the gypsum type used in slip casting technique, influence in a significant manner the mechanical properties independently of the processing route.

## SUMÁRIO

1. Introdução	1
2. Cerâmicas Odontológicas - Histórico	4
2.1– Cerâmicas Reforçadas com Alumina	10
2.2 – Subestrutura de Alumina com Infiltração de Fase Vítreas	12
3. Colagem de Barbotina de Alumina – Sinterização Parcial de Alumina – Infiltração de Vidro – Fundamentos	16
3.1 – Colagem de Barbotina de Alumina	16
3.2 – Sinterização Parcial da Alumina da Alumina–Infiltração de Vidro	22
3.3 – Propriedades Mecânicas do Compósito Alumina - Vidro	24
4. A Técnica <i>In-Ceram Alumina</i> ® - Abordagem Odontológica	26
5. Materiais e Metodologia Adotada	31
5.1 –Materiais	31
5.1.1 – Materiais e Equipamentos Relacionados ao Kit <i>In-Ceram Alumina e In-Ceram Sprint</i> (Vita Zahnfabrik Bad Sackingen / Alemanha)	31
5.1.2 – Materiais e Equipamentos Adicionais	31
5.2 – Metodologia Adotada	32
6 – Resultados Obtidos	47
6.1 – Resultados de Ensaios de Resistência à Flexão	47
6.2 – Resultados de Microdureza Vickers	49
6.3 – Análise Microestrutural das Subestruturas de Alumina não Infiltradas e Infiltradas	50

6.3.1 – Microscopia Eletrônica de Varredura da Superfície das Subestruturas de Alumina não Infiltradas e Posteriormente Fraturadas	51
6.3.2 – Microscopia Eletrônica de Varredura das Subestruturas de Alumina Infiltradas e Posteriormente Fraturadas	52
6.3.3 – Microscopia Eletrônica de Varredura das Seções Polidas das Subestruturas de Alumina Infiltradas	53
6.3.4 – Microscopia Eletrônica de Varredura do Gesso Escaiola e <i>Sprint</i> após Cristalização	55
7 – Discussão dos Resultados	56
8 – Conclusões	69
9 – Referências Bibliográficas	70

## ANEXOS

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1: Barbotina aplicada sobre o molde de gesso refratário	28
Figura 2: Forno utilizado para sinterização	28
Figura 3: Infiltração do vidro de lantânio	28
Figura 4: Remoção do excesso de vidro	29
Figura 5: Subestrutura finalizada	29
Figura 6: Coroa Finalizada	29
Figura 7: Morfologia dos pós de alumina utilizados na confecção da subestrutura pelo sistema <i>In-Ceram Alumina</i>	33
Figura 8: Análise Térmica Diferencial do vidro de infiltração	34
Figura 9: Placa de vidro com dique em cera	36
Figura 10: Placa de vidro com dique em cera sobre vibrador	36
Figura 11: Gesso escaiola e gesso <i>Sprint</i> após vazamento sobre placa de vidro	36
Figura 12: Placa de gesso <i>Sprint</i> (azul) e placa de gesso escaiola (branco)	37
Figura 13: Recorte das placas de gesso com disco de carborundum	37
Figura 14: Placas de gesso recortadas	38
Figura 15: Padrão em aço inoxidável, extrator de teflon e base em cera para estabilizar placas de gesso	39
Figura 16: Placa de gesso no interior da base de cera para sua estabilização durante a aplicação da barbotina	39
Figura 17: Aplicação da barbotina dentro do padrão de aço inoxidável e sobre placa de gesso	40
Figura 18: Barbotina preenchendo padrão de aço inoxidável	40
Figura 19: Barra de alumina sobre placa de gesso após extração do padrão de aço inoxidável com extrator de teflon	40

Figura 20: Forno <i>Inceramat II</i> indicando ciclo de sinterização da técnica <i>In-Ceram Alumina</i> _____	41
Figura 21: Mistura do pó de vidro com água destilada e aplicação sobre barra de alumina parcialmente sinterizada. Suporte do forno <i>Inceramat II</i> com barras de platina que servirão de apoio para os corpos de prova _____	43
Figura 22: Barras de alumina com vidro de lantânio, antes da infiltração _____	43
Figura 23: Barras de alumina após infiltração de vidro _____	44
Figura 24: Equipamento EMIC MFDL 500 para ensaio mecânico _____	45
Figura 25: Ensaio mecânico de flexão de três pontos _____	46
Figura 26: Resistência à flexão média dentre os quatro grupos experimentais _____	48
Figura 27: Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura da alumina não infiltrada correspondente à técnica <i>In-Ceram Alumina</i> _____	51
Figura 28: Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura da alumina não infiltrada correspondente à técnica <i>In-Ceram Sprint</i> _____	51
Figura 29: Microscopia eletrônica de varredura da região de fratura de um corpo de prova submetido ao ciclo térmico <i>In-Ceram Alumina</i> e posteriormente infiltrado por vidro _____	52
Figura 30: Microscopia eletrônica de varredura da região de fratura de um corpo de prova submetido ao ciclo térmico <i>In-Ceram Sprint</i> e posteriormente infiltrado por vidro _____	52
Figura 31: Microscopia eletrônica de varredura via elétrons secundários da subestrutura de alumina infiltrada <i>In-Ceram Alumina</i> (grupo 1) _____	53
Figura 32: Microscopia eletrônica de varredura via elétrons secundários da subestrutura de alumina infiltrada <i>In-Ceram Sprint</i> (grupo 2) _____	53

Figura 33: Microscopia eletrônica de varredura via elétrons secundários da subestrutura de alumina infiltrada, processo conjugado ciclo térmico <i>In-Ceram Alumina/gesso Sprint</i> (grupo 3)	54
Figura 34: Microscopia eletrônica de varredura via elétrons secundários da subestrutura de alumina infiltrada, processo conjugado ciclo térmico <i>In-Ceram Sprint/gesso escaiola</i> (grupo 4)	54
Figura 35: Microestrutura do gesso após cristalização. Gesso escaiola (esquerda) e gesso Sprint (direita)	55

## ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 – Resistência à flexão de diferentes cerâmicas dentais _____	15
Tabela 2 – Defloculantes/ dispersantes comumente utilizados _____	18
Tabela 3 – Composição da frita de infiltração _____	27
Tabela 4 – Valores de densidade e superfície específica das partículas de alumina __	32
Tabela 5: Comparação entre os ciclos térmicos dos processos <i>In-Ceram Alumina</i> e <i>In-Ceram Sprint</i> _____	42
Tabela 6– Resultados de resistência à flexão dos quatro grupos de corpos de prova_	47
Tabela 7 – Múltiplas comparações dos testes de resistência à flexão pelo método de Tukey _____	48
Tabela 8 – Microdureza Vickers dos grupos 1, 2, 3, 4 _____	49

## 1.INTRODUÇÃO

A crescente demanda por uma odontologia estética de alta qualidade tem direcionado as pesquisas para as restaurações totalmente cerâmicas. Os materiais cerâmicos utilizados em odontologia devem possuir propriedades desejáveis como resistência mecânica, estética agradável e estabilidade química [1]. As inúmeras possibilidades de cor, transparência, translucidez e biocompatibilidade fazem das cerâmicas o material de escolha quando se deseja realizar coroas ou próteses parciais fixas com um compromisso estético e biológico [2].

Os materiais cerâmicos têm sua aplicação limitada porque suas propriedades mecânicas, em muitos aspectos, são inferiores às dos metais. O principal fator desfavorável das cerâmicas é a sua tendência à fratura frágil catastrófica que ocorre com mínima absorção de energia [3].

Na tentativa de compensar esta característica dos materiais cerâmicos, as porcelanas feldspáticas têm sido utilizadas há mais de 35 anos sobre subestruturas metálicas em restaurações metalocerâmicas [4]. Coroa metalocerâmica é o tipo de prótese fixa mais comumente prescrita para restauração de dentes anteriores; no entanto, a sua subestrutura é metálica e opaca, o que muitas vezes restringe a sua indicação nos casos onde a estética é o fator preponderante. Restaurações totalmente cerâmicas não possuem subestrutura metálica, permitindo maior transmissão de luz através da coroa, melhorando a cor e a translucidez da restauração [5]

O mercado odontológico possui grande variedade de coroas totalmente cerâmicas. No início, os sistemas cerâmicos tinham altos índices de falha, principalmente quando utilizados como coroas em dentes posteriores. Devido a esse fato, o desenvolvimento de novos materiais cerâmicos foi direcionado ao aumento da resistência mecânica. A tendência atual é a substituição da subestrutura metálica por uma subestrutura cerâmica que permita a associação da estética, biocompatibilidade e resistência mecânica.

Modificações de composição e da microestrutura dos materiais cerâmicos, principalmente com o acréscimo de alumina e zircônia e suas relações com propriedades mecânicas, têm tornado segura a prescrição deste tipo de restauração na prática odontológica [6].

Subestrutura de alumina porosa posteriormente infiltrada por fase vítrea conhecida como *In-Ceram Alumina*® (*Vita Zahnfabrik, D-79704 Bad Sackingen, Alemanha*) é uma cerâmica de alta resistência empregada na fabricação de coroas e próteses parciais fixas anteriores de até três elementos dentários. A alumina utilizada na técnica de colagem por barbotina e sinterizada a baixa temperatura, dá origem a uma subestrutura porosa, passível de manipulação e de uma subsequente etapa de usinagem. Essa subestrutura deverá ser posteriormente infiltrada com vidro de lantânio visando a sua densificação. A subestrutura infiltrada após polimento/jateamento é recoberta com uma cerâmica feldspática para conferir morfologia, função e estética de um dente natural [7].

Os sistemas *In-Ceram Alumina*® são comercializados pela venda de dois tipos de conjuntos próprios para produção da subestrutura de alumina. A técnica convencional denominada *In-Ceram Alumina* na qual se utiliza um ciclo térmico (secagem + sinterização parcial) de 10 horas e a técnica denominada *In-Ceram Sprint*, na qual o ciclo térmico (secagem + sinterização parcial) é reduzido para cerca de 2/3 da técnica convencional. Esta técnica, em princípio, possibilitaria uma redução no custo da restauração.

O objetivo da tese foi avaliar a correlação entre processamento, microestrutura e propriedades mecânicas de duas rotas de processamento, comercialmente utilizados na odontologia, denominados *In-Ceram Alumina* e *In-Ceram Sprint*, levando-se em consideração, principalmente, a influência do ciclo térmico de secagem/sinterização na resistência à flexão e nas alterações morfológicas da alumina durante a etapa de infiltração de vidro. As alterações na microestrutura da alumina em presença da fase líquida sinalizam para um mecanismo de dissolução/precipitação tipo Ostwald Ripening, dando origem a uma alumina de características anisotrópicas.

## 2 - CERÂMICAS ODONTOLÓGICAS - HISTÓRICO

A Odontologia moderna iniciou-se em 1728 quando Fauchard publicou um tratado descrevendo vários tipos de restaurações dentárias, incluindo um método para confecção de próteses totais feitas de marfim. Em 1792, De Chamant patenteou um processo para confecção de dentes de porcelana [4].

A primeira coroa totalmente cerâmica, recobrimo totalmente a coroa de um elemento dentário, usualmente conhecida por jaqueta, foi desenvolvida por Land em 1886. Durante muitas décadas, foi a mais estética restauração que a odontologia poderia oferecer. Utilizava cerâmica de alta temperatura de fusão, sem qualquer subestrutura para o seu suporte, que contava apenas com o dente preparado para suporte adequado, tendo como consequência altos índices de falha por fratura.[8]

Vines em 1958 desenvolveu um pó constituído de partículas finas de porcelana para sinterização a vácuo. Este fato deu início a uma nova era na odontologia, pois a granulometria do pó possibilitou a elaboração e escultura de uma coroa com maior translucidez. Na década de 1960, foram desenvolvidas sofisticadas técnicas que permitiam a construção da coroa com sua cor gerada internamente e não apenas pintada com pigmentos extrínsecos. Tanto o dentista quanto o protético começaram a se tornar mais atentos a suas restaurações de porcelana, em relação aos aspectos estéticos como transmissão de luz e mudanças no seu índice de refração [4,9].

Em 1962, M. Weinstein, S. Katz e A.B. Weinstein obtiveram a patente de uma restauração utilizando uma liga de ouro associada à porcelana. A restauração metalocerâmica tornou-se uma possibilidade real [9].

Outros métodos para obtenção de reforço da porcelana foram explorados nesta época, e a primeira técnica viável para confeccionar coroas reforçadas de alumina foi desenvolvida em 1963 por Mc Lean e Hughes, na Inglaterra. Em 1976, Mc Lean e Sced desenvolveram uma coroa de porcelana aluminosa reforçada com uma folha de platina. Este sistema foi comercializado sob o nome de *Vita Pt* (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha). No entanto, o custo e o tempo requerido para a confecção destas subestruturas porcelana-platina eram muito elevados [10].

Na tentativa de proporcionar suporte adequado à cerâmica e reduzir o custo das coroas metalocerâmicas, surgiram novas opções de subestruturas metálicas como a liga de níquel-cromo em substituição ao ouro. As principais desvantagens dessas ligas são a possibilidade de formação excessiva de óxidos, a dificuldade de acabamento e polimento e biocompatibilidade duvidosa. O berílio, um componente comum nessas ligas, utilizado para reduzir a formação de óxidos e melhorar a fusibilidade, é considerado um elemento cancerígeno, principalmente para os protéticos que podem vir a aspirá-lo. O níquel, por outro lado, pode provocar resposta alérgica em indivíduos sensíveis. [11]

Nos anos 1970, novas técnicas foram desenvolvidas para confeccionar coroas metalocerâmicas com porcelana de ombro (porcelana com resistência maior que a

porcelana aplicada sobre metal, utilizada sem suporte metálico na região mais visível da restauração dentária), melhorando a estética das restaurações metalocerâmicas, pois a subestrutura metálica não era aparente na região mais estética do elemento dentário. Essencialmente, a porcelana de ombro possui alta temperatura de fusão e aumento da resistência ao escoamento quando aquecida, ocorrendo mínima distorção após sinterização. Entretanto, o principal objetivo de eliminar a subestrutura metálica e substituí-la por uma cerâmica de alta resistência ainda estava para ser alcançado[9].

Nos últimos anos, houve um crescente interesse pelas restaurações isentas de metal, em virtude de sua otimização estética. Historicamente, entretanto, havia grande dificuldade de associar estética e resistência à fratura[12].

Dentro deste contexto, as pesquisas subsequentes concentraram-se na técnica de reforço estrutural das cerâmicas dentais, através da modificação de sua microestrutura. Os mecanismos que aumentam a resistência mecânica das cerâmicas, requerem a incorporação de uma segunda fase de produção de cristais para aumentar a energia necessária a propagação de trincas. A introdução de uma segunda fase à alumina, por exemplo, da zircônia (no caso da alumina tenacificada por zircônia denominada ZTA), a transformação tetragonal-monoclínica da zircônia que é acompanhada de aumento de volume da célula unitária, tenderá a gerar uma tensão compressiva na ponta da trinca promovendo o seu fechamento, o que acarretará um aumento significativo de sua tenacidade à fratura em relação à alumina [13].

Nos anos 1980 foi introduzido o sistema Dicor, que utiliza uma porcelana a ser fundida. Este material era composto de  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{MgF}_2$ , e de quantidades menores de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{ZrO}_2$  incorporadas para elevar a durabilidade e agentes fluorescentes para melhorar a estética. A alta taxa de fracassos nas regiões posteriores da boca, assim como o desenvolvimento de novos materiais mais resistentes, levou ao descarte deste produto [8].

Portanto, a maior contribuição das cerâmicas vítreas foi o reforço da microestrutura através de uma fase cristalina secundária. Na mais nova geração de cerâmicas resistentes para restaurações, os materiais compostos reforçados empregam uma ampla variedade de cristais de reforço. Dentre esses cristais de reforço, o principal é a leucita sob os nomes comerciais *Cerinate* (Den-Mat Corp, Santa Maria, CA), *IPS-Empress* (Ivoclar North America, Amherst, NY), *Optec HSP* (Jeneric/Pentron, Wallingford, CT), *Vita VMK 98* (Vident). Há ainda a sanidina sob o nome comercial *Mark II* (Vident) e o espinélio de magnésio sob o nome comercial *In-Ceram Spinell* (Vita Zahnfabrik) [8].

O sistema *IPS-Empress* utiliza uma cerâmica vítrea reforçada por leucita, prensada a uma temperatura de  $1150^\circ\text{C}$  e pressão de 0,4 MPa em um revestimento aglutinado por fosfato, formando uma subestrutura ou uma restauração total. Difere das cerâmicas vítreas anteriores por não necessitar um novo ciclo térmico para dar origem à formação dos cristais de leucita. Esses cristais são formados no interior da matriz vítrea

da porcelana feldspática no decorrer do ciclo de variações térmicas do sistema de injeção. (40-50%) [13,14].

Os sistemas CAD-CAM introduzidos recentemente na odontologia, referem-se ao sistema *Cerec* da Siemens. Neste sistema, o dentista faz um mapeamento do preparo dental com a ajuda de um computador. O material cerâmico usado neste sistema tanto pode ser uma cerâmica vítrea (*Dicor* MGC) como uma cerâmica feldspática (*Vitablock* MKII). A tecnologia CAD-CAM também é utilizada para usinagem de blocos cerâmicos com altas concentrações de alumina como no sistema *Procera*® [14]. Neste caso, o mapeamento é enviado à Suécia via Internet, lá usinado a partir de um bloco cerâmico denso, sendo posteriormente, retornado ao protético.

Outro sistema de usinagem é o *Celay*. Esta é uma máquina de usinagem de cópias que usa tipos similares de material cerâmico com reforço de alumina ou zircônia, mas não é monitorada por computador. Uma réplica em resina é confeccionada no modelo de gesso ou na boca do paciente. O processo é concluído entre 15 e 20 minutos, podendo também ser utilizado na usinagem de subestruturas de alumina porosa [14].

Dentre os critérios para seleção do material cerâmico estão estética, resistência, adaptação marginal, custo e facilidade de fabricação. *Dicor*, *IPS-Empress*, *In-Ceram Spinell* e *In-Ceram Alumina* são materiais que satisfazem a esses critérios em graus variados. A estética de cada sistema varia principalmente com o grau de translucidez.

A *Dicor* é considerada a mais translúcida, porém de resistência mecânica inferior a *IPS-Empress* ou ao *In-Ceram*. Já o *IPS-Empress* possui resistência mecânica intermediária entre a *Dicor* e o *In-Ceram Spinell*. *IPS-Empress* e *In-Ceram Spinell* são excelentes para os casos em que a dentição natural é muito translúcida e a resistência mecânica tem um valor intermediário. O *In-Ceram Alumina*, dentre todas as alternativas de confecção de subestruturas, é aquela que consegue aliar resistência mecânica, razoável translucidez e excelente estética. O *In-Ceram Zircônia* é ainda mais resistente, porém possui alta opacidade o que restringe a sua aplicação a regiões posteriores da boca. O sistema *Procera* que possui alumina densamente sinterizada, obtido utilizando-se o sistema CAD-CAM, é extremamente resistente, mas ainda possui um custo bastante elevado [14].

## 2.1 - CERÂMICAS REFORÇADAS COM ALUMINA

A dispersão de cristais de alta resistência e alto módulo de elasticidade em uma matriz vítrea pode vir a aumentar a resistência mecânica do material, desde que o coeficiente de expansão térmica da matriz vítrea seja similar a dos cristais. Com base neste conceito, Mc Lean e Hughes desenvolveram a primeira porcelana aluminosa para confecção de coroas. A resistência mecânica destas novas porcelanas era aproximadamente o dobro das porcelanas feldspáticas convencionais, sendo alcançada resistências à flexão superiores a 180 MPa [9].

Uma porcelana aluminosa de recobrimento foi desenvolvida para possuir um coeficiente de expansão térmica ligeiramente superior a da subestrutura de porcelana aluminosa. Essas porcelanas tornaram-se muito semelhantes aos dentes. Foram comercializadas a partir de 1966 sob o nome *Vitadur* (Vita Zahnfabrik) e ainda permanecem no mercado, recobrindo subestruturas como *In-Ceram* e *Procera* [9].

Como comentado anteriormente, os sistemas de cerâmicas reforçados com alumina, além de alta resistência mecânica, melhoram significativamente as características de reflexão da luz em uma coroa quando comparados com as restaurações convencionais metalocerâmicas [8].

Segundo Hench L [15], a alumina ( $Al_2O_3$ ) é utilizada em próteses de quadril e implantes dentários devido a sua excelente resistência à corrosão, boa biocompatibilidade e alta resistência mecânica. A maior parte de produtos de alumina são estruturas

policristalinas densas, obtidas utilizando-se grãos de alumina de granulometria fina, compactados e sinterizados a altas temperaturas. Neste caso, uma pequena quantidade de MgO (<0,5%) é utilizada como inibidor de crescimento de grão[15].

Uma alumina de alta pureza (97 a 99 %) requer uma temperatura de sinterização de 1.600 °C a 1.850 °C. No entanto, para uma mistura de 85% de alumina contendo sílica e outras adições, a temperatura de sinterização decresce para 1.500 °C, o que possibilita a utilização de fornos mais simples e mais baratos [16].

## 2.2 - SUBESTRUTURA DE ALUMINA COM INFILTRAÇÃO DE FASE VÍTREA

O processo *In-Ceram Alumina*® se refere a uma subestrutura porosa de alumina obtida através da técnica da colagem por barbotina, seguida de sinterização e posterior infiltração com vidro. A resistência à flexão do *In-Ceram Alumina* infiltrado com vidro pode atingir valores superiores a 600 MPa. É importante salientar que esta resistência depende da sinterização das partículas de alumina e do completo molhamento de sua microestrutura porosa durante a etapa de infiltração de vidro de lantânio [7].

A colagem por barbotina é a técnica de obtenção de uma peça moldada a partir de uma lama estável, na qual a solução aquosa é eliminada por forças de capilaridade durante a etapa de deposição sobre a superfície de um molde poroso. O material mais comumente utilizado na confecção do molde poroso é o gesso, devido à facilidade de conformação e ao seu baixo custo. Este processo, utilizado há mais de 200 anos na conformação de argila, foi posteriormente adotado em materiais que não apresentam plasticidade, como as cerâmicas odontológicas. Em 1910, Count von Schwerin mostrou que a alumina poderia se tornar conformável pela moagem em ácido [7,9].

No caso da alumina, a preparação da barbotina deve levar em consideração que a distribuição granulométrica da lama deve ser constituída de partículas de tamanho compreendido entre 1 e 5  $\mu\text{m}$ . Apenas uma pequena proporção pode exceder 20  $\mu\text{m}$ . O tamanho médio das partículas deve ser tal que assegure que as suas interações sejam

governadas por forças de superfície e não por força de gravidade. Porém, se a maioria das partículas for muito fina, torna-se difícil controlar a sua deposição [9].

Alterações no caráter iônico das partículas podem exercer uma considerável influência nas forças de interação e também causar uma brusca e indesejável mudança na viscosidade da lama. Dentro deste contexto, a utilização de dispersantes inorgânicos ou orgânicos, são fundamentais para garantir a estabilidade da lama. Adições de ligantes, por exemplo, polivinil álcool, são importantes para aumentar a resistência a verde das peças. [9].

No caso das cerâmicas odontológicas, Tyszblat desenvolveu um método para confecção de restaurações totalmente cerâmicas possuindo alta resistência e baixa contração resultante do processamento, utilizando o processo de moldagem por barbotina, seguido de sinterização parcial e infiltração de vidro [17,18].

A técnica foi desenvolvida por Tyszblat que a patenteou sob o marca comercial *In-Ceram Alumina*® (*Vita Zahnfabrik*). Pós de alumina parcialmente sinterizados e posteriormente infiltrados por um vidro de lantânio de baixa temperatura de fusão, produziram um compósito cerâmico de elevada resistência mecânica. Este compósito cerâmico no qual vidro fundido é infiltrado em uma estrutura porosa consolidada, envolve um processo de conformação denominado *near-net shape* (NNS). A baixa contração da peça durante a sinterização, essencial para a confecção de coroas dentárias, é fundamental para se conseguir uma adaptação adequada [17, 19, 20]. A infiltração do

vidro elimina quase todas as porosidades, que são locais potenciais para o início e propagação da trinca. Além disso, a diferença entre os coeficientes de expansão térmica da alumina e do vidro tende a produzir uma tensão compressiva na interface alumina-vidro, o que contribui para o aumento da resistência mecânica e da tenacidade a fratura da peça.[19,21].

O processo *In-Ceram Alumina* tem demonstrado excelente desempenho clínico, apresentando baixa percentagem de falha acima de 2 a 3 anos. No entanto, as propriedades das restaurações totalmente cerâmicas não são somente influenciadas pelo processamento, mas também são altamente dependentes da habilidade do protético [21]. Este sistema tem sido utilizado para a produção de coroas unitárias e próteses parciais fixas de até três elementos. Em um estudo *in vivo* Probster não relatou falhas em 61 coroas totais após 35 meses de acompanhamento [22,23].

Testes não destrutivos para estimar a resistência à flexão de 13 diferentes tipos de cerâmicas dentais mostraram que o *In-Ceram Alumina* apresentou resistência à flexão superior a de 300 MPa. Este material foi o que obteve a maior resistência, quando comparado com os outros materiais testados incluindo *Cerec*, *IPS-Empress*, *In-Ceram Spinell* [24].

A tabela 1 ilustra, em termos comparativos, a resistência à flexão do *In-Ceram alumina* (400 MPa) em comparação a diferentes cerâmicas dentais [25].

Cerâmicas Dentais	Resistência (MPa)
Porcelana feldspática	70-120
Porcelana aluminosa	150
Alumina espinélio de magnésio	140
Cerâmica vítrea com apatita	50-150
Cerâmica vítrea com mica	100-240
Compósito vidro alumina	400

Tabela 1 – Resistência à flexão de diferentes cerâmicas dentais

Resistências à flexão do *In-Ceram Alumina* atingindo valores da ordem de 600 MPa, dependem da intensidade da sinterização parcial da alumina e do completo molhamento da subestrutura pelo vidro de lantânio infiltrado [26].

As propriedades mecânicas do *In-Ceram Alumina* podem ser melhoradas pela adição de óxido de zircônia. A adição de 33% de óxido de zircônia pode aumentar a resistência à flexão para valores superiores a 750 MPa[26].

### 3. COLAGEM DE BARBOTINA DE ALUMINA - SINTERIZAÇÃO PARCIAL DA ALUMINA - INFILTRAÇÃO DE VIDRO - FUNDAMENTOS

#### 3.1- Colagem de Barbotina de Alumina

Colagem de barbotina é um processo econômico largamente utilizado para produzir formas complexas de materiais cerâmicos. As aplicações são diversas, incluindo artigos de arte, sanitários, implantes, restaurações dentárias e componentes para engenharia. Consiste numa suspensão coloidal de um pó cerâmico misturado a um líquido (normalmente água). A barbotina é aplicada sobre um molde permeável (normalmente gesso). A sucção capilar do molde faz com que o líquido seja absorvido pelo molde e uma camada densa de partículas seja depositada contra as paredes do molde [27,28,29].

Se as lamas forem estabilizadas em meio ácido ou alcalino, a deterioração dos moldes de gesso pode ocorrer. Em consequência, a sua superfície pode se alterar quando em contato com a lama, alterando a sua permeabilidade. Agentes utilizados para favorecer a remoção da peça do molde de gesso são geralmente utilizados. Dentre esses agentes um dos mais utilizados é o alginato de amônio ( $C_6H_7O_6.NH_4$ ), que é solúvel em água e, portanto, não interfere na permeabilidade do molde. No processo *In-Ceram Sprint*, é utilizada uma mistura de glicerina e ácido silícico, denominada *Insulation Gel* [28,30].

Defeitos aleatoriamente distribuídos em localização e tamanho pelos corpos cerâmicos, podem vir a causar diferentes níveis de queda de resistência mecânica em diferentes partes de um mesmo corpo cerâmico. Deformação durante a sinterização é um dos mais sérios problemas desse processamento [31].

Possivelmente, a origem deste problema é o empacotamento anisotrópico das partículas do pó no corpo a verde, o qual é inerente ao processamento. Partículas de forma alongada, típicas de pós produzidos industrialmente, devem desenvolver este tipo de textura anisotrópica sob condições de tensão durante o processamento [32].

O caráter químico da superfície das partículas é um fator dominante no processo colagem por barbotina, porque regula as forças de atração e repulsão entre as partículas, refletindo diretamente na reologia da barbotina e na evolução da sua microestrutura. O controle químico da superfície, enquanto são preparadas lamas concentradas (> 60% de sólidos) de baixa viscosidade, é um requisito fundamental no processo de colagem por barbotina, visando acelerar o processo e aumentar a resistência a verde das peças [33].

Defloculante é um termo utilizado para polieletrólitos inorgânicos e dispersante para macromoléculas orgânicas. Flocculação e deflocculação são processos reversíveis em função de alterações no balanço eletrolítico e no pH da suspensão. Polieletrólitos atuam por modificação das características superficiais da partícula, fazendo com que as forças de repulsão superem as forças de atração de van der Waals [31,32]. A tabela 2 ilustra exemplos de defloculantes e dispersantes comumente utilizados [33].

Defloculantes	Dispersantes
Inorgânico	Orgânico
Carbonato de sódio	Poliacrilato de sódio
Silicato de sódio	Poliacrilato de amônio
Borato de sódio	Citrato de sódio
Pirofosfato tetrassódico	Succinato de sódio
	Tartarato de sódio
	Polisulfonato de sódio
	Citrato de amônio

Tabela 2: Defloculantes/Dispersantes comumente utilizados

Wolf WD et al [25] utilizou em seu estudo de restaurações odontológicas uma mistura com 55% em peso de pó de alumina e 0,05% de ácido cítrico. Partículas de alumina de granulometria média de 3 $\mu$ m foram dispersas ajustando o pH da lama com tetrametilamônio.

Vários polieletrólitos são utilizados para estabilização de lamelas de alumina e zircônia em meio aquoso: polimetil-acrilato – normalmente referidos por seus nomes comerciais como *Darvan* (R.T. Valderbilt Co., Norwalk, CT, USA) e *Dolapix* (Zschimmer & Schwarz GmbH & Co, Lahnstein, Alemanha). O tipo de dispersante a ser utilizado num determinado processamento cerâmico, bem como a concentração ideal do mesmo, deve ser levantada experimentalmente [34,35].

Estudo realizado por Cesarano et al [36] mostrou que o pH da lama de alumina influencia na atuação do polieletrólito como dispersante. Para valores de pH maiores que 8,5, as partículas de alumina tornam-se negativamente carregadas favorecendo a dispersão; para pH menor que 4,0 a ação do dispersante é menos eficaz [35].

Para a maioria dos óxidos metálicos utilizados em meio aquoso, é possível obter-se uma boa dispersão das partículas aumentando o pH para valores superiores a 10, o que proporcionará às partículas um carregamento suficientemente elevado. No entanto, a alumina, parece dispersar melhor em pH baixo (pH 4), podendo haver nesta faixa de pH, dissolução da alumina [34].

Hexametáfosfato de sódio ou polifosfato de sódio (Calgon) são considerados dispersantes adequados para a maioria dos materiais inorgânicos. Estes dispersantes são sólidos que rapidamente se dissolvem em água, e são geralmente acrescentados em torno de 1% de peso do sólido [35].

Uma forma de quantificar a dispersão da lama de alumina em meio aquoso é através de uma medida indireta da estabilidade da dispersão denominada potencial zeta. Quanto maior o potencial zeta, mais estável será a dispersão. Valores baixos de potencial zeta indicam instabilidade da suspensão que pode levar à aglomeração [37,38].

O potencial zeta depende do pH, da força iônica e da concentração de dispersante. O pH para o qual o potencial zeta é zero é denominado ponto isoelétrico (IEP). O ponto isoelétrico é uma medida muito importante e está relacionada à estabilidade da suspensão [39,40]. O ponto isoelétrico da  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  em água tem sido relatado como sendo 9-9,5 [41,42].

Tseng e Wu [39] investigaram a influência do pH na dispersão de partículas de alumina e na estabilidade da lama em meio aquoso. Lamas em pH2 promoveram um empacotamento mais denso na colagem da barbotina; em contraposição, em pH11, as partículas de alumina tenderam a aglomerar-se desestabilizando a suspensão.

Parish [33] relatou que a faixa ideal de pH para a colagem de barbotina de alumina situou-se entre 6,8 e 10,9, utilizando hidróxido de tetrametilamônio como dispersante.

Um parâmetro do processamento cerâmico que pode influenciar o empacotamento das partículas durante a aplicação da barbotina, é a composição e a estrutura dos moldes de gesso [43,44]. O gesso consiste basicamente de um sulfato de cálcio dihidratado. O teor de água utilizado na preparação dos modelos de gesso influencia a velocidade de absorção da água, o que pode influenciar a resistência a verde da peça [45,46].

A utilização de diferentes tipos de gesso para confecção de subestruturas de alumina pela técnica da colagem de barbotina, mostrou não haver produzir diferença significativa da resistência à flexão da alumina a verde e após a sinterização parcial, em função da variação da composição dos moldes de gesso [47,48,49].

A etapa de secagem das peças deve levar em consideração o mecanismo de migração capilar do líquido, para onde ocorre a evaporação e transporte de vapor através dos poros. O processo de secagem é considerado como ocorrendo em três estágios em função da taxa de secagem. No primeiro estágio, o líquido é removido do material saturado por evaporação da superfície externa. No segundo estágio, observa-se uma constância na taxa de secagem. No terceiro estágio observa-se uma diminuição da taxa de secagem [34,49].

Contração das peças pode ocorrer durante a etapa de secagem, à medida que o líquido no interior dos poros for sendo eliminado e a distância interpartícula for decrescendo. A contração da peça pode ser reduzida se a peça verde contiver um menor teor de água. No caso da colagem de barbotina, uma grande parte da água fica retida no gesso, dando origem a uma peça verde com menor teor de água e conseqüentemente com menor contração durante a secagem [34,35].

### 3.2 – Sinterização Parcial da Alumina – Infiltração de Vidro

Durante o processo de sinterização, densificação e crescimento de grão, formação ou transformação de fases podem acontecer simultaneamente. As características finais das cerâmicas são determinadas pela natureza e interação dessas fases na microestrutura final. Qualquer não homogeneidade de composição local, tamanho de grão, estrutura de interface e porosidade, pode levar a um comportamento imprevisível e a um desempenho insatisfatório. Falta de homogeneidade tanto na consolidação inicial como do compactado a verde, podem levar a heterogeneidades no produto final. Defeitos introduzidos no processo de conformação ou manuseio não podem ser revertidos ou corrigidos nos subseqüentes estágios de processamentos térmicos [50].

Combinação de um ou mais óxidos são adicionados ao pó cerâmico, visando controlar o crescimento de grão e melhorar a densificação. Eles podem ser eficazes na modificação do crescimento de grão de diversas formas, dependendo se uma fase líquida é formada durante a sinterização ou se o óxido auxiliar da sinterização é solúvel nesta fase líquida. Se o óxido auxiliar é insolúvel, ou se não há formação líquida, este aditivo pode simplesmente funcionar como uma segunda fase dispersa, inibindo crescimento de grão [21].

No caso de haver a formação de uma fase líquida ou uma fase líquida metaestável, pode haver alguns efeitos, como modificação da energia de superfície, acarretando um exagerado crescimento de grão devido ao crescimento anisotrópico [21,50].

A etapa de infiltração de vidro tem o papel de preencher os poros da subestrutura porosa de alumina promovendo a densificação do compósito alumina-vidro. Esses materiais infiltrados apresentam uma razoável tenacidade à fratura. Além disso, as peças obtidas via este processamento podem ser classificadas como NNS (near net shape), isto é, a peça infiltrada tem praticamente as mesmas dimensões de antes da etapa de infiltração [50].

Jang et al [30], descrevem a composição percentual em peso do vidro de lantânio do *In-Ceram Alumina* com 41,0%La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 16,3%SiO<sub>2</sub>, 15,6%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 15,4%B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 4,75%TiO<sub>2</sub>, 4,0%Ce<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 1,95%CaO e 0,73%Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [30].

O vidro de lantânio em contato com a alumina durante a etapa de infiltração de vidro parece modificar o hábito de crescimento da alumina, dando origem a partículas aciculares que contribuem para o aumento da resistência mecânica do material, em especial da sua tenacidade [51,52]. A força motriz do crescimento anisotrópico está relacionada à solubilização das partículas menores no vidro, sendo que o volume total dessas partículas permanece constante. Esse fenômeno denomina-se Ostwald Ripening, o qual está diretamente relacionado ao mecanismo de solução-reprecipitação [53].

A elevada resistência à flexão dos compósitos de alumina infiltrada por fase vítrea pode estar associada às diferenças entre os coeficientes de expansão térmica da alumina e do vidro. As propriedades mecânicas dos compósitos alumina-vidro são insensíveis a diferenças de coeficientes de expansão térmica acima de 1.9. O coeficiente de expansão térmica da alumina é descrito como  $7.4 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$  [20,30].

O tempo para alcançar penetração em profundidade do vidro está relacionado a sua viscosidade, molhabilidade e ao tamanho dos poros da subestrutura de alumina[20].

### **3.3 – Propriedades Mecânicas do Compósito Alumina-Vidro**

A influência da granulometria média da alumina nas propriedades mecânicas do compósito alumina-vidro foi avaliada comparando-se diferentes granulometrias (entre 0,44 e 39,81 $\mu\text{m}$ ). Embora uma maior tenacidade à fratura possa ser alcançada através do aumento da granulometria da alumina, esses compósitos apresentaram uma menor resistência mecânica, provavelmente devido às dificuldades de dispersão na etapa de moldagem [20].

Há uma tendência em se produzir pós de alumina cada vez menores ( $< 1\mu\text{m}$ ) para aumentar as taxas de sinterização e reduzir o tamanho dos defeitos resultantes da mistura dos pós [43]. Neste caso, a contração após sinterização tende a aumentar [20].

A sinterização da alumina a baixas temperaturas, utilizada na produção de subestruturas de alumina a serem posteriormente infiltradas com vidro, dá origem a uma estrutura porosa de baixa resistência mecânica, o que obriga os técnicos em odontologia a trabalharem com extrema cautela [44].

Guazzato et al [45] identificou três tamanhos diferentes da partícula de alumina na barbotina do *In-Ceram Alumina*: grãos alongados (10-12  $\mu\text{m}$  de comprimento e 2,5-4 $\mu\text{m}$  de largura); partículas facetadas com diâmetro de 1 a 4  $\mu\text{m}$  e grãos esféricos com diâmetro menor que 1  $\mu\text{m}$ . Os grãos alongados eram orientados de acordo com o seu longo eixo.

A evolução da trinca durante a fratura de um compósito alumina-vidro está diretamente relacionada à orientação dos grãos de alumina. A fratura pode ser intergranular através do vidro ou uma associação de trinca transgranular e intergranular, sendo que a trajetória da fratura está diretamente relacionada à orientação dos grãos alongados de alumina, os quais tendem a defletir a trinca consumindo parte de sua energia de propagação [45].

#### **4 - A TÉCNICA *IN-CERAM* ALUMINA® - ABORDAGEM ODONTOLÓGICA**

Após o preparo dentário, obtém-se um modelo mestre com troquéis removíveis e as áreas retentivas sendo corrigidas com cera. Espaçador é aplicado aos troquéis mantendo-o 0,5 a 1,0 mm aquém da terminação. Silicone de adição é utilizado para duplicação do modelo mestre com gesso especialmente formulado. A expansão do gesso corresponde à contração do material durante o processo de sinterização.

Um aparelho ultra-sônico é utilizado na etapa de homogenização da lama, após a adição de agentes dispersantes e ligantes.

A barbotina é então aplicada sobre o gesso com um pincel de pêlo sintético, construindo a subestrutura cerâmica de acordo com a forma desejada (Fig.1). O molde de gesso absorve prontamente o fluido, durante o processo de deposição das partículas de alumina.

A subestrutura cerâmica é parcialmente sinterizada em forno para ciclos de queima de longa duração (Fig.2). O tempo total do ciclo de queima é de 10 horas. Durante o processo de secagem, o molde de gesso sofre contração, tornando a remoção da infra-estrutura cerâmica extremamente fácil. A temperatura máxima da queima é 1120<sup>0</sup>C permanecendo por 2 horas nesta temperatura e em seguida resfriada lentamente no interior do forno. A configuração final do contorno é conseguida utilizando-se brocas de diamante.

A etapa de infiltração do vidro propicia à subestrutura cerâmica resistência mecânica, translucidez e coloração finais. A composição das fritas é relacionada às tonalidades do guia de cores da escala de cores *Vita-Lumin*. A tabela 3 apresenta a composição química da frita de infiltração. Essa frita é misturada em água destilada e uma generosa camada aplicada sobre a subestrutura de alumina. (Fig. 3).

Componentes	Teor (%)
Sílica (SiO <sub>2</sub> )	10.0
Óxido de Boro (B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	12.5
Alumina (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	20.0
Óxido de Ítria (Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	20.0
Óxido de Lantânio (La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	25.0
Óxido de Titânio (TiO <sub>2</sub> )	5.0
Óxido de Cálcio (CaO)	5.0
Óxido de Céria (CeO)	2.5

Tab.3: Composição da frita de infiltração [18]

Ao final da etapa de infiltração, o excesso de vidro é removido com brocas de diamante (Fig. 4) e posteriormente jateada. A figura 5 ilustra a subestrutura finalizada. Uma porcelana convencional como, por exemplo, a *Vitadur-Alpha* recobre a subestrutura de alumina infiltrada restaurando o formato anatômico e a função oclusal (Fig.6) [8,17,27,28].



Figura 1: Barbotina aplicada sobre o molde de gesso refratário [27].



Figura 2: Forno utilizado para sinterização [27].



Figura 3: Infiltração de vidro de lantânio [27].



Figura 4: Remoção do excesso de vidro [27].



Figura 5: Subestrutura finalizada [27].



Figura 6: Coroa finalizada [27].

Na técnica convencional do *In-Ceram Alumina*, o tempo de secagem/sinterização parcial permite a redução em volume do molde de gesso sobre o qual a barbotina foi aplicada [18].

Na técnica *In-Ceram Sprint* de obtenção de subestruturas de alumina infiltradas por vidro, o gesso utilizado não se contrai a altas temperaturas. Como não há redução volumétrica do gesso, a remoção da subestrutura de alumina parcialmente sinterizada do molde torna-se difícil, podendo levá-la à fratura. Além disso, a subestrutura de alumina é removida do molde após a etapa de secagem a 130°C por 20 minutos.

Para facilitar a sua remoção, é aplicado sobre a superfície do molde de gesso um gel glicerinado denominado *Insulation Gel*. Este gel seroso pode facilitar a remoção da subestrutura de alumina do gesso após o período de secagem. Após a secagem de vinte minutos, a subestrutura é novamente levada ao forno, sem o modelo de gesso, para sinterização que se inicia a 600°C até atingir 1120°C perfazendo 2 horas e trinta minutos e sendo resfriada no interior do forno [27,28].

## **5 - MATERIAIS E METODOLOGIA ADOTADA**

### **5.1 – Materiais**

#### **5.1.1 - Materiais e equipamentos relacionados ao Kit *In-Ceram Alumina e In-Ceram Sprint*, (Vita Zahnfabrik Bad Sackingen/ Alemanha)**

Pó de alumina

Pó de vidro

Solvente aquoso

Tipos de Gesso – *In-Ceram e Sprint*

Estabilizador *In-Ceram*

Selador *In-Ceram*

Líquido de controle

Aditivo *In-Ceram Alumina*

Pincel n°IC4

*Insulation Gel*

Aparelho de ultrassom *Vita In-Ceram Vitasonic II*

Forno de queima *Vita Inceramat II*

#### **5.1.2 – Materiais e Equipamentos Adicionais**

Matriz em aço inoxidável usinado no INCQS - FIOCRUZ

Extrator de teflon confeccionado no INCQS-FIOCRUZ

Espatulador a vácuo para gesso (Polidental)

Vibrador para gesso (VH Softline)

Cera utilidade (Newax)

Discos de carborundum para corte do gesso (Dentorium)

Aspiração de bancada (Kavo Absormatic)

Jateamento de alumina (Trijato EDG)

Sistema de Polimento (Politriz Arotec APL 04)

Equipamento de ensaio universal (EMIC MF 500DL)

Microscópio Eletrônico de Varredura (Zeiss modelo DSM 940 A)

## 5.2 – METODOLOGIA ADOTADA

Inicialmente buscou-se caracterizar as matérias primas, principalmente alumina e o vidro.

Análises de distribuição granulométrica da alumina e do vidro foram realizados num equipamento Malvern Metasizer, utilizando Calgon como dispersante. O valores para alumina foram  $D_{50} = 3,47\mu\text{m}$  e  $D_{10} = 0,16\mu\text{m}$  e para o vidro,  $D_{50} = 66\mu\text{m}$  e  $D_{10} = 5,63\mu\text{m}$  (anexo I)

A densidade média da alumina e a superfície específica da alumina podem ser vistas na tabela 4.

Densidade Média	3,95
Superfície Específica ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	8,30

Tabela 4 – Valores de densidade e superfície específica das partículas de alumina

O pH da solução da barbotina foi determinado inicialmente, obtendo-se o pH 10. A determinação do potencial zeta (anexo II) partiu de pH10, utilizando-se uma solução alcalina de hidróxido de sódio. Neste valor de pH, o potencial zeta é igual a  $-60\text{mV}$ , indicando boas condições de dispersão. Quando se acidifica o meio, com uma solução de HCl, observa-se uma redução em valor absoluto do potencial zeta. O ponto isoelétrico da alumina foi igual a 8,5. Acidificando-se ainda mais o meio, até pH 4, também se obteve boas condições de dispersão. A partir dessa solução de pH 4, adicionou-se 1,4 ml de dispersante (*Vita Zahnfabrik*). O que se observou foi a grande capacidade do dispersante de alcalinizar o meio, proporcionando uma alta dispersão em meio alcalino.

A figura 7 ilustra a morfologia das partículas de alumina, de acordo com informações do fabricante. Pode-se observar que não há indicações da existência de partículas anisotrópicas [27].



Fig.7 – Morfologia dos pós de alumina utilizados na confecção da subestrutura pelo sistema In-Ceram Alumina [27].

A temperatura de fusão do vidro foi determinada utilizando-se análise termodiferencial. Como mostra a figura 8, o início da temperatura de fusão do vidro (800<sup>0</sup>C), está associado a uma forte reação endotérmica. A partir dessa temperatura, o aumento de temperatura terá um reflexo direto na diminuição da viscosidade e da tensão interfacial líquido-ar.

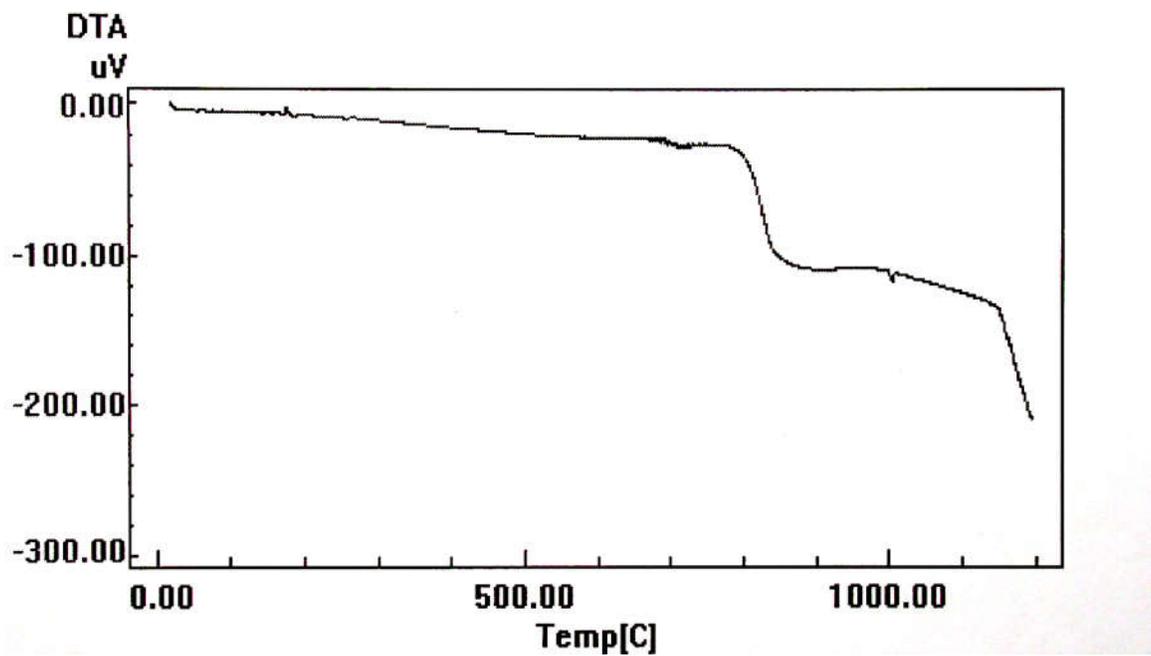


Figura 8 – Análise térmica diferencial do vidro de infiltração

Foram confeccionados 48 corpos de prova utilizando-se alumina de nome comercial *In-Ceram Alumina*, sendo 12 corpos de prova para cada rota de processamento.

Foram propostas 4 rotas de processamento, a saber:

Processamento 1 - Gesso Escaiola /Ciclo térmico *In-Ceram Alumina*

Processamento 2 - Gesso Sprint/Ciclo térmico *In-Ceram Sprint*

Processamento 3 - Gesso Sprint/Ciclo térmico *In-Ceram Alumina*

Processamento 4 - Gesso Escaiola/Ciclo térmico *In-Ceram Sprint*

Para cada grupo foram confeccionados 12 corpos de prova de acordo com a norma ISO 6872 [54], largura =  $4 \pm 0,25$ mm, comprimento = 25mm, espessura =  $1,2 \pm 0,2$ mm [52].

Foram confeccionada 24 placas de gesso escaiola e 24 placas de gesso *Sprint*, tendo cada placa largura = 1,5cm, comprimento = 3,5cm e espessura = 2mm.

Para o proporcionamento do gesso Escaiola e *Sprint* foram seguidas as instruções do fabricante que estipula que para cada 20 gramas de pó de gesso escaiola seja utilizado 4,6ml de água destilada sob agitação a vácuo; a cristalização do gesso escaiola se dando em 2 horas e do gesso *Sprint* em 1 hora. Para a confecção das placas de gesso, sobre as quais seria aplicado a barbotina, cada gesso espatulado foi colocado sobre uma placa de vidro com um dique em cera para permitir a contenção do gesso sobre a placa até a cristalização, como mostram as figuras 9,10 e 11.



Figura 9: Placa de vidro com dique em cera



Figura 10: Placa de vidro com dique em cera sobre vibrador



Figura 11: Gesso escaiola e gesso *Sprint* após vazamento sobre placa de vidro

As placas de gesso assim obtidas (figura 12) foram recortadas com disco de carborundum para obtenção de pequenas placas de gesso de dimensões 1,5cm de largura, 3,5cm de comprimento e espessura 2mm (figuras 13 e 14).



Figura 12: Placa de gesso *Sprint* (azul) e placa de gesso Escaiola (branco)



Figura 13: Recorte das placas de gesso com disco de carborundum



Figura 14: Placas de gesso recortadas

De acordo com as recomendações do fabricante, sobre cada uma das vinte e quatro placas de gesso escaiola foi aplicado um selador com um pincel e sobre cada placa de gesso *Sprint* uma camada de um gel glicerinado denominado *Insulation Gel*.

No preparo da barbotina, foi adotado o mesmo procedimento para as duas técnicas, como sugerido pelo fabricante (Vita Zahnfabrik). Misturou-se 38 gramas de alumina com 5 ml de líquido, pré-dosado pelo fabricante, e uma gota de dispersante. Foi feita uma breve mistura em ultra-som. Após um repouso de cerca de 7 minutos, a alumina é aplicada à placa de gesso, e o corpo de prova é conformado com a utilização de uma matriz de aço inoxidável com as seguintes dimensões: largura = 5mm, comprimento = 25mm e espessura = 2mm, de acordo com a norma ISO 6872 que determina as medidas das barras cerâmicas a serem submetidas a ensaios de resistência à flexão (figuras 15, 16, 17, 18). As barras foram removidas do interior do padrão de aço inoxidável com auxílio de um extrator de teflon. A figura 19 mostra a placa de alumina após extração da matriz.

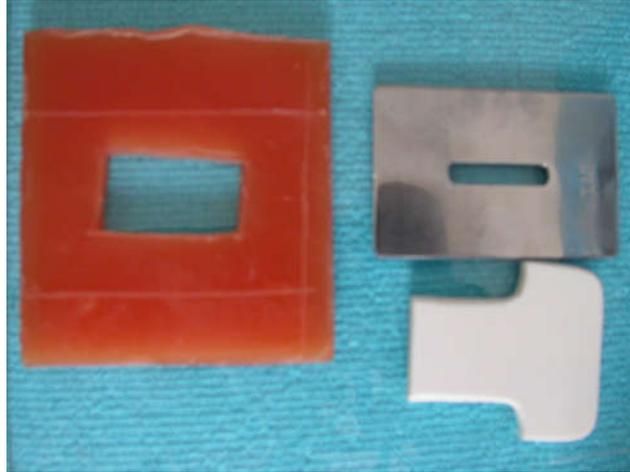


Figura 15: Padrão em aço inoxidável, extrator de teflon e base em cera para estabilizar placas de gesso

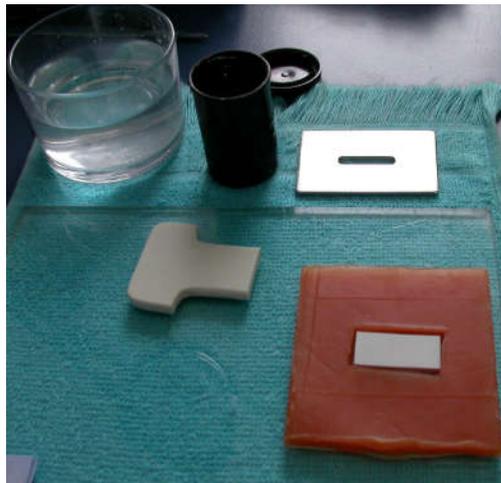


Figura 16: Placa de gesso no interior de base de cera para sua estabilização durante a aplicação da barbotina

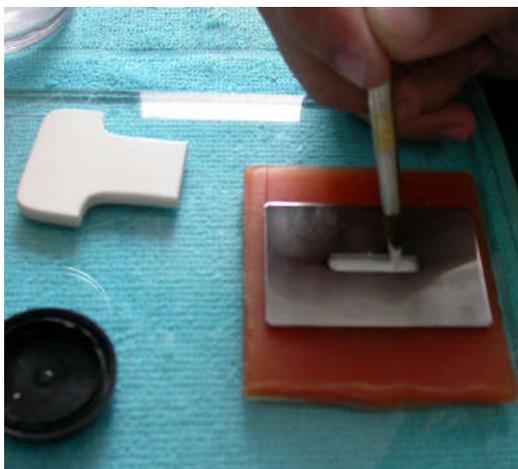


Figura 17: Aplicação da barbotina dentro do padrão de aço inoxidável e sobre placa de gesso



Figura 18: Barbotina preenchendo padrão de aço inoxidável



Figura 19: Barra de alumina sobre placa de gesso após extração do padrão de aço inoxidável com extrator de teflon

Os grupos 1 e 3 submetidos ao ciclo térmico do processo *In-Ceram Alumina* utilizando os dois tipos de gesso, foram submetidos à secagem (20<sup>o</sup>-120<sup>o</sup>C por 6 horas) seguido de um pré-aquecimento (120-1120<sup>o</sup>C por 2 horas) e sinterização parcial (1120<sup>o</sup>C por 2 horas) seguido de resfriamento no forno, perfazendo um tempo total de 10 horas. Durante todo o ciclo, a barra de alumina permanece sobre a placa de gesso.



Figura 20: Forno *Inceramat II* indicando ciclo para sinterização da técnica *In-Ceram Alumina*

Os grupos 2 e 4 submetidos ao ciclo térmico do processo *In-Ceram Sprint*, utilizando os dois tipos de gesso, foram submetidos a secagem (130<sup>o</sup>C por 20 minutos), sendo, então, removido do forno. A seguir, retornou ao forno para um período de pré-aquecimento (120-1120<sup>o</sup>C por 30 minutos) e sinterização parcial (1120<sup>o</sup>C por duas horas), seguido de resfriamento no forno, perfazendo um tempo total de 2 horas e trinta minutos.

A tabela 5 mostra a comparação dos ciclos térmicos dos processos *In-Ceram Alumina* e *In-Ceram Sprint*.

	Secagem	Sinterização	Infiltração
<i>In-Ceram Alumina</i>	6 horas 20°C até 120°C	4 horas: 2 horas (120°C a 1120°C) Mantém a 1120°C por 2 horas	2 horas e 30min 200°C a 1100°C por 30min 1100°C por 2 horas
<i>In-Ceram Sprint</i>	20 minutos 130°C (remoção do forno)	2 horas e 30min: 30 min. (120°C a 1120°C) Mantém a 1120°C por 2 horas	2 horas e 30min 200°C a 1100°C por 30min 1100°C por 2 horas

Tabela 5: Comparação entre os ciclos térmicos dos processos *In-Ceram Alumina* e *In-Ceram Sprint*

Ao término dos ciclos térmicos, os corpos de prova foram submetidas ao controle visual com líquido de controle para verificação de trincas, tendo sido descartada somente uma barra do grupo 2, a qual foi posteriormente refeita.

A etapa subsequente foi da infiltração de vidro de lantânio nos corpos de prova parcialmente sinterizados. O tempo total do ciclo de infiltração é de 2 horas e trinta minutos; pré-aquecimento (200°C a 1100°C por trinta minutos) e infiltração propriamente (1100°C por 2 horas) seguido de resfriamento no forno. Para os corpos de prova obtidos via ciclo térmico do *In-Ceram Sprint*, adotou-se o mesmo ciclo térmico de infiltração de vidro.

Procurou-se avaliar a influência da variável gesso e da variável ciclo térmico. Além disso, considerando que as barras são mais espessas que as subestruturas utilizadas na boca, o tempo de infiltração foi considerado suficiente para garantir a completa penetração do vidro na subestrutura de alumina.

As figuras 21, 22 e 23 ilustram respectivamente a aplicação do vidro sobre a alumina, a colocação das barras no forno e as barras após infiltração.

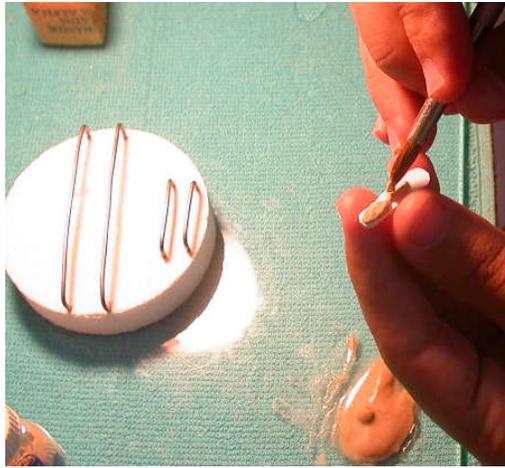


Figura 21: Mistura do pó de vidro com água destilada e aplicação sobre barra de alumina parcialmente sinterizada. Suporte do forno *Inceramat II* com barras de platina que servirão de apoio para os corpos de prova



Figura 22: Barras de alumina com vidro de lantânio, antes da infiltração

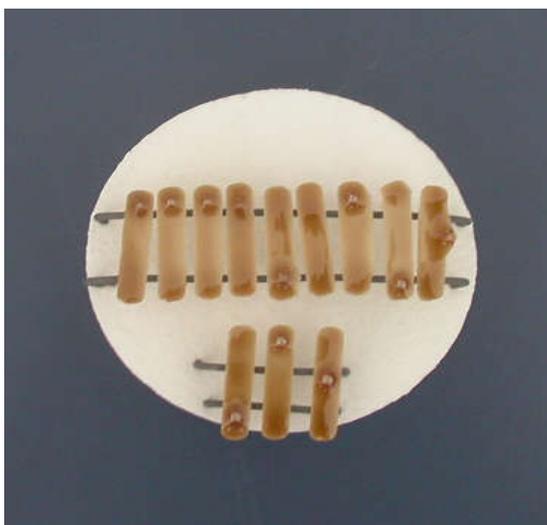


Figura 23: Barras de alumina após infiltração de vidro

Após a etapa de infiltração, todo o excesso de vidro é removido por usinagem e jateamento com óxido de alumínio. Após a remoção do excesso de vidro, realizou-se um tratamento térmico de alívio de tensões e cristalização parcial do vidro a 960<sup>0</sup>C por 10 minutos, seguido de resfriamento no forno. Com este tratamento, algum excesso de vidro pode vir a aflorar à superfície, sendo posteriormente removido por jateamento.

Após a confecção das barras de alumina infiltrada, estas foram desgastadas e polidas, utilizando uma politriz Arotec APL 04; iniciando-se pelos discos de diamante com granulação de 70  $\mu\text{m}$ , 45  $\mu\text{m}$ , 15  $\mu\text{m}$  refrigerados a água e, posteriormente, com pasta de diamante de granulação 6  $\mu\text{m}$  e 1  $\mu\text{m}$  sobre um disco de pano. Desgaste e polimento foram realizados até que fossem atingidas as dimensões finais preconizadas pela norma ISO 6872.

Todas as barras de alumina infiltradas foram submetidas ao ensaio mecânico de flexão em três pontos no Centro de Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia da UERJ, utilizando um equipamento de ensaio universal EMIC MF 500DL com célula de carga de 500N e velocidade da máquina de 0,5mm/min (figuras 24 e 25). O cálculo da resistência à flexão foi obtido através da expressão:

$$M=3WL/2bd^2$$

Onde W é a carga de fratura, L é o travessão (mm), b é a largura do corpo de prova (mm) e d é a espessura do corpo de prova (mm).

Os resultados foram submetidos à análise estatística ANOVA - Análise de Variância e Tukey para múltiplas comparações.



Figura 24: Equipamento EMIC MF 500 para ensaio mecânico



Figura 25: Ensaio mecânico de flexão em três pontos

Após os testes de resistência à flexão, análises ao microscópio eletrônico de varredura foram realizadas utilizando um microscópio marca Zeiss modelo DSM 940 A, pertencente ao PEMM, operando sob as tensões aceleradoras de 20KV com ampliações que variaram de 500 a 5.000 vezes. As amostras foram previamente coladas ao suporte do microscópio com cola de prata e posteriormente recobertas com uma película de ouro para torná-las condutoras.

Observações das regiões de fratura e da superfície dos corpos de prova foram realizadas com o intuito de observar as alterações microestruturais dos corpos-de-prova processados nas distintas condições, levando-se em conta, principalmente, as diferenças nos ciclos térmicos de secagem e de sinterização e na infiltração de vidro. A região de fratura e a superfície dos corpos de prova foram analisadas no MEV, utilizando elétrons secundários. A análise por elétrons secundários foi selecionada para caracterizar a evolução microestrutural durante as etapas de sinterização e infiltração de vidro.

## 6 - RESULTADOS OBTIDOS

### 6.1 – Resultados dos Ensaio de Resistência à Flexão

A tabela 6 e a figura 44 apresentam os resultados dos testes de resistência à flexão, média e desvio padrão dos quatro grupos de corpos de prova, a saber:

Grupo 1 - Gesso Escaiola /Ciclo térmico *In-Ceram Alumina*

Grupo 2 - Gesso Sprint/Ciclo térmico *In-Ceram Sprint*

Grupo 3 - Gesso Sprint/Ciclo térmico *In-Ceram Alumina*

Grupo 4 - Gesso Escaiola/Ciclo térmico *In-Ceram Sprint*

Como pode-se observar, o grupo 1 referente ao processamento tradicional *In-Ceram Alumina*, foi aquele que apresentou a maior resistência à flexão dentre os quatro grupos. O grupo 4 foi aquele que apresentou os mais baixos valores de resistência.

Grupo	Número de corpos de prova	Tensão de Ruptura Média (MPa)	Desvio Padrão
1	10	554,7	82,19
2	10	429,0	23,05
3	10	348,2	48,04
4	10	336,0	83,15

Tabela 6 – Resultados de resistência à flexão média dos quatro grupos de corpos de prova

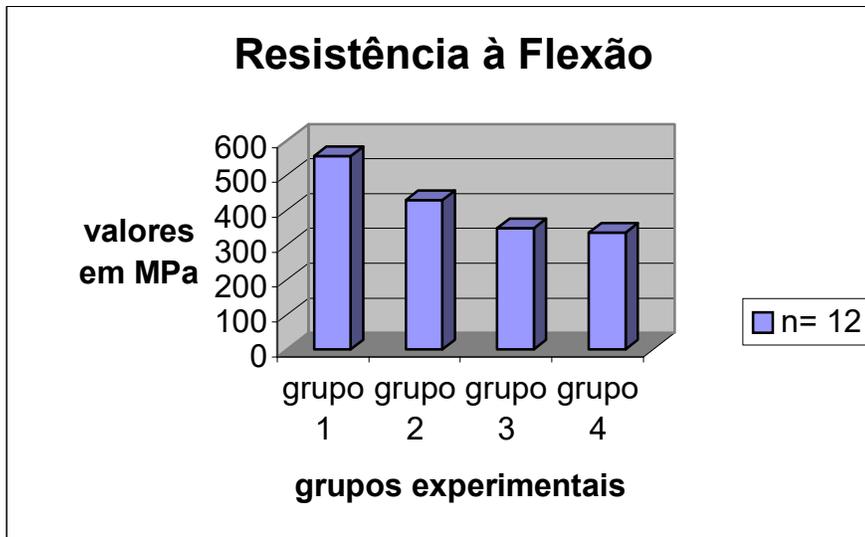


Figura 26: Resistência à flexão média dos quatro grupos experimentais

A tabela 7 apresenta as múltiplas correlações entre os quatro grupos pelo método de Tukey. Através desta correlação pode ser verificada se as diferenças entre as médias dos resultados de resistência à flexão são significativas, determinando se há diferença entre as amostras quanto à resistência à flexão.

Comparação	Diferença da Médias	SE	p	q	P<.05
1 vs 4:	218.60	20.32	4	10.762	Sim
1 vs 3:	206.50	20.32	4	10.165	Sim
1 vs 2:	125.70	20.32	4	6.186	Sim
2 vs 4:	92.95	20.32	4	4.575	Sim
2 vs 3:	80.83	20.32	4	3.979	Sim
3 vs 4:	12.12	20.32	4	0.597	Não

Tabela 7: Múltiplas Comparações dos testes de resistência à flexão pelo método de Tukey

## 6.2 – Resultados de Microdureza Vickers

Ensaio de microdureza Vickers foram realizados numa máquina universal, utilizando carga de indentação de 1000 gramas. Para o cálculo da dureza do material, utiliza-se a expressão abaixo:

$$HV = \frac{1854,4 \times P}{d^2}, \text{ que é função da carga aplicada e das dimensões da indentação.}$$

Grupo 1		Grupo 2		Grupo 3		Grupo 4	
Centro	Extremidade	Centro	Extremidade	Centro	Extremidade	Centro	Extremidade
1280HV	1000HV	1000HV	1250HV	1280HV	1050HV	1000HV	935HV

Tabela 8: Microdureza Vickers dos grupos 1, 2, 3, 4

## **6.3 – Análise Microestrutural das Subestruturas de Alumina Não Infiltradas e Infiltradas**

### **6.3.1 – Microscopia Eletrônica de Varredura da Superfície das Subestruturas de Alumina Não Infiltradas e Posteriormente Fraturadas**

As microestruturas referentes às subestruturas porosas de alumina (grupos 1 e 2) correspondentes aos processos *In-Ceram Alumina* e *In-Ceram Sprint*, podem ser vistos nas figuras 27 e 28, respectivamente. Pode-se observar que as microestruturas são bastante semelhantes.

### **6.3.2 – Microscopia Eletrônica de Varredura das Subestruturas de Alumina Infiltradas e Posteriormente Fraturadas**

As subestruturas de alumina infiltradas e posteriormente fraturadas (grupos 1 e 2) correspondentes aos processos *In-Ceram Alumina* e *In-Ceram Sprint* podem ser vistos nas figuras 29 e 30, respectivamente. Do mesmo modo que as subestruturas não infiltradas, as microestruturas infiltradas são bastante semelhantes.

### **6.3.3 – Microscopia Eletrônica de Varredura das Seções Polidas das Subestruturas de Alumina Infiltradas.**

6.3.3.1 - As subestruturas de alumina infiltradas (grupos 1 e 2), polidas metalograficamente, referentes aos processos *In-Ceram Alumina* e *In-Ceram Sprint* e observadas ao MEV via elétrons secundários, podem ser visto nas figuras 31 e 32

6.3.3.2 - As subestruturas de alumina infiltradas (grupos 3 e 4), polidas metalograficamente, referentes aos processos conjugados gesso/ciclo térmico e observados ao MEV via elétrons secundários, podem ser vistos nas figuras 33 e 34.

### **6.3.4 – Microscopia Eletrônica de Varredura do Gesso Escaiola e *Sprint* Após Cristalização**

A figura 35 ilustra as distintas morfologias dos dois tipos de gesso.

### 6.3.1 – Microscopia Eletrônica de Varredura da Superfície das Subestruturas de Alumina Não Infiltradas e Posteriormente Fraturadas

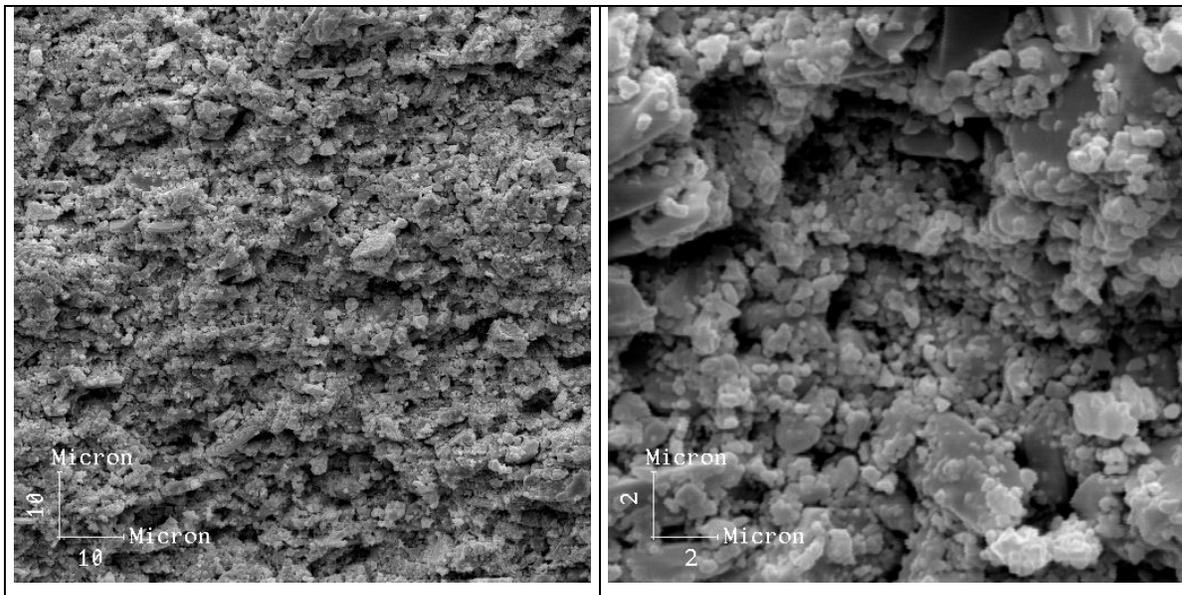


Figura 27: Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura da alumina não infiltrada correspondente a técnica *In-Ceram Alumina*.

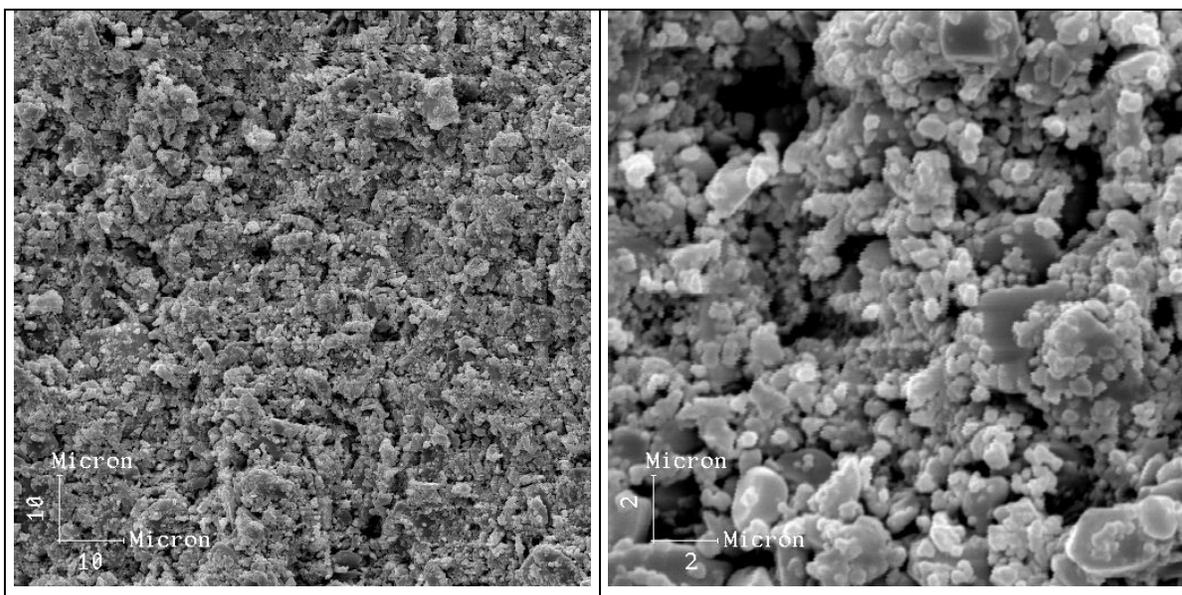


Figura 28: Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura da alumina não infiltrada correspondente a técnica *In-Ceram Sprint*.

### 6.3.2 – Microscopia Eletrônica de Varredura das Subestruturas de Alumina Infiltradas e Posteriormente Fraturadas

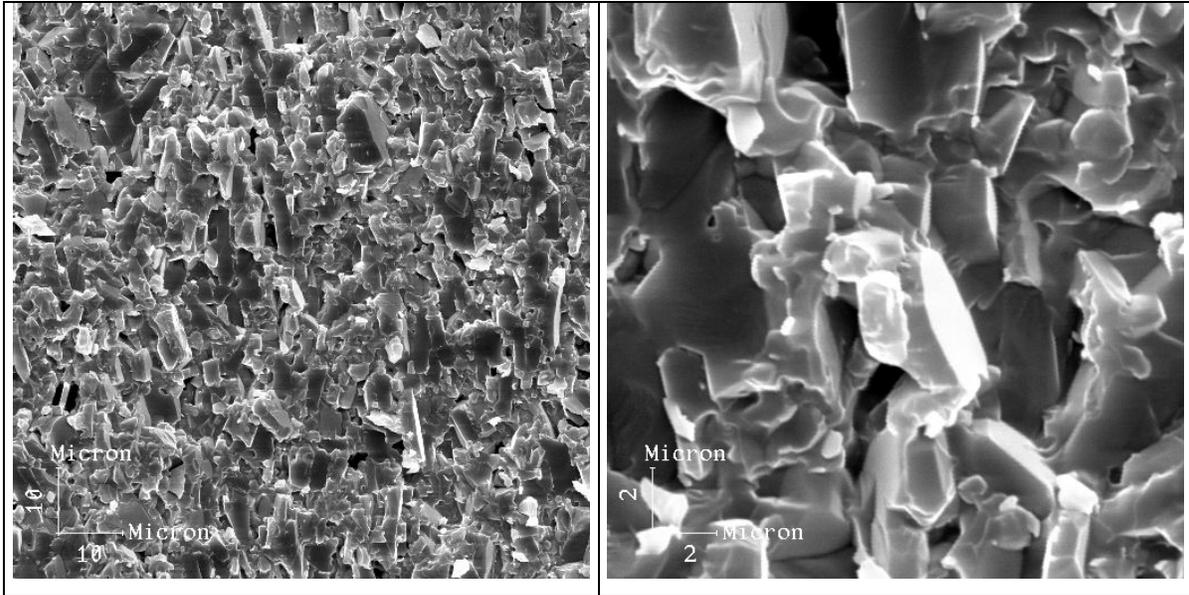


Figura 29: Microscopia eletrônica de varredura da região de fratura de um corpo de prova submetido ao ciclo térmico *In-Ceram Alumina* e posteriormente infiltrado por vidro

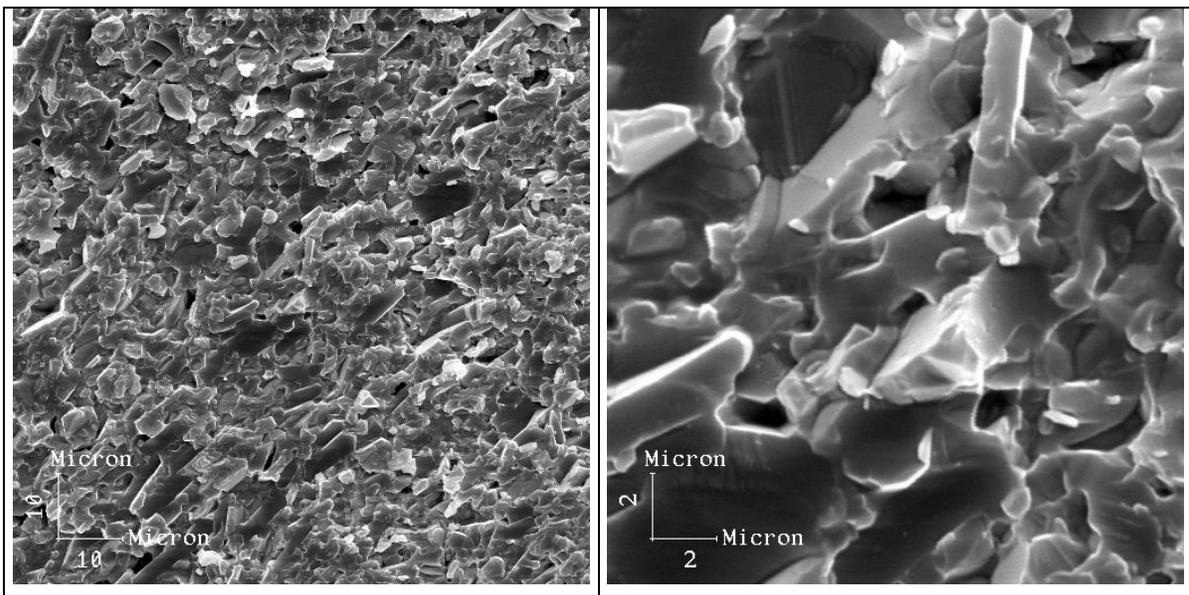


Figura 30: Microscopia eletrônica de varredura da região de fratura de um corpo de prova submetido ao ciclo térmico *In-Ceram Sprint* e posteriormente infiltrado por vidro

### 6.3.3 – Microscopia Eletrônica de Varredura das Seções Polidas das Subestruturas de Alumina Infiltradas.

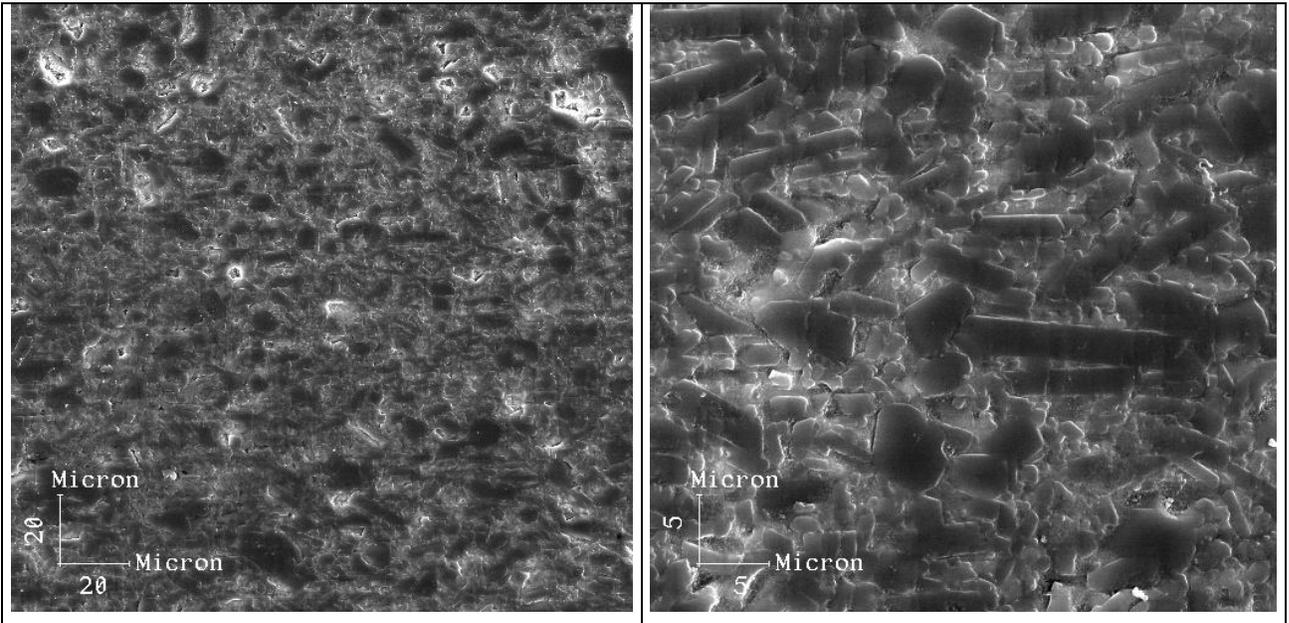


Figura 31: Microscopia eletrônica de varredura via elétrons secundários da subestrutura de alumina infiltrada *In-Ceram Alumina* (grupo 1)

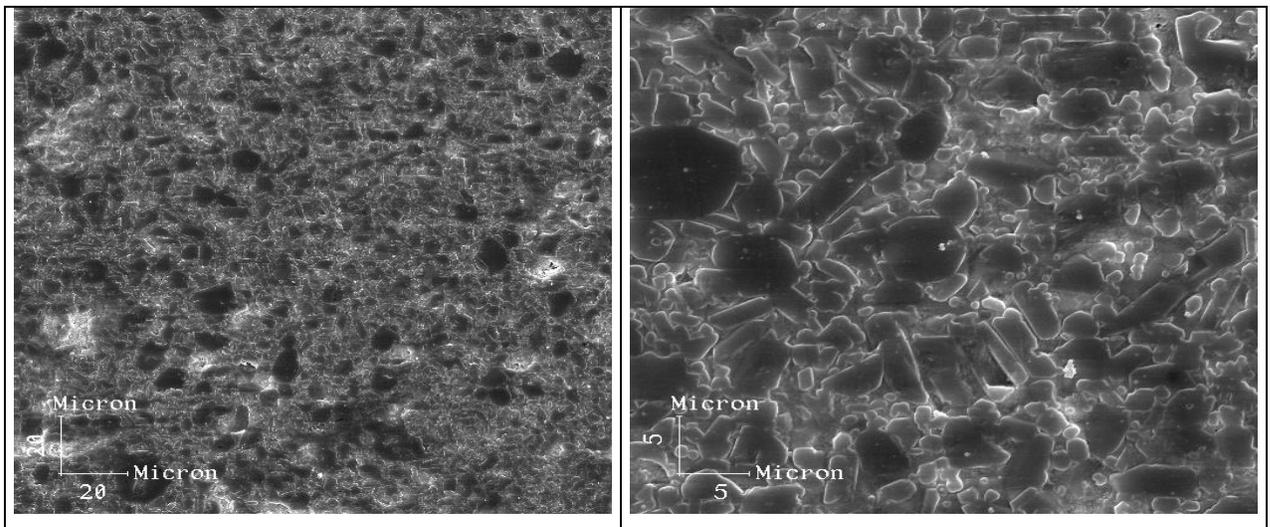


Figura 32: Microscopia eletrônica de varredura via elétrons secundários da subestrutura de alumina infiltrada *In-Ceram Sprint* (grupo 2)

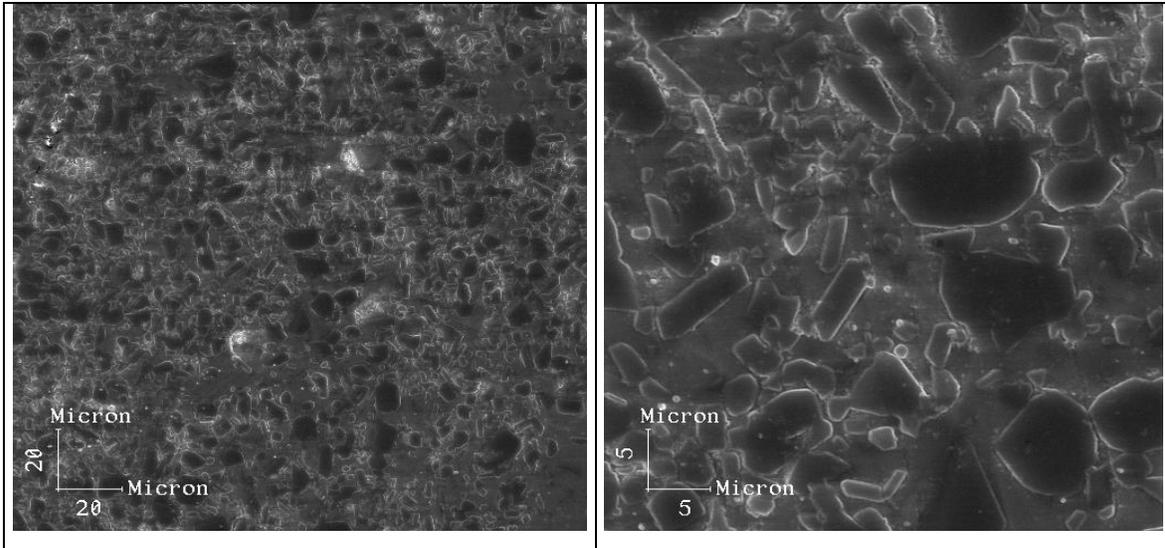


Figura 33: Microscopia eletrônica de varredura via elétrons secundários da subestrutura de alumina infiltrada, processo conjugado ciclo térmico *In-Ceram Alumina/ gesso Sprint* (grupo 3).

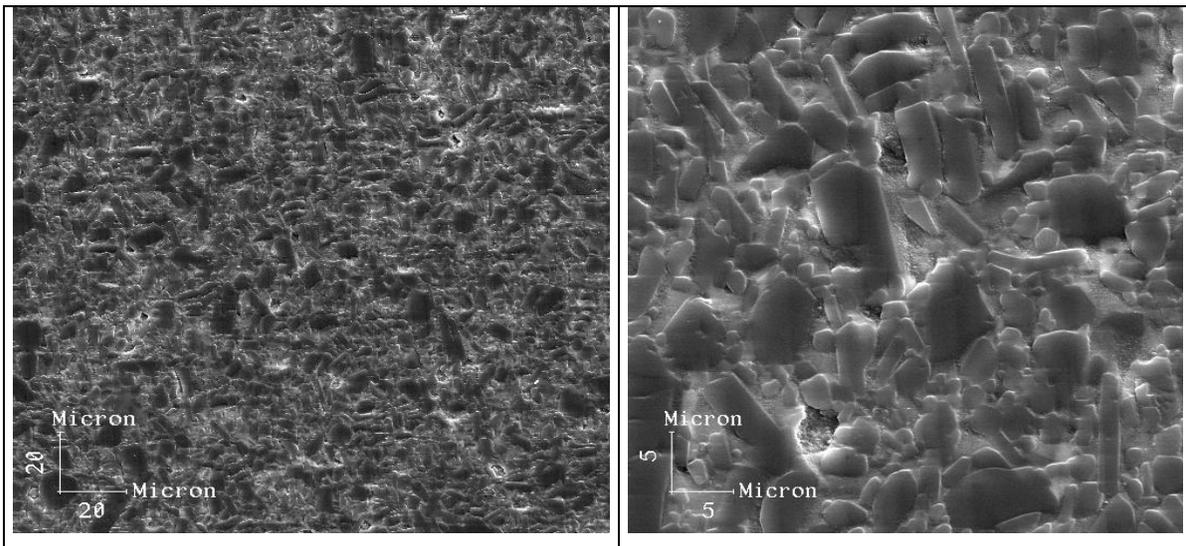


Figura 34: Microscopia eletrônica de varredura via elétrons secundários da subestrutura de alumina infiltrada, processo conjugado ciclo térmico *In-Ceram Sprint/gesso escaiola* (grupo 4)

### 6.3.4 – Microscopia Eletrônica de Varredura do Gesso Escaiola e *Sprint* após Cristalização

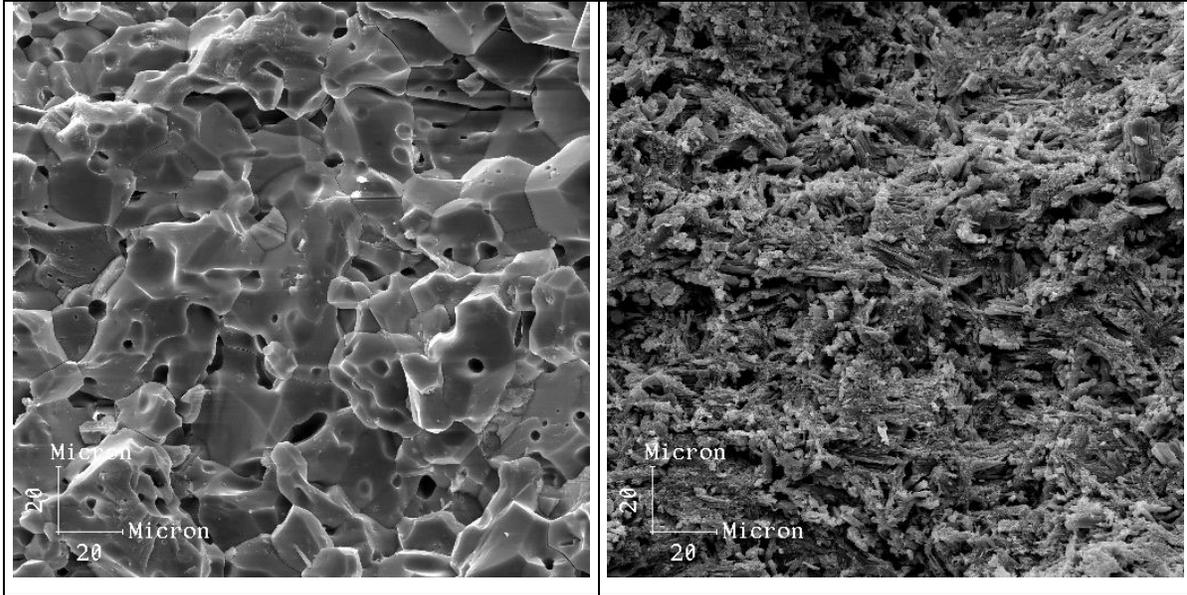


Figura 35: Microestrutura do gesso após cristalização. A esquerda a morfologia do gesso escaiola e a direita a morfologia do gesso *Sprint*.

## 6 – DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

A ciência dos materiais visa correlacionar o processamento, a microestrutura e as propriedades com o desempenho do material quando em operação. No caso de algumas cerâmicas odontológicas de uso comercial que utilizam a técnica de colagem por barbotina, a busca das causas e efeitos relacionados ao processamento cerâmico dessas próteses se reveste de grande interesse, principalmente se levar em consideração que todas as etapas do processamento recomendado pelo fabricante são considerados uma “caixa preta”, isto é, são segredos industriais e, portanto, não trazem nenhuma informação relevante quanto às características das matérias primas e do processamento em si. Portanto, a busca de um maior conhecimento dos processamentos *In-Ceram Alumina* e *In-Ceram Sprint* e das propriedades mecânicas das peças sinterizadas/infiltradas, justifica o escopo do presente trabalho.

Próteses odontológicas que atendam, principalmente, a demanda estética, têm levado à substituição crescente das próteses com subestrutura metálica por próteses cerâmicas. Este fato tem impulsionado a produção científica no sentido da investigação dos materiais cerâmicos que possuam elevadas propriedades mecânicas, excelente estética e relativo baixo custo de fabricação.

*In-Ceram Alumina* tem se tornado o processamento mais adotado na confecção de prótese odontológicas totalmente cerâmicas, devido a técnica aliar estética e resistência mecânica. Na confecção da subestrutura de alumina, são utilizadas temperaturas de queima relativamente baixas, o que possibilita a redução do custo da restauração. Recentemente, a empresa Vita Zahnfabrik lançou no mercado um novo processamento de subestruturas de alumina denominado *In-Ceram Sprint*, mantendo as mesmas faixas de temperatura de queima, porém reduzindo a duração do ciclo térmico. Como o processamento influencia diretamente as propriedades mecânicas do material, foi observado que o seu desempenho era inferior ao *In-Ceram Alumina*.

Essa diferença de comportamento foi a principal razão para buscar-se as causas que poderiam justificar a grande diferença nas propriedades mecânicas desses dois processamentos. Paralelamente, alguma modificação no processamento comercialmente adotado, como, por exemplo, trocando o tipo de gesso e correlacionando-o com os distintos ciclos térmicos, trouxe outros dados considerados relevantes para um melhor entendimento do processo e dos mecanismos relacionados às etapas de sinterização/infiltração de vidro.

A presente análise será subdividida nas diferentes etapas de processamento, a saber:

1. Moldagem por barbotina. Parâmetros que afetam a moldagem
2. Ciclo térmico. Secagem, sinterização e infiltração de vidro

## 1 – Moldagem por Barbotina

A granulometria média das partículas da alumina, da ordem de  $3,5\mu\text{m}$  não é uma indicação de que todas as partículas estavam suficientemente bem dispersas no meio aquoso, apesar de ter-se tido o cuidado de utilizar o dispersante pirofosfato de sódio (Calgon). A densidade da alumina (3,95) e a superfície específica determinada no equipamento BET ( $8,3\text{m}^2/\text{g}$ ), confirmaram a possibilidade da aglomeração das partículas. De qualquer modo, essa alumina sendo aquela fornecida pelo fabricante, foi considerada adequada para o processo de colagem, principalmente porque todo o processamento seguiu a “receita de bolo” do fabricante.

Uma maior proporção de partículas finas tenderia a aumentar a contração na etapa de sinterização. Uma maior proporção de partículas mais grosseiras ou de aglomerados tenderiam a dificultar a dispersão e reduzir a resistência mecânica da peça verde [20].

Portanto, a dispersão da alumina no solvente aquoso relacionada à obtenção de uma suspensão estável de elevada concentração de sólidos, é de fundamental importância e está diretamente associada à carga superficial das partículas nesse meio e portanto ao potencial zeta da suspensão.

De acordo com os resultados de potencial zeta (anexo2) da suspensão de alumina, observou-se que para  $\text{pH} = 10$ , o potencial zeta era superior em módulo a  $-60\text{mV}$ , indicando que nessas condições, tem-se boas condições de dispersão da alumina. A curva de potencial zeta da alumina também indicou boas condições de dispersão para  $\text{pH} < 4$ .

A partir da determinação do  $\text{pH}$  do solvente aquoso ( $\text{pH} = 10$ ), confirmou-se que as forças eletrostáticas são os principais agentes de dispersão das partículas de alumina.

Tseng e Wu [39] constataram que para suspensões coloidais de alumina, um melhor resultado na dispersão seria atingido em  $\text{pH} = 2$ , o que acarretaria uma configuração mais densa da peça verde. Por outro lado, no caso de concentrações mais elevadas de alumina, a deposição gravitacional tenderia a dar origem a um empacotamento poroso.

No caso dos processamentos *In-Cera Alumina* e *In-Ceram Sprint*, a moldagem por barbotina segue a mesma rota, não havendo diferença no processamento das lamina.

Quanto à natureza do gesso, na etapa de moldagem, utilizado pelas técnicas *In-Ceram Alumina* e *In-Ceram Sprint*, há diferenças na estrutura cristalina do gesso como observado na figura 35 e no seu comportamento mecânico quando submetido a altas temperaturas. O gesso escaiola apresenta-se mais bem cristalizado e com uma porosidade homogeneamente distribuída com poros relativamente esféricos. O gesso *Sprint*, por outro lado, apresenta-se na forma de agulhas paralelas e com porosidade mais elevada.

Durante a etapa de secagem do processamento *In-Ceram Alumina*, o gesso escaiola sofre contração devido à redução volumétrica causada pela perda de água. Como a peça só é removida do molde após o ciclo térmico de sinterização, a mesma sofre uma contração linear de cerca de 0,3% ao final da sinterização a 1120<sup>0</sup>C, enquanto o gesso sofre uma contração de cerca de 0,4%. Em consequência, a remoção da peça do molde ao final da sinterização será uma operação que não provocará tensões internas na peça.

Na técnica *Sprint*, a peça é removida do molde após a etapa de secagem. Neste caso, a aplicação de um gel glicerinado sobre a superfície do gesso, tem o papel de facilitar a desmoldagem da peça. No entanto a aplicação desse gel pode levar a uma redução na taxa de drenagem do solvente para o gesso e, em consequência, maiores dificuldades na etapa de secagem no forno. Como não há redução volumétrica deste gesso, a remoção da subestrutura de alumina após a etapa de secagem, pode tornar-se difícil acarretando em perdas de peças. A temperatura de sinterização é a mesma do processo *In-Ceram Alumina*, porém o ciclo térmico é muito mais curto. A comparação entre os dois ciclos térmicos pode ser vista no anexo III.

Ao utilizar-se o ciclo térmico do processamento *In-Ceram Alumina* moldado sobre gesso *Sprint*, observou-se que o gesso *Sprint* ao ser submetido a altas temperaturas sofreu deformação durante o ciclo térmico de queima, indicando ser menos refratário que o gesso escaiola. Este comportamento pode ter acarretado a incorporação de defeitos à subestrutura da alumina e, em consequência, a redução de sua resistência mecânica.

Ao utilizar-se o ciclo térmico do processamento *In-Ceram Sprint* moldado sobre gesso escaiola, verificou-se que a resistência mecânica manteve-se relativamente baixa, provavelmente devido à remoção da peça do molde de gesso após a secagem por 20 minutos, bem como devido à não utilização do gel glicerinado que tende a facilitar a desmoldagem ao final da etapa de secagem. Neste caso, a maior refratariedade do gesso escaiola não teve influência em virtude da remoção da peça do molde após a etapa de secagem.

Como a taxa de secagem na técnica *In-Ceram Sprint* é muito maior que na técnica *In-Ceram Alumina*, poderia haver formação de trincas nas peças, acarretando uma redução na sua resistência mecânica. Isso poderia ser a causa da menor resistência mecânica da alumina obtida pela rota *In-Ceram Sprint*.

Através da comparação das micrografias eletrônicas de varredura das subestruturas de alumina não infiltradas, obtidas através dos processamentos *In-Ceram Alumina* e *In-Ceram Sprint* (figuras 27 e 28), não foi possível observar diferenças significativas entre as respectivas microestruturas. Este resultado não surpreende, já que praticamente não se observa sinterização das partículas de alumina devido à baixa temperatura de sinterização (1120°C) utilizada em ambas as rotas.

Deformação da peça durante a sinterização também pode ser uma possível causa de diminuição de sua resistência mecânica. A possível origem deste problema seria a formação de um empacotamento anisotrópico do corpo a verde. As partículas de alumina

(*In-Ceram Alumina e In-Ceram Sprint*) se apresentaram muito pouco anisotrópicas. Em consequência, a deformação da peça não deverá ocorrer na etapa de sinterização, mas poderá ocorrer na etapa de infiltração de vidro, devido ao crescimento anisotrópico de alumina, a ser discutido mais adiante.

O ciclo térmico completo do processamento cerâmico *In-Ceram* consiste de duas fases: sinterização parcial seguido da etapa de infiltração da subestrutura de alumina com vidro a base de lantânio. Após a etapa de sinterização parcial da alumina, obtém-se uma estrutura porosa de baixa resistência mecânica. A etapa de infiltração de vidro tem o papel de aumentar a resistência mecânica e melhorar a sua translucidez.

Caso haja um aumento de porosidade na subestrutura de alumina, devido à elevada taxa de secagem, no processamento *In-Ceram Sprint* poderá haver alguma alteração na quantidade de fase vítrea nessas subestruturas infiltradas em relação ao processamento tradicional *In-Ceram Alumina*, tendendo a provocar uma diminuição da resistência mecânica do compósito alumina-vidro [25].

Os resultados de resistência à flexão (tabela 6 e figura 26), mostram que as peças de alumina infiltradas via o processamento *In-Ceram Alumina* (grupo 1) foram aquelas que apresentaram os maiores valores de resistência à flexão. Esses resultados estão coerentes com resultados da literatura que indicam valores de 450 MPa [23], 400MPa[24] e valores superiores a 600 MPa [25], sendo estes valores duas a três vezes maior que a resistência à flexão das cerâmicas dentais tradicionais [20]. Neste caso, a alta resistência depende diretamente do completo molhamento da subestrutura porosa pelo vidro de infiltração [26].

No caso dos corpos de prova da presente tese, a espessura das subestruturas era maior do que das subestruturas utilizadas na boca e mesmo assim as condições de infiltração (1000<sup>o</sup>C por 2 horas) garantiram a completa penetração do vidro.

Diferenças de coeficiente de expansão térmica entre a alumina e o vidro também podem vir a contribuir para o aumento de resistência mecânica do compósito, devido à tensão compressiva causada pela diferença dos coeficientes de expansão térmica entre a alumina e o vidro, indicando que essa diferença deve ser superior a  $1.0 \times 10^{-6} \text{C}^{-1}$  [21,30].

No que concerne às possíveis causas de redução da resistência mecânica em função das diferentes rotas de processamento, levou-se em consideração, principalmente, a influência da natureza do gesso, do ciclo térmico de secagem/sinterização e das alterações morfológicas da alumina durante a etapa de infiltração de vidro.

Uma das causas da maior resistência mecânica relacionada ao processamento *In-Ceram Alumina* em relação ao *In-Ceram Sprint* está relacionada ao ciclo térmico de secagem. No processamento *In-Ceram Alumina* o ciclo é de longa duração (6 horas), em comparação ao tempo de secagem do processamento *In-Ceram Sprint* (20 minutos). No ciclo térmico de longa duração, o tempo de secagem possibilita a migração capilar da água através dos poros em direção à superfície externa da peça seguido de sua evaporação, enquanto no processamento *In-Ceram Sprint*, o curto tempo de secagem pode ter sido insuficiente para completar a eliminação da água e gerar defeitos na peça. Além disso, a presença do gel glicerinado na superfície do molde de gesso visando favorecer a operação de desmoldagem, é um fator que tende a dificultar ainda mais a eliminação da água.

No processamento conjugado *In-Ceram Alumina/Gesso Sprint*, o conjunto peça-molde de gesso *Sprint* foi submetido ao ciclo térmico de longa duração. Neste caso, o ciclo térmico provocou uma grande deformação do molde de gesso o que pode ter tido influência na deterioração da resistência mecânica da peça. No processamento conjugado *In-Ceram Sprint/ gesso escaiola*, a peça removida do molde após a secagem era submetida ao ciclo térmico de curta duração. Neste caso, a inexistência do gel glicerinado na superfície do molde, por um lado favoreceu a etapa de secagem, mas por outro lado dificultou a etapa de remoção da peça do molde de gesso, antes da etapa de queima, que é uma característica da rota *In-Ceram Sprint*.

A etapa de infiltração de vidro tem uma influência marcante no aumento da resistência à flexão, bem como na modificação da morfologia das partículas de alumina. O vidro de lantânio em contato com a alumina sugere uma modificação no hábito de crescimento dos grãos de alumina, dando origem a partículas aciculares que tendem a contribuir com o aumento da resistência a flexão e da tenacidade a fratura [52].

Quando a sinterização da alumina não promove uma razoável densificação, que é o caso na formação da subestrutura porosa, a presença do vidro tende a promover a dissolução de alumina seguida de sua reprecipitação. A solubilidade da alumina no vidro é devida, principalmente, às forças de capilaridade do vidro na subestrutura de alumina.

A velocidade de dissolução da alumina no vidro decresce à medida que cresce o tamanho do grão, devido à diminuição da tensão na área dos contornos de grão. Em consequência, a elevada solubilidade das partículas mais finas no vidro, tendem a promover o crescimento de grão, anisotrópica. Neste caso, o crescimento anisotrópico da alumina foi favorecido pela elevada porosidade da subestrutura de alumina devido ao baixo grau de interação das partículas vizinhas. Esse fenômeno denomina-se Ostwald Ripening, o qual está diretamente relacionado ao mecanismo de solução-reprecipitação.

A influência do ciclo térmico de sinterização não parece influenciar de maneira significativa a sinterização das partículas da subestrutura de alumina, uma vez que a sinterização da alumina é realizada a baixa temperatura (1120<sup>0</sup>C). É importante salientar que ela só se tornaria mais importante se a temperatura de sinterização fosse superior a 1400<sup>0</sup>C. As figuras 27 e 28 ilustram a similaridade das microestruturas, o que vem a corroborar com a pequena influência dos ciclos térmicos de sinterização, principalmente levando-se em conta que ambos os processamentos adotam um patamar a 1120<sup>0</sup>C por duas horas, seguido de resfriamento no interior do forno.

Como comentado anteriormente, um fator que parece afetar de maneira significativa a resistência mecânica das peças, é a manipulação da mesma. No processamento *In-Ceram Alumina*, a remoção da subestrutura de alumina da base de gesso ocorre após um período de 10 horas no forno (sendo 6 horas de tempo de secagem e 4 horas de sinterização parcial da alumina), o gesso sendo submetido a uma lenta redução volumétrica possibilitando ao final do processo uma fácil remoção da subestrutura da base de gesso. Na técnica *Sprint*, a alumina é removida da base de gesso ainda úmida após um tempo de secagem de apenas de 20 minutos a 130<sup>0</sup>C. Neste caso, a remoção da subestrutura de alumina após a secagem, pode levar à deformação e incorporação de defeitos à peça, acarretando uma diminuição da sua resistência à flexão.

Ao comparar-se o processamento *In-Ceram Alumina* com o processamento conjugado *In-Ceram Alumina* sobre gesso *Sprint*, verificou-se a redução da resistência à flexão na rota conjugada, provavelmente pelo fato do gesso *Sprint* não suportar altas temperaturas por longo tempo (10 horas), visto que macroscopicamente observou-se deformação da base de gesso ao ser submetido ao ciclo térmico da técnica *In-Ceram Alumina*. Como houve deformação da base do gesso, conseqüentemente houve deformação da barra de alumina e incorporação de defeitos à peça, diminuindo a sua resistência à flexão.

Ao comparar-se o processamento *In-Ceram Alumina* com o processamento conjugado *In-Ceram Sprint* sobre gesso escaiola, o que provavelmente influenciou na diminuição da resistência à flexão do processamento conjugado foi a ausência da película de gel glicerinado na superfície do gesso, como normalmente é aplicado na técnica *Sprint*. Dessa forma, após um tempo de secagem de 20 minutos, a barra de alumina ao ser removida do molde de gesso, pode ter sofrido a incorporação de defeitos devido à dificuldade de sua remoção do interior do molde.

É importante também salientar que as propriedades destas restaurações cerâmicas não são apenas influenciadas pelos procedimentos de fabricação, mas também são altamente dependentes da habilidade do técnico em prótese dentária [22].

## 7. Conclusões

- 1 – O processamento *In-Ceram Alumina* (grupo 1) foi aquele que apresentou os mais elevados valores de resistência à flexão após a etapa de infiltração de vidro;
- 2 – No processamento *In-Ceram Sprint* (grupo 2), a elevada taxa de secagem (20 minutos a 120<sup>0</sup>C) tende a promover a incorporação de defeitos na peça devido a taxa de evaporação da água ser superior a taxa de migração capilar da água em direção a superfície da peça, o que poderia acarretar a formação de poros e trincas. A remoção da peça do molde após a secagem, deve ter contribuído para a diminuição da sua resistência à flexão, apesar de não ter-se observado diferenças significativas nas subestruturas não infiltradas em relação àquelas do processamento *In-Ceram Alumina*.
- 3 – A substituição do gesso do processamento *In-Ceram Alumina* pelo do *In-Ceram Sprint* e vice-versa, mostrou-se inadequada, em virtude de seu distinto comportamento em elevadas temperaturas. O gesso escaiola de maior refratariedade, não sofre deformação durante o ciclo térmico de longa duração (10 horas) à temperatura máxima 1120<sup>0</sup>C durante 2 horas, seguido de resfriamento no forno, enquanto o gesso *Sprint* se deforma acentuadamente nestas mesmas condições.
- 4 – As subestruturas de alumina referentes aos grupos 1 e 2 após infiltração de vidro, apresentaram uma microestrutura semelhante, na qual predominam as partículas de alumina de características anisotrópicas e relativamente orientadas.
- 5 – As subestruturas de alumina referentes ao grupo 3 (gesso *Sprint* e ciclo térmico *In-Ceram-Alumina*), apresentou uma microestrutura mais aberta em relação ao processamento tradicional *In-Ceram Alumina*. Neste caso a substituição do gesso escaiola pelo gesso *Sprint* acarretou a sua deformação e o possível reflexo da mesma na subestrutura de alumina. Observaram-se regiões de maior concentração de vidro em relação aos grupos 1 e 2, provavelmente devido a presença de defeitos de processamento, os quais foram preenchidos na etapa de infiltração de vidro.
- 6 – A subestrutura de alumina referente ao grupo 4 (gesso escaiola e ciclo térmico *In-Ceram-Sprint*), apresentou uma morfologia distinta das demais, na qual as partículas de alumina parecem menos ligadas a fase vítrea. Este resultado pode estar relacionado ao procedimento de desmoldagem antes da etapa de queima, a qual é dificultada pela ausência da película de gel glicerinado, como recomendado pelo processamento *In-Ceram Sprint*.
- 7 – O crescimento anisotrópico dos grãos, relacionado à etapa de infiltração de vidro, é favorecido pela elevada porosidade da subestrutura de alumina. O mecanismo de crescimento de grão está relacionado à solubilização das partículas mais finas no vidro seguido de sua reprecipitação. Essa morfologia anisotrópica será um fator importante para promover um aumento da tenacidade do material.

8 – Dependendo do nível de resistência mecânica para uma determinada aplicação odontológica, é provável que ambos procedimentos (*In-Ceram Alumina* e *In-Ceram Sprint*), possam vir a ser adotados. Dependendo da experiência e perícia do técnico em prótese, o processamento *In-Ceram Sprint* poderia ser adotado, principalmente levando-se em conta a redução do tempo de confecção da peça.

## Bibliografia:

- [1] Haselton DR; Diaz-Arnold AM; Hillis SL. "Clinical Assessment of High-Strength All-Ceramic Crowns". *J Prosthet Dent*; 83(4):396-401, 2000 Apr.
- [2] Ottl P; Piwowarczyk A; Lauer HC; Hegenbarth EA. "The Procera All-Ceram System". *Int J Periodontics Restorative Dent*; 20(2):151-61, 2000 Apr.
- [3] Callister WD. *Materials Science and Engineering: An Introduction*. 5<sup>th</sup> ed. New York: John Wiley e Sons, Inc., 2000.
- [4] Anusavice KJ. *Phillips Science of Dental Material*. 10<sup>th</sup> ed. Philadelphia: WB Saunders Co., 1996.
- [5] Douglas RD; Przybylska M. "Predicting Porcelain Thickness Required for Dental Shade Matches". *J Prosthet Dent*; 82(2):143-9, 1999 Aug.
- [6] McLaren EA; White SN. "Survival of In-Ceram Crowns in a Private Practice: a Prospective Clinical Trial". *J Prosthet Dent*; 83(2):216-22, 2000 Feb.
- [7] Apholt W; Bindl A; Luthy H; Murmann WH. "Flexural Strength of Cerec 2 Machined and Jointed InCeram-Alumina and InCeram-Zirconia Bars". *Dent Mater*; 17(3):260-7, 2001 May.

[8] Shillingburg HT, Hobo S, Whitsett LD, Jacobi R, Brackett SE. *Fundamentos de Prótese Fixa*. 3ª Ed. São Paulo: Quintessence Editora Ltda., 1998.

[9] McLean JW. “Evolution of Dental Ceramics in the Twentieth Century”. *J Prosthet Dent*; 85(1):61-6, 2001 Jan.

[10] Mc Lean JW. “The Science and Art of Dental Ceramics – Volume 1: The Nature of Dental Ceramics and their Clinical Use”. 1a. Ed. Chicago: Quintessence Publishing Co., Inc. 1979.

[11] Tai Y, De Long R, Goodkind RJ, Douglas WH. “ Leaching of Nickel, Chromium, and Beryllium Ions from Base Metal Alloy in an Artificial Oral Environment”. *J Prosthet Dent*; 68: 692-697, 1992.

[12] Leinfelder KF. “Porcelain Esthetics for the 21st Century”. *Journal of the American Dental Association*; 131:47-50, 2000 Jun.

[13] Seghi RR, Rosentiel DF. “Relative Fracture Toughness and Hardness of New Dental Ceramics”. *J Prosthet Dent*; 74: 145-150, 1995.

[14] Touati B, Miara P, Nathanson D. *Estética e Restaurações Cerâmicas*. 1ªEd. São Paulo. Livraria Santos Editora Com. Imp. Ltda., 2000.

[15] Hench LL; Wilson J. *An Introduction to Bioceramics*. 1 th ed. Singapore: World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd., 1993.

[16] Richerson DW. *Modern Ceramic Engineering – Properties, Processing and Use in Design*. 2a. Ed. Nova Iorque: Marcel Dekker, Inc. 1982.

[17] Tyszblat . “Process for the Preparation of a Dental Prothesis by Solid Phase Fritting of a Metal Oxide Based Infrastructure”. *U.S.Patent*:4,772,436. September, 1987.

[18] USPTO 6,354,836. “ Methods of Producing Dental Restorations”, Março 2002

[19] Qualtrough AJE, Piddock V. “Recent Advances in Ceramic Materials and Systems for Dental Restorations”. *Restorative Dentistry*; Mar 1999.

[20] Lee DY; Kim D; Kim B; Song Y. “Effect of Alumina Particle Size and Distribution on Infiltration Rate and Fracture Toughness of Alumina-Glass Composites Prepared by Melt Infiltration”. *Materials Science & Engineering A341*, 98-105, 2003.

[21] Xiao-ping L; Jie-mo T; Yun-long Z; Ling W. “Strength and Fracture Toughness of MgO-Modified Glass Infiltrated Alumina for CAD/CAM”. *Dental Materials* 18, 216-220, 2002.

[22] Chen HY; Hickel R; Setcos JC; Kulzelmann KH. “Effects of Surface Finish and Fatigue Testing on the Fracture Strength of CAD-CAM and Pressed-Ceramic Crowns”. *J Prosthet Dent*; 82(4):468-475, Oct 1999.

[23] Qualtrough A; Piddock V. “Ceramics Update”. *Journal of Dentistry*, 25(2), 91-95, 1997.

[24] Fischer H; Dautzenberg G; Marx R. “Nondestructive Estimation of the Strength of Dental Ceramic Materials”. *Dent Mater*; 17(4):289-95, Jul 2001.

[25] Wolf WD; Vaidya KJ; Francis LF. “ Mechanical Properties and Failure Analysis of Alumina-Glass Dental Composites”. *J.Am. Ceram. Soc.* 79; 1769-76, 1996.

[26] Apholt W; Bindl A; Luthy H; Mormann W. “ Flexural Strength of Cerec 2 Machined and Jointed In-Ceram Alumina and In-Ceram Zirconia Bars”. *Dental Materials*; 17:260-267, 2001.

[27] “Manual de Instruções de Uso Vita In-Ceram® Alumina” 2000.

[28] “Manual de Instruções de Uso Vita In-Ceram® Alumina Sprint” 2000.

[29] Schilling CH. “Slip Casting”. *Department of Materials Science and Engineering, Washington Technology Centers*, I.A. Aksay, University of Washington, 1999.

[30] Jang J; Kim B; Kim H; Lee D. “Correlation Between Thermal Expansion Coefficients of La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> Glasses and Strength of the Glass Infiltrated

Alumina for All Ceramic Crown”. *Biomaterials Science Research Center*. Daelim College of Technology. 939-943,2002.

[31] Jin X; Gao L. “Microstructure and Mechanical Performances of ZTA/LaAl<sub>11</sub>O<sub>18</sub> Composite Prepared by a Heterogeneous Precipitation Method”. *Materials Science and Engeneering*, Axxx: 1-5, 2003.

[32] Takao Y; Hotta T; Naito M; Shinohara N; Okumiya M; Uematsu K. “Microstructure of Alumina Compact Body Made by Slip Casting”. *Journal of the European Ceramic Society*, 22: 397-401, 2002.

[33] Parish MV; Garcia RR; Bowen HK. “Dispersions of Oxides in Organic Liquids”. *J. Mater. Sci.*, 20: 996-1008, 1995.

[34] Tsetsekou A; Agrafiotis C; Miliias A. “ Optimization of the Rheological Properties of Alumina Slurries for Ceramic Processing Applications Part I: Slip Casting”. *Journal of the European Ceramic Societ*,;21: 363-373, 2001.

[35] Anklelar RM; Borkar SA; Bhattacharjee S; Page CH; Chatterjee AK. “Rheology of Concentrated Alumina Suspension to Improve the Milling Output in Production of High Purity Alumina Powder”. *Colloids and Surfaces*, 133: 41-47, 1998.

[36] Cesarano III J; Aksay I; Bleier A. "Stability of Aqueous  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Suspensions with Poly(Methacrylic Acid) Polyelectrolyte". *J. Am. Ceram. Soc*, 71(12): 1062-1067, 1988.

[37] Lemke T; Bagusat F; Kohnke K; Husemann K; Mogel HJ. "Time Dependent Viscosity of Concentrated Alumina Suspensions". *Colloides and Surfaces*, 150: 283-287, 1999.

[38] Franks G; Meagher L. "The Isoelectric Points of Sapphire Crystals and Alpha-Alumina Powder". *Colloids and Surfaces Physicochem. Eng. Aspects*, 214: 99-110, 2003.

[39] Tseng WJ; Wu CH. "Sedimentation Rheology and Particle-Packing Structure of Aqueous Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Suspensions". *Ceramics International*, 29: 821-828, 2003.

[40] Lewis JA. "Colloidal Processing of Ceramics". *J.Am.Ceram.Soc*, 83: 2341-2359, 2000.

[41] Bergstron L. *Surface and Colloid Chemistry in Advanced Ceramics Processing*. Marcel Dekker, Inc, New York, 1994.

[42] Reed JS. *Principles of Ceramics Processing*. Wiley & Sons, Inc, New York, 1995.

[43] Mackenzie JD, Ulrich DR. *Ultrastructure Processing of Advanced Ceramics*, John Wiley & Sons Ed., 1988.

[44] Giordano RA; Pelletier LB; Campbell SD; Pober RL. “Flexural Strength of an Infused Ceramic, Glass Ceramic and Feldspathic Porcelain”. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 73: 411-418, 1995.

[45] Guazzato M; Albakry M; Ringer S; Swain M. “Strength, Fracture Toughness and Microstructure of a Selection of All-Ceramic Materials - Part I: Pressable and Alumina Glass-Infiltrated Ceramics”. *Dental Materials*, 20:120-127, 2003.

[46] Rice RW. “Ceramic Matrix Composite Toughening Mechanisms: an Update”. *Ceram. Eng. Sci. Proc.*,6: 589-607, 1985.

[47] Albakry M; Swain MV; Ringer SP. “Microstructure of Alumina and Alumina/Zirconia-Glass Infiltrated Dental Ceramics”. *Biomaterials Science Research Unit*. Australian Technology Park, 911-913, 2002.

[48] Hampton JHD; Savage SB; Drew RAL. “ Rheology”. *J. Am. Ceram. Soc.* 71: 1040, 1988.

[49] Yates JD; Lombardo SJ. “The Effect of Plaster Composition and Binder Concentration on Strain Mismatch and Deformation of Slip-Cast Green Bodies”. *Materials Science & Engineering, A* 337: 297-305, 2002.

[50] Funk JE. “Slip casting and casters: Advances in Ceramics”. *Am. Ceram. Soc.* 976-984, 1984.

[51] Partridge G; Elyard CA; Budd MI. “Glass Ceramics in Substrate Application. Glass: Science and Technology”. *Academic Press*, 226-271, 1984.

[52] Guo R; Guo D; Chen Y; Yang Z Yuan Q. “In Situ Formation of  $\text{LaAl}_{11}\text{O}_{18}$  Rodlike Particles in zta Ceramics and Effect on the Mechanical Properties”. *Ceramics International*, 28: 699-704, 2002.

[53] German RM; Olevski EA. “Modelling Grain Growth Dependence on Liquid Content in Liquid Phase Sintered Materials”. *Metals and Materials Transactions*, 29A: 3057-3067, 1998.

[54] ISO 6872 *Dental Ceramic International Standard*.