# EFEITO DO TEMPO E TEMPERATURA DE PROCESSAMENTO NA RESISTÊNCIA À FLEXÃO E MICROESTRUTURA DO SISTEMA IN CERAM<sup>®</sup> SPINELL

Daniela Barini Rodrigues Alves

DISSERTAÇÃO 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. Tsuneharu Ogasawara, DSc.

Profa. Maria Cecília de Souza Nóbrega, DSc.

Prof. Flávio Teixeira da Silva, DSc.

Prof. Ivo Carlos Corrêa, DSc.

Prof. Hélio Rodrigues Sampaio Filho, DSc.

RIO DE JANEIRO , RJ - BRASIL MARÇO DE 2007

#### ALVES, DANIELA BARINI RODRIGUES

Efeito do tempo e temperatura de processamento na resistência à flexão e microestrutura do sistema In Ceram<sup>®</sup> Spinell.[Rio de Janeiro] 2007.

XVII, 112 p. 29,7 cm (COPPE/UFRJ, M.Sc., Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2007)

Dissertação - Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE

- 1. Cerâmicas Odontológicas
- 2. Tempos e Temperaturas de Sinterização
- 3. Resistência à Flexão
  - I. COPPE/ UFRJ II. Título (série)

### DEDICATÓRIA

Aos meus pais por terem me ensinado que é com estudo, dedicação e trabalho que se superam obstáculos.

Às irmãs Renata Barini e Fabiana Barini que estão sempre presentes em todas as minhas conquistas, me incentivando com carinho, paciência e apoio incondicional.

#### AGRADECIMENTOS

A Deus por ter me dado saúde e sabedoria ao longo de todos estes anos.

Ao professor Tsuneharu Ogasawara pela disponibilidade, orientação e elucidação incondicional de todas as dúvidas que foram surgindo durante este aprendizado, além de toda confiança depositada.

À professora Maria Cecília Nóbrega pela cessão de seus horários de microscopia eletrônica de varredura em meu favor e por toda contribuição na compreensão desses resultados.

Aos professores do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Glória Dulce de Almeida Soares, Luís Henrique de Almeida, Luís Marcelo M. Tavares e Flávio Teixeira, pelos ensinamentos oferecidos para que fosse possível o desenvolvimento e compreensão de toda pesquisa.

Ao CNPq e FAPERJ pelo suporte financeiro; ao Pronex de Cerâmicas Dentais, Processo E- 26 / 171.204 / 2003, onde se insere esta pesquisa de Mestrado.

À equipe do MEV (Carla, Felipe e Adriana) pelas incansáveis horas na análise dos corpos de prova.

Ao especial amigo Alberto Bon pela amizade em todos os momentos.

À amiga Mônica Zacharias que muito incentivou nos momentos críticos e conseguia fazer do Laboratório F-207 um descontraído ambiente de pesquisas.

À amiga Ana Maria Bezerra que me apresentou à COPPE/UFRJ.

À amiga do coração Liliane Dolavale pelos momentos de alegria, sempre me incentivando rumo à melhor decisão.

À Camila Mayworm pela importante ajuda na compreensão dos dados estatísticos.

À amiga Marília Silva, Carla Napoli Barbato e Vinícius Bemfica pelo auxílio ao longo de todas as fases da pesquisa.

Ao amigo Ricardo Aderne (NUCAT/UFRJ) pela importante ajuda na realização da difração de Raio-X.

Ao técnico Robson pelo auxílio na realização dos testes de flexão, mesmo durante seu período de férias.

Aos técnicos do laboratório de preparação de amostras, Júlio Ferreira, Nelson Aguiar e Osvaldo Pires Filho, por toda ajuda e dedicação.

Aos funcionários do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Paulo Roberto de Jesus Menezes, Elias Xavier Pereira, Francisco de Assis Lima de Souza Júnior, Maria Célia Fonseca dos Santos e Bruno Meirelles, pela disposição em sempre ajudar.

Aos amigos Márcio Cacko, Cristiane Evelise, Ingrid Russoni, Valéria, Carolina Filgueiras e Rafael, pela amizade ao longo do curso.

Aos pacientes que souberam compreender minha ausência em muitos momentos.

Aos demais amigos, parentes e funcionários da UFRJ.

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

# EFEITO DO TEMPO E TEMPERATURA DE PROCESSAMENTO NA RESISTÊNCIA À FLEXÃO E MICROESTRUTURA DO SISTEMA IN CERAM<sup>®</sup> SPINELL

Daniela Barini Rodrigues Alves Marco / 2007

Orientadores: Tsuneharu Ogasawara

Maria Cecília de Souza e Nóbrega

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

A presente pesquisa teve por objetivo melhorar as condições de trabalho de uma cerâmica de aluminato de magnésio, através da variação do tempo da 1ª. Queima de Sinterização e da temperatura de 2ª. Queima de Sinterização, no resultado da Resistência Flexural e na microestrutura do sistema In Ceram<sup>®</sup> Spinell (Vita Zahnfabrik). A amostra foi composta de 112 espécimes divididos em dois grupos, dos quais 64 foram sinterizados a 1120°C durante 2h (grupo I) e os demais 48 foram sinterizados a 1120°C durante 3h (grupo II). Para cada um dos grupos mencionados, houve variação da temperatura de 2ª. Queima de Sinterização (1180°C, 1210°C, 1240°C e 1270°C), originando os subgrupos I.1, I.2, I.3, I.4 e II.1, II.2, II.3, II.4. Para verificar se aplicação da lama da barbotina influenciaria no resultado final, foram confeccionadas amostras com e sem a utilização do vibrador.

A resistência à flexão das barras foi avaliada em uma máquina de ensaios mecânicos (EMIC) numa velocidade de descida do travessão de 0,5 mm/min (ISO 6872). Os resultados foram submetidos ao tratamento estatístico (ANOVA) e houve pequeno aumento da resistência à flexão comparando-se o grupo I com o grupo II; porém, pela análise de Tukey, esse aumento não foi estatisticamente significativo. A análise microestrutural foi realizada por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura e Espectroscopia de Energia Dispersiva por Raios-X(EDS) que revelou contornos de grãos bem definidos e poros arredondados nas barras de espinélio sinterizadas.

Abstract of Dissertation presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M.Sc.)

# EFFECTS OF PROCESSING TIME AND TEMPERATURE ON THE FLEXURAL STRENGTH AND MICROESTRUCTURE OF IN CERAM<sup>®</sup> SPINELL SYSTEM

Daniela Barini Rodrigues Alves March / 2007

Advisors: Tsuneharu Ogasawara

Maria Cecília de Souza Nóbrega Department: Metallurgy and Materials Engineering

The aim of this study was to evaluate the influence of the time of the first firing and of the second burn firing on the three-point flexural strength of a partially sintered magnesium aluminate ceramic infiltrated with lanthanum oxide glass. For that, 112 bars were prepared, which 64 bars for first firing at 1120°C during 2h (Group I); and 48 bars for first sintering at 1120°C during 3h (Group II). For each of these groups, the second firing temperature was varied (1180°C, 1210°C, 1240°C and 1270°C), and subgroups were created as I.1, I.2, I.3, I.4 and II.1, II.2, II.3, II.4. To verify the effect of using plaster's vibrator during slip application, other bars were prepared with and without vibration.

The flexural strength of the bars was evaluated using a Universal Testing Machine (EMIC) at a crosshead speed of 0.5 mm/min (ISO 6872). The experimental results were submitted to a statistical treatment (ANOVA) and revealed short increase of the Flexural Strength when group I was compared to group II, but, the Tukey's statistical analyses indicated that there was not significant influence of these parameters on the strength of the materials. Scanning electron microscopy showed well defined grain boundaries and round pores in the sintered In Ceram<sup>®</sup> Spinell bars.

# Índice

1- Introdução	1
2- Revisão Bibliográfica	3
2.1- Sistemas Cerâmicos Odontológicos	3
2.2 - Sistema In-Ceram <sup>®</sup> Spinell	4
2.3 - Visão Científica das Propriedades do Espinélio	5
2.4- Considerações sobre o processamento do In-Ceram <sup>®</sup> Spinell	7
2.5- Etapas do Processamento do In-Ceram <sup>®</sup> Spinell	10
2.5.1-Moldagem e Troquelização	10
2.5.2- Preparo do gesso especial	11
2.5.3-Preparo da Barbotina	11
2.5.4 - Aplicação da Barbotina	12
2.5.5 - Secagem e Sinterização da Subestrutura	12
2.5.6 -Primeira Queima de Sinterização	14
2.5.7 -Segunda Queima de Sinterização	15
2.5.8 - Adaptação da restauração no modelo de trabalho	15
2.5.9 - Aplicação do Pó de Vidro	16
2.5.10 - Infiltração do vidro no forno Vita® Vacumat	17
2.6 - Acabamento: remoção do excesso de vidro	17
2.6.1-Controle da sinterização do Vidro	18
2.7 – Síntese do Espinélio	18
2.8 – A influência da Temperatura do Tratamento térmico	
no crescimento de grãos em pós de Espinélio	20
2.9 – A influência da Temperatura de Sinterização na	
Densificação de Compactados	20
3 – Materiais e Métodos	23
3.1 – Materiais	23
3.1.1 - Materiais para confecção dos corpos-de-	
prova de In-Ceram <sup>®</sup> Spinell	23
3.1.2 – Equipamentos	24
3.2 – Métodos	26
3.2.1 – Caracterização das matérias-primas	26

3.2.2 – Preparação dos corpos-de-prova	27
3.2.3 – Ensaio de Resistência à Flexão	35
3.2.4 – Análise Estatística	35
3.2.5 – Análise das barras sinterizadas antes da	
infiltração	37
3.2.5.1 - Análise das médias dos diâmetros dos	
poros e dos tamanhos de grão	37
3.2.5.2 – Análise da porcentagem dos poros	
para os Grupos I.1 e II.1 sem vibrador	40
3.2.6 – Análise das barras de In-Ceram <sup>®</sup> Spinell	
infiltradas com vidro	41
4 – Resultados e Discussão	42
4.1 – Resultados da Resistência à Flexão	42
4.2 – Análises microestrutural e elementar	53
4.2.1 Gesso Não-Sinterizado (Vita Zahnfabrik,	
Bad Sackingen, Alemanha)	53
4.2.2. Pó do In-Ceram <sup>®</sup> Spinell (Vita Zahnfabrik,	
Bad Sackingen, Alemanha)	56
4.2.3 Pó de Vidro de Lantânio (Vita)	62
4.2.4 Análise Microestrutural das Barras de	
Espinélio Sinterizadas e não infiltradas	
com Vidro	66
4.2.5. Análise Microestrutural das Barras	
de Espinélio Sinterizadas e infiltradas	
com Vidro	73
5- Conclusões	80
6 – Sugestões de Trabalhos futuros	81
7 - Referências Bibliográficas	82
8 – Apêndice	87

# Índice das Tabelas

Tabela 1 - Tipos de sistemas cerâmicos	3e4
Tabela 2 - Sistemas In-Ceram <sup>®</sup> : propriedades mecânicas e indicações	4
Tabela 3 - Composição do pó do In-Ceram <sup>®</sup> Spinell	8
Tabela 4 - Composição do vidro do In-Ceram <sup>®</sup> Spinell	9
Tabela 5 - Grupos e subgrupos da pesquisa	33
Tabela 6 - Resultados das médias da Resistência à Flexão e o desvio padrão	
das amostras (Software Excel)	42
Tabela 7 - Tamanho do cristalito da amostra do pó do	
In-Ceram <sup>®</sup> Spinell – Leitura 1	59
Tabela 8 - Tamanho do cristalito da amostra do pó do	
In-Ceram <sup>®</sup> Spinell - Leitura 2	60
Tabela 9 - Composição do vidro de lantânio (patente).	66
Tabela 10 - Resultados do Teste de Resistência à Flexão de Três	
Pontos de cada amostra, com a média da resistência à	
flexão do grupo I (subgrupos I 1 - com e sem vibrador;	
I 2 – com e sem vibrador; I 3-com e sem vibrador e I 4-	
com e sem vibrador) e seus respectivos desvios padrões	87
Tabela 11 - Resultados do Teste de Resistência à Flexão de Três	
Pontos de cada amostra, com a média da resistência à	
Flexão do grupo II (subgrupos II 1- com e sem vibrador;	
II 2 – com e sem vibrador; II 3-com vibrador e II 4-	
com vibrador) e seus respectivos desvios padrões	87
Tabela 12 - Tabela de Tuckey	88
Tabela 13 - Detalhamento da Análise de Difração de Raio-X com	
os parâmetros de Rede – Valores inicias	90
Tabela 14 - Detalhamento da Análise de Difração de Raio-X com	
os parâmetros de Rede – Valores finais	
Tabela 15 - Distribuição de tamanho de poros na amostra	
(grupo I.1) 1120°C (2h) + 1180°C (2h)	92
Tabela 16 - Distribuição de tamanho de poros na amostra	
(grupo II.1) 1120°C (3h) + 1180°C (2h).	94

Tabela 17 - Detalhamento dos cálculos da análise de Weibull -	
Grupo I.1, com vibrador	96
Tabela 18 - Detalhamento dos cálculos da análise de Weibull –	
Grupo I.2, com vibrador	97
Tabela 19 - Detalhamento dos cálculos da análise de Weibull –	
Grupo I.3, com vibrador	98
Tabela 20 - Detalhamento dos cálculos da análise de Weibull –	
Grupo I.4, com vibrador	99
Tabela 21 - Detalhamento dos cálculos da análise de Weibull –	
Grupo II.1, com vibrador	100
Tabela 22 - Detalhamento dos cálculos da análise de Weibull –	
Grupo II.2, com vibrador	101
Tabela 23 - Detalhamento dos cálculos da análise de Weibull –	
Grupo II.3, com vibrador	102
Tabela 24 - Detalhamento dos cálculos da análise de Weibull –	
Grupo II.4, com vibrador	103
Tabela 25 - Detalhamento dos cálculos da análise de Weibull –	
Grupo I.1, sem vibrador	104
Tabela 26 - Detalhamento dos cálculos da análise de Weibull –	
Grupo I.2, sem vibrador	105
Tabela 27 - Detalhamento dos cálculos da análise de Weibull –	
Grupo I.3, sem vibrador	106
Tabela 28 - Detalhamento dos cálculos da análise de Weibull –	
Grupo I.4, sem vibrador	107
Tabela 29 - Detalhamento dos cálculos da análise de Weibull –	
Grupo II.1, sem vibrador	108
Tabela 30 - Detalhamento dos cálculos da análise de Weibull –	
Grupo II.2, sem vibrador	109
Tabela 31 - Resumo dos resultados de Weibull	110
Tabela 32 - Resultados de porosidade de amostras sinterizadas e não	
infiltradas, usando o método da pesagem da impressão micrográfica.	111
Tabela 33 - Porcentagens volumétricas das fases em amostras do Grupo I após	
infiltração com vidro de alumino-silicato de lantânio	112

# Índice das Figuras

Figura 1: Coroas totais de In-Ceram <sup>®</sup> Spinell	5
Figura 2: Espinélio natural	5
Figura 3: Diagrama de fases MgO-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	7
Figura 4: Aplicação da barbotina	12
Figura 5: A separação do "coping" em relação ao molde de gesso	14
Figura 6: "Coping" sobre a almofada de tungstênio para a segunda qu	ieima 15
Figura 7: a) A otimização do "coping", b) "Coping" em suporte "W"	16
Figura 8: a) A aplicação do vidro de lantânio sobre o "coping",	
b) "Coping" em suporte de Tungstênio	16
Figura 9: Cerâmica parcialmente infiltrada	17
Figura 10: a) Remoção do excesso de vidro com broca,	
b) Remoção do excesso de vidro com jateamento	18
Figura 11: Materiais componentes do Kit da Vita In-Ceram <sup>®</sup> Spinell	24
Figura 12: Equipamentos utilizados:	
a) vibrador de gesso (VH Softline) e ultrassom Vitasonic,	
b) paquímetro de duas casas decimais (Starrett <sup>®</sup> ),	
c) broca Super Max (Edenta),	
d) Forno InCeramat 3,	
e) Forno Vacumat,	
f) Forno Thermolyne 46200,	
g) EMIC (DL1000)	25
Figura 13 : Dimensões finais dos corpos-de-prova	27
Figura 14 : Conjunto barra de gesso (4x4x25mm <sup>3</sup> ) e	
barbotina (2x4x25mm <sup>3</sup> ) para técnica "Slip Casting"	28
Figura 15 : a) Moldes poliméricos com barra de gesso e	
b) aplicação da barbotina com pincel, segundo indicações	5
do fabricante	28
Figura 16 : Conjunto barra de gesso e barbotina antes da 1ª. Queima	
de Sinterização (a) e depois da 1ª.Queima de Sinterização	o (b) 30
Figura 17: (a) Pó do vidro; (b) Aplicação do vidro nas barras de espir	nélio 32

Figura18: Conjunto barra de espinélio e lama de vidro após a abertura do	
forno Vacumat	33
Figura 19 : Metodologia de apoio ao cálculo da porosidade das amostras;	
Escala 10 mm x 10 mm, sendo 5µm equivalentes a 32 mm;	
(0,15625 μm /mm)	39
Figura 20 : Análise micrográfica, sem recobrimento, por elétrons	
retroespalhados da barra de gesso não sinterizada, antes	
da aplicação da barbotina.	53
Figura 21 : Análise micrográfica, sem recobrimento, por elétrons	
retroespalhados da barra de gesso não sinterizada, antes	
da aplicação da barbortina	54
Figura 22 : Micrografia (MEV, baixo vácuo) da área de fratura de	
barras de gesso sinterizadas, após a aplicação da barbotina	
analisadas por elétrons retroespalhados.	55
Figura 23 : Área de fratura de barras de gesso sinterizadas,	
após a aplicação da barbotina analisadas por elétrons	
retroespalhados, em baixo vácuo	56
Figura 24 : MEV Espinélio COPPE/UFRJ	56
Figura 25 : Micrografia da suspensão do pó de espinélio : a) região "a",	
b) região "b"	57
Figura 26 : Mapeamento por EDS das micrografías da suspensão do	
pó de espinélio; Type: Counts Mag: 4500	
Acc. Voltage: 20.0 kV Data	58
Figura 27 : MEV Vidro de Lantânio (PEMM/UFRJ). Análise	
por elétrons retroespalhados. Em (a) sem recobrimento	
e em (b) com recobrimento de ouro	62
Figura 28 : Partículas do vidro de lantânio, Image Name: Vidro La,	
Accelerating Voltage: 15.0 kV, Magnification: 120	63
Figura 29 : Image Name: Vidro, Accelerating Voltage: 20.0 kV,	
Magnification: 500, Detector: Pioneer	65
Figura 30 : Micrografia da barra de In-Ceram <sup>®</sup> Spinell do	
Grupo I.1 sem vibrador, parcialmente sinterizada, com	
aumento de 800x, análise por elétrons retroespalhados	66
Figura 31 : Micrografia da barra de In-Ceram <sup>®</sup> Spinell do	

Grupo I.1 sem vibrador, parcialmente sinterizada, com	
aumento de 3000x, análise por elétrons retroespalhados	67
Figura 32 : Micrografia da barra de In-Ceram <sup>®</sup> Spinell do	
Grupo II.1 sem vibrador, parcialmente sinterizada, com	
aumento de 3000x, análise por elétrons retroespalhados	67
Figura 33 : Micrografia da superfície fraturada de barras de espinélio	
do grupo I.2 (sem vibrador), MEV – elétrons retroespalhados	69
Figura 34 : Micrografia da superfície fraturada de barras de espinélio	
do grupo I.3 (sem vibrador), MEV – elétrons retroespalhados	69
Figura 35 : Micrografia da superfície fraturada de barras de espinélio do	
grupo I.4 (sem vibrador), MEV – elétrons retroespalhados	70
Figura 36 : Micrografia da superfície fraturada de barras de espinélio do	
grupo II.2 (sem vibrador), MEV – elétrons retroespalhados	70
Figura 37 : Micrografia da superfície fraturada de barras de espinélio do	
grupo II.3 (sem vibrador), MEV – elétrons retroespalhados	71
Figura 38 : Micrografia da superfície fraturada de barras de espinélio do	
grupo II.4 (sem vibrador), MEV – elétrons retroespalhados	71
Figura 39 : Micrografia da superfície fraturada da barra de espinélio,	
sinterizada e não infiltrada do grupo I.1, sem vibrador,	
análise por elétrons retroespalhados, sem recobrimento de ouro	72
Figura 40 : Micrografia da superfície fraturada da barra de espinélio	
do grupo II.1, sem vibrador, análise por elétrons	
retroespalhados, sem recobrimento de ouro	72
Figura 41 : Espinélio sinterizado e não infiltrado	73
Figura 42 : Espinélio sinterizado e infiltrado	73
Figura 43 : Micrografia da superfície fraturada da barra de espinélio	
do Grupo I.1, sem vibrador, aumento 3000x	74
Figura 44 : Micrografia da superfície fraturada da barra de espinélio	
sinterizada e infiltrada por vidro de lantânio – Grupo I.2,	
sem vibrador, análise por elétrons retroespalhados, sem	
recobrimento por ouro, aumento 3000x	74
Figura 45 : Micrografia da superfície fraturada da barra de espinélio,	
sinterizada e infiltrada por vidro de lantânio – Grupo I.3,	
sem vibrador, análise por elétrons retroespalhados, sem	

o recobrimento por ouro, aumento 3000x	75
Figura 46 : Micrografia da superfície fraturada da barra de espinélio,	
sinterizada e infiltrada por vidro de lantânio – Grupo I.4,	
sem vibrador, análise por elétrons retroespalhados, sem	
o recobrimento de ouro, aumento 3000x	75
Figura 47 : Micrografia da superfície fraturada da barra de espinélio,	
sinterizada e infiltrada por vidro de lantânio - Grupo II.1,	
sem vibrador, análise por elétrons retroespalhados, sem	
o recobrimento de ouro, aumento 3000x	76
Figura 48 : Micrografia da superfície fraturada da barra de espinélio,	
sinterizada e infiltrada por vidro de lantânio - Grupo II.2,	
sem vibrador, análise por elétrons retroespalhados, sem	
o recobrimento de ouro, aumento 3000x	76
Figura 49 : Micrografia da superfície fraturada da barra de espinélio,	
sinterizada e infiltrada por vidro de lantânio - Grupo II.3,	
com vibrador, análise por elétrons retroespalhados, sem	
o recobrimento de ouro, aumento 3000x	77
Figura 50 : Micrografia da superfície de fratura do espinélio do grupo II.4,	
com vibrador, análise por elétrons retroespalhados (baixo vácuo)	77
Figura 51 : Micrografia da superfície de fratura do espinélio do grupo I.1,	
sem vibrador, análise por elétrons secundários	78
Figura 52 : Micrografia da superfície de fratura do espinélio do grupo II.3,	
sem vibrador, análise por elétrons retroespalhados	78

# Índice dos Gráficos

Gráfico 1-Tempo e Temperatura de Queima de Sinterização do	
In-Ceram Spinell <sup>®</sup> (Grupo-I)	29
Gráfico 2- Tempo e Temperatura da Queima de Sinterização do	
In-Ceram <sup>®</sup> Spinell (Grupo-II)	29
Gráfico 3 - Tempo e Temperatura da 2ª.Queima de Sinterização	
In-Ceram <sup>®</sup> Spinell (Subgrupo I-1 e Subgrupo II-1) no Forno	
Inceramat 3 – 1180°C	30
Gráfico 4 - Tempo e Temperatura de Sinterização do In-Ceram Spinell $^{\ensuremath{\mathbb{R}}}$	
(Subgrupo I-2 e Subgrupo II-2) no forno	
Thermolyne 46200 -1210°C	31
Gráfico 5 - Tempo e Temperatura de Sinterização do In-Ceram <sup>®</sup> Spinell	
(Subgrupo I-3 e Subgrupo II-3) no forno	
Thermolyne $46200 - 1240^{\circ}$ C	31
Gráfico 6 - Tempo e Temperatura de Sinterização do In-Ceram <sup>®</sup> Spinell	
(Subgrupo I-4 e Subgrupo II-4) – 1270°C	31
Gráfico 7 - Tempo e Temperatura de Infiltração do Vidro de Lantânio	32
Gráfico 8 - Médias da Resistência Flexural x Amostras dos Grupos I e II	
(Software Origin)	43
Gráfico 9 - Gráfico da Distribuição de Weibull do Grupo I.1 com vibrador	45
Gráfico 10 - Gráfico da Distribuição de Weibull do Grupo I.2 com vibrador	45
Gráfico 11 - Gráfico da Distribuição de Weibull do Grupo I.3 com vibrador	46
Gráfico 12 - Gráfico da Distribuição de Weibull do Grupo I.4 com vibrador	46
Gráfico 13 - Gráfico da Distribuição de Weibull do Grupo II.1 com vibrador	47
Gráfico 14 - Gráfico da Distribuição de Weibull do Grupo II.2 com vibrador	47
Gráfico 15 - Gráfico da Distribuição de Weibull do Grupo II.3 com vibrador	48
Gráfico 16 - Gráfico da Distribuição de Weibull do Grupo II.4 com vibrador	48
Gráfico 17 - Gráfico da Distribuição de Weibull do Grupo I.1 sem vibrador	49
Gráfico 18 - Gráfico da Distribuição de Weibull do Grupo I.2 sem vibrador	50
Gráfico 19 - Gráfico da Distribuição de Weibull do Grupo I.3 sem vibrador	50
Gráfico 20 - Gráfico da Distribuição de Weibull do Grupo I.4 sem vibrador	51
Gráfico 21- Gráfico da Distribuição de Weibull do Grupo II.1 sem vibrador	51

Gráfico 22 - Gráfico da Distribuição de Weibull do Grupo II.2 sem vibrador	52
Gráfico 23 - Análise EDS do gesso antes da aplicação da barbotina	54
Gráfico 24 - Análise EDS – In-Ceram <sup>®</sup> Spinell – COPPE/UFRJ	56
Gráfico 25 - Tamanho do cristalito da amostra do pó do In-Ceram <sup>®</sup> Spinell	59
Gráfico 26 - Difratograma do Pó do Sistema In-Ceram <sup>®</sup> Spinell	61
Gráfico 27 - Análise EDS do ponto 1 da figura 28	63
Gráfico 28 - Análise EDS do ponto 2 da figura 28	64
Gráfico 29 - Análise EDS, do ponto 3 da figura 28	64
Gráfico 30 - Análise EDS, do ponto 1 da figura 29	65
Gráfico 31 - Detalhes da Identificação do pó do Espinélio por Difração de	
Raios-X – Resultado 1	89
Gráfico 32 - Detalhes da Identificação do pó do Espinélio por Difração de	
Raios-X – Resultado 2	89

### 1-Introdução

Desde a sua introdução na Odontologia, as cerâmicas têm merecido especial atenção e destaque, uma vez que dificilmente outro material consegue reproduzir a beleza e a naturalidade dos dentes [1], além de possuírem maior resistência à abrasão quando comparadas aos metais e compósitos, possuem baixa condutividade térmica e elétrica [2]; porém, são também suscetíveis à fratura frágil em tensões relativamente baixas [3].

Depois das cerâmicas feldspáticas e das restaurações metalo-cerâmicas, a Odontologia busca substituir cada vez mais os materiais metálicos em função dos resultados estéticos. O surgimento da Odontologia adesiva e das cerâmicas reforçadas viabilizou o uso das restaurações totalmente cerâmicas que apresentam resistência mecânica superior à feldspática, o que possibilitou a confecção desde elementos unitários até pontes fixas de três ou quatro elementos. Assim, a tecnologia das cerâmicas odontológicas tem se desenvolvido rapidamente no sentido de reduzir a contração de sinterização e aumentar a resistência mecânica com a manutenção das propriedades óticas e estéticas.

A sinterização é a etapa mais importante ou, uma das mais importantes, no processamento de materiais por metalurgia do pó e cerâmica. É nesta etapa que partículas já conformadas ganham resistência mecânica e adquirem quase todas as suas propriedades mecânicas finais, pois relaciona o aspecto estrutural da peça sinterizada (porosidade residual, fases presentes, tamanho médio do grão e distribuição de grão, homogeneidade estrutural, etc) às características dos pós usados (tamanho, distribuição de tamanho de partículas) [4,25], considerando também as condições de tempo e temperatura de sinterização[4]. Assim, na presente pesquisa foi feita uma avaliação da Resistência à Flexão do In-Ceram<sup>®</sup> Spinell Parcialmente Sinterizado e Infiltrado com Vidro como uma função das características do pó cerâmico e das variações dos tempos e temperaturas de processamento, determinantes da microestrutura. É oportuno antecipar que o In-Ceram<sup>®</sup> Spinell costuma fraturar-se após a etapa de sinterização parcial, tornando o seu processamento difícil. Tal característica denominada debilidade estrutural está presente até a conclusão da cerâmica final. Assim, a melhora no processamento do "corpo cerâmico" através dos aumentos do tempo da primeira queima e da temperatura da segunda queima de sinterização visou aumentar a resistência da peça sinterizada e um maior sucesso na subseqüente etapa da usinagem antes da infiltração do vidro de lantânio.

### 2-Revisão Bibliográfica

### 2.1-Sistemas Cerâmicos Odontológicos

Há tempos que as cerâmicas vêm sendo utilizadas em vários segmentos na sociedade, mas foi em 1903 que o Dr. Charles Land introduziu uma das primeiras próteses unitárias cerâmicas na Odontologia e, logo após, descreveu uma técnica de fabricação de próteses unitárias cerâmicas que usava uma matriz de folha de platina e porcelana feldspática de alta fusão. Embora essas próteses apresentassem uma excelente estética, tinham baixa resistência à flexão resultando em fracassos mecânicos. Desde então, as cerâmicas feldspáticas têm sido utilizadas sobre uma subestrutura metálica em restaurações metalo-cerâmicas com intuito de compensar a baixa resistência à fratura [3].

Em 1965, Mc Lean e Hughes [*apud* 3] utilizaram um casquete cerâmico de alumina, mas devido a sua inadequada translucidez era necessário a aplicação de uma cerâmica feldspática sobre o casquete, originando assim a cerâmica aluminizada [5]. A partir daí, o desenvolvimento, tanto na composição quanto no método de confecção do casquete para próteses unitárias de cerâmica aumentou a capacidade de produzir próteses unitárias de cerâmicas puras mais precisas e resistentes à fratura. Assim, surgiram as cerâmica feldspática convencional [3]. Cristais de leucita, de dissilicato de lítio e de zircônia têm sido adicionados a fim de bloquear a propagação das fendas quando a cerâmica é submetida a tensões de tração, aumentando a resistência do material. Esse aumento também pode ser explicado pelas tensões compressivas residuais que se formam devido à diferença de coeficiente de expansão térmica entre a fase cristalina e a fase vítrea. Dentre os sistemas cerâmicos reforçados pode-se citar [1]:

C. Feldspática Reforçada com Alumina	Vitadur-N(Vita)
C.Feldspática Reforçada com Leucita	Optec HSP (Jeneric Pentron)
C. Com alto Conteúdo de Alumina	Procera AllCeram (Nobel Biocare)

Tabela 1 – Tipos de sistemas cerâmicos

C.Com Alto Conteúdo de Zircônia	Procera AllZircônia (Nobel Biocare), Cercon Zircônia (Dentsply-Degussa)
C. de Vidro Ceramizado	IPS Empress, IPS Empress II
C. Infiltrada por Vidro	In Ceram Alumina, In Ceram Spinell, In Ceram Zircônia

O In-Ceram<sup>®</sup> é um sistema para confecção de restaurações totalmente cerâmicas que apresenta elevada resistência e pouca contração durante o processamento [6] o que possibilita ter o controle das dimensões finais da restauração. Por ter elevada resistência é indicado para confecção de coroas protéticas bem como infraestruturas de próteses parciais fixas. O sistema In-Ceram<sup>®</sup> VITA pode ser encontrado na forma da Cerâmica do In-Ceram<sup>®</sup> Spinell, In-Ceram<sup>®</sup> Alumina e do In-Ceram<sup>®</sup> Zircônia.

## 2.2 - Sistema In-Ceram<sup>®</sup> Spinell

O sistema In-Ceram<sup>®</sup> Espinélio é um composto de alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) e magnésia (MgO) que torna a infra-estrutura mais translúcida e com resistência à flexão 25% menor do que aquela de In-Ceram<sup>®</sup> Alumina [6], sendo, portanto, indicado por Botino [11] apenas para coroas totais anteriores, inlays e onlays em situações em que se deseja maior translucidez, embora a Norma ISO 6872 exija apenas 100 MPa para tal aplicação.Quando comparado às outras cerâmicas do In-Ceram<sup>®</sup>, quanto à resistência à flexão, ao coeficiente de expansão térmica e às indicações, podem ser encontrados os seguintes dados de acordo com o fabricante [7]:

In Ceram <sup>®</sup>	Resistência Flexão MPa	Coeficiente de Expansão Térmica(10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup> )	Indicações
Alumina	500(±50)	7,4	Coroa pura e PF.anterior de 3 elementos
Espinélio	300 (±60)	7,7	In lay, on lay cerâmica pura
Zircônia	600(±30)	7,7	Cerâmica pura PFixa posterior de 3 elementos

Tabela 2 – Sistemas In-Ceram<sup>®</sup>: propriedades mecânicas e indicações

A cerâmica do In-Ceram<sup>®</sup> Spinell é uma mistura biocompatível para prótese cerâmica que possui uma translucidez similar ao esmalte do dente natural e tenacidade a fratura de 2,7MPa $\sqrt{m}$  quando infiltrado, enquanto que o In-Ceram<sup>®</sup> Alumina e In Ceram<sup>®</sup> Zircônia apresentam respectivamente 4,7 e 5,7MPa $\sqrt{m}$  [7].



Figura 1: coroas totais de In-Ceram<sup>®</sup> Spinell [7].

### 2.3 - Visão Científica das Propriedades do Espinélio

O Espinélio é um mineral natural encontrado principalmente com calcáreo e dolomita, e algumas vezes com o granito ou como sedimentos na areia. Os cristais de espinélio são incolores ou coloridos, cristalinos, transparentes ou até mesmo opacos, tendo geometria cúbica com a tendência de formação conjunta e, dependendo dos íons metálicos adicionados, o Espinélio pode ter diferentes colorações com composição variada [8].



Figura 2: Espinélio natural [7]

Cerâmicas do tipo Espinélio têm características excelentes de materiais cujas propriedades são utilizadas para aplicação industrial. Devido ao seu alto ponto de fusão

(2135°C), sua excelente estabilidade (até mesmo em temperaturas extremas), baixa condutividade térmica, o espinélio é também utilizado como material refratário em fornos industriais [9]. Essas propriedades, aliadas à alta resistência aos ácidos, contribuem para o uso do espinélio como material de resistência à corrosão em cadinhos. A indústria de jóias também se beneficia das vantagens de sua transparência e da possibilidade de se obter pedras sintéticas de diferentes cores adicionando determinados íons metálicos. Enfim, a alta resistência mecânica, boa resistência química, alta translucidez e baixa condutividade elétrica, faz do espinélio um material interessante para a tecnologia de reconstrução dentária; um campo no qual a qualidade estética é requerida [8].

Até hoje, bons resultados têm sido encontrados neste campo utilizando-se o Sistema In-Ceram<sup>®</sup> que, da mesma maneira como acontece com os pós de Alumina e de Zircônia, viabiliza o uso do Espinélio como material base do "coping".

Pelo diagrama de fases do sistema MgO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, figura 3, o espinélio estequiométrico é encontrado na composição igual a 71,8% (em peso) de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e 28,2% (em peso) de MgO. Embora o espinélio estequiométrico seja uma fase estável em temperaturas inferiores a 1000°C, existe o espinélio solução sólida, em altas temperaturas (sobretudo acima de 1400°C), onde é possível um grande enriquecimento da espécie tanto em alumina quanto em magnésia, havendo uma área de predominância da solução sólida espinélica abrangendo desde 45 mol% de alumina até 80 mol% de alumina a 1850°C. Assim, uma mistura alumina (ou magnésia) a um espinélio estequiométrico é dotada de uma força motriz de sinterização adicional em relação àquela referente à energia livre superficial associada à sinterização do espinélio estequiométrico (trata-se de sinterização com reação química). O espinélio estequiométrico funde-se a 2135°C, de modo que (pela regra empírica de sinterização) a temperatura mínima de sinterização é de 1275°C (correspondente a 60% da temperatura de fusão do espinélio estequiométrico) e a temperatura máxima de sinterização é de 1922°C (90% da temperatura de fusão do espinélio estequiométrico). Observe na figura 3 que em toda essa faixa de temperatura de sinterização há solução sólida mais rica em Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> do que o espinélio estequiométrico. Acima de 1500°C existe também solução sólida mais rica em MgO do que espinélio estequiométrico.



Figura 3: Diagrama de fases MgO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – [10]

### 2.4- Considerações sobre o processamento do In-Ceram® Spinell:

A julgar pela patente de Tyszblat [11], o sistema In-Ceram<sup>®</sup> Spinell foi idealizado para confecção de próteses dentais totalmente cerâmicas, de elevada resistência mecânica e biocompatibilidade.

Trata-se de um método que inclui a produção de uma pasta plástica que é a mistura de ligante com partículas finas de alumina / magnésia alumina e magnésia.Tal ligante é um ligante orgânico que confere à pasta uma consistência necessária para a criação da prótese. Essa pasta conformada é levada ao tratamento térmico em elevadas temperaturas até a obtenção de uma infraestrutura porosa. A técnica utilizada para aplicação da citada pasta plástica é a técnica da moldagem por barbotina ou "Slip Casting".

Uma alternativa para o "*slip casting*" é a técnica oferecida pelo Cerec Vitablocs [12] na qual a imagem do preparo do dente é filmada por uma vídeo-câmera, tridimensionalmente digitalizada e processada via CAD (Computer Aided Design) para modelar tanto o casquete quanto a prótese final que se adapte bem na boca do paciente. A infra-estrutura In-Ceram<sup>®</sup> é produzida via CAM (Computer Aided Manufacturing) pela fresagem dos blocos pré-sinterizados da cerâmica. Quando comparada com a técnica da colagem em barbotina, os Vitablocs para Cerec apresentam menor número de macro poros nos blocos e a estrutura porosa aberta é mais homogênea, acarretando aumento da resistência à flexão [3]. Este processo CAD/CAM também pode ser utilizado para cerâmicas do tipo espinélio que apresentam boas propriedades mecânicas, em torno de 300 a 400MPa depois de infiltrada, possibilitando a natural translucidez, a boa adaptação e a agilidade na confecção do trabalho. Porém, uma vez que materiais com resistência à flexão ao redor de 150MPa são contra-indicados para coroas em dentes posteriores, o In-Ceram <sup>®</sup> Spinell é indicado somente para facetas laminadas coroas unitárias em dentes anteriores, inlays e onlays [13]. O Sistema In-Ceram<sup>®</sup> Spinell possui translucidez duas vezes maior que o In-Ceram<sup>®</sup> Alumina porque o índice de refração da sua fase cristalina é mais próximo ao do vidro e sua infiltração a vácuo permite menor porosidade sendo, portanto, indicado em situações onde se deseja o máximo de translucidez da estrutura [13].

Matéria-Prima:

• Para confecção da barbotina:

- Composição do pó:

Tabela 3: Composição do pó do In-Ceram<sup>®</sup> Spinell

Óxidos	% peso
MgO•Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO: 28, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 72

- Composição do Líquido: não informada pelo fabricante, porém, a julgar pelo conteúdo da patente de um material similar de TYSZBLAT [11], trata-se de uma mistura de água destilada com aditivos orgânicos ligantes, plastificantes e outros que possibilitam a conformação da peça cerâmica a verde e o seu manuseio antes da primeira queima.

• Para a infiltração do vidro:

- Composição do vidro de acordo com o fabricante[7]

Óxidos	% peso
SiO <sub>2</sub>	14-18
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	12-17
$B_2O_3$	10-12
TiO <sub>2</sub>	5-7
$La_2O_3$	29-35
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	10-15
BiO <sub>2</sub>	4-5
MgO	2-3

Tabela 4: Composição do vidro do In-Ceram<sup>®</sup> Spinell

É com o processo de infiltração que o vidro ocupa os espaços intersticiais (poros) e diminui a quantidade de trincas e irregularidades de superfície, aumentando significativamente a resistência do material [14]. Um outro aspecto favorável do processo de infiltração refere-se à diferença entre os coeficientes de expansão térmica que, no caso da alumina e do vidro, gera forças compressivas e tensão residual na interface alumina / vidro, neutralizando parte das forças de tração que atuam sobre a infra-estrutura cerâmica, limitando a propagação das trincas [14]. Quase todas as cerâmicas mais recentes de alta resistência derivam da capacidade de as partículas cristalinas bloquearem a formação de trincas [3, 14]. O coeficiente de expansão térmica do vidro deve ser um pouco menor, ou próximo à subestrutura, para permitir maior resistência aos impactos. Tal resistência também pode ser aumentada ou diminuída pela adição de óxidos como óxido de sódio ou potássio que a aumentam e óxidos de sílica ou lantânio que a diminuem.

Os vidros de alumino-silicato de lantânio possuem elevada estabilidade química e a incorporação de aditivos como a ítria melhora a durabilidade aquosa dos vidros de silicato de lantânio [15]. A melhor capacidade de molhamento do vidro pode ser variada pela adição de determinados aditivos como óxido de boro, óxido de vanádio entre outros[16], entretanto, uma concentração de modificadores de vidro muito alta, reduz a durabilidade química do vidro [3]. Para infiltração na cerâmica, é preferível que o vidro tenha um coeficiente de expansão próximo àquele da subestrutura cerâmica favorecendo, assim, uma estabilidade satisfatória ao choque térmico. Uma infiltração realizada a 1100°C possibilita a penetração do vidro fundido dentro da cerâmica parcialmente sinterizada.

A literatura é pobre quando o assunto a ser abordado é o aumento da resistência mecânica do In-Ceram<sup>®</sup> Spinell. Em se tratando de melhoria decorrente da infiltração de vidro de lantânio na subestrutura cerâmica porosa parcialmente sinterizada, uma inferência adequada é obtida da literatura referente ao In-Ceram<sup>®</sup> Alumina, onde é conhecida uma elevação da resistência à flexão (605 MPa) com a infiltração do vidro de lantânio que depende não apenas da união das partículas de óxido de alumínio quando sinterizadas, mas também da completa infiltração da subestrutura porosa [17].

## 2.5-Etapas do Processamento do In-Ceram ® Spinell [7]:

### 2.5.1-Moldagem e Troquelização

Após o preparo das superfícies dentárias seguindo as normas técnicas (término do preparo do tipo "ombro"), é realizada a moldagem do elemento dentário com material polimérico para a obtenção de um molde que será em seguida vazado com um gesso especial. Após a cristalização, este modelo será troquelizado e em seguida, confeccionado um segundo modelo de gesso, porém não seccionado.

O elemento dentário troquelizado, que receberá a coroa, é duplicado após o alívio dos defeitos e das áreas retentivas mediante a aplicação do verniz da VITA<sup>®</sup> por cima do gesso troquelizado, de 2 a 3 camadas (aproximadamente 45µm, para garantir uma boa adaptação futura da prótese ao dente preparado), não cobrindo a área do término do preparo.

A duplicação do troquel aliviado será realizada com material polimérico do tipo silicone de adição na proporção de 1:1. Com a duplicação realizada, remove-se o troquel do material polimérico e aguarda-se por 30 minutos, dependendo do material, por causa da recuperação elástica.

### 2.5.2 - Preparo do gesso especial

Um gesso especial da VITA<sup>®</sup> deve ser espatulado na proporção de 15g: 3,3 ml de água destilada, podendo a espatulação ser manual, durante 20 segundos, após o que deve ser vertido no molde de silicone de adição. A partir daí, deve-se aguardar por 2 horas (recomendação do fabricante). Cabe esclarecer que o tempo de espera da presa do gesso no molde (para a cristalização completa do gesso especial) é em torno de 1h [18].

### 2.5.3 - Preparo da Barbotina

A técnica da barbotina ("Slip casting") é econômica e utilizada amplamente para a produção de formas complexas de muitos materiais à base de cerâmicas [17]. A barbotina, ou lama é uma suspensão de pós coloidais num solvente (por exemplo: a água) que é colocada sobre um molde poroso, geralmente hemihidrato de sulfato de cálcio (gesso). Por sucção capilar, o molde filtra o líquido de uma suspensão e uma camada densa de partículas se deposita na superfície do molde. A forma resultante, chamada de "corpo verde" [7], é removida e queimada no forno, aumentando a resistência.

A barbotina será preparada pesando-se em balança devidamente calibrada, a quantidade de 13,5g do pó do VITA In-Ceram<sup>®</sup> Spinell, que será colocado em porções pequenas num becher de vidro, ao qual se adicionará uma ampola do líquido desse material. A mistura do pó no líquido deverá ser feita, em pelo menos três etapas e, em cada uma delas, o preparado deverá ser colocado no ultrassom por 2 minutos, com o cuidado de colocar cubos de gelo na cuba de água do aparelho, numa refrigeração contrapondo-se ao aquecimento decorrente da agitação ultra-sônica que degradaria as propriedades dos aditivos orgânicos essenciais à uma boa qualidade da barbotina. Depois que todo o pó foi adicionado, a mistura ficará por mais quatro minutos em agitação ultrassônica até a obtenção de uma consistência homogênea.

## 2.5.4 - Aplicação da Barbotina

Com um pincel, todo o gesso refratário será recoberto com a barbotina. A subestrutura assim obtida deverá ter a forma ("design") da subestrutura de uma prótese dental, salientando-se que sua espessura mínima é de 0,5 mm.



Figura 4 - Aplicação da barbotina [7].

### 2.5.5 - Secagem e Sinterização da Subestrutura

O tempo de sinterização representa um importante fator na quantidade de contração das subestruturas. Sendo assim, nos estágios iniciais, qualquer variação desse tempo provocaria grandes variações nas contrações. Segundo Ganesh e colaboradores [9], durante a formação do espinélio MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> há uma significativa expansão volumétrica (8%) sendo, portanto, difícil obter corpo de espinélio MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> denso em apenas um estágio de queima da cerâmica a partir de MgO e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. A queima de cerâmicas compostas de pós espinélicos contendo apenas teores limitados de MgO e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> não reagidos não é tão crítica [19] e a contração necessária para a devida consolidação é menor. Quanto maior for a temperatura de sinterização, tanto maior será a taxa de contração (ou densificação), limitada pela temperatura de fusão do material. Assim, a variação da temperatura no interior de peças cerâmicas em sinterização gerará contrações heterogêneas e distorções. O tamanho e a forma das partículas também influenciam no processo de contração. Assim, quanto menores forem as partículas, tanto maior será a contração para determinados tempo e temperatura de sinterização. Pós com partículas de formatos irregulares podem ser sinterizados com facilidade quando comparados com pós esféricos devido à maior energia de superfície e área de contato, mas isto pode gerar distorções durante o processo de sinterização[19].

Antes da sinterização ocorrem mudanças no material cerâmico como: secagem, decomposição dos ligantes orgânicos e vaporização da água quimicamente combinada.

As reações de sinterização ocorrem, quando a temperatura aplicada ao sistema alcança a faixa entre a metade e dois terços da temperatura de fusão do material; trata-se de requisito de energia suficiente para causar difusão atômica no estado sólido e escoamento viscoso, quando uma fase líquida estiver presente [20]. Produtos cerâmicos sinterizados representam um sistema de materiais que pode variar em número de componentes, características das partículas, complexidade das reações químicas envolvidas e mecanismos de contração durante a sinterização [21]. As mudanças que ocorrem na micro-estrutura durante a sinterização são novas características de empacotamento das partículas originais que se soldam entre si, dando maior densificação ao material.

A densificação do produto cerâmico durante a sinterização ocorre através dos mecanismos de transporte de massa. Entre os mecanismos de transporte existentes, alguns não causam densificação diretamente. É o caso da difusão de superfície que é um mecanismo de transporte que promove o alisamento da superfície dos grãos, união das partículas e arredondamento dos poros, mas não produz contração de volume ou densificação. Outro mecanismo que também não causa densificação é o transporte em fase vapor a partir de superfícies convexas para superfícies côncavas. Os principais mecanismos de difusão, que causam contração, são difusão nos contornos dos grãos e difusão pela rede. O mecanismo de difusão ao longo dos contornos de grãos produz o crescimento do pescoço entre as partículas. Este crescimento reduz o tamanho dos vazios e desloca-os para regiões côncavas do granulado. O mecanismo de difusão de rede transporta os vazios para a superfície, com um concomitante escoamento de átomos em direção oposta. O efeito combinado destes dois mecanismos de difusão vai provocar a contração dos interstícios, promovendo um empacotamento mais denso e uniforme do material cerâmico sinterizado. Os mecanismos de escoamento viscoso são efetivos somente quando uma fase liquida de baixa viscosidade estiver presente ou uma pressão for aplicada a uma fase líquida de viscosidade maior. Estes últimos mecanismos também causam contração, devido a uma redução do espaçamento entre partículas e decréscimo da quantidade de vazios [20].

Uma peça cerâmica verde que tenha sido conformada hidroplasticamente ou através da "fundição" de uma suspensão, retém uma porosidade significativa e possui uma resistência que é insuficiente para a maioria das aplicações práticas (produtos estruturais de argila, louças brancas e refratários) [22], requerendo uma boa secagem e consolidação por sinterização.

É durante a secagem que se torna extremamente crítica a taxa de remoção da água. A secagem nas regiões internas de um corpo é realizada através da difusão de moléculas de água para a superfície, onde ocorre a evaporação. Se a taxa de evaporação da superfície for maior que a difusão, a superfície irá secar-se mais rapidamente do que o interior, com a grande probabilidade de formação de defeitos. Portanto, a taxa de evaporação da superfície deve ser diminuída, para ser, no máximo, igual à taxa de difusão da água. A taxa de evaporação pode ser controlada pela temperatura, pela umidade e pela taxa de escoamento do ar, no entanto, outros fatores como espessura das peças, teor de água, tamanho de partículas, também influenciam na contração de volume. É com a sinterização que tanto a resistência mecânica quanto a densidade (diminuição da porosidade) são aumentadas [20].

### 2.5.6 - Primeira Queima de Sinterização

A primeira queima, é hoje, realizada no forno Inceramat 3 por cerca de 30 minutos após a barbotina ter sido depositada (por capilaridade) sobre o molde refratário. De acordo com o programa específico deste material, o forno leva 6 horas para aquecerse e chegar a 120°C. Logo após, a temperatura é elevada em 2 horas até atingir 1120°C, onde se mantém por 2 horas. Após esta primeira queima, o forno é deixado esfriar até a temperatura de 500°C antes que possa ser aberto. Logo após, o "coping" pode ser facilmente removido do modelo de gesso refratário, pois este se contraiu mais do que o "coping" durante a queima.



Figura 5 – A separação do "coping" em relação ao molde de gesso[7].

Cabe assinalar que na primeira etapa do aquecimento da cobertura de barbotina sobre o molde de gesso especial da Vita acontece a eliminação da água mecanicamente retida primeiro, seguida de desidratação (ou calcinação) do gesso, que voltará ao estado de hemi-hidrato (com associação contração) [18]. Estas transformações têm que ser feitas muito lentamente para não afetar a integridade da subestrutura em formação (cujas partículas estarão unidas pelo ligante orgânico); por isso, a demanda de 6h nesta etapa. Depois, o conjunto gesso mais a subestrutura verde é aquecida mais rapidamente, onde ocorre a decomposição térmica do aditivo orgânico (sem deixar resíduos), o gesso residual sofre uma completa desidratação (calcinação à morte) e com cristalização e crescimento de grãos. A subestrutura se sinteriza parcialmente dando um corpo poroso, capaz de auto-sustentar-se. Um detalhe importante no resfriamento, após a primeira queima, é que o gesso deva contrair-se não menos do que a subestrutura, para preservação mecânica desta última.

### 2.5.7 - Segunda Queima de Sinterização

Para que esta fase seja possível, a subestrutura sinterizada é removida do troquel de gesso e colocada sobre uma almofada refratária "W" que suporta a temperatura de queima. A temperatura inicial é de 120°C com uma taxa de aquecimento que eleva em 1 h a temperatura do forno até 1180°C, onde permanecerá por 2h.



Figura 6 – "coping" sobre a almofada "W" para a segunda queima [7].

## 2.5.8 - Adaptação da restauração no modelo de trabalho

Antes de dar continuidade ao trabalho, é necessário checar a adaptação da subestrutura sinterizada ao modelo troquelizado, após remover deste o verniz de alívio. Neste momento, é importante que nenhuma pressão seja realizada sobre a subestrutura devido ao risco de sua fratura. O contorno e a função do dente deverão ser conferidos e a usinagem poderá ser realizada com peças diamantadas de granulação fina em baixa temperatura e sem pressão. Com um espessímetro (pinça medidora de espessura), o

"coping" deverá ser aferido e colocado no modelo troquelizado para visualização da adaptação. Se em algum ponto houver falha, o otimizador da VITA (que é uma mistura do pó do espinélio com cera) é aplicado nesses defeitos preenchendo-os. Se aplicado esse otimizador, o conjunto deverá ser levado ao forno e aquecido (78°C/min) até a temperatura de 1140°C, onde permanecerá durante 40 min.



Figura 7 – a) A otimização do "coping", b) "Coping" em suporte "W" [7].

# 2.5.9 - Aplicação do Pó de Vidro

Mistura-se o pó de vidro da VITA In-Ceram<sup>®</sup> Spinell com água destilada até se obter uma mistura de consistência fina. Tal mistura será aplicada em camadas de 1 a 2mm apenas na superfície da subestrutura que será revestida, não sendo aplicada nas margens da coroa.



Figura 8 - (a) A aplicação do vidro de lantânio sobre o "coping", (b) "Coping" em suporte "W" [7].

# 2.5.10 - Infiltração do vidro no forno VITA VACUMAT $^{\ensuremath{\circledast}}$

O "coping" é colocado sobre um pino de platina numa membrana refratária "W" para que as margens não entrem em contato com o pino de platina prevenindo, assim, a entrada de vidro para dentro da coroa. A temperatura inicial é de 600°C, com uma rampa de aquecimento de 44°C/min até atingir a temperatura de 1130°C, que permanecerá durante 20 minutos. O tempo sob vácuo será de 21min, iniciando na temperatura de 600°C (12 min) e por mais 9 min na temperatura de 1130°C. Nesta etapa, o vidro fundido escoar-se-á por capilaridade para os interstícios entre partículas cristalinas, preenchendo os poros. Com o resfriamento, essa fase fundida forma uma matriz vítrea que resulta em um corpo denso e resistente. No final, a microestrutura será de uma fase vítrea contínua, uma fase cristalina contínua e uma mínima porosidade remanescente possível. Assim, a resistência desses materiais será controlada pelo grau de vitrificação.



Figura 9: cerâmica parcialmente infiltrada [7].

### 2.6 - Acabamento: remoção do excesso de vidro

Todo o excesso do vidro pode ser removido com uma ponta diamantada de granulação grosseira ou menos abrasiva para a superfície da subestrutura. O jateamento do material residual é realizado com óxido de alumínio de 50µm.

Segundo Conceição [1], todas as cerâmicas odontológicas apresentam defeitos de superfície, também conhecidos como trincas de Griffith, que se formam durante o processo de secagem e sinterização. Quando a cerâmica é submetida a uma força que tende a dobrá-la, são geradas tensões de tração que se concentram nas extremidades

dessas trincas. Pelo fato da cerâmica ser um material friável, ou seja, por apresentar limitada capacidade de distribuir tensões localizadas, essas tensões se concentram nas extremidades das trincas, promovendo a propagação das mesmas através da cerâmica, de modo frágil (isto é, sem consumir energia ou exigir a realização de trabalho mecânico). Portanto, o processo de fratura está associado com a propagação de trincas através do material cerâmico, e tudo que venha reduzir, dificultar e/ ou impedir essa propagação irá aumentar a resistência intrínseca da cerâmica.





Figura 10 - (a) Remoção do excesso de vidro com broca, (b) Remoção do excesso de vidro com jateamento [7].

### 2.6.1- Queima de Controle do Vidro

A subestrutura é colocada numa membrana cerâmica fibrosa "W" no forno e aquecido até 600°C, permanecendo durante 5 minutos. Depois deste controle, um microjateamento da coroa com partículas de óxido de alumínio de 50µm de diâmetro é realizado. É importante lembrar que pelo menos duas queimas de controle do vidro seja realizada (a última delas necessariamente antes da aplicação da porcelana de cobertura), para garantir que nenhum vidro remanescente na superfície do casquete irá comprometer a adesão da porcelana à infraestrutura cristalina.

#### 2.7 Síntese do Espinélio

Como a reação de formação do espinélio a partir dos seus óxidos constituintes, MgO e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, está associada a uma expansão volumétrica de cerca de 5% [23], a maioria das técnicas de sua utilização requer um processo intermediário de calcinação, ao redor de 1600°C, para realizar a maior parte da reação de espinelização, seguida de britagem e moagem, bem como conformação e requeima para dar um produto sinterizado denso.

Van Zyl *et al* [24] patenteou um método de fabricar composto espinélico de aluminato de magnésio com a fórmula  $Mg_{(1+x)}Al_{(2+y)}O_4$ , na qual  $0 \le x \le 0,2$  e  $0 \le y \le 0,35$ . Para a produção desse espinélio, foram misturados alumínio metálico particulado e um componente de magnésio selecionado a partir de óxido de magnésio e de seus precursores. Esses materiais foram misturados e aquecidos entre 800 a 1150°C, num ambiente oxidante para causar a oxidação de pelo menos parte do alumínio. Com o aquecimento adicional, de 1150 a 1350°C, em ambiente oxidante ocorre, uma reação mútua do óxido de alumínio com o óxido de magnésio.

Zhang *et al* [25] sintetizaram pó de espinélio de MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> pelo aquecimento de composição equimolar de MgO e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> em LiCl, KCl e NaCl. A temperatura da síntese pode ser diminuída a partir de 1300°C (requerida pelo método cerâmico convencional de mistura de pós) até 1100°C em LiCl, ou até 1150°C em KCl ou NaCl. O pó de espinélio sintetizado em banho de sal fundido era pseudomórfico e retinha, numa larga extensão, o tamanho e a morfologia da matéria prima original de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, indicando que um mecanismo de formação de "template" desempenha um importante papel no processo de síntese.

Rezgui e Gates [26] usaram a síntese sol-gel para preparar óxidos de alumínio e magnésio a partir de misturas de butóxido de alumínio e etóxido de magnésio, com razão atômica Al/Mg igual a 4. As reações de hidrólise e condensação foram controladas pelo ácido acético na ausência de água adicionada; a razão R de ácido acético e alcóxido de alumínio foi variada desde 1 até 6. Para R > 1, formaram-se precipitados gelatinosos com quantidades relativamente grandes de espécies de acetato na forma de materiais cristalinos em camadas, que na calcinação perderam seus ligantes acetatos e formaram um material cristalino composto de uma mistura de alumina amorfa e espinélio cristalino MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>. Inferiu-se que o excesso de alumina tinha remanescido amorfa e altamente dispersa neste material relativamente ordenado. Para R = 1, entretanto, formou-se um gel, e o material era menos cristalino do que os precipitados gelatinosos por causa da relativamente baixa concentração de acetato. Quando o gel foi calcinado, uma mistura de espinélio cristalino MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> e alumina amorfa se formou, com a alumina estando separada do espinélio e não altamente dispersa de maneira que, após a calcinação numa temperatura maior do que 750°C, a mistura heterogênea de fases cristalinas de óxido de magnésio-alumínio e óxido de alumínio se formou.
# 2.8 A Influência da Temperatura de Tratamento Térmico no Crescimento de Grão em Pós de Espinélio

Bhaduri e Bhaduri [27] estudaram as evoluções de fases e microestrutura durante o tratamento térmico de pós nanocristalinos (2,8nm até 94nm) no sistema Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MgO. Os pós foram previamente sintetizados usando um processo de "auto-ignição" exotérmica e continham fases fora do equilíbrio, isto é: espinélio rico em alumina, espinélio estequiométrico e espinélio rico em magnésia. Os tratamentos térmicos foram feitos entre 1100°C e 1300°C durante o período de 2h a 8h. O crescimento exagerado de grão aconteceu nas composições tanto ricas em alumina quanto ricas em magnésia quando submetidas ao tratamento térmico a 1200°C durante 2h. A nanocristalinidade foi mantida para a maioria das composições até 1100°C. Os tamanhos de cristais de espinélio após o tratamento térmico situaram-se na faixa de 10nm até >100nm.

# 2.9 A Influência da Temperatura de Sinterização na Densificação de Peças de Compactados de Pó de Espinélio

Sarkar e Banerjee [28] estudaram a densificação única de compactados de MgO e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> com razões molares: 1:1 (estequiométrica), 2:1 (rica em magnésia) e 1:2 (rica em alumina). O pó fino foi obtido em moinho atritor (durante 2, 4 e 6h), o que contribuiu grandemente para a densificação. O produto cominuído foi prensado isostaticamente com 175MPa para dar briquetes de 25mm de diâmetro e 10 mm de altura. Os briquetes foram primeiro secos a 110°C e a seguir sinterizados a 1550, 1600 e 1650°C, usando uma taxa de aquecimento de 1°C por minuto e um período de residência à temperatura de 2h A densificação foi mais fácil para a composição enriquecida em MgO e mais difícil para a composição enriquecida em Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; esta última composição não apresentou corundum livre quando sinterizada a 1650°C. Em relação à composição estequiométrica, prolongada moagem além de 4h e sinterização acima de 1600°C não mostrou qualquer efeito significativo sobre a densidade final do produto sinterizado. Na composição enriquecida em MgO, os grãos de periclásio livre dificultam a migração de contorno de grão e previnem o crescimento do mesmo, obtendo-se uma maior densificação [29]. A densificação da composição enriquecida em alumina dependeu muito da moagem ultra-fina, em todas as temperaturas de sinterização, dando 96,4% da densidade teórica para o pó cominuído durante 6h e sinterizado a 1600°C, enquanto 1550°C revelou-se inadequada como temperatura de sinterização desta composição.

Sarkar *et al* [30] estudaram o efeito da reatividade da alumina sobre densificação de espinélios (66% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-34%MgO, e 90%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-10%MgO) não-estequiométricos sinterizados na reação. A reatividade da alumina foi variada pela temperatura de sua calcinação entre 800 e 1600°C. A sinterização para todas as bateladas foi realizada na faixa de temperatura de 1600 a 1700°C. A calcinação da Alumina a 1200°C acarretou numa ótima densificação de espinélios não estequiométricos. A densidade do produto sinterizado cresceu com a elevação da temperatura de sinterização para ambas as composições, mas principalmente para aquela enriquecida em alumina. Outrossim, a temperatura de calcinação da alumina não teve praticamente nenhum efeito sobre a densidade do sinterizado de espinélio enriquecido com MgO.

Sarkar *et al* [31] investigaram o efeito da reatividade da alumina sobre a densificação de espinélio de aluminato de magnésio rico ou magnésia (34% em peso de MgO) sinterizado com reação. A reatividade da alumina foi variada mudando a temperatura de calcinação até 1600°C, o que influenciou grandemente a reação de espinelização. A densidade do produto sinterizado não variou muito com a temperatura de calcinação da alumina até 1200°C, mas a calcinação a 1600°C resultou em reduzida sinterabilidade devido à inércia aumentada. O aumento da temperatura de sinterização aumentou a densificação, mas uma pequena queda na densidade foi observada na sinterização a 1700°C devido, provavelmente, ao crescimento de grão em maior temperatura de sinterização.

Sarkar *et al* [32] estudaram a densificação do espinélio de aluminato de magnésio utilizando os processos de sinterização tanto de mono-estágio quanto de duplo-estágio, usando moinho atritor para a redução do tamanho de partícula. O espinélio pré-sintetizado, uma mistura estequiométrica de magnésia e alumina calcinadas foi utilizada para o estudo. Uma pré-sintetização de espinélio e a calcinação das matérias primas foram realizadas a 1400 e 1600°C. A moagem foi feita durante 2, 4 e 6h. Verificou-se uma grande influência da moagem durante 6 h sobre a densificação, cujo valor máximo obtido foi de 99,5%, sem nenhuma pré-síntese de espinélio. Isto é o resultado de duas forças motrizes para a sinterização: alta energia de superfície e sinterização com reação química.

Tripathi *et al* [33] estudaram o efeito da reatividade do MgO na síntese e densificação de espinélio de aluminato de magnésio. O Espinélio de aluminato de

magnésio estequiométrico foi sintetizado pela reação de sinterização de alumina com magnésia cáustica e sinterizada. A expansão de volume de 5 a 7% durante a formação de MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> foi utilizada para identificar a temperatura de início da formação e densificação do espinélio por meio de dilatometria de alta temperatura. Magnésia cáustica e magnésia sinterizada comportam-se diferentemente no tocante à formação de fase e densificação do espinélio. A densificação do espinélio de Mg-Al foi realizada entre 1650 e 1750°C.

Shuzhi *et al* [34] estudaram a estrutura e os espectros infra-vermelhos de pós de solução sólida preparados pelo método químico. Óxidos metálicos de nanotamanhos como matérias primas poderiam decrescer a temperatura de sinterização da cerâmica e permitiriam o pleno desenvolvimento de suas propriedades físicas e químicas. Toda a faixa de composição do sistema MgO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> foi estudada e os resultados mostraram que os pós nanoestruturados de alumina-magnésia formam solução sólida numa larga faixa de composição. O tamanho de grão cresceu linearmente com o aumento do teor de magnésia e foi menor do que 3,6nm para a solução sólida de alumina. O tamanho de grão segue uma função parabólica com a quantidade de alumina adicionada. O tamanho de grão foi menor do que 15nm para a solução sólida de magnésia.

Ganesh et al [35] concluíram que diferentes classes de espinélios densos de MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> estequiométricos e não estequiométricos podem ser preparados pelo processo de dupla-queima usando matérias-primas de alumina e magnésia. A formação da fase espinélio MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> é fortemente dependente dos teores de umidade e de CaO nos óxidos precursores. O excesso de alumina e de magnésia também influencia grandemente o comportamento de densificação dos espinélios de MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>. Grãos de espinélio densos estequiométricos com uma densidade aparente maior do que 3,35 g/cm<sup>3</sup>, porosidade aparente menor do que 2,0% e uma capacidade de absorção de água menor do que 0,5% podem ser preparados a 1650°C durante 1h, a partir do pó de espinélio tendo um tamanho médio de partícula menor do que  $2\mu m$ , o teor de CaO > 0,9%, a densidade a verde do compacto > 1,95 g/cm<sup>3</sup> e teor de espinélio de > 90%. Espinélios estequiométricos tinham um tamanho médio de partícula de 10µm enquanto que espinélio rico em alumina (com 90% alumina) tinha um tamanho médio de grão de 20µm quando sinterizado a 1650°C durante 1h. Matérias-primas tendo teor de CaO maior do que 0,9% exibiram maiores propriedades sinterizadas quando comparadas com outras.

## 3 - Materiais e Métodos

## 3.1- Materiais

# 3.1.1 - Materiais para confecção dos corpos-de-prova do In-Ceram<sup>®</sup> Spinell

Placas de acrílico de espessura 4 mm e 30 mm de comprimento Discos de carborundum para corte das placas de acrílico Silicone de adição do tipo Polivinilsiloxano (Elite Doublé, Zhermack, Itália) Gesso especial para In-Ceram <sup>®</sup> Spinell (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha) Pó de espinélio Lote: 6985 (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha) Líquido: Aditivo (ampola) In-Ceram <sup>®</sup> Spinell (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha) - Lote: CH-8 EA 067 Pó de Vidro de Lantânio (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha) Água Bidestilada Esferas de óxido de alumínio de 50µm Broca de acabamento de diamante sinterizado de granulação grosseira SuperMax (Edenta) 9001.140HP Disco de Feltro

Pasta de diamante para polimento de Cerâmicas Kota<sup>®</sup> (1-1,5µm)



Figura 11 - Materiais componentes do Kit da Vita In-Ceram® Spinell

## 3.1.2 – Equipamentos

Vibrador para gesso (VH Softline)

Aparelho de ultrassom Vita Vitasonic<sup>®</sup> II (Vita Zahnfabrik, Bad sackingen, Alemanha) Forno de queima Vita Inceramat<sup>®</sup> 3 (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha) Forno de queima Vita Vacumat<sup>®</sup> 40 (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha) Forno de queima Thermolyne 46200 Micromotor de Baixa Rotação (W& HMF - perfecta) Broca SuperMax – granulação grossa (Edenta 9001.140HP) Trijato Easy Blast (Bego) Paquímetro de duas casas decimais Starrett<sup>®</sup> Máquina Universal de Ensaios Mecânicos (EMIC linha DL 1000) Microscópio Eletrônico de Varredura (JEOL JSM-6460 LV)



Figura 12:

Equipamentos utilizados: a) vibrador de gesso (VH Softline) e ultrassom Vitasonic, b) paquímetro de duas casas decimais (Starrett<sup>®</sup>), c) broca Super Max (Edenta), d) Forno InCeramat<sup>®</sup> 3, e) Forno Vacumat<sup>®</sup>, f) Forno Thermolyne 46200, g) EMIC (DL1000)

#### 3.2 - Métodos

#### 3.2.1 – Caracterização de matérias-primas

O gesso, o pó de espinélio e o vidro de lantânio utilizados na técnica In-Ceram<sup>®</sup> Spinell foram submetidos à análise em microscópio eletrônico de varredura e EDS no laboratório F-203 do PEMM/ COPPE/ UFRJ.

Para a análise do pó do In-Ceram Spinell no MEV, uma suspensão de 10ml de álcool etílico em 0,001g do pó de In-Ceram<sup>®</sup> Spinell foi preparada para melhor análise por elétrons secundários, de três regiões. A partir dessas imagens micrográficas com aumento de 4500x, cada aglomerado foi medido em seis eixos, e em seguida uma média foi obtida de três diferentes campos.

O pó do In-Ceram<sup>®</sup> Spinell foi também analisado quanto à distribuição do tamanho das partículas no equipamento Mastersizer 2000, acessório UM da Malvern Instruments do laboratório CETEM /UFRJ Setor de Caracterização Tecnológica. Para que essa análise fosse possível, uma amostra do pó foi preparada em água deionizada e mantida sob agitação por 30 minutos em agitador magnético. Preencheu-se o compartimento de amostra com 600ml de água deionizada e, depois, toda a dispersão permaneceu por mais 5 minutos em agitação a 1700 rpm.

Para identificar o composto e averiguar o tamanho do cristalito das partículas do pó de espinélio, foi realizada a difração de Raios-X, no equipamento da Rigaku (NUCAT/UFRJ). A tensão do filamento foi de 30 kV/ 15 mA e o anodo utilizado foi de cobre. O goniômetro deslocou-se no modo passo e o incremento foi de 0,05 °. A partir dos dados obtidos, a equação de Scherrer foi aplicada:

$$t = \frac{0.9\lambda}{B.\cos\theta_B}$$

Onde:

t é o tamanho do cristalito (Å);

 $\lambda$  é o comprimento de onda da radiação (Å); {= 1,5418 Å}

B é a largura do pico (em radianos); {o valor encontrado está em graus = 0,240365, passando para radianos fica 0,0041952}

 $\theta_{\rm B}$  é o ângulo onde a intensidade é máxima. {  $2\theta = 36,898$  }

### 3.2.2 Preparação dos Corpos-de-Prova

Foram preparados 112 corpos-de-prova de In-Ceram<sup>®</sup> Spinell respeitando-se a norma ISO 6872:1995(E) [36]. Segundo a norma, os espécimes têm que apresentar largura =  $4\pm0,25$ mm, comprimento de pelo menos 20mm e espessura =  $1,2\pm0,2$ mm.As dimensões finais das barras utilizadas neste trabalho foram: largura = 4mm, comprimento = 25mm e espessura =  $1,2 (\pm0,2)$  mm, conforme figura abaixo:





Todos os espécimes foram aferidos com paquímetro Starrett<sup>®</sup> de duas casas decimais para melhor controle das dimensões.

Os corpos de prova foram elaborados a partir de um padrão polimérico de secção retangular e dimensões de 4 x 4 x 25 mm<sup>3</sup>, o qual foi duplicado em um material à base de polivinilsiloxano (Elite<sup>®</sup> Double). Este molde foi preenchido com um material tipo gesso especial disponível comercialmente para o sistema In-Ceram<sup>®</sup> (VITA Zahnfabrik), o qual foi manipulado seguindo as instruções do fabricante. Sendo assim, 20 gramas de pó de gesso foram manipulados com espátula para gesso numa cuba de borracha com 4,6mL de água destilada. Após a manipulação, o gesso foi vertido sob vibração em aparelho vibrador de gesso (VH Softline) para evitar o aprisionamento de bolhas. Depois de duas horas, o processo de cristalização do gesso já estava completo e as barras de gesso foram, então, removidas do molde e lixadas com lixa d'água a seco e, em seguida, aferidas com paquímetro nas dimensões 4 x 4 x 25mm<sup>3</sup>. Assim, foram obtidas as barras de gesso para a realização do processo de colagem de barbotina.

Depois, um outro padrão polimérico foi confeccionado com as dimensões de 6 x 4 x 25 mm<sup>3</sup>, através da duplicação em material polivinilsiloxano (Elite<sup>®</sup> Double). Dentro deste molde, foram colocadas as barras de gesso previamente preparadas e já secas. No

conjunto molde polimérico / barra de gesso, sobrou uma cavidade de 2 x 4 x 25 mm<sup>3</sup>, onde foi aplicada, com um pincel, a suspensão de aluminato de magnésio (barbotina de In-Ceram<sup>®</sup> Spinell), conforme figura a seguir:



Figura 14 - Conjunto barra de gesso (4x4x25mm<sup>3</sup>) e barbotina (2x4x25mm<sup>3</sup>) para técnica "Slip Casting".

A aplicação da barbotina foi cuidadosamente realizada e em alguns subgrupos foi aplicada apenas com auxílio de um pincel e sem vibrador, enquanto que em outros subgrupos com pincel e vibrador. Esse procedimento teve por objetivo verificar se o vibrador influenciaria nos resultados finais. Durante a colagem por barbotina, o solvente foi removido por capilaridade pelo gesso, enquanto que as partículas do espinélio foram depositadas sobre o mesmo. Conforme o nível de barbotina decaía, mais suspensão era acrescentada para que a altura desejada da peça fosse alcançada.



Figura 15: a) Moldes poliméricos com barra de gesso e b) aplicação da barbotina com pincel, segundo indicações do fabricante.

Após a colagem da barbotina, o conjunto barra de gesso / barra verde de espinélio foi removido do molde e parcialmente sinterizado no forno Inceramat<sup>®</sup> 3 (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha). O programa de sinterização do espinélio, processado por colagem em barbotina, sugerido pelo fabricante, consiste em um préaquecimento de 6 horas até uma temperatura de 120°C, com taxa de aquecimento de 20°C/h. A partir desta temperatura, durante 2 horas, a temperatura se elevou até 1120°C, com taxa de aquecimento de 500°C/h, com patamar de 2 horas nesta temperatura (ver gráfico 1). O procedimento descrito foi realizado para todos os corpos de prova do grupo I, porém, para os corpos de prova do grupo II, o patamar da temperatura em 1120°C foi de 3 horas (ver gráfico 2).



Gráfico 1-Tempo e Temperatura de Queima de Sinterização do In-Ceram Spinell<sup>®</sup> (Grupo-I)



Gráfico 2- Tempo e Temperatura da Queima de Sinterização do In-Ceram <sup>®</sup> Spinell (Grupo-II)

Após a primeira queima parcial, a temperatura foi deixada cair até pelo menos 500°C antes da abertura do forno e a segunda queima se iniciou a uma temperatura de 120°C. Os corpos de prova do grupo I (total de 64 barras) foram sinterizados em várias fornadas, pois o forno não comportava todas as amostras. Após a 1<sup>a</sup>. Queima de sinterização, as barras de gesso utilizadas para a aplicação da barbotina sofreram grande

contração e foram removidas para dar continuidade ao processo da 2<sup>a</sup>. Queima de sinterização, conforme figura 16.





Figura 16 - Conjunto barra de gesso e barbotina antes da 1<sup>a</sup>. Queima de Sinterização (a) e depois da 1<sup>a</sup>.Queima de Sinterização (b).

Para a segunda queima de sinterização, cada grupo (Grupos I e II) atingiu as seguintes temperaturas: 1180°C (subgrupo I-1 e subgrupo II-1), 1210°C (subgrupo I-2 e subgrupo II-2), 1240°C (subgrupo I-3 e subgrupo II-3) e 1270°C (subgrupo I-4 e sub grupo II-4) onde permaceram por duas horas, conforme os gráficos 3, 4, 5 e 6, respectivamente). Para os subgrupos I-1 e II-1, cuja temperatura de segunda queima de sinterização foi de 1180°C, foi utilizado o forno InCeramat 3, que apresenta temperatura limite de 1200°C; enquanto os demais subgrupos tiveram os espécimes sinterizados no forno Thermolyne 46200 também com a mesma taxa de aquecimento do forno InCeramat 3, que foi de aproximadamente 18°C/min., numa temperatura inicial de 120°C, conforme os gráficos.



Gráfico 3 - Tempo e Temperatura da 2ª.Queima de Sinterização In-Ceram<sup>®</sup> Spinell (Subgrupo I-1 e Subgrupo II-1) no Forno Inceramat 3 – 1180°C



Gráfico 4 - Tempo e Temperatura de Sinterização do In-Ceram <sup>®</sup> Spinell (Subgrupo I-2 e Subgrupo II-2) no forno Thermolyne 46200 -1210°C



Gráfico 5 - Tempo e Temperatura de Sinterização do In-Ceram <sup>®</sup> Spinell (Subgrupo I-3 e Subgrupo II-3) no forno Thermolyne 46200 – 1240°C



Gráfico 6 - Tempo e Temperatura de Sinterização do In-Ceram <sup>®</sup> Spinell (Subgrupo I-4 e Subgrupo II-4) – 1270°C

Posteriormente, em todos os espécimes aplicou-se uma lama de vidro de lantânio com água bidestilada, conforme figuras 17 a e b.



Figura 17: (a) Pó do vidro; (b) Aplicação do vidro nas barras de espinélio

Os conjuntos barra de In-Ceram<sup>®</sup> Spinell sinterizada / lama de vidro foram colocados no forno Vacumat (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha) na temperatura de 1130°C, durante 20 minutos, conforme o gráfico 7.



Gráfico 7 - Tempo e Temperatura de Infiltração do Vidro de Lantânio (Programa da VITA)



Figura 18 - Conjunto barra de espinélio e lama de vidro após a abertura do forno Vacumat.

Para melhor compreensão e visualização dos experimentos realizados, uma tabela foi confeccionada como pode ser visto na tabela 5. É de suma importância relatar aqui que os grupos II.3(s/v) e II.4 (s/v) não puderam ser avaliados, pois durante o processamento, houve fratura de muitos corpos-de-prova e um número pequeno de amostras resultantes prejudicariam a análise estatística, sendo, portanto, descartadas da pesquisa.

	Temperatura							Temperatura								
	tempo (# amostras)								tempo (# amostras)							
Fase I	GrupoI -1120 °C								GrupoII - 1120 °C							
1ª Queima	2 h (n=64)								3 h (n=48)							
Fase II	I-1		I-2		I-3		I	-4	II-1		II-2		II-3		II-4	
2 <sup>a</sup> Queima	1180°C		1210°C		1240°C		1270°C		1180°C		1210°C		1240°C		1270°C	
	(n=16)		(n=16)		(n=16)		(n=16)		(n=16)		(n=16)		(n=8)		(n=8)	
	С	S	С	S	С	S	С	S	С	S	С	S	С	xx	С	xx
	n=8	n=8	n=8	n=8	n=8	n=8	n=8	n=8	n=8	n=8	n=8	n=8	n=8	xx	n=8	xx
Infiltração	1130° C / 20 minutos							1130°C / 20 minutos								
do Vidro																

#### Tabela 5 – Grupos e subgrupos da pesquisa

Após o processo de infiltração, o excesso de vidro foi removido com pedra diamantada para desgaste em cerâmica (SuperMax 9001.140HP - Edenta) em micromotor (W & HMF) com rotação de 20.000 rpm. Logo após, houve jateamento das superfícies com esferas de óxido de alumínio de 50µm a uma pressão de 3,0 bar para remover o excesso de vidro residual e, em seguida, houve a 1ª. Queima de controle para

aflorar o vidro em excesso até a superfície. A seguir, para que as dimensões de  $1,4(\pm 0,2) \ge 4 \ge 25 \text{ mm}^3$  fossem atingidas, houve o desgaste da cerâmica com a pedra diamantada SuperMax. Logo após, houve uma 2ª. Queima de controle, para aflorar mais vidro em excesso, conforme as instruções do fabricante. Posteriormente, todos os corpos de prova foram lixados com lixas d'água 100, 200, 400, 600 e 1200, com o cuidado de sempre aferir as dimensões com o paquímetro. Finalmente, para que se obtivesse um polimento final, utilizou-se a politriz com disco de feltro com pasta diamantada da Kota<sup>®</sup> com partículas de 1,5µm. Depois de todo o processo de acabamento e polimento, os corpos-de-prova foram colocados no ultrassom, em álcool etílico durante 1 minuto, a fim de remover todo excesso da pasta do polimento. Finalmente, uma última queima de controle foi realizada, a fim de minimizar os defeitos intrínsecos inseridos no material às expensas do acabamento e polimento, além de contribuir para o relaxamento de tensões residuais geradas nos espécimes durante a etapa de usinagem. Segundo Guazzato [37], o tratamento térmico promove o preenchimento da maior parte de defeitos e falhas pelo vidro melhorando a resistência à flexão do material. A queima de controle do vidro foi realizada a uma temperatura inicial de 600°C com uma taxa de aquecimento de 80°C/min até atingir 1000°C, permanecendo por cinco minutos.

#### 3.2.3 - Ensaio de Resistência à Flexão

No ensaio de flexão, cada corpo de prova foi flexionado até sua fratura através do carregamento em três pontos. No ponto do carregamento, a superfície superior do corpo de prova é colocada em estado de compressão, enquanto a superfície inferior encontra-se em tração [22].

Os corpos de prova foram submetidos ao teste de resistência à flexão por três pontos, numa Máquina Universal de Ensaios Mecânicos EMIC (modelo DL 1000). Segundo a norma da ISO 6872:1995 (E) [36], a distância entre os apoios deve ser de 12mm a 15mm e a velocidade de descida de  $1\pm0,5$ mm/min. Para este ensaio, a distância entre os apoios foi de 12mm e a velocidade de descida foi de 0,5mm/min, sendo de 0,8mm o diâmetro do suporte. O suporte de aplicação de carga para a configuração dos três pontos deve ser posicionado exatamente no meio dos cilindros de suporte em  $\pm0,10$ mm. Todos os requisitos até aqui descritos foram utilizados para a realização dos ensaios mecânicos.

Todos os resultados fornecidos pela máquina após os ensaios de resistência à flexão foram dados de força máxima (Newton) para a fratura dos espécimes. Posteriormente, os resultados da resistência à flexão uniaxial a três pontos (M), de cada corpo de prova foram obtidos em megapascal.

### 3.2.4 - Análise Estatística

A análise estatística foi desenvolvida com o objetivo de calcular a média, o desvio padrão e o valor-p para os resultados de todos os testes realizados. Para tanto, utilizou-se a ANOVA com intervalo de confiança de 95% ( $p \le 0.05$ ), através do software Statistica. Complementarmente utilizou-se a análise de Weibull [38] para se avaliar a confiabilidade do material frente aos tratamentos propostos.O módulo de Weibull é um critério importante na avaliação do comportamento mecânico de materiais cerâmicos. Consiste em um tratamento estatístico de valores de resistência mecânica que permite relacionar a probabilidade acumulada de fratura do material à sua resistência mecânica [38]. Assim, o módulo de Weibull, na presente pesquisa, permite analisar a homogeneidade de defeitos da cerâmica em seus vários grupos.

As fórmulas utilizadas no cálculo do módulo de Weibull estão especificadas abaixo:

MOR (módulo de ruptura)

$$MOR = \frac{3Fl}{2bd^2}$$

Onde: F é a força em fratura, em newtons;

l é a distância entre os apoios, em milímetros;

b é a largura do espécime, em milímetros;

d é a espessura do espécime, em milímetros.

Cálculo do Percentil:

$$Pf = \frac{i - 0.5}{n}$$

Onde: i é o número da amostra;

n é o número total das amostras

A teoria de Weibull trata estatisticamente da distribuição dos valores da resistência e a relaciona à probabilidade acumulada de fratura do material, conforme as equações:

$$Pf = 1 - exp [-(MOR/S_0)^m]$$

1 -  $Pf = exp [ - (MOR/S_0)^m ]$ 

$$1 / (1 - Pf) = exp[ - (MOR/S_0)^m ]$$

 $In [1 / (1 - Pf)] = [-(MOR/S_o)^m]$ 

 $\ln \ln [1 / (1 - Pf)] = m * \ln MOR - m * \ln S_o$ 

$$y = a * x + b$$

As retas obtidas por esta equação foram mostradas nos gráficos de 9 a 22, onde também se obteve o parâmetro de Weibull "m" pela regressão linear dos pontos experimentais.Quanto mais íngreme for a curva, menos dispersos serão os valores da resistência mecânica, ou seja, o material é mais homogêneo.

 $b = -m * \ln S_0 \text{ Cálculo } do\sigma_0$  $S_0 = \exp(-b/m)$ , unidade de medida MPa

## 3.2.5 – Análise das barras sinterizadas, antes da infiltração

Uma análise qualitativa foi realizada para averiguar a diminuição dos tamanhos de poros, depois da 1<sup>a</sup>. e 2<sup>a</sup>. Queima de Sinterização, antes da infiltração do vidro de lantânio. O objetivo foi observar se o aumento da temperatura permitiria o avanço da sinterização da infra-estrutura cerâmica, no sentido da definição (arredondamento) de contornos de grão e de poros igualmente mais arredondados (ao lado da diminuição do volume de poros).

#### 3.2.5.1 - Análise das médias dos diâmetros dos poros e dos tamanhos de grão

Para a análise da porosidade das barras de espinélio sinterizadas e não infiltradas utilizou-se a ceramografia quantitativa do quadriculado. Imagens micrográficas de microscopia eletrônica de varredura das áreas fraturadas, em aumento de 3000x, foram impressas em folha cheia de tamanho A4 onde receberam quadriculamento 10 mm x 10 mm em toda a extensão. Assim, 25 colunas e 20 linhas foram criadas e nestas dimensões, a escala de 5µm deu um comprimento de 32 mm, ou seja, 0,15625 µm /mm (figura 19). Cada poro foi medido 4 vezes (uma na direção do eixo vertical, outra na direção do eixo horizontal e mais duas nas direções das bissetrizes dos dois referidos eixos. As coordenadas de um poro pequeno (que coube num quadrado de 10 mm x 10 mm) são  $x_1$ - $x_2$  (abscissas do particular quadrado) e  $y_1$ -  $y_2$  (ordenadas do mesmo quadrado). Por exemplo, as coordenadas da primeira coluna e última linha da figura são  $x_1$ - $x_2$  = 4-5 e  $y_1$ -  $y_2$  = 8-9. No caso em que poro foi grande e ocupou vários

quadrados, suas coordenadas indicaram um quadrado de referência ao redor do qual o poro se localizava.

Apesar de uma determinação menos precisa, os grãos da cerâmica parcialmente sinterizadas dos grupos I.1 e II. 1 foram também medidos (4 medidas por grão, vertical, horizontal, bissetriz 1, bissetriz 2).



#### 3.2.5.2 Análise da porcentagem de poros para os grupos I.1 e II.1 sem vibrador

Considerando que as amostras possuíam distribuição homogênea, imagens micrográficas com aumento de 3000x dos Grupos I.1 e II.1 foram impressas em tamanho A4 e a metodologia a seguir foi aplicada:

- a. recortar as bordas em branco;
- b. pesar a folha toda da micrografia, o resultado será a massa total (S total);
- c. recortar e separar os poros e/ ou os grãos;
- d. pesar os poros, o resultado será igual à massa dos poros (S<sub>poros</sub>);
- e. pesar os grãos, o resultado será igual á massa dos grãos (S<sub>grãos</sub>).
- f.  $S_{total} = S_{poros} + S_{solidos}$

g. 
$$V_{\text{total}} = (1_{\text{total}})^3$$
  $V_{\text{poros}} = (1_{\text{poros}})^3$   $V_{\text{grãos}} = (1_{\text{grãos}})^3$ 



- h. V<sub>total</sub> =  $(\sqrt{S_{total}})^3 = (\sqrt{S_{poros}})^3 + (\sqrt{S_{grados}})^3$
- i. Porosidade ( % em volume ).

Porosidade =  $V_{poros}$  /  $V_{total}$  \* 100

Porosidade =  $(\sqrt{S_{poros}})^3 / (\sqrt{S_{total}})^3 * 100$ 

O objetivo desta análise foi calcular a porcentagem de porosidade correspondente às impressões micrográficas dos referidos grupos, ainda não infiltrados. Assim, sabendo-se que o volume total de cada subestrutura representada na impressão micrográfica é igual ao volume de poros mais o volume de grãos (h) representados na referida impressão micrográfica, para o cálculo da porcentagem de poros, basta dividir o volume de poros pelo volume total e multiplicar o valor encontrado por 100. Cabe observar que as áreas (tanto dos poros quanto dos

sólidos) na impressão micrográfica são expressas em  $\mu$ m<sup>2</sup>, de maneira que os volumes correspondentes possam ser expressos em  $\mu$ m<sup>3</sup>; para tal fim foram determinados por pesagem e medição da seguinte maneira: (a) uma impressão micrográfica A3, medindo 38,0 cm x 28,4 cm pesa 8,4085g, ou seja, 128,3463 cm<sup>2</sup>/g; (b) na referida impressão micrográfica A3, a escala de 5 $\mu$ m mede 4,6cm e, portanto, 1 cm = 1,08695  $\mu$ m, dando 1 cm<sup>2</sup> = 1,181474  $\mu$ m<sup>2</sup>; (c) como resultado, a área de poros representada na micrografia impressa A3 é igual ao produto da massa de papel da impressão corresponde aos poros x 128,3463 cm<sup>2</sup>/g x 1,181474  $\mu$ m<sup>2</sup>/cm<sup>2</sup>; (d) dedução análoga se aplica à área de sólidos representada na impressão micrográfica A3; (e) como resultado 1 cm<sup>3</sup> = 1,284211391  $\mu$ m<sup>3</sup>; (f) os volumes parciais (tanto de poros, quanto de sólidos) e o volume total são calculados (em  $\mu$ m<sup>3</sup>) usando a fórmula (h) supra discriminada (agora com as áreas parciais expressas em  $\mu$ m<sup>2</sup>).

## 3.2.6 – Análise das barras de In-Ceram<sup>®</sup> Spinell infiltradas com vidro

Após a realização dos ensaios mecânicos, dois espécimes de cada grupo (I.1, I.1s/v, I.2, I.2s/v, I.3, I.3s/v, I.4, I.4s/v, II.1, II.1s/v, II.2, II.2s/v, II.3, II.4) foram analisados por meio de microscopia eletrônica de varredura. As imagens foram obtidas tanto via elétrons secundários quanto via elétrons retroespalhados. Em adição, os espécimes submetidos à análise micrográfica também foram analisados por EDS.

# 4- Resultados e Discussão

## 4.1 Resultados da Resistência à Flexão

A tabela 6 e o gráfico 8 mostram os valores médios da resistência à flexão a 3 pontos dos grupos I e II e seus respectivos subgrupos (I.1, I.1s/v, I.2, I.2s/v, I.3, I.3s/v, I.4, I.4s/v, II.1, II.1s/v, II.2, II.2s/v, II.3, II.4) juntamente com o desvio padrão. As tabelas completas encontram-se na tabela 10 e 11 do Apêndice.

Tabela 6: Resultados das médias da Resistência à Flexão e o desvio padrão das amostras (Software Excel)

Amostras	Resistência à	Desvio
	Flexão (MPa)	Padrão
		(MPa)
I.1	340,27	69,26
I.2	347,85	77,35
I.3	369,33	44,79
I.4	379,12	88,23
II.1	363,44	75,92
II.2	343,93	57,85
II.3	350,36	70,72
II.4	309,42	46,42
I.1 sv	348,53	67,19
I.2 sv	309,07	58,18
I.3 sv	328,6	63,58
I.4 sv	324,91	87,17
II.1 sv	374,91	40,04
II.2 sv	337,66	57,09
Grupo I	343,46	69,47
Grupo II	346,62	58,01



Gráfico 8: Médias da Resistência à Flexão x Amostras dos Grupos I e II (Software Origin).

Legenda do Gráfico
Grupo 1) 1 <sup>a</sup> . Queima 1120°C 2h / 2 <sup>a</sup> . Queima 1120°C 2h / Com Vibrador
Grupo 2) 1 <sup>a</sup> . Queima 1120°C 2h / 2 <sup>a</sup> . Queima 1120°C 2h / Sem Vibrador
Grupo 3) 1ª. Queima 1120°C 2h / 2ª. Queima 1210°C 2h / Com Vibrador
Grupo 4) 1 <sup>a</sup> . Queima 1120°C 2h / 2 <sup>a</sup> . Queima 1210°C 2h / Sem Vibrador
Grupo 5) 1ª. Queima 1120°C 2h / 2ª. Queima 1240°C 2h / Com Vibrador
Grupo 6) 1 <sup>a</sup> . Queima 1120°C 2h / 2 <sup>a</sup> . Queima 1240°C 2h / Sem Vibrador
Grupo 7) 1ª. Queima 1120°C 2h / 2ª. Queima 1270°C 2h / Com Vibrador
Grupo 8)1 <sup>a</sup> . Queima 1120°C 2h / 2 <sup>a</sup> . Queima 1270°C 2h / Sem Vibrador
Grupo 9) 1ª. Queima 1120°C 3h / 2ª. Queima 1180°C 2h / Com Vibrador
Grupo 10) 1ª. Queima 1120°C 3h / 2ª. Queima 1180°C 2h / Sem Vibrador
Grupo 11) 1ª. Queima 1120°C 3h / 2ª. Queima 1210°C 2h / Com Vibrado
Grupo 12) 1ª. Queima 1120°C 3h / 2ª. Queima 1210°C 2h / Sem Vibrador
Grupo 13) 1ª. Queima 1120°C 3h / 2ª. Queima 1240°C 2h / Com Vibrado
Grupo 14) 1ª. Queima 1120°C 3h / 2ª. Queima 1270°C 2h / Com Vibrado

Pela tabela de Tukey (ver Anexo) podem ser analisados os valores de "p" para cada amostra em relação a todas as variáveis estudadas, por exemplo: A comparação entre as amostras cuja 1<sup>a</sup>. Queima de Sinterização a 1120°C 2h e a temperatura da 2<sup>a</sup>. Queima de 1210°C, com vibrador, e as amostras cuja 1<sup>a</sup>. Queima de Sinterização foi de 1120°C 3h e temperatura de 2<sup>a</sup>. Queima foi de 1210°C, com vibrador, daria um resultado estatisticamente significativo? Pela leitura da tabela, o valor de "p" para a situação citada foi de 1, que não possui resultado estatisticamente significativo. Porém, na situação onde a 1<sup>a</sup> Queima de Sinterização foi de 1120°C por 2h e a temperatura da 2<sup>a</sup>. Queima foi de 1180°C, sem vibrador; quando comparada com a 1<sup>a</sup>. queima a 1120°C por 3h, e a temperatura da 2<sup>a</sup>. Queima de 1180°C, sem vibrador; quando comparada com a 1<sup>a</sup>. queima a 1120°C a 1. Portanto, para qualquer situação entre as variáveis, não houve diferença estatisticamente significativa, pois nenhum valor de "p" foi menor que 0,05. Portanto, não houve influência estatisticamente significativa para as variáveis tempo e temperaturas testadas. Porém, numericamente houve uma suave melhora da resistência flexural para temperaturas e tempos maiores (tabela 6 e gráfico 8).

Nos gráficos 9 a 16 estão os valores do módulo de Weibull (m) e o coeficiente de correlação (R<sup>2</sup>) referentes aos grupos I.1, I.2, I.3, I.4, II.1, II.2, II.3 e II.4, todos com vibrador. Nessa ordem, os resultados foram respectivamente: (m=5,54 e R<sup>2</sup>=97,09%),  $(m=4,123 e R^2=86,59\%), (m=9,1927 e R^2=87,02\%), (m=5,1722 e R^2=86,21\%).$  $(m=4,742 e R^2=83,41\%), (m=6,5312 e R^2=95,22\%), (m=5,4097 e R^2=98,17\%),$ (m=7,4079 e  $R^2$ = 93,9%). O resumo com os valores de "m" e " $R^2$ " para todos os grupos encontra-se na tabela 31 do Apêndice. O valor crescente do módulo de Weibull (m) significa decrescente dispersão dos resultados, isto é, maior confiabilidade do material [39,40]. Na presente pesquisa, o módulo de Weibull do grupo I.3 (9,1927) aumentou muito em relação aos grupos I.1 (5,54) e I.2 (4,123), indicando uma decrescente dispersão dos resultados (maior confiabilidade do material) com o aumento da temperatura de 2ª. Queima de Sinterização. Para o grupo II, o módulo de Weibull dos subgrupos II.2(6,5312), II.3(5,4097) e II.4(7,4079) foi maior quando comparado ao módulo de Weibull do subgrupo II.1(4,742), mostrando também uma tendência a uma maior confiabilidade do material à medida que se eleva as temperaturas de 2ª.Queima. Os grupos que apresentaram a melhor confiabilidade foram os grupos I.3 (coeficiente angular, m = 9,1927) e grupo II.4 (coeficiente angular, m = 7,4079), o que indica que, além do efeito do aumento das temperaturas da 2ª. Queima de Sinterização existem outros fatores importantes que contribuem para a reprodutibilidade e confiabilidade dos resultados, em forma de m e  $R^2$ .



Gráfico 9: Gráfico da Distribuição de Weibull do Grupo I.1 com vibrador



Gráfico 10: Gráfico da Distribuição de Weibull do Grupo I.2 com vibrador



Gráfico 11: Gráfico da Distribuição de Weibull do Grupo I.3 com vibrador



Gráfico 12: Gráfico da Distribuição de Weibull do Grupo I.4 com vibrador



Gráfico 13: Gráfico da Distribuição de Weibull do Grupo II.1 com vibrador



Gráfico 14: Gráfico da Distribuição de Weibull do Grupo II.2 com vibrador



Gráfico 15: Gráfico da Distribuição de Weibull do Grupo II.3 com vibrador



Gráfico 16: Gráfico da Distribuição de Weibull do Grupo II.4 com vibrador

Nos gráficos 17 aos 22 têm-se os resultados do módulo de Weibull e do coeficiente de correlação para os grupos, cuja aplicação da barbotina foi realizada sem o vibrador (conforme preconiza o fabricante), grupos I.1, I.2, I.3, I.4, II.1, II.2. que foram respectivamente: (m=5,9815 e R<sup>2</sup>=97,89%), (m=4,1419 e R<sup>2</sup>=94,34%), (m=5,7782 e R<sup>2</sup>=96,9%), (m=4,0542 e R<sup>2</sup>=95,87%), (m=8,8551 e R<sup>2</sup>=53,92%), (m=6,6271 e R<sup>2</sup>=97,31%). O grupo com maior valor de Weibull foi o grupo II.1(m=8,8551), ou seja,

a variação do tempo da 1ª Queima de Sinterização (1hora a mais do que preconiza o fabricante) apresentou maior confiabilidade e, conseqüentemente, menor quantidade de defeitos que refletiu no resultado final da resistência mecânica de 374,91MPa (Ver tabela 11 no Apêndice). Os subgrupos que apresentaram menor valor de Weibull (m= 4,14 e 4,0542) foram respectivamente I.2 e grupo I.4 sem vibrador, ou seja, grupos cujos defeitos maiores repercutiram também no resultado da média da resistência à flexão (309,07 MPa e 324,91MPa) como pode ser visto na tabela 10 do Apêndice. Assim, dentre os grupos cuja aplicação da barbotina foi sem o vibrador, o aumento do tempo da 1ª Queima de Sinterização (1hora a mais) de acordo com o fabricante parece melhor, pois minimiza a possibilidade de defeitos nos corpos cerâmicos. No caso do módulo de Weibull do subgrupo II.1 (8,8551) em relação ao módulo de Weibull do subgrupo II.2(6,6271), houve um decréscimo.Todavia, o coeficiente de correlação dos resultados do grupo II.1 é muito baixo ( $R^2 = 53.92\%$ ), tirando a forca de sua expressão em termos de significância estatística. Desta forma, tem-se um quadro de não significância estatística tanto dos efeitos de elevação da temperatura da 2ª Queima quanto do aumento do tempo da 1ª Queima. Tudo indica que existem outros fatores fortemente impactantes na resistência à flexão do produto final sinterizado e infiltrado com vidro de lantânio.



Gráfico 17: Gráfico da Distribuição de Weibull do Grupo I.1 sem vibrador



Gráfico 18: Gráfico da Distribuição de Weibull do Grupo I.2 sem vibrador



Gráfico 19: Gráfico da Distribuição de Weibull do Grupo I.3 sem vibrador



Gráfico 20: Gráfico da Distribuição de Weibull do Grupo I.4 sem vibrador



Gráfico 21: Gráfico da Distribuição de Weibull do Grupo II.1 sem vibrador



Gráfico 22: Gráfico da Distribuição de Weibull do Grupo II.2 sem vibrador

Quando se comparam todos os grupos, os que apresentaram menores valores de Weibull foram os subgrupos: I.2, com vibrador (m=4,1231), I.2 sem vibrador (m=4,1419), I.4, sem vibrador (m=4,0542), tais resultados influenciaram diretamente na resistência à flexão (347,85MPa, 309,07MPa e 324,91MPa, respectivamente)

Para os subgrupos I.3 com vibrador e I.3, sem vibrador, os valores de "m" foram 9,1927 e 5,7782 respectivamente. Tais resultados, repercutiram também no resultado final das resistências, cujos valores foram de 369,33 MPa e 328,60 MPa conforme tabela 10 no apêndice. Isso significa que para esses grupos, cujo tratamento de tempo e temperatura de sinterização foi o mesmo, o fato de se ter usado o vibrador contribuiu para a diminuição do número de defeitos dos corpos cerâmicos, pois é com a vibração que ocorre maior eliminação de bolhas para a superfície, não permanecendo assim no interior dos corpos de prova, o que facilitaria início de trincas. Para os demais subgrupos (do grupo I), há uma certa tendência ao aumento do módulo de Weibull quando se utiliza o vibrador (à exceção dos subgrupos I.1, cujo valor de "m" diminuiu.

## 4.2 Análises microestrutural e elementar

## 4.2.1 Gesso Não-Sinterizado (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha).

As figuras 20 e 21 revelam as superfícies de fratura de barras de gesso não sinterizadas do Sistema In-Ceram<sup>®</sup> Spinell (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha) onde se observa, após o processo de hidratação, um padrão reticulado, adequadamente poroso para a futura técnica slip casting.



Figura 20 - Análise micrográfica, sem recobrimento, por elétrons retroespalhados da barra de gesso não sinterizada, antes da aplicação da barbotina.



Figura 21 - Análise micrográfica, sem recobrimento, por elétrons retroespalhados da barra de gesso não sinterizada, antes da aplicação da barbotina



Gráfico 23 – Análise EDS do gesso antes da aplicação da barbotina

Pela análise EDS do gráfico 23 pode-se verificar que o gesso não sinterizado do sistema Vita In-Ceram<sup>®</sup>Spinell é um composto basicamente de oxigênio, enxofre e

cálcio, porém, não é possível afirmar que esse sistema seja um composto de sulfato de cálcio. A análise EDS identifica apenas os elementos presentes (O, S, e Ca), mas não indica como eles estão arranjados. Para a obtenção desses dados, poderia ser realizada uma análise de difração de Raios-X.



Figura 22 - Micrografia (MEV, baixo vácuo) da área de fratura de barras de gesso sinterizadas, após a aplicação da barbotina analisadas por elétrons retroespalhados.

As figuras 22 e 23 mostram micrografia eletrônica de varredura do gesso sinterizado após a queima da barbotina In-Ceram<sup>®</sup>Spinell sobre ele. Por comparação com as figuras 20 e 21, nota-se que o gesso sofreu recristalização e crescimento de grão, bem como densificação (o que é consistência com a sua conhecida contração na referida queima).


Figura 23 - Área de fratura de barras de gesso sinterizadas, após a aplicação da barbotina analisadas por elétrons retroespalhados, em baixo vácuo.

# 4.2.2. Pó do In-Ceram<sup>®</sup> Spinell (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha)

O pó de Vita In-Ceram<sup>®</sup> Spinell foi submetido na COPPE/UFRJ à análise EDS e apresentou os elementos químicos O, Mg e Al (gráfico 24), conforme informações do fabricante [8].



Gráfico 24 - Análise EDS – In Ceram<sup>®</sup> Spinell – COPPE/UFRJ



Figura 24 - MEV Espinélio COPPE/UFRJ

Pela análise da suspensão no MEV por elétrons secundários do pó do In-Ceram<sup>®</sup> Spinell, observou-se aglomerados irregulares e de tamanhos variados, de 5 a 10µm, conforme figuras 24 a 28. Tal heterogeneidade torna complicada a forma e distribuição dos poros (interstícios), enquanto que se esses aglomerados fossem esferas e de mesmo tamanho, interstícios (poros) tetraédricos ou octaédricos seriam formados.



Figura 25 - Micrografia da suspensão do pó de espinélio: a) região "a", b) região "b".

Pelo mapeamento EDS de uma das regiões do pó de espinélio (figura 26), podese observar que os agregados do pó possuem alumina e magnésio distribuídos de forma homogênea, sendo impossível distinguí-los, pois se trata de espinélio estequiométrico, conforme resultado obtido pela análise de difração de Raios-X, relatado posteriormente.





Data Type: Counts Mag: 4500 Acc. Voltage: 20.0 kV

Figura 26 - Mapeamento por EDS das micrografías da suspensão do pó de espinélio Type: Counts Mag: 4500 Acc. Voltage: 20.0 kV Data Foi através do Malvern que se pôde obter o gráfico 25, onde cerca de 90% do volume das partículas estão abaixo de 23µm e cerca de 50% volume das partículas estão abaixo de 5µm. Para o In-Ceram<sup>®</sup> Alumina, as partículas se situam na faixa de 0,1µm a 0,3µm [41] e quando comparado com as partículas do In-Ceram<sup>®</sup> Spinell, pode-se prever que a distribuição dos tamanhos dos poros será proporcionalmente menor, como pode ser observado em micrografias anteriores [42], bem como da Alumina parcialmente sinterizada (sem vidro). Outros autores [13] ainda citam que as partículas do In-Ceram<sup>®</sup> Alumina variam entre 0,5 a 3,5µm e a contração de sinterização de 0,3%, o que produz uma controlada microestrutura organizada.

#### Gráfico de % volume, oversize curve:



Gráfico 25 - Tamanho do cristalito da amostra do pó do In-Ceram<sup>®</sup> Spinell

Tamanh	no do cri	Ista	lito da	amostra	do	po do l	In-Cerar	nč	Spinell	- Leitui	ra I	l					
d(0.1):	1.298	I	um				d(0.5):	5.6	04	um				d(0.	9): 27.9	134	uп
Stze (µm)	Vol Ouer %		Stze (µm)	Vol Ouer %		Stze (µm)	Vol Ouer %		Stze (µm)	Vol Ouer %		Stze (µm)	Vol Ouer %		Stze (µm)	Vol Ouer %	
0.010	100.00		0.105	100.00		1.096	92.28		11.482	24.10		120.226	3.64		1258.925	0.00	
0.011	100.00		0.120	100.00		1.259	90.43		13.183	20.52		138,038	3.42		1445.440	0.00	
0.013	100.00		0.138	100.00		1.445	88.39		15.136	17.53		158.489	3.21		1659.587	0.00	L
0.015	100.00		0.158	100.00		1.660	86.12		17.378	15.11		181.970	2.96		1905.461	0.00	L
0.017	100.00		0.182	100.00		1.905	83.54		19.953	13.18		208.930	2.65		2187.762	0.00	L
0.020	100.00		0.209	100.00		2.188	80.61		22.909	11.65		239.883	229		2511.886	0.00	L
0.023	100.00		0.240	100.00		2.512	77 <i>2</i> 7		26.303	10.45		275.423	1.89		2884.032	0.00	L
0.026	100.00		0.275	100.00		2.884	73.50		30.200	9.45		316.228	1.48		3311,311	0.00	L
0.030	100.00		0.316	100.00		3,311	69.30		34.674	8.60		363.078	1.09		3801.894	0.00	L
0.035	100.00		0.363	99.99		3,802	64.68		39,811	7.82		¢16.869	0.74		4365.158	0.00	L
0.040	100.00		0.417	99.75		4.365	59.69		45.709	7.08		478.630	0.45		5011.872	0.00	L
0.046	100.00		0.479	99.32		5012	54.41		52.481	6.38		549.541	0.24		5754,399	0.00	L
0.052	100.00		0.550	98.69		5.754	48.95		60.256	5.72		630.967	0.10		6606.934	0.00	L
0.060	100.00		0.631	97.83		6.607	43.45		69.183	5.13		724.436	0.01		7585.776	0.00	L
0.069	100.00		0.724	96.75		7.586	38.06		79.433	4.62		831.764	0.00		8709.636	0.00	L
0.079	100.00		0.832	95.45		8.710	32.95		91.201	4.21		954,993	0.00		10000.000	0.00	
0.091	100.00		0.965	93,95		10.000	28.26		104.713	3.89		1096.478	0.00				

Tabela 7 – Tamanho do cristalito da amostra do pó do In-Ceram<sup>®</sup> Spinell – Leitura 1 Tamanho do cristalito da amostra do pó do In-Ceram<sup>®</sup> Spinell – Leitura 1

d(0.1):	1.285	u	m		d	(0.5): 5.	.696	) ur	n		d()	0.9):	24.066	i un
Stze (µm)	VolOuer%s		Stze (µm)	Vol Ouer %	Stze (µm)	Vol Ouer %	]	Stze (µm)	Vol Ouer %	Stze (µm)	Vol Ouer %		Stze (µm)	Vol Ouer %
0.010	100.00		0.105	100.00	1.096	92.13	1	11.482	24.04	120.226	0.79		1258.925	0.00
0.011	100.00		0.120	100.00	1.259	90.29		13.183	20.22	138,038	0.59		1445.440	0.00
0.013	100.00		0.138	100.00	1.445	88 <i>2</i> 7		15.136	17.00	158.489	0.46		1659.587	0.00
0.015	100.00		0.158	100.00	1.660	36.D5		17.378	14.35	181.970	0.37		1905.461	0.00
0.017	100.00		0.182	100.00	1.905	83.54		19.953	12.22	208.930	0.33		2187.762	0.00
0.02	100.00		0.209	100.00	2.188	80.69		22.909	10.52	239,883	0.27		2511,886	0.00
0.02	100.00		0.240	100.00	2.512	77.46		26.303	9.15	275.423	0.22		2884.032	0.00
0.026	100.00		0.275	100.00	2,884	73.80		30.200	8.02	316.228	0.17		3311.311	0.00
0.030	100.00		0.316	100.00	3.311	69.71		34.674	7.02	363.078	0.13		3801.894	0.00
0.03	; 100.00		0.363	99.99	3.802	65.19		39,811	6119	416.869	0.10		4365.158	0.00
0.040	100.00		0.417	99.74	4,365	60.28		45.709	5.19	478.630	70.0		5011.872	0.00
0.046	; 100.00		0.479	99,30	5012	55.D5		52.481	4.32	549.541	0.06		5754,399	0.00
0.053	100.00		0.550	98.64	5.754	49.59		60.256	3.48	630.967	0.04		6606.934	0.00
0.060	100.00		0.631	97.76	6.607	44.D5		69.183	2.71	724.436	60.0		7585.776	0.00
0.069	100.00		0.724	96.65	7.586	38.56		79.433	204	831.764	0.01		8709.636	0.00
20079	100.00		0.832	95.33	8.710	33.30		91.201	1.50	954,993	0.00		10000.000	0.00
0.091	100.00		0.955	93,81	10.000	28.42		104.713	1.08	1096.478	0.00			

Tabela 8 – Tamanho do cristalito da amostra do pó do In-Ceram<sup>®</sup> Spinell - Leitura 2

Tamanho do cristalito da amostra do pó do In-Ceram<sup>®</sup> Spinell – Leitura 2

Pela análise de Difração de Raios-X, (ver gráficos 31 e 32 do apêndice) um difratograma originado parece em muito com os padrões de um difratograma de uma estrutura espinélica. Pelos cálculos, através da equação de Scherrer, o tamanho de cristalito presente foi de 34,48 nm. Este valor de "t" mostra que o pó de espinélio usado no presente estudo (fornecido pela Vita Zahnfabrik) consiste de agregados policristalinos de nanocristais (34,48 nm), ou seja, um espinélio de maior reatividade na sinterização poderia ser obtido numa menor temperatura quando comparada àquela de espinélios de cristais grosseiros, com a promessa de maior resistência mecânica final, em decorrência do menor tamanho de grão final (quando comparada àquela decorrente de cristais iniciais grosseiros). Assim, tamanho de partículas pequeno, associado à pequena contração, produz uma adequada fidelidade marginal para coroas unitárias. Assim, é com partículas tão pequenas que haverá maior reatividade do Espinélio em temperaturas mais baixas, pois grãos grosseiros necessitam de temperaturas muito acima para que haja reação de formação de espinélio. Em se tratando do pó do espinélio, pela análise de difração de Raios - X, o resultado obtido foi de partículas de espinélio de forma cúbica, de espinélio puro contendo uma única fase. A reação de densificação plena de espinélio é por demais difícil, pois necessita de elevadas temperaturas, em torno de 90% da temperatura de fusão do material, o que pode ser observado no diagrama de fases do espinélio (figura 1). Portanto, as variações do tempo e temperaturas utilizadas nesta pesquisa foram baixas (a temperatura mais elevada foi de 1270°C) para que fosse completa a formação de espinélio, mas, se fosse acrescentado a

este espinélio, pequenas quantidades de alumina ou magnésia em excesso, haveria sinterização com reação no estado sólido formando espinélio não estequiométrico. A partir daí, uma subestrutura com arcabouço mais denso seria formada, porém, uma indesejada contração aconteceria.



Gráfico 26 - Difratograma do Pó do Sistema In-Ceram<sup>®</sup> Spinell

#### 4.2.3 Pó de Vidro de Lantânio (Vita)

As figuras 27 a 29 apresentam micrografias do pó de vidro de Lantânio da Vita In-Ceram<sup>®</sup>Spinell, onde se pode perceber que são partículas menores que 300µm, mas podem ser maiores que 100µm, embora existam partículas menores do que este último tamanho. De acordo com as análises micrográficas, as partículas de vidro infiltrantes são grandes em torno de 200 µm para que possam penetrar nas pequenas porosidades da cerâmica sinterizada. Assim, poder-se-ia pensar que partículas pequenas penetrariam melhor e de maneira mais eficaz em toda a estrutura cerâmica, todavia, o processo de infiltração ocorre em duas etapas; onde a primeira é a absorção de calor radiante (quanto maior a superfície faceando a radiação, tanto melhor a absorção de calor) e segunda etapa é a condução de calor da superfície absorvedora para o interior da massa de vidro (a massa contínua de vidro, isto é, partícula grande de vidro, é preferível) enquanto que uma camada de partículas muito pequenas terá dificuldades de condução. Isso significa que a superfície das partículas de tamanhos menores ficaria muito quente, mas o interior dessas ficaria frio, pois a condução entre as partículas da superfície para as situadas na parte interior da camada seria dificultada, haja vista a presença de ar entre elas.



Figura 27 - MEV Vidro de Lantânio (PEMM/UFRJ). Análise por elétrons retroespalhados. Em (a) sem recobrimento e em (b) com recobrimento de ouro.

Pelas análises EDS, nos gráficos 27 a 30, pode-se observar que o pó de vidro de In-Ceram<sup>®</sup>Spinell apresenta em sua composição alumínio, silício, lantânio, ítrio, magnésio, bismuto, alumínio e cálcio.



Figura 28 - Partículas do vidro de lantânio, Image Name: Vidro La, Accelerating Voltage: 15.0 kV, Magnification: 120



Gráfico 27 - Análise EDS do ponto 1 da figura 28.



Gráfico 28 - Análise EDS do ponto 2 da figura 28.



Gráfico 29 - Análise EDS, do ponto 3 da figura 28.





Figura 29 - Image Name: Vidro, Accelerating Voltage: 20.0 kV, Magnification: 500, Detector: Pioneer



Gráfico 30 - Análise EDS, do ponto 1 da figura 29.

Para análise da composição do vidro, de lantânio, seria melhor uma análise por difração de Raios-X. A composição realizada pela análise EDS nesta pesquisa foi semelhante às informações do fabricante, conforme a tabela 9.

Composição Óxidos	%(peso)
SiO <sub>2</sub>	14-18
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	12-17
$B_2O_3$	10-12
TiO <sub>2</sub>	5-7
$La_2O_3$	29-35
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	10-15
BiO <sub>2</sub>	4-5
MgO	2-3

Tabela 9 - Composição do vidro de lantânio (fabricante).

# 4.2.4 Análise Microestrutural das Barras de Espinélio Sinterizadas e não infiltradas com Vidro

As Figuras 30 e 31 apresentam micrografías da superfície de fratura de barras de espinélio parcialmente sinterizadas do grupo I.1 (sinterizada conforme preconiza o fabricante nos gráficos 1 e 3), mostrando que a sua microestrutura é de grãos cúbicos, angulosos (lembrando as partículas de espinélio do pó original), com grãos maiores unidos por uma série de partículas menores que se soldaram de maneira incipiente e a distribuição de poros foi homogênea.



Figura 30 – Micrografia da barra de In-Ceram<sup>®</sup> Spinell do Grupo I.1 sem vibrador, parcialmente sinterizada, com aumento de 800x, análise por elétrons retroespalhados



Figura 31 – Micrografia da barra de In-Ceram<sup>®</sup> Spinell do Grupo I.1 sem vibrador, parcialmente sinterizada, com aumento de 3000x, análise por elétrons retroespalhados



Figura 32 – Micrografia da barra de In-Ceram<sup>®</sup> Spinell do Grupo II.1 sem vibrador, parcialmente sinterizada, com aumento de 3000x, análise por elétrons retroespalhados

Deste processo, houve uma porosidade muito variável em tamanho e forma. No entanto, esta variabilidade pode ser observada ao longo de toda massa sinterizada da barra de espinélio (figuras 32 a 40). Isto torna bastante compreensível a importante contribuição do processo de infiltração do vidro de lantânio no fortalecimento da infraestrutura da futura prótese dental; afinal, poros maiores são mais facilmente preenchidos pelo vidro, enquanto que poros menores requerem um tempo muito maior. No entanto, é complicado afirmar apenas por inspeção visual que houve uma alteração considerável entre as duas micrografias (figuras 31 e 32), porém, pelo cálculo da porosidade, na micrografia do grupo I.1 (figuras 39 e 40), a porosidade calculada foi de 29,87% (massa total de 8,46 g; massa dos grãos de 5,38g; massa dos poros de 3,06g ), enquanto que para o grupo II.1, a porosidade foi de 18,3 % (massa total de 8,58 g; massa dos grãos de 6,27 g; massa dos poros de 2,31 g). Posteriormente, outras determinações das porosidades foram feitas em relação às demais amostras e o resultado da porosidade foi na faixa de 4 a 5% (ver tabela 32 no apêndice). Por isso, a técnica merece aperfeiçoamento para ser aplicada com maior consistência. As médias do tamanho de grão das amostras do grupo I.1 e do grupo II.1 foram calculadas e ambas deram o valor de 3,8µm e o diâmetro médio dos poros foi de 0,97 µm para o grupo I.1 e 0,96 µm para o grupo II.1. Esse resultado pode ser melhor explicado analisando-se o digrama de fases (figura 1) do espinélio, pois é necessário um grande aumento da temperatura para que se consiga uma reação de sinterização eficiente do espinélio. Para os demais grupos, não houve o cálculo do tamanho de grão, porém, o diâmetro médio dos poros pôde ser calculado. Sendo assim, o valor do diâmetro médio dos poros para os grupos I.1, I.2, I.3, I.4, II.1, II.2, II.3 e II.4 e o coeficiente de variabilidade foram respectivamente de: 0,97µm (coeficiente de variabilidade de 50%), 0,64µm (coeficiente de variabilidade de 74%), 0,73µm (coeficiente de variabilidade de 66%), 1,07µm (coeficiente de variabilidade de 76%), 0,96 µm (coeficiente de variabilidade de 59%), 1,05 µm (coeficiente de variabilidade de 70%), 0,74 µm (coeficiente de variabilidade de 65%), 0,52 µm (coeficiente de variabilidade de 71%).

Nos resultados apresentados do grupo II, com o aumento do tempo da 1<sup>a</sup> Queima em 1hora e os pequenos incrementos na temperatura da 2<sup>a</sup>. Queima de Sinterização, houve uma tendência à diminuição do diâmetro médio dos poros, à exceção do grupo II.2, cujo valor foi de 1,05  $\mu$ m. Para os grupos I.2 (0,64  $\mu$ m), I.3 (0,73  $\mu$ m) houve uma tendência à diminuição do diâmetro médio dos poros quando comparados ao grupo I.1(0,9725 $\mu$ m), à exceção do grupo I.4, cujo diâmetro médio dos poros foi de 1,07 $\mu$ m. Assim, dentre os resultados apresentados, deveria ser feita uma reavaliação dos grupos I.4 (com diâmetro médio de poros no valor de 1,07  $\mu$ m) e II.2 (diâmetro médio de poros de 1,05 $\mu$ m) uma vez que os próprios coeficientes de variabilidade foram elevados, no valor de 76% e 70%, respectivamente. A análise da porosidade pelo método do quadriculamento teve que ser utilizada nesta pesquisa devido ao pouco tempo de trabalho. Outrossim, deixa alguns questionamentos, pois a área fraturada pode ter tido arrancamento de partículas e estas terem sido contadas como porosidade. Assim, a metodologia a ser emprega futuramente será de se preparar as superfícies de fratura pelo polimento e uma análise quantitativa e qualitativa deverá ser realizada em vários campos das micrografías completada pela análise estatística.



Figura 33 - Micrografia da superfície fraturada de barras de espinélio do grupo I.2 (sem vibrador), MEV – elétrons retroespalhados.



Figura 34 - Micrografia da superfície fraturada de barras de espinélio do grupo I.3 (sem vibrador), MEV – elétrons retroespalhados.



Figura 35 - Micrografia da superfície fraturada de barras de espinélio do grupo I.4 (sem vibrador), MEV – elétrons retroespalhados.



Figura 36 - Micrografia da superfície fraturada de barras de espinélio do grupo II.2 (sem vibrador), MEV – elétrons retroespalhados.



Figura 37 - Micrografia da superfície fraturada de barras de espinélio do grupo II.3 (sem vibrador), MEV – elétrons retroespalhados.



Figura 38 - Micrografia da superfície fraturada de barras de espinélio do grupo II.4 (sem vibrador), MEV – elétrons retroespalhados.

Na figura 39, pôde-se calcular a distribuição dos tamanhos de poros na amostra do grupo I.1 (1120°C-2h; 1180°C-2h), cujos detalhes dos cálculos encontram-se no

apêndice (tabela 15). A figura 40 foi usada para o mesmo fim na amostra do grupo II.1 (tabela 16 do Apêndice).



Figura 39 - Micrografia da superfície fraturada da barra de espinélio, sinterizada e não infiltrada do grupo I.1, sem vibrador, análise por elétrons retroespalhados, sem recobrimento de ouro.



Figura 40 - Micrografia da superfície fraturada da barra de espinélio do grupo II.1, sem vibrador, análise por elétrons retroespalhados, sem recobrimento de ouro.

Pelas figuras 39 e 40, pode-se também estimar a porosidade através da análise ceramográfica do campo. O valor da porosidade calculado para a amostra do grupo I.1, cujo processamento foi o preconizado pelo fabricante foi de 29,87%, enquanto que para o grupo II.1, a porosidade foi de 18,3%, conforme relatado anteriormente.

# 4.2.5 Análise Microestrutural das Barras de Espinélio Sinterizadas e Infiltradas com Vidro

As figuras 41 e 42 apresentam micrografias do In-Ceram<sup>®</sup>Spinell antes do processo de infiltração do vidro a após a infiltração.



Figura 41 - Espinélio sinterizado e não infiltrado



Figura 42 - Espinélio sinterizado e infiltrado

Conforme pode ser constatado nas figuras 43 a 50, o resultado final das sinterizações dos grupos testados apresentou aspecto visual bastante similar às micrografias do fabricante (Figura 42). Na análise qualitativa visual, essas imagens apresentaram um sistema bifásico de espinélio infiltrado pelo vidro de lantânio, porém, não apresentaram diferenças representativas. Em todas as micrografias das figuras 43, 44, 45, 46, 47, 48, 49 e 50 pode-se observar poros que podem ser oriundos da pouca infiltração pelo vidro de lantânio ou até mesmo, o espaço correspondente ao arrancamento de partículas de vidro. As cerâmicas infiltradas por vidro possuem a grande desvantagem quando a subestrutura não é totalmente infiltrada pelo vidro, resultando numa estrutura porosa (Figura 52), que refletirá numa menor resistência mecânica final da prótese cerâmica. Na figura 51, a imagem micrográfica da barra de espinélio sinterizada, analisada por elétrons secundários (recoberta com ouro) ficou distorcida.

Pela análise do cálculo das porcentagens de cada uma das fases depois das barras infiltradas pelo vidro de lantânio do Grupo I (tabela 33), à medida que se aumentou a

temperatura, houve diminuição do volume de poros e, conseqüentemente, a diminuição da porcentagem de vidro infiltrado, haja vista que os poros diminuíram.

É de grande importância relatar aqui que a fração volumétrica de vidro infiltrado tem influência direta na translucidez da peça cerâmica contribuindo, conseqüentemente, para a estética. Sendo assim, se houver grande aumento da temperatura, poderá haver o fechamento de poros, infiltrando menos vidro, ocasionando a opacificação da subestrutura cerâmica.



Figura 43 - Micrografia da superfície fraturada da barra de espinélio do Grupo I.1, sem vibrador, aumento 3000x



Figura 44 - Micrografia da superfície fraturada da barra de espinélio sinterizada e infiltrada por vidro de lantânio – Grupo I.2, sem vibrador, análise por elétrons retroespalhados, sem recobrimento por ouro, aumento 3000x.



Figura 45 - Micrografia da superfície fraturada da barra de espinélio, sinterizada e infiltrada por vidro de lantânio – Grupo I.3, sem vibrador, análise por elétrons retroespalhados, sem o recobrimento por ouro, aumento 3000x.



Figura 46 - Micrografia da superfície fraturada da barra de espinélio, sinterizada e infiltrada por vidro de lantânio – Grupo I.4, sem vibrador, análise por elétrons retroespalhados, sem o recobrimento de ouro, aumento 3000x.



Figura 47: Micrografia da superfície fraturada da barra de espinélio, sinterizada e infiltrada por vidro de lantânio - Grupo II.1, sem vibrador, análise por elétrons retroespalhados, sem o recobrimento de ouro, aumento 3000x.



Figura 48: Micrografia da superfície fraturada da barra de espinélio, sinterizada e infiltrada por vidro de lantânio - Grupo II.2, sem vibrador, análise por elétrons retroespalhados, sem o recobrimento de ouro, aumento 3000x.



Figura 49: Micrografia da superfície fraturada da barra de espinélio, sinterizada e infiltrada por vidro de lantânio - Grupo II.3, com vibrador, análise por elétrons retroespalhados, sem o recobrimento de ouro, aumento 3000x.



Figura 50: Micrografia da superfície de fratura do espinélio do grupo II.4, com vibrador, análise por elétrons retroespalhados (baixo vácuo).



Figura 51: Micrografia da superfície de fratura do espinélio do grupo I.1, sem vibrador, análise por elétrons secundários.



Figura 52: Micrografia da superfície de fratura do espinélio do grupo II.3, sem vibrador, análise por elétrons retroespalhados.

A densificação cerâmica durante a sua sinterização (com fortalecimento das ligações entre os grãos e a redução da porosidade remanescente) conduz a uma maior resistência mecânica da cerâmica. No caso do espinélio, a temperatura máxima de sinterização aqui utilizada foi de 1270°C (60% da temperatura de fusão do espinélio estequiométrico). Ora, Sarkar & Banerjee [28] já tinham observado que, nem a moagem prolongada do espinélio, nem a sinterização acima de 1600°C, mostrou qualquer efeito significativo sobre a densidade final do produto sinterizado. Também, para espinélio enriquecido com alumina, a temperatura de 1550°C revelou-se inadequada para a sinterização, mesmo para pó cominuído durante 6h em moinho atritor. Assim sendo, temperaturas bem maiores que 1270°C teriam que ser usadas na 2<sup>a</sup>. Queima de In-Ceram<sup>®</sup> Spinell juntamente com o uso de um pó de espinélio enriquecido com MgO, que dão solução sólida acima de 1400°C (isto é, sinterização com reação) e resultam em maior densificação na sinterização a 1600°C durante 2h [29]. No entanto, para o contexto do sistema In-Ceram<sup>®</sup> Spinell, as temperaturas utilizadas não foram tão elevadas, pois poderia haver contração da subestrutura o que acarretaria numa desadaptação da peça cerâmica. Sendo assim, o método de confecção teria que sofrer alterações visando compensar a contração dessa subestrutura.

Outro cuidado que se deve ter é de não aumentar demais a temperatura de infiltração do In-Ceram<sup>®</sup> Spinell, pois o vidro poderá sofrer cristalização antes de infiltrar.

Há também a necessidade da análise ceramográfica quantitativa de fases (grão de espinélio, vidro de lantânio e poros) na seção de fratura depois de lixada e polida para se ter uma melhor resolução, tendo-se ainda o cuidado de confrontar a micrografia do centro da seção do corpo de prova com aquela da periferia da mesma seção. Assim, o tamanho médio de poros, tamanho médio de grãos de espinélio, bem como os volumes relativos de porosidade, vidro e espinélio poderão ser melhor determinados.

#### **5-** Conclusões

- (a) O aumento do tempo da 1<sup>a</sup>. Queima de Sinterização e das temperaturas da 2<sup>a</sup>. Queima de Sinterização durante o processamento não alteraram significativamente a resistência à flexão por três pontos de barras de In-Ceram<sup>®</sup> Spinell (p>0,05), embora haja indícios de possibilidade de melhoria da resistência mecânica com a elevação da temperatura da 2<sup>a</sup>. Queima;
- (b) Grande variação de tempo de 1ª Queima (mudança de 2h para 3h) não produz diferença estatisticamente significativa na resistência à flexão por três pontos em barras de Vita In-Ceram<sup>®</sup> Spinell pré sinterizadas a 1120°C, durante 2 horas;
- (c) As variações das temperaturas de 2ª. Queima de Sinterização utilizadas na presente pesquisa não foram suficientes para promover uma maior densificação do espinélio estequiométrico, pois este necessita de elevadas temperaturas acima de 1600°C para alcançar a densificação total;
- (d) A aplicação da barbotina com e sem o vibrador não influenciou de maneira significativa na resistência flexural das barras de espinélio sinterizadas e infiltradas por vidro de lantânio;
- (e) As análises micrográficas demonstraram claramente a presença de duas fases cristalinas interpenetradas de espinélio e vidro de lantânio após o processo de infiltração, corroborando com as informações do fabricante;
- (f) Pela análise por difração de Raios-X, o pó do In-Ceram<sup>®</sup> Spinell é um composto estequiométrico de alumina e magnésio.

#### 6- Sugestões de Trabalhos Futuro

 a. Outras amostras poderão ser confeccionadas e analisadas comparativamente, entre o processo de 1<sup>a</sup>. Queima e 2<sup>a</sup>. Queima de Sinterização, antes do processo de infiltração.

b. No sentido de se quantificar a taxa de infiltração, depois da variação do tempo de 1<sup>a</sup>. Queima de Sinterização de 2h para 3h, e das temperaturas de 2<sup>a</sup>. Queima de Sinterização, outras amostras poderão ser confeccionadas e pesadas antes e depois da aplicação do vidro. De posse desses dados, a densidade de cada barra poderá ser calculada e a taxa de infiltração de cada grupo, finalmente, quantitativamente compreendida.

c. Utilizando as próprias micrografías realizadas com aumento de 3000x, das cerâmicas infiltradas, pode-se obter o polimento das superfícies fraturadas, uma análise estatística, com o tratamento das imagens em vários campos, pode ser válida para uma melhor e fidedigna análise estatística.

d. O aumento da variação da 2ª. Queima de Sinterização seria uma opção para se observar a possibilidade de uma maior espinelização. Com isso, poderia-se checar se o aumento dessa temperatura formaria espinélio mais denso e, por isso, mais resistente.

e.Tendo em vista que a principal característica do In-Ceram<sup>®</sup> Spinell é a translucidez, em relação aos outros sistemas cerâmicos, poderia-se trabalhar com temperaturas maiores, verificando assim, a influência da densificação da peça cerâmica, antes da infiltração, na cor da cerâmica final, através das tomadas de cor com o aparelho Easy Shade<sup>®</sup>.

f. Aprimorar e aplicar, de maneira exaustiva, os métodos de ceramografia quantitativa aqui designados por "Método do Quadriculamento" e "Método de Pesagem da Micrografia Impressa".

81

## 7. Referências Bibliográficas

[1] CONCEIÇÃO, E. N., *et al.*, "Restaurações Estéticas", Cap.8, *em Fundamentos dos Sistemas Cerâm*icos, p.199-217, Editora Artmed, 1ª.edição, Porto Alegre - RS, 2005.

[2] SILVA, R. C., BICA, M. V. R., OGASAWARA, T. "Contribuição Termodinâminca sobre a Estabilidade Aquosa da Fase Vítrea de uma Cerâmica Dental Infiltrada com Vidro". *Programa de Resumos do III COLAB*, pp.230, Campinas, 27 a 30 de julho de 2004.

[3] ANUSAVICE, K. J., "Cerâmicas Odontológicas", *In Materiais Dentários*, 11<sup>a</sup>. edição, capítulo 21, Rio de Janeiro, RJ, Editora Elsevier., 2005.

[4] SILVA, A. G. P., JÚNOR, C. A., "Teoria de Sinterização Por Fase Sólida: Uma Análise Crítica de Sua Aplicação". *Cerâmica*, v. 44, n.289, São Paulo, set/out 1998.

[5] WILDGNOOSE, G. D., JOHNSON, A., WINSTANLEY, R. B., "Glass/ Ceramic/ Refractory Techniques, their Development and Introduction into Dentistry: A historical review", *The Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 91, n. 2, pp. 136-43, 2004.

[6] LEE, S, J., KRIVEN, W, M., "Shrinkage-Free Alumina - Glass Dental composites via Aluminium Oxidation", *J. Am. Ceram. Soc.*, n. 80, v.8, pp. 2141-2147, 1997.

[7] Vita Product Information: Product-Physical Data Vita In Ceram<sup>®</sup> Spinell / In Ceram<sup>®</sup> Alumina / In Ceram<sup>®</sup> Zirconia. Site: www.vitazahnfabrik.com.br; oct10, 2005.

[8] VITA In Ceram Spinell. "Directions for Use Fabrication of Framework in the slipcasting technique" Site: www.vitazahnfabrik.com.br; pp.1-17, oct.2002.

[9] GANESH, S., BHATTACHARJEE, S., SAHA, B. P., *et al.*, "A new sintering aid for magnesium aluminate spinel", Ceramics *International*, v.27, pp.773-779, 2001.

[10] VIECELLI, A., "Curso de Extensão em Ciências dos Materiais: Preparatório para o Mestrado em Ciências dos Materiais", <u>www.ucs.br/ccet/demc/aviecell/mat\_ext</u>, p.8, 11/12/2006.

[11] TYSZBLAT, M., "Completely ceramic dental prosthesis based on alumina/ magnesia Spinell and a process for manufacture", *United States Patent* n<sup>o</sup>. 5447967, USA, September 5, 1995.

[12] THIEL, N., DATZMANN, G., "Process for manufacturing Dental Prosthetics Based on Ceramics", *United States Patent* no.5,910,273, USA, June 8, 1999.

[13] BOTTINO, M, A., QUINTAS, A, F., MIYASHITA, E., *et al.*, "Materiais Cerâmicos" em *Estética em Reabilitação Oral - Metal Free*, p. 213-331, 1ª. edição, São Paulo, Editora Arte Médica, 2002.

[14] EVANS, D. B., O'BRIEN, W. F. "Fracture strength of glass infiltrated –magnesia core porcelain", *International Journal Prosthodontic*, Lombard, 199 jan/fev; 12 (1): 38-44.

[15] BOIS, L., BARRÉ, N., GUILLOPÉ, S., *et al.*, "Dissolution of lanthanide aluminosilicate oxynitrite glasses", *Journal of Nuclear Materials*, v.277, pp.57-66, 2000.

[16] TYSBLAT, M. "Process for the Preparation of a Dental Prothesis by Slight Solid Phase Friting of a Metal Oxide Based Infrastructure"; *United States Patent* no. 4,772,436,USA,Sptember 20, 1988.

[17] APHOLT, W., BINDL, A., LUTHY, H., *et al.*, "Flexural strength of Cerec machined and jointed In Ceram - Alumina and In Ceram-Zirconia bars" Dental Materials, v.17, pp.260-267, 2001.

[18] ANUSAVICE, K, J., "Produtos de Gipsita", In: *Materiais Dentários*, Capítulo 10, 11<sup>a</sup>. edição, capítulo 9, Rio de Janeiro, RJ, Editora Elsevier, 2005.

[19] AINSLEY, C., GONG, H. "Precision sintering of Slip cast components", Journal of Materials Processing Technology. V. 95 (1999) 201-20 e, AKSAY,I,A, Department of Materials Science and Engineering ; and Advanced Materials Technology Center, Washington Technology Centers , University of Washington.

[20] REED, J. "Introduction to the Principles of Ceramic Processing". *JohnWiley & Sons*, New York USA-1998.

[21] NÓBREGA, M.C., JOÃO, M., LA CROIX, S. P., "Prensagem Uniaxial de Cerâmica Dental". www.odontologia.com.br, 9 nov de 2005.

[22] CALLISTER, W.D., "Aplicações e Processamento das Cerâmicas" em *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*, Capítulo.14, pp.298-300, editora LTC, 5<sup>a</sup>.
Edição, Rio de Janeiro, RJ, 2002.

[23] RYSKHEWITCH, E., In: Oxide Ceramics, Academic Press, New York, 1960, pp.257-274.

[24] VAN ZYL A. (inventor), Method of Making Spinell Compounds, *United States Patent*. Number 5,525,562, Date of Patent June 11, 1996, Programme 3 Patent Holdings, Luxembourg (Assignee).

[25] ZHANG S., JAYASEELAN D.D., BHATTACHARYA, G., *et al.*, "Molten Salt Synthesis of Magnesium Aluminate (MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) Spinell Powder", *Journal of the American Ceramic Society*, 89 (5), pp.1724-1726, 2006.

[26] REZGUI, S., GATES, B.C., "Control of magnesia-alumina properties by acetic acid in sol-gel synthesis", *Journal of Non-Crystalline Solids*, 210 (1997), pp. 287-297, 1997.

[27] BHADURI, S., BHADURI, S.B., "Phase and Microstructural Evolution of Heat Treated Nanocrystalline Powders in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MgO Binary System", *Nanostructured Materials*, V.11, n..4, pp. 469-476, 1999.

[28] SARKAR, R., BANERJEE, G., "The Effect of Compositional Variation and Fineness on the Densification of MgO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Compacts", *Journal of the European Ceramic Society*, v.19, pp. 2893-2899, 1999.

[29] KENYA, H., TADASHI, O., ZENBEE, N., "Effect of starting materials and calcining temperature on the sintering of Spinell ceramics", *Rep. Res. Lab. Eng. Materials Tokyo Inst. Tech*, v.2, pp.85-94, 1977.

[30] SARKAR, T., CHATTERJEE, S., MUKHERJEE, B., *et al.* "Effect of alumina reactivity on the densification of reaction sintered nonstoichiometric spinels", *Ceramics International* v. 29, pp 195-198, 2003.

[31] SARKAR, R., GHOSH, A., DAS S.KR, "Reaction sintered magnesia rich magnesium aluminate spinel: effect of alumina reactivity", *Ceramics International* v. 29 pp. 407-411, 2003.

[32] SARKAR, R., DAS, S. K., BANERJEE, G., "Effect of attritor milling on the densification of magnesium aluminate spinel", *Ceramics International* v.25, pp.485-489, 1999.

[33] TRIPATHI, H. S., MUKHERJEE, B., DAS, S., *et al* "Synthesis and densification of magnesium aluminate spinel: effect of MgO reactivity", *Ceramics International* v.29, pp.915-918, 2003.

[34] SHUZHI, L., BANGWEI, Z., XIAOLIN, S., *et al*, "The structure and infrared spectra of nanostructured MgO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> solid solution powders prepared by the chemical method", *Journal of Materials Processing Technology*, 89-90, pp. 405-409, 1999.

[35] GANESH, I., TEJA, K. A., THIYAGARAJAN, N., *et al*, "Formation and Densification Behavior of Magnesium Aluminate Spinel: The Influence of CaO and Moisture in the Precursors", *Journal of the American Ceramic Society*, 88 (10) 2752-2761, 2005.

#### [36] ISO 6872:1995(E). Dental Ceramic International Standard

[37] GUAZZATO, M., ALBAKRY, M., QUACH., *et al.*, "Influence of grinding sandblasting, polishing and heat treatment on the flexural strength of a glass-infiltrated alumina-reinforced dental ceramic", *Biomaterials*, 25, pp 2153-2160, 2004.

[38] RAMIREZ, M. V., MADRUGA, T. P., SILVEIRA, M. M., *et al.*, "Módulo de Weibull: Cerâmica Fina Versus Cerâmica Convencional". *Anais do 38° Congresso Brasileiro de Cerâmica*, 178-181, Blumenau, 18 a 24 de junho de1994.

[39] GÖHRING, T, N., GALLO, L., LÜTHY, H., "Effect of Water Storage, Thermocycling, the Incorporation and Site of Placement of Glass-Fibers on the Flexural Strength of Veneering Composite", *Dental Materials* vol.21, pp.761-772, 2005.

[40] SULLIVAN, J, D., LAUZON, P, H., "Experimental Probability Estimators for Weibull Plots" *Journal of Materials Science Letters*, vol.5, pp.1245-1247, 1986.

[41] VITA In Ceram<sup>®</sup> Alumina., "Directions for Use Fabrication of Framework in the slip-casting technique", pp.1-17, Oct.2002.

[42] SILVA, R, C., 2006, "Influência do Processamento de Infiltração na Resistência à Flexão e na microestrutura do compósito Alumina-Vidro de Lantânio", MSc. Dissertação, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

# Apêndice

Tabela 10 - Resultados do Teste de Resistência à Flexão de Três Pontos de cada amostra, com a média da resistência flexural do grupo I (subgrupos I 1 - com e sem vibrador; I 2 – com e sem vibrador; I 3-com e sem vibrador e I 4 - com e sem vibrador) e seus respectivos desvios padrões.

	1120° / 2h													
118	80°	12 <sup>-</sup>	10°	124	40°	1270°								
com	sem	com	sem	com	sem	com	sem							
231,25	241,58	181,25	297,00	318,75	337,50	382,50	330,17							
377,69	347,06	381,25	300,00	312,50	369,00	558,00	336,86							
408,67	432,00	301,50	364,50	418,75	427,50	278,12	253,44							
326,02	319,84	382,50	340,62	337,50	289,22	337,50	176,93							
387,50	287,50	353,12	203,12	409,50	216,00	314,20	337,50							
272,21	343,66	353,12	289,22	398,10	292,50	449,14	472,50							
296,87	381,10	398,10	284,37	412,50	333,00	342,00	306,00							
421,93	435,53	432,00	393,75	347,06	364,08	371,52	385,92							
340,27	348,53	347,85	309,07	369,33	328,60	379,12	324,91							
69,26	67,19	77,35	58,18	44,79	63,58	88,23	87,17							

Tabela 11 - Resultados do Teste de Resistência à Flexão de Três Pontos de cada amostra, com a média da resistência flexural do grupo II (subgrupos II 1- com e sem vibrador; II 2 – com e sem vibrador; II 3-com vibrador e II 4- com vibrador) e seus respectivos desvios padrões.

	1120° / 3h													
11	80°	12 <sup>-</sup>	10°	1240	0	1270°								
com	sem	com	sem	com	sem	com	sem							
337,5	414	419,75	271,87	288		287,57								
408,31	360	346,87	241,58	414		338,16								
418,5	459	326,02	325	436,5		236,16								
240,62	351	331,2	409,37	340,62		316,83								
256,5	360	374,29	382,5	330,17		336,96								
418,5	351	403,12	378	378		348,14								
415,12	353,87	315,62	355,5	221,87		360,49								
412,5	350,47	234,56	337,5	393,75		250,29								
363,44	374,91	343,93	337,66	350,36		309,32								
75,92	40,04	57,85	57,09	70,72		46,42								

## Tabela 12 – Tabela de Tuckey

				1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16
	t (horas)			2 hoi	as	21	horas	21	horas	2 ho	oras	31	horas	3	horas	31	noras	31	noras
		$T(^{\circ}C)$		118	0		1210		1240		1270	11	80		1210		1240		1270
			Vibrador	sem	com	sem	com	sem	com	sem	Com	sem	com	sem	com	sem	com	sem	com
1	2 h	1180	sem		1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00		1,00		1,00
2	2 h	1180	com	1,00		1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00		1,00		1,00
3	2 h	1210	sem	1,00	1,00		1,00	1,00	0,89	1,00	0,73	0,81	0,95	1,00	1,00		1,00		1,00
4	2 h	1210	com	1,00	1,00	1,00		1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00		1,00		1,00
5	2 h	1240	sem	1,00	1,00	1,00	1,00		1,00	1,00	0,97	0,99	1,00	1,00	1,00		1,00		1,00
6	2 h	1240	com	1,00	1,00	0,89	1,00	1,00		0,99	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00		1,00		0,90
7	2 h	1270	sem	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	0,99		0,95	0,98	1,00	1,00	1,00		1,00		1,00
8	2 h	1270	com	1,00	1,00	0,73	1,00	0,97	1,00	0,95		1,00	1,00	1,00	1,00		1,00		0,74
9	3 h	1180	sem	1,00	1,00	0,81	1,00	0,99	1,00	0,98	1,00		1,00	1,00	1,00		1,00		0,82
10	3 h	1180	com	1,00	1,00	0,95	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00		1,00	1,00		1,00		0,95
11	3 h	1210	sem	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00		1,00		1,00		1,00
12	3 h	1210	com	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00			1,00		1,00
13	3 h	1240	sem																
14	3 h	1240	com	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00				1,00
15	3 h	1270	sem																
16	3 h	1270	com	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	0,90	1,00	0,74	0,82	0,95	1,00	1,00		1,00		

Gráfico 31 - Detalhes da Identificação do pó do Espinélio por Difração de Raios-X – Resultado 1 Os gráficos apresentam o difratograma do espinélio com a ficha padrão 21-1152.



Gráfico 32 - Detalhes da Identificação do pó do Espinélio por Difração de Raios-X - Resultado 2



Tabela 13 - Detalhamento da Análise de Difração de Raio-X com os parâmetros de Rede – Valores iniciais

A estrutura do Spinell é cúbica e o grupo de simetria é FD3M

O valor de a atribuído inicialmente foi de 8.08 e a partir deste valor houve quatro ciclos de refinamento. Já no terceiro ciclo houve convergência para 8.086. As tabelas abaixo apresentam os valores do último ciclo de refinamento com os valores iniciais e finais.

			•					
Zero	o l	Lam	Ibda <mark>a</mark>	b	с	alpha bet	ta gamma	volume
0.0	00 1	.54	180 <b>8.086</b>	0 8.0860	8.0860	90.00 90.	00 90.00	528.690
0	0		1 0	0 0	0 0	)		
Η	K	L	2Th(obs)	) 2Th_obs-	shift	2Th(Calc	) diff.	
1	1	1	19.0286	19.0286		19.0095	0.0191	
0	2	2	31.3106	31.3106		31.2875	0.0231	
1	1	3	36.9004	36.9004		36.8664	0.0340	
2	2	2	38.5834	38.5834		38.5690	0.0144	
0	0	4	44.8468	44.8468		44.8347	0.0121	
4	2	2	55.6906	55.6906		55.6869	0.0037	
1	1	5	59.3992	59.3992		59.3908	0.0084	
0	4	4	65.2674	65.2674		65.2735	-0.0061	
3	1	5	68.7158	68.7158		68.6692	0.0466	
2	0	6	74.1697	74.1697		74.1655	0.0042	
5	3	3	77.4123	77.4123		77.3894	0.0229	
4	4	4	82.7047	82.7047		82.6788	0.0259	
5	1	5	85.7474	85.7474		85.8197	-0.0723	

Initial values : (Refinement keys on 2nd line)

Sqrt(Sum(2Th O-C)\*\*2)/(Nref-Npar)) : 0.0305 Sqrt(Sum(2Th O-C)\*\*2)/Nref ) : 0.0293 Tabela 14 - Detalhamento da Análise de Difração de Raio-X com os parâmetros de Rede – Valores finais

Final values : (Standard errors on 2nd line)

-----

Zero	Lambda	a	b c	alpha	beta	gamma	volum	e
0.000	1.54180	8.0860	8.0860	8.0860	90.00	90.00	90.00	528.687
0.0000	0.00000	0.0026	0.0000	0.0000	0.00	0 0.000	0.000	0.000

H K L 2Th(obs) 2Th\_obs-shift 2Th(Calc) diff.

1	1	1	19.0286	19.0286	19.0096	0.0190
0	2	2	31.3106	31.3106	31.2876	0.0230
1	1	3	36.9004	36.9004	36.8665	0.0339
2	2	2	38.5834	38.5834	38.5691	0.0143
0	0	4	44.8468	44.8468	44.8348	0.0120
4	2	2	55.6906	55.6906	55.6870	0.0036
1	1	5	59.3992	59.3992	59.3909	0.0083
0	4	4	65.2674	65.2674	65.2736	-0.0062
3	1	5	68.7158	68.7158	68.6694	0.0464
2	0	6	74.1697	74.1697	74.1657	0.0040
5	3	3	77.4123	77.4123	77.3896	0.0227
4	4	4	82.7047	82.7047	82.6790	0.0257
5	1	5	85.7474	85.7474	85.8199	-0.0725

Sqrt(Sum(2Th O-C)\*\*2)/(Nref-Npar)) : 0.0304 Sqrt(Sum(2Th O-C)\*\*2)/Nref ) : 0.0292
Coorde-	d <sub>poro</sub>	Coorde-	d <sub>poro</sub>	Coorde-	d <sub>poro</sub>	Coorde-	d <sub>poro</sub>
nadas	(µm)	nadas	(µm)	nadas	(µm)	nadas	(µm)
0-1x1-2	0,8	4-5x9-10	0,3	10-11x9-10	1,9	15-16x18-19	0,5
0-1x2-3	0,3	4-5x18-19	1,4	10-11x11-12	2,2	16-17x3-4	0,6
0-1x4-5	0,3	5-6x0-1	0,3	10-11x12-13	0,9	16-17x13-14	0,8
0-1x9-10	0,3	5-6x4-5	1,3	10-11x19-20	0,9	17-18x15-16	0,5
0-1x12-13	0,3	5-6x5-6	0,9	11-12x1-2	0,8	17-18x16-17	0,8
0-1x13-14	1,0	5-6x6-7	0,7	11-12x5-6	0,9	17-18x19-20	1,1
0-1x15-16	1,1	5-6x11-12	0,5	11-12x6-7	0,9	18-19x0-1	0,6
0-1x17-18	0,3	5-6x15-16	0,5	11-12x6-7	0,3	18-19x2-3	0,7
1-2x0-1	0,9	6-7x0-1	0,3	11-12x14-15	0,5	18-19x11-12	1,1
1-2x3-4	0,7	6-7x2-3	0,5	11-12x18-19	1,5	18-19x14-15	2,9
1-2x9-10	1,3	6-7x3-4	0,5	12-13x0-1	0,6	18-19x18-19	0,8
1-2x11-12	1,4	6-7x8-9	0,5	12-13x1-2	1,2	19-20x1-2	0,5
1-2x12-13	0,5	6-7x9-10	1,4	12-13x3-4	0,3	19-20x3-4	0,3
1-2x17-18	0,6	7-8x0-1	0,8	12-13x5-6	0,3	19-20x6-7	0,5
1-2x19-20	0,5	7-8x3-4	0,7	12-13x13-14	0,8	20-21x1-2	0,9
2-3x2-3	0,6	7-8x4-5	1,0	12-13x15-16	1,4	20-21x6-7	0,3
2-3x7-8	0,5	7-8x15-16	0,8	12-13x16-17	0,5	20-21x19-20	1,3
2-3x8-9	0,7	8-9x0-1	0,5	12-13x19-20	1,3	21-22x9-10	2,1
2-3x12-13	1,0	8-9x4-5	0,5	13-14x8-9	1,4	21-22x11-12	0,6
2-3x14-15	0,9	8-9x7-8	0,8	14-15x2-3	2,0	21-22x13-14	0,6
2-3x16-17	0,3	8-9x8-9	1,3	14-15x7-8	0,9	21-22x18-19	1,0
3-4x0-1	1,6	8-9x13-14	1,0	14-15x10-11	1,1	21-22x19-20	0,9
3-4x2-3	0,9	8-9x16-17	0,6	14-15x11-12	0,7	22-23x3-4	2,9
3-4x5-6	2,3	8-9x17-18	0,5	14-15x13-14	0,6	22-23x6-7	1,9
3-4x8-9	0,7	9-10x0-1	0,7	14-15x14-15	0,9	22-23x11-12	0,3
3-4x9-10	0,4	9-10x1-2	0,7	14-15x16-17	2,5	22-23x15-16	0,3
3-4x11-12	2,4	9-10x3-4	0,5	15-16x5-6	2,5	23-24x1-2	3,3
3-4x17-18	0,9	9-10x4-5	0,9	15-16x7-8	0,7	23-24x8-9	3,6
4-5x3-4	0,6	9-10x7-8	2,4	15-16x10-11	0,9	24-25x5-6	3,0
4-5x8-9	0,3	10-11x4-5	1,3	15-16x13-14	0,5	24-25x14-15	2,2

# Tabela 15 - Distribuição de tamanho de poros na amostra (grupo I.1) 1120°C (2h) + 1180°C (2h).

 $n=120 \quad e \quad d_{poro}(m\acute{e}dio)=0,9725 \; \mu m \; . \label{eq:model}$ 

Obs1.: A micrografia eletrônica de varredura de 3000x da amostra (I) foi impressa em folha cheia de tamanho A4 e recebeu quadriculamento (de 10mm x 10mm cada) 25 colunas e 20 linhas. Nestas dimensões a escala de 5µm resultou um comprimento de 32mm, ou seja, 0,15625 µm/mm.

Cada poro foi medido 4 vezes (uma na direção do eixo vertical, outra na direção do eixo horizontal, e mais duas nas direções das bissetrizes dos dois referidos eixos).

As coordenadas de um poro pequeno (que cabe num quadrado de 10mm x 10mm) são  $x_1-x_2$  (abscissas do particular quadrado) e  $y_1-y_2$  (ordenadas do mesmo quadrado). Por exemplo, as coordenadas da primeira coluna e última linha na tabela são  $x_1-x_2 = 4-5$  e  $y_1-y_2 = 8-9$ . No caso em que o poro é grande e ocupa vários quadrados, suas coordenadas indicam um quadrado de referência ao redor do qual o poro se localiza.

Obs.2: Apesar de uma determinação menos precisa, os grãos da cerâmica parcialmente sinterizados foram também medidos (4 medidas por grão, vertical, horizontal, bissetriz 1, bissetriz 2) e o tamanho de grão médio resultou igual a 3,8µm.

Coorde-	d <sub>poro</sub>	Coorde-	d <sub>poro</sub>	Coorde-	d <sub>poro</sub>	Coorde-	d <sub>poro</sub>
nadas	(µm)	nadas	(µm)	nadas	(µm)	nadas	(µm)
0-1x0-1	0,3	6-7x17-18	0,8	14-15x13-14	1,4	20-21x4-5	0,8
0-1x1-2	1,0	6-7x18-19	1,1	14-15x18-19	0,5	20-21x9-10	0,3
0-1x2-3	1,3	7-8x9-10	2,5	14-15x19-20	0,5	20-21x16-17	0,3
0-1x4-5	0,8	7-8x13-14	1,2	15-16x2-3	1,1	20-21x19-20	1,1
0-1x5-6	1,6	7-8x16-17	0,5	15-16x4-5	0,5	21-22x2-3	0,5
0-1x7-8	1,0	8-9x12-13	0,8	15-16x7-8	0,7	21-22x9-10	0,9
0-1x10-11	0,3	9-10x6-7	1,0	15-16x11-12	0,7	21-22x13-14	0,3
0-1x15-16	0,5	9-10x10-11	0,5	15-16x12-13	1,6	21-22x14-15	1,3
1-2x0-1	0,9	9-10x16-17	1,5	15-16x16-17	3,2	22-23x0-1	1,0
1-2x1-2	0,5	9-10x19-20	0,8	16-17x2-3	0,6	22-23x9-10	1,1
1-2x4-5	0,5	10-11x0-1	0,7	16-17x7-8	0,5	22-23x13-14	1,2
1-2x5-6	1,1	10-11x9-10	1,7	16-17x10-11	0,7	22-23x16-17	0,9
1-2x14-15	0,9	10-11x15-16	0,9	16-17x19-20	2,	23-24x0-1	0,5
1-2x16-17	0,8	10-11x 19-20	0,5	17-18x0-1	1,8	23-24x2-3	3,0
1-2x17-18	0,6	11-12x0-1	1,3	17-18x4-5	2,9	23-24x8-9	0,7
2-3x0-1	1,1	11-12x1-2	0,5	17-18x9-10	1,2	23-24x11-12	1,9
2-3x14-15	1,8	11-12x3-4	0,5	17-18x10-11	0,5	24-25x0-1	0,5
2-3x15-16	0,8	11-12x14-15	1,1	17-18x11-12	0,5	24-25x9-10	0,9
2-3x18-19	1,7	11-12x18-19	0,5	17-18x13-14	1,6	24-25x10-11	1,3
3-4x9-10	0,5	12-13x4-5	0,5	17-18x18-19	2,0	24-25x14-15	0,6
3-4x10-11	0,7	12-13x7-8	1,4	18-19x1-2	0,8	24-25x16-17	2,3
4-5x9-10	1,3	12-13x18-19	0,8	18-19x3-4	1,8	24-25x17-18	0,9
4-5x11-12	0,8	13-14x2-3	0,6	18-19x9-10	0,5	24-25x18-19	1,0
4-5x12-13	0,3	13-14x13-14	1,4	19-20x2-3	0,7	25-26x3-4	0,9
4-5x18-19	0,3	13-14x18-19	0,3	19-20x6-7	1,5	25-26x6-7	2,2
5-6x1-2	0,5	14-15x0-1	0,9	19-20x7-8	1,4	25-26x11-12	0,9
5-6x11-12	0,6	14-15x1-2	1,3	19-20x13-14	0,6	25-26x18-19	1,4
5-6x12-13	0,3	14-15x9-10	0,3	19-20x16-17	0,9	26-27x0-1	0,3
6-7x5-6	0,8	14-15x11-12	0,7	20-21x0-1	0,8	26-27x2-3	1,0
6-7x12-13	0,7	14-15x12-13	1,0	20-21x2-3	0,7	26-27x4-5	0,3
26-27x6-7	1,1	26-27x12-13	1,5	26-27x15-16	0,5	26-27x17-18	0,5
26-27x18-19	1,1						

Tabela 16 - Distribuição de tamanho de poros na amostra (grupo II.1) 1120°C (3h) + 1180°C (2h).

n = 125 e  $d_{poro}(médio) = 0,964 \ \mu m$ .

Obs1: A micrografia eletrônica de varredura de 3000x da amostra (II) foi impressa em folha cheia de tamanho A4 e recebeu quadriculamento (de 10mm x 10mm cada) 27 colunas e 20 linhas.

Nestas dimensões a escala de 5µm resultou um comprimento de 32mm, ou seja, 0,15625µm/mm. Cada poro foi medido 4 vezes (uma na direção do eixo vertical, outra na direção do eixo horizontal, e mais duas nas direções das bissetrizes dos dois referidos eixos.

As coordenadas de um poro pequeno (que cabe num quadrado de 10mm x 10mm) são  $x_1-x_2$  (abscissas do particular quadrado) e  $y_1-y_2$  (ordenadas do mesmo quadrado). Por exemplo, as coordenadas da primeira coluna e última linha na tabela são  $x_1-x_2 = 4-5$  e  $y_1-y_2 = 8-9$ . No caso em que o poro é grande e ocupa vários quadrados, suas coordenadas indicam um quadrado de referência ao redor do qual o poro se localiza.

Obs.2: Apesar de uma determinação menos precisa, os grãos da cerâmica parcialmente sinterizados foram também medidos (4 medidas por grão, vertical, horizontal, bissetriz 1, bissetriz 2) e o tamanho de grão médio resultou igual a 3,8µm.

## Tabela 17 – Detalhamento dos cálculos da análise de Weibull – Grupo I.1, com vibrador

			1120	° / 2h			
11	80°	12	10°	12	40°	12	70°
com	sem	com	sem	com	sem	com	sem
231,25	241,58	181,25	297,00	318,75	337,50	382,50	330,17
377,69	347,06	381,25	300,00	312,50	369,00	558,00	336,86
408,67	432,00	301,50	364,50	418,75	427,50	278,12	253,44
326,02	319,84	382,50	340,62	337,50	289,22	337,50	176,93
387,50	287,50	353,12	203,12	409,50	216,00	314,20	337,50
272,21	343,66	353,12	289,22	398,10	292,50	449,14	472,50
296,87	381,10	398,10	284,37	412,50	333,00	342,00	306,00
421,93	435,53	432,00	393,75	347,06	364,08	371,52	385,92
340,27	348,53	347,85	309,07	369,33	328,60	379,12	324,91
69,26	67,19	77,35	58,18	44,79	63,58	88,23	87,17

			1120	° / 3h			
118	80°	12	10°	12	40°	12	70°
com	sem	com	sem	com	sem	com	sem
337,5	414	419,75	271,87	288		287,57	
408,31	360	346,87	241,58	414		338,16	
418,5	459	326,02	325	436,5		236,16	
240,62	351	331,2	409,37	340,62		316,83	
256,5	360	374,29	382,5	330,17		336,96	
418,5	351	403,12	378	378		348,14	
415,12	353,87	315,62	355,5	221,87		360,49	
412,5	350,47	234,56	337,5	393,75		250,29	
363,44	374,91	343,93	337,66	350,36		309,32	
75,92	40,04	57,85	57,09	70,72		46,42	

				MOR			1			
Grupo I.1	Força (N)	b (m)	d (m)	Flexão (Pa)	Flexão (MPa)	i	Pf = (i-0,5)/8	Flexão (MPa)	Ln MOR	Inln (1/(1-Pf)
amostra 1	74	4,00E-03	1,20E-03	2,31E+08	231,25	1	0,063	231,25	5,443499376	-2,7404930
amostra 2	111	4,00E-03	1,15E-03	3,78E+08	377,69	2	0,188	272,21	5,606580147	-1,57195253
amostra 3	178	4,00E-03	1,40E-03	4,09E+08	408,67	3	0,313	296,88	5,693311175	-0,98164706
amostra 4	142	4,00E-03	1,40E-03	3,26E+08	326,02	4	0,438	326,02	5,786959981	-0,55275214
amostra 5	124	4,00E-03	1,20E-03	3,88E+08	387,50	5	0,563	377,69	5,934083713	-0,19033933
amostra 6	80	4,00E-03	1,15E-03	2,72E+08	272,21	6	0,688	387,50	5,959715849	0,151132538
amostra 7	95	4,00E-03	1,20E-03	2,97E+08	296,88	7	0,813	408,67	6,012916474	0,515201894
amostra 8	124	4,00E-03	1,15E-03	4,22E+08	421,93	8	0,938	421,93	6,044835078	1,01978144



## Tabela 18 – Detalhamento dos cálculos da análise de Weibull – Grupo I.2, com vibrador

			1120	° / 2h			
11	80°	12	10°	12	40°	12	70°
com	sem	com	sem	com	sem	com	sem
231,25	241,58	181,25	297,00	318,75	337,50	382,50	330,17
377,69	347,06	381,25	300,00	312,50	369,00	558,00	336,86
408,67	432,00	301,50	364,50	418,75	427,50	278,12	253,44
326,02	319,84	382,50	340,62	337,50	289,22	337,50	176,93
387,50	287,50	353,12	203,12	409,50	216,00	314,20	337,50
272,21	343,66	353,12	289,22	398,10	292,50	449,14	472,50
296,87	381,10	398,10	284,37	412,50	333,00	342,00	306,00
421,93	435,53	432,00	393,75	347,06	364,08	371,52	385,92
340,27	348,53	347,85	309,07	369,33	328,60	379,12	324,91
69,26	67,19	77,35	58,18	44,79	63,58	88,23	87,17

			1120	° / 3h			
118	80°	12	10°	12	40°	12	70°
com	sem	com	sem	com	sem	com	sem
337,5	414	419,75	271,87	288		287,57	
408,31	360	346,87	241,58	414		338,16	
418,5	459	326,02	325	436,5		236,16	
240,62	351	331,2	409,37	340,62		316,83	
256,5	360	374,29	382,5	330,17		336,96	
418,5	351	403,12	378	378		348,14	
415,12	353,87	315,62	355,5	221,87		360,49	
412,5	350,47	234,56	337,5	393,75		250,29	
363,44	374,91	343,93	337,66	350,36		309,32	
75,92	40,04	57,85	57,09	70,72		46,42	

				MOR			١	MOR (ordenado	o)	
Grupo I.1	Força (N)	b (m)	d (m)	Flexão (Pa)	Flexão (MPa)	i	Pf = (i-0,5)/8	Flexão (MPa)	Ln MOR	Inln (1/(1-Pf)
amostra 1	58	4,00E-03	1,20E-03	1,81E+08	181,25	1	0,063	181,25	5,199877294	-2,7404930
amostra 2	122	4,00E-03	1,20E-03	3,81E+08	381,25	2	0,188	301,50	5,708770016	-1,5719525
amostra 3	67	4,00E-03	1,00E-03	3,02E+08	301,50	3	0,313	353,13	5,866822102	-0,98164706
amostra 4	85	4,00E-03	1,00E-03	3,83E+08	382,50	4	0,438	353,13	5,866822102	-0,55275214
amostra 5	113	4,00E-03	1,20E-03	3,53E+08	353,13	5	0,563	381,25	5,943455328	-0,19033933
amostra 6	113	4,00E-03	1,20E-03	3,53E+08	353,13	6	0,688	382,50	5,946728653	0,151132538
amostra 7	117	4,00E-03	1,15E-03	3,98E+08	398,11	7	0,813	398,11	5,986727447	0,515201894
amostra 8	96	4,00E-03	1,00E-03	4,32E+08	432,00	8	0,938	432,00	6,068425588	1,01978144



## Tabela 19 – Detalhamento dos cálculos da análise de Weibull – Grupo I.3, com vibrador

			1120	° / 2h			
11	80°	12	10°	12	40°	12	70°
com	sem	com	sem	com	sem	com	sem
231,25	241,58	181,25	297,00	318,75	337,50	382,50	330,17
377,69	347,06	381,25	300,00	312,50	369,00	558,00	336,86
408,67	432,00	301,50	364,50	418,75	427,50	278,12	253,44
326,02	319,84	382,50	340,62	337,50	289,22	337,50	176,93
387,50	287,50	353,12	203,12	409,50	216,00	314,20	337,50
272,21	343,66	353,12	289,22	398,10	292,50	449,14	472,50
296,87	381,10	398,10	284,37	412,50	333,00	342,00	306,00
421,93	435,53	432,00	393,75	347,06	364,08	371,52	385,92
340,27	348,53	347,85	309,07	369,33	328,60	379,12	324,91
69,26	67,19	77,35	58,18	44,79	63,58	88,23	87,17

			1120	° / 3h			
118	80°	12	10°	12	40°	12	70°
com	sem	com	sem	com	sem	com	sem
337,5	414	419,75	271,87	288		287,57	
408,31	360	346,87	241,58	414		338,16	
418,5	459	326,02	325	436,5		236,16	
240,62	351	331,2	409,37	340,62		316,83	
256,5	360	374,29	382,5	330,17		336,96	
418,5	351	403,12	378	378		348,14	
415,12	353,87	315,62	355,5	221,87		360,49	
412,5	350,47	234,56	337,5	393,75		250,29	
363,44	374,91	343,93	337,66	350,36		309,32	
75,92	40,04	57,85	57,09	70,72		46,42	

				MOR			١	NOR (ordenado	o)	
Grupo I.1	Força (N)	b (m)	d (m)	Flexão (Pa)	Flexão (MPa)	i	Pf = (i-0,5)/8	Flexão (MPa)	Ln MOR	Inln (1/(1-Pf)
amostra 1	102	4,00E-03	1,20E-03	3,19E+08	318,75	1	0,063	312,50	5,744604469	-2,7404930
amostra 2	100	4,00E-03	1,20E-03	3,13E+08	312,50	2	0,188	318,75	5,764407096	-1,57195253
amostra 3	134	4,00E-03	1,20E-03	4,19E+08	418,75	3	0,313	337,50	5,821565510	-0,98164706
amostra 4	108	4,00E-03	1,20E-03	3,38E+08	337,50	4	0,438	347,07	5,849526325	-0,55275214
amostra 5	91	4,00E-03	1,00E-03	4,10E+08	409,50	5	0,563	398,11	5,986727447	-0,19033933
amostra 6	117	4,00E-03	1,15E-03	3,98E+08	398,11	6	0,688	409,50	6,014936903	0,151132538
amostra 7	132	4,00E-03	1,20E-03	4,13E+08	412,50	7	0,813	412,50	6,022236206	0,515201894
amostra 8	102	4,00E-03	1,15E-03	3,47E+08	347,07	8	0,938	418,75	6,037274083	1,01978144



# Tabela 20 – Detalhamento dos cálculos da análise de Weibull – Grupo I.4, com vibrador

			1120	° / 2h			
11	80°	12	10°	12	40°	12	70°
com	sem	com	sem	com	sem	com	sem
231,25	241,58	181,25	297,00	318,75	337,50	382,50	330,17
377,69	347,06	381,25	300,00	312,50	369,00	558,00	336,86
408,67	432,00	301,50	364,50	418,75	427,50	278,12	253,44
326,02	319,84	382,50	340,62	337,50	289,22	337,50	176,93
387,50	287,50	353,12	203,12	409,50	216,00	314,20	337,50
272,21	343,66	353,12	289,22	398,10	292,50	449,14	472,50
296,87	381,10	398,10	284,37	412,50	333,00	342,00	306,00
421,93	435,53	432,00	393,75	347,06	364,08	371,52	385,92
340,27	348,53	347,85	309,07	369,33	328,60	379,12	324,91
69,26	67,19	77,35	58,18	44,79	63,58	88,23	87,17

11	80°	12	10°	12	40°	12	70°
com	sem	com	sem	com	sem	com	sem
337,5	414	419,75	271,87	288		287,57	
408,31	360	346,87	241,58	414		338,16	
418,5	459	326,02	325	436,5		236,16	
240,62	351	331,2	409,37	340,62		316,83	
256,5	360	374,29	382,5	330,17		336,96	
418,5	351	403,12	378	378		348,14	
415,12	353,87	315,62	355,5	221,87		360,49	
412,5	350,47	234,56	337,5	393,75		250,29	
363,44	374,91	343,93	337,66	350,36		309,32	
75,92	40,04	57,85	57,09	70,72		46,42	

					MOR		1	MOR (ordenado	o)	
Grupo I.1	Força (N)	b (m)	d (m)	Flexão (Pa)	Flexão (MPa)	i	Pf = (i-0,5)/8	Flexão (MPa)	Ln MOR	InIn (1/(1-Pf))
amostra 1	85	4,00E-03	1,00E-03	3,83E+08	382,50	1	0,063	278,13	5,628070653	-2,74049301
amostra 2	124	4,00E-03	1,00E-03	5,58E+08	558,00	2	0,188	314,20	5,750033492	-1,57195253
amostra 3	89	4,00E-03	1,20E-03	2,78E+08	278,13	3	0,313	337,50	5,821565510	-0,98164706
amostra 4	108	4,00E-03	1,20E-03	3,38E+08	337,50	4	0,438	342,00	5,834810737	-0,55275214
amostra 5	118	4,00E-03	1,30E-03	3,14E+08	314,20	5	0,563	371,52	5,917602699	-0,19033933
amostra 6	132	4,00E-03	1,15E-03	4,49E+08	449,15	6	0,688	382,50	5,946728653	0,151132538
amostra 7	76	4,00E-03	1,00E-03	3,42E+08	342,00	7	0,813	449,15	6,107355435	0,515201894
amostra 8	129	4,00E-03	1,25E-03	3,72E+08	371,52	8	0,938	558,00	6,324358962	1,019781441



## Tabela 21 - Detalhamento dos cálculos da análise de Weibull - Grupo II.1, com vibrador

			1120	° / 2h			
11	80°	12	10°	12	40°	12	70°
com	sem	com	sem	com	sem	com	sem
231,25	241,58	181,25	297,00	318,75	337,50	382,50	330,17
377,69	347,06	381,25	300,00	312,50	369,00	558,00	336,86
408,67	432,00	301,50	364,50	418,75	427,50	278,12	253,44
326,02	319,84	382,50	340,62	337,50	289,22	337,50	176,93
387,50	287,50	353,12	203,12	409,50	216,00	314,20	337,50
272,21	343,66	353,12	289,22	398,10	292,50	449,14	472,50
296,87	381,10	398,10	284,37	412,50	333,00	342,00	306,00
421,93	435,53	432,00	393,75	347,06	364,08	371,52	385,92
340,27	348,53	347,85	309,07	369,33	328,60	379,12	324,91
69,26	67,19	77,35	58,18	44,79	63,58	88,23	87,17

			1120	° / 3h			
118	80°	12	10°	12	40°	1270°	
com	sem	com	sem	com	sem	com	sem
337,5	414	419,75	271,87	288		287,57	
408,31	360	346,87	241,58	414		338,16	
418,5	459	326,02	325	436,5		236,16	
240,62	351	331,2	409,37	340,62		316,83	
256,5	360	374,29	382,5	330,17		336,96	
418,5	351	403,12	378	378		348,14	
415,12	353,87	315,62	355,5	221,87		360,49	
412,5	350,47	234,56	337,5	393,75		250,29	
363,44	374,91	343,93	337,66	350,36		309,32	
75,92	40,04	57,85	57,09	70,72		46,42	

					MOR		1	MOR (ordenado	o)	
Grupo I.1	Força (N)	b (m)	d (m)	Flexão (Pa)	Flexão (MPa)	i	Pf = (i-0,5)/8	Flexão (MPa)	Ln MOR	Inln (1/(1-Pf)
amostra 1	108	4,00E-03	1,20E-03	3,38E+08	337,50	1	0,063	240,63	5,483239705	-2,7404930
amostra 2	120	4,00E-03	1,15E-03	4,08E+08	408,32	2	0,188	256,50	5,547128665	-1,57195253
amostra 3	93	4,00E-03	1,00E-03	4,19E+08	418,50	3	0,313	337,50	5,821565510	-0,98164706
amostra 4	77	4,00E-03	1,20E-03	2,41E+08	240,63	4	0,438	408,32	6,012045255	-0,55275214
amostra 5	57	4,00E-03	1,00E-03	2,57E+08	256,50	5	0,563	412,50	6,022236206	-0,19033933
amostra 6	93	4,00E-03	1,00E-03	4,19E+08	418,50	6	0,688	415,12	6,028574557	0,151132538
amostra 7	122	4,00E-03	1,15E-03	4,15E+08	415,12	7	0,813	418,50	6,036676890	0,515201894
amostra 8	132	4,00E-03	1,20E-03	4,13E+08	412,50	8	0,938	418,50	6,036676890	1,01978144



## Tabela 22 - Detalhamento dos cálculos da análise de Weibull - Grupo II.2, com vibrador

Resistência a Flexão - Metodologia Weibull	

				1120	/ 2n			
	11	80°	12	10°	12	40°	12	70°
com		sem	com	sem	com	sem	com	sem
	231,25	241,58	181,25	297,00	318,75	337,50	382,50	330,17
	377,69	347,06	381,25	300,00	312,50	369,00	558,00	336,86
	408,67	432,00	301,50	364,50	418,75	427,50	278,12	253,44
	326,02	319,84	382,50	340,62	337,50	289,22	337,50	176,93
	387,50	287,50	353,12	203,12	409,50	216,00	314,20	337,50
	272,21	343,66	353,12	289,22	398,10	292,50	449,14	472,50
	296,87	381,10	398,10	284,37	412,50	333,00	342,00	306,00
	421,93	435,53	432,00	393,75	347,06	364,08	371,52	385,92
	340,27	348,53	347,85	309,07	369,33	328,60	379,12	324,91
	69,26	67,19	77,35	58,18	44,79	63,58	88,23	87,17

	1120° / 3h											
118	80°	12	10°	12	40°	12	70°					
com	sem	com	sem	com	sem	com	sem					
337,5	414	419,75	271,87	288		287,57						
408,31	360	346,87	241,58	414		338,16						
418,5	459	326,02	325	436,5		236,16						
240,62	351	331,2	409,37	340,62		316,83						
256,5	360	374,29	382,5	330,17		336,96						
418,5	351	403,12	378	378		348,14						
415,12	353,87	315,62	355,5	221,87		360,49						
412,5	350,47	234,56	337,5	393,75		250,29						
363,44	374,91	343,93	337,66	350,36		309,32						
75,92	40,04	57,85	57,09	70,72		46,42						

					MOR		Ν	IOR (ordenado	)	
Grupo I.1	Força (N)	b (m)	d (m)	Flexão (Pa)	Flexão (MPa)	i	Pf = (i-0,5)/8	Flexão (MPa)	Ln MOR	InIn (1/(1-Pf))
amostra 1	170	4,00E-03	1,35E-03	4,20E+08	419,75	1	0,063	234,57	5,457745103	-2,74049301
amostra 2	111	4,00E-03	1,20E-03	3,47E+08	346,88	2	0,188	315,63	5,754554800	-1,57195253
amostra 3	142	4,00E-03	1,40E-03	3,26E+08	326,02	3	0,313	326,02	5,786959981	-0,98164706
amostra 4	115	4,00E-03	1,25E-03	3,31E+08	331,20	4	0,438	331,20	5,802722423	-0,55275214
amostra 5	110	4,00E-03	1,15E-03	3,74E+08	374,29	5	0,563	346,88	5,848964485	-0,19033933
amostra 6	129	4,00E-03	1,20E-03	4,03E+08	403,13	6	0,688	374,29	5,925033878	0,151132538
amostra 7	101	4,00E-03	1,20E-03	3,16E+08	315,63	7	0,813	403,13	5,999246688	0,515201894
amostra 8	95	4,00E-03	1,35E-03	2,35E+08	234,57	8	0,938	419,75	6,039666649	1,019781441



## Tabela 23 - Detalhamento dos cálculos da análise de Weibull - Grupo II.3, com vibrador

			1120	° / 2h			
11	80°	12	10°	12	40°	12	70°
com	sem	com	sem	com	sem	com	sem
231,25	241,58	181,25	297,00	318,75	337,50	382,50	330,17
377,69	347,06	381,25	300,00	312,50	369,00	558,00	336,86
408,67	432,00	301,50	364,50	418,75	427,50	278,12	253,44
326,02	319,84	382,50	340,62	337,50	289,22	337,50	176,93
387,50	287,50	353,12	203,12	409,50	216,00	314,20	337,50
272,21	343,66	353,12	289,22	398,10	292,50	449,14	472,50
296,87	381,10	398,10	284,37	412,50	333,00	342,00	306,00
421,93	435,53	432,00	393,75	347,06	364,08	371,52	385,92
340,27	348,53	347,85	309,07	369,33	328,60	379,12	324,91
69,26	67,19	77,35	58,18	44,79	63,58	88,23	87,17

			1120	° / 3h			
118	80°	12	10°	12	40°	1270°	
com	sem	com	sem	com	sem	com	sem
337,5	414	419,75	271,87	288		287,57	
408,31	360	346,87	241,58	414		338,16	
418,5	459	326,02	325	436,5		236,16	
240,62	351	331,2	409,37	340,62		316,83	
256,5	360	374,29	382,5	330,17		336,96	
418,5	351	403,12	378	378		348,14	
415,12	353,87	315,62	355,5	221,87		360,49	
412,5	350,47	234,56	337,5	393,75		250,29	
363,44	374,91	343,93	337,66	350,36		309,32	
75,92	40,04	57,85	57,09	70,72		46,42	

					MOR		١	MOR (ordenado	D)	
Grupo I.1	Força (N)	b (m)	d (m)	Flexão (Pa)	Flexão (MPa)	i	Pf = (i-0,5)/8	Flexão (MPa)	Ln MOR	Inln (1/(1-Pf)
amostra 1	64	4,00E-03	1,00E-03	2,88E+08	288,00	1	0,063	221,88	5,402114160	-2,7404930
amostra 2	92	4,00E-03	1,00E-03	4,14E+08	414,00	2	0,188	288,00	5,662960480	-1,5719525
amostra 3	97	4,00E-03	1,00E-03	4,37E+08	436,50	3	0,313	330,18	5,799630433	-0,98164706
amostra 4	109	4,00E-03	1,20E-03	3,41E+08	340,63	4	0,438	340,63	5,830782165	-0,55275214
amostra 5	124	4,00E-03	1,30E-03	3,30E+08	330,18	5	0,563	378,00	5,934894196	-0,19033933
amostra 6	84	4,00E-03	1,00E-03	3,78E+08	378,00	6	0,688	393,75	5,975716190	0,15113253
amostra 7	71	4,00E-03	1,20E-03	2,22E+08	221,88	7	0,813	414,00	6,025865974	0,515201894
amostra 8	126	4,00E-03	1,20E-03	3,94E+08	393,75	8	0,938	436,50	6,078788375	1,01978144



## Tabela 24 - Detalhamento dos cálculos da análise de Weibull - Grupo II.4, com vibrador

			1120	° / 2h				
11	80°	12	10°	12	40°	1270°		
com	sem	com	sem	com	sem	com	sem	
231,25	241,58	181,25	297,00	318,75	337,50	382,50	330,17	
377,69	347,06	381,25	300,00	312,50	369,00	558,00	336,86	
408,67	432,00	301,50	364,50	418,75	427,50	278,12	253,44	
326,02	319,84	382,50	340,62	337,50	289,22	337,50	176,93	
387,50	287,50	353,12	203,12	409,50	216,00	314,20	337,50	
272,21	343,66	353,12	289,22	398,10	292,50	449,14	472,50	
296,87	381,10	398,10	284,37	412,50	333,00	342,00	306,00	
421,93	435,53	432,00	393,75	347,06	364,08	371,52	385,92	
340,27	348,53	347,85	309,07	369,33	328,60	379,12	324,91	
69,26	67,19	77,35	58,18	44,79	63,58	88,23	87,17	

			1120	° / 3h			
118	80°	1210°		1240°		1270°	
com	sem	com	sem	com	sem	com	sem
337,5	414	419,75	271,87	288		287,57	
408,31	360	346,87	241,58	414		338,16	
418,5	459	326,02	325	436,5		236,16	
240,62	351	331,2	409,37	340,62		316,83	
256,5	360	374,29	382,5	330,17		336,96	
418,5	351	403,12	378	378		348,14	
415,12	353,87	315,62	355,5	221,87		360,49	
412,5	350,47	234,56	337,5	393,75		250,29	
363,44	374,91	343,93	337,66	350,36		309,32	
75,92	40,04	57,85	57,09	70,72		46,42	

					MOR		١	MOR (ordenado	o)	
Grupo I.1	Força (N)	b (m)	d (m)	Flexão (Pa)	Flexão (MPa)	i	Pf = (i-0,5)/8	Flexão (MPa)	Ln MOR	Inln (1/(1-Pf)
amostra 1	108	4,00E-03	1,30E-03	2,88E+08	287,57	1	0,063	236,16	5,464509541	-2,7404930
amostra 2	127	4,00E-03	1,30E-03	3,38E+08	338,17	2	0,188	250,30	5,522643650	-1,57195253
amostra 3	82	4,00E-03	1,25E-03	2,36E+08	236,16	3	0,313	287,57	5,661480095	-0,98164706
amostra 4	138	4,00E-03	1,40E-03	3,17E+08	316,84	4	0,438	316,84	5,758386609	-0,55275214
amostra 5	117	4,00E-03	1,25E-03	3,37E+08	336,96	5	0,563	336,96	5,819964229	-0,19033933
amostra 6	141	4,00E-03	1,35E-03	3,48E+08	348,15	6	0,688	338,17	5,823535954	0,151132538
amostra 7	146	4,00E-03	1,35E-03	3,60E+08	360,49	7	0,813	348,15	5,852628102	0,515201894
amostra 8	94	4,00E-03	1,30E-03	2,50E+08	250,30	8	0,938	360,49	5,887474834	1,01978144



## Tabela 25 - Detalhamento dos cálculos da análise de Weibull - Grupo I.1 sem vibrador

			1120	° / 2h				
11	80°	12	10°	12	40°	1270°		
com	sem	com	sem	com	sem	com	sem	
231,25	241,58	181,25	297,00	318,75	337,50	382,50	330,17	
377,69	347,06	381,25	300,00	312,50	369,00	558,00	336,86	
408,67	432,00	301,50	364,50	418,75	427,50	278,12	253,44	
326,02	319,84	382,50	340,62	337,50	289,22	337,50	176,93	
387,50	287,50	353,12	203,12	409,50	216,00	314,20	337,50	
272,21	343,66	353,12	289,22	398,10	292,50	449,14	472,50	
296,87	381,10	398,10	284,37	412,50	333,00	342,00	306,00	
421,93	435,53	432,00	393,75	347,06	364,08	371,52	385,92	
340,27	348,53	347,85	309,07	369,33	328,60	379,12	324,91	
69,26	67,19	77,35	58,18	44,79	63,58	88,23	87,17	

			1120	° / 3h			
118	80°	1210°		1240°		1270°	
com	sem	com	sem	com	sem	com	sem
337,5	414	419,75	271,87	288		287,57	
408,31	360	346,87	241,58	414		338,16	
418,5	459	326,02	325	436,5		236,16	
240,62	351	331,2	409,37	340,62		316,83	
256,5	360	374,29	382,5	330,17		336,96	
418,5	351	403,12	378	378		348,14	
415,12	353,87	315,62	355,5	221,87		360,49	
412,5	350,47	234,56	337,5	393,75		250,29	
363,44	374,91	343,93	337,66	350,36		309,32	
75,92	40,04	57,85	57,09	70,72		46,42	

					MOR		١	MOR (ordenado	o)	
Grupo I.1	Força (N)	b (m)	d (m)	Flexão (Pa)	Flexão (MPa)	i	Pf = (i-0,5)/8	Flexão (MPa)	Ln MOR	Inln (1/(1-Pf)
amostra 1	71	4,00E-03	1,15E-03	2,42E+08	241,59	1	0,063	241,59	5,487233389	-2,7404930
amostra 2	102	4,00E-03	1,15E-03	3,47E+08	347,07	2	0,188	287,50	5,661222860	-1,57195253
amostra 3	96	4,00E-03	1,00E-03	4,32E+08	432,00	3	0,313	319,85	5,767848294	-0,98164706
amostra 4	94	4,00E-03	1,15E-03	3,20E+08	319,85	4	0,438	343,67	5,839674029	-0,55275214
amostra 5	92	4,00E-03	1,20E-03	2,88E+08	287,50	5	0,563	347,07	5,849526325	-0,19033933
amostra 6	101	4,00E-03	1,15E-03	3,44E+08	343,67	6	0,688	381,10	5,943052383	0,151132538
amostra 7	112	4,00E-03	1,15E-03	3,81E+08	381,10	7	0,813	432,00	6,068425588	0,515201894
amostra 8	128	4,00E-03	1,15E-03	4,36E+08	435,54	8	0,938	435,54	6,076583776	1,01978144



## Tabela 26 - Detalhamento dos cálculos da análise de Weibull - Grupo I.2 sem vibrador

			1120	° / 2h				
11	80°	12	10°	12	40°	1270°		
com	sem	com	sem	com	sem	com	sem	
231,25	241,58	181,25	297,00	318,75	337,50	382,50	330,17	
377,69	347,06	381,25	300,00	312,50	369,00	558,00	336,86	
408,67	432,00	301,50	364,50	418,75	427,50	278,12	253,44	
326,02	319,84	382,50	340,62	337,50	289,22	337,50	176,93	
387,50	287,50	353,12	203,12	409,50	216,00	314,20	337,50	
272,21	343,66	353,12	289,22	398,10	292,50	449,14	472,50	
296,87	381,10	398,10	284,37	412,50	333,00	342,00	306,00	
421,93	435,53	432,00	393,75	347,06	364,08	371,52	385,92	
340,27	348,53	347,85	309,07	369,33	328,60	379,12	324,91	
69,26	67,19	77,35	58,18	44,79	63,58	88,23	87,17	

			1120	° / 3h			
118	80°	1210°		1240°		1270°	
com	sem	com	sem	com	sem	com	sem
337,5	414	419,75	271,87	288		287,57	
408,31	360	346,87	241,58	414		338,16	
418,5	459	326,02	325	436,5		236,16	
240,62	351	331,2	409,37	340,62		316,83	
256,5	360	374,29	382,5	330,17		336,96	
418,5	351	403,12	378	378		348,14	
415,12	353,87	315,62	355,5	221,87		360,49	
412,5	350,47	234,56	337,5	393,75		250,29	
363,44	374,91	343,93	337,66	350,36		309,32	
75,92	40,04	57,85	57,09	70,72		46,42	

					MOR		١	MOR (ordenado	o)	
Grupo I.1	Força (N)	b (m)	d (m)	Flexão (Pa)	Flexão (MPa)	i	Pf = (i-0,5)/8	Flexão (MPa)	Ln MOR	Inln (1/(1-Pf)
amostra 1	66	4,00E-03	1,00E-03	2,97E+08	297,00	1	0,063	162,00	5,087596335	-2,7404930
amostra 2	96	4,00E-03	1,20E-03	3,00E+08	300,00	2	0,188	203,13	5,313821553	-1,57195253
amostra 3	36	4,00E-03	1,00E-03	1,62E+08	162,00	3	0,313	284,38	5,650293790	-0,98164706
amostra 4	109	4,00E-03	1,20E-03	3,41E+08	340,63	4	0,438	289,22	5,667204769	-0,55275214
amostra 5	65	4,00E-03	1,20E-03	2,03E+08	203,13	5	0,563	297,00	5,693732139	-0,19033933
amostra 6	85	4,00E-03	1,15E-03	2,89E+08	289,22	6	0,688	300,00	5,703782475	0,151132538
amostra 7	91	4,00E-03	1,20E-03	2,84E+08	284,38	7	0,813	340,63	5,830782165	0,515201894
amostra 8	126	4,00E-03	1,20E-03	3,94E+08	393,75	8	0,938	393,75	5,975716190	1,01978144



## Tabela 27 - Detalhamento dos cálculos da análise de Weibull - Grupo I.3 sem vibrador

Resistência a Flexão - Me	etodologia Weibull
---------------------------	--------------------

				1120	)° / 2h			
	11	80°	12	10°	12	40°	1270°	
com		sem	com	sem	com	sem	com	sem
	231,25	241,58	181,25	297,00	318,75	337,50	382,50	330,1
	377,69	347,06	381,25	300,00	312,50	369,00	558,00	336,80
	408,67	432,00	301,50	364,50	418,75	427,50	278,12	253,44
	326,02	319,84	382,50	340,62	337,50	289,22	337,50	176,93
	387,50	287,50	353,12	203,12	409,50	216,00	314,20	337,50
	272,21	343,66	353,12	289,22	398,10	292,50	449,14	472,50
	296,87	381,10	398,10	284,37	412,50	333,00	342,00	306,00
	421,93	435,53	432,00	393,75	347,06	364,08	371,52	385,92
	340,27	348,53	347,85	309,07	369,33	328,60	379,12	324,9
	69,26	67,19	77,35	58,18	44,79	63,58	88,23	87,1

	1120° / 3h									
118	80°	1210°		1240°		1270°				
com	sem	com	sem	com	sem	com	sem			
337,5	414	419,75	271,87	288		287,57				
408,31	360	346,87	241,58	414		338,16				
418,5	459	326,02	325	436,5		236,16				
240,62	351	331,2	409,37	340,62		316,83				
256,5	360	374,29	382,5	330,17		336,96				
418,5	351	403,12	378	378		348,14				
415,12	353,87	315,62	355,5	221,87		360,49				
412,5	350,47	234,56	337,5	393,75		250,29				
363,44	374,91	343,93	337,66	350,36		309,32				
75,92	40,04	57,85	57,09	70,72		46,42				

					MOR		N	NOR (ordenado	o)	
Grupo I.1	Força (N)	b (m)	d (m)	Flexão (Pa)	Flexão (MPa)	i	Pf = (i-0,5)/8	Flexão (MPa)	Ln MOR	InIn (1/(1-Pf))
amostra 1	75	4,00E-03	1,00E-03	3,38E+08	337,50	1	0,063	216,00	5,375278408	-2,74049301
amostra 2	82	4,00E-03	1,00E-03	3,69E+08	369,00	2	0,188	289,22	5,667204769	-1,57195253
amostra 3	95	4,00E-03	1,00E-03	4,28E+08	427,50	3	0,313	292,50	5,678464667	-0,98164706
amostra 4	85	4,00E-03	1,15E-03	2,89E+08	289,22	4	0,438	333,00	5,808142490	-0,55275214
amostra 5	48	4,00E-03	1,00E-03	2,16E+08	216,00	5	0,563	337,50	5,821565510	-0,19033933
amostra 6	65	4,00E-03	1,00E-03	2,93E+08	292,50	6	0,688	364,08	5,897382346	0,151132538
amostra 7	74	4,00E-03	1,00E-03	3,33E+08	333,00	7	0,813	369,00	5,910796644	0,515201894
amostra 8	107	4,00E-03	1,15E-03	3,64E+08	364,08	8	0,938	427,50	6,057954288	1,019781441



## Tabela 28 - Detalhamento dos cálculos da análise de Weibull - Grupo I.4 sem vibrador

			1120	° / 2h				
11	80°	12	10°	12	40°	1270°		
com	sem	com	sem	com	sem	com	sem	
231,25	241,58	181,25	297,00	318,75	337,50	382,50	330,17	
377,69	347,06	381,25	300,00	312,50	369,00	558,00	336,86	
408,67	432,00	301,50	364,50	418,75	427,50	278,12	253,44	
326,02	319,84	382,50	340,62	337,50	289,22	337,50	176,93	
387,50	287,50	353,12	203,12	409,50	216,00	314,20	337,50	
272,21	343,66	353,12	289,22	398,10	292,50	449,14	472,50	
296,87	381,10	398,10	284,37	412,50	333,00	342,00	306,00	
421,93	435,53	432,00	393,75	347,06	364,08	371,52	385,92	
340,27	348,53	347,85	309,07	369,33	328,60	379,12	324,91	
69,26	67,19	77,35	58,18	44,79	63,58	88,23	87,17	

	1120° / 3h											
118	80°	12	10°	12	40°	1270°						
com	sem	com	sem	com	sem	com	sem					
337,5	414	419,75	271,87	288		287,57						
408,31	360	346,87	241,58	414		338,16						
418,5	459	326,02	325	436,5		236,16						
240,62	351	331,2	409,37	340,62		316,83						
256,5	360	374,29	382,5	330,17		336,96						
418,5	351	403,12	378	378		348,14						
415,12	353,87	315,62	355,5	221,87		360,49						
412,5	350,47	234,56	337,5	393,75		250,29						
363,44	374,91	343,93	337,66	350,36		309,32						
75,92	40,04	57,85	57,09	70,72		46,42						

					MOR		1	MOR (ordenado	o)	
Grupo I.1	Força (N)	b (m)	d (m)	Flexão (Pa)	Flexão (MPa)	i	Pf = (i-0,5)/8	Flexão (MPa)	Ln MOR	InIn (1/(1-Pf)
amostra 1	124	4,00E-03	1,30E-03	3,30E+08	330,18	1	0,063	176,94	5,175797231	-2,7404930
amostra 2	99	4,00E-03	1,15E-03	3,37E+08	336,86	2	0,188	253,44	5,535127109	-1,57195253
amostra 3	88	4,00E-03	1,25E-03	2,53E+08	253,44	3	0,313	306,00	5,723585102	-0,98164706
amostra 4	52	4,00E-03	1,15E-03	1,77E+08	176,94	4	0,438	330,18	5,799630433	-0,55275214
amostra 5	108	4,00E-03	1,20E-03	3,38E+08	337,50	5	0,563	336,86	5,819673362	-0,19033933
amostra 6	105	4,00E-03	1,00E-03	4,73E+08	472,50	6	0,688	337,50	5,821565510	0,151132538
amostra 7	68	4,00E-03	1,00E-03	3,06E+08	306,00	7	0,813	385,92	5,955630094	0,515201894
amostra 8	134	4,00E-03	1,25E-03	3,86E+08	385,92	8	0,938	472,50	6,158037747	1,01978144



# Tabela 29 – Detalhamento dos cálculos da análise de Weibull – Grupo II.1 sem vibrador

Resistência a	Flexão -	Metodologia	Weibull
1100101010101010		motodologia	

				1120	° / 2h					
	11	80°	12	10°	12	40°	12	1270°		
com		sem	com	sem	com	sem	com	sem		
	231,25	241,58	181,25	297,00	318,75	337,50	382,50	330,17		
	377,69	347,06	381,25	300,00	312,50	369,00	558,00	336,86		
	408,67	432,00	301,50	364,50	418,75	427,50	278,12	253,44		
	326,02	319,84	382,50	340,62	337,50	289,22	337,50	176,93		
	387,50	287,50	353,12	203,12	409,50	216,00	314,20	337,50		
	272,21	343,66	353,12	289,22	398,10	292,50	449,14	472,50		
	296,87	381,10	398,10	284,37	412,50	333,00	342,00	306,00		
	421,93	435,53	432,00	393,75	347,06	364,08	371,52	385,92		
	340,27	348,53	347,85	309,07	369,33	328,60	379,12	324,91		
	69,26	67,19	77,35	58,18	44,79	63,58	88,23	87,17		

	1120° / 3h												
11	80°	12	10°	1240°		1270°							
com	sem	com	sem	com	sem	com	sem						
337,5	414	419,75	271,87	288		287,57							
408,31	360	346,87	241,58	414		338,16							
418,5	459	326,02	325	436,5		236,16							
240,62	351	331,2	409,37	340,62		316,83							
256,5	360	374,29	382,5	330,17		336,96							
418,5	351	403,12	378	378		348,14							
415,12	353,87	315,62	355,5	221,87		360,49							
412,5	350,47	234,56	337,5	393,75		250,29							
363,44	374,91	343,93	337,66	350,36		309,32							
75,92	40,04	57,85	57,09	70,72		46,42							

					MOR			MOR (ordenado)			
Grupo I.1	Força (N)	b (m)	d (m)	Flexão (Pa)	Flexão (MPa)	i	Pf = (i-0,5)/8	Flexão (MPa)	Ln MOR	InIn (1/(1-Pf))	
amostra 1	92	4,00E-03	1,00E-03	4,14E+08	414,00	1	0,063	350,47	5,859282500	-2,74049301	
amostra 2	80	4,00E-03	1,00E-03	3,60E+08	360,00	2	0,188	351,00	5,860786223	-1,57195253	
amostra 3	102	4,00E-03	1,00E-03	4,59E+08	459,00	3	0,313	351,00	5,860786223	-0,98164706	
amostra 4	78	4,00E-03	1,00E-03	3,51E+08	351,00	4	0,438	353,88	5,868944411	-0,55275214	
amostra 5	80	4,00E-03	1,00E-03	3,60E+08	360,00	5	0,563	360,00	5,886104031	-0,19033933	
amostra 6	78	4,00E-03	1,00E-03	3,51E+08	351,00	6	0,688	360,00	5,886104031	0,151132538	
amostra 7	104	4,00E-03	1,15E-03	3,54E+08	353,88	7	0,813	414,00	6,025865974	0,515201894	
amostra 8	103	4,00E-03	1,15E-03	3,50E+08	350,47	8	0,938	459,00	6,129050210	1,019781441	



## Tabela 30 – Detalhamento dos cálculos da análise de Weibull – Grupo II.2, sem vibrador

Resistência	a Flexão	- Metodologia	Weibull
-------------	----------	---------------	---------

			1120	)° / 2h				
11	80°	12	10°	12	40°	12	70°	
com	sem	com	sem	com	sem	com	sem	
231,25	241,58	181,25	297,00	318,75	337,50	382,50	330,17	
377,69	347,06	381,25	300,00	312,50	369,00	558,00	336,86	
408,67	432,00	301,50	364,50	418,75	427,50	278,12	253,44	
326,02	319,84	382,50	340,62	337,50	289,22	337,50	176,93	
387,50	287,50	353,12	203,12	409,50	216,00	314,20	337,50	
272,21	343,66	353,12	289,22	398,10	292,50	449,14	472,50	
296,87	381,10	398,10	284,37	412,50	333,00	342,00	306,00	
421,93	435,53	432,00	393,75	347,06	364,08	371,52	385,92	
340,27	348,53	347,85	309,07	369,33	328,60	379,12	324,91	
69,26	67,19	77,35	58,18	44,79	63,58	88,23	87,17	

	1120° / 3h										
118	80°	12	10°	12	40°	1270°					
com	sem	com	sem	com sem		com	sem				
337,5	414	419,75	271,87	288		287,57					
408,31	360	346,87	241,58	414		338,16					
418,5	459	326,02	325	436,5		236,16					
240,62	351	331,2	409,37	340,62		316,83					
256,5	360	374,29	382,5	330,17		336,96					
418,5	351	403,12	378	378		348,14					
415,12	353,87	315,62	355,5	221,87		360,49					
412,5	350,47	234,56	337,5	393,75		250,29					
363,44	374,91	343,93	337,66	350,36		309,32					
75,92	40,04	57,85	57,09	70,72		46,42					

				MOR MOR (ordenado)				o)		
Grupo I.1	Força (N)	b (m)	d (m)	Flexão (Pa)	Flexão (MPa)	i	Pf = (i-0,5)/8	Flexão (MPa)	Ln MOR	InIn (1/(1-Pf))
amostra 1	87	4,00E-03	1,20E-03	2,72E+08	271,88	1	0,063	241,59	5,487233389	-2,74049301
amostra 2	71	4,00E-03	1,15E-03	2,42E+08	241,59	2	0,188	271,88	5,605342402	-1,57195253
amostra 3	104	4,00E-03	1,20E-03	3,25E+08	325,00	3	0,313	325,00	5,783825182	-0,98164706
amostra 4	131	4,00E-03	1,20E-03	4,09E+08	409,38	4	0,438	337,50	5,821565510	-0,55275214
amostra 5	85	4,00E-03	1,00E-03	3,83E+08	382,50	5	0,563	355,50	5,873525249	-0,19033933
amostra 6	84	4,00E-03	1,00E-03	3,78E+08	378,00	6	0,688	378,00	5,934894196	0,151132538
amostra 7	79	4,00E-03	1,00E-03	3,56E+08	355,50	7	0,813	382,50	5,946728653	0,515201894
amostra 8	75	4,00E-03	1,00E-03	3,38E+08	337,50	8	0,938	409,38	6,014631606	1,019781441



### Tabela 31 – Resumo dos resultados de Weibull

### Resumo dos Resultados de Weibull

### Com Vibrador

Sem Vibrador

Temperatura	Temperatura da 1a queima - 1120 oC		
da 2 queima (°C)	2h	3h	
1180	Gr I-1 m= $5,54$ R <sup>2</sup> = $97,09\%$	Gr II-1 m= 4,74 $R^2$ =83,41%	
1210	Gr I-2 m= 4,123 $R^2$ =86,59%	Gr II-2 m= $6,5312$ R <sup>2</sup> = $95,22\%$	
1240	Gr I-3 m= 9,1927 $R^2$ =87,02%	Gr II-3 m= 5,4097 $R^2=98,17\%$	
1270	Gr I-4 m= $5,1722$ R <sup>2</sup> = $86,21\%$	Gr II-4 m= 7,4079 R <sup>2</sup> =93,9%	

Temperatura	Temperatura da 1a queima - 1120 oC		
(°C)	2h	3h	
1180	Gr I-1 m= 5,9815 R <sup>2</sup> =97,89%	Gr II-1 m= 8,8551 R <sup>2</sup> =53,92%	
1210	Gr I-2 m= 4,1419 $R^2$ =94,34%	Gr II-2 m= $6,6271$ R <sup>2</sup> =97,31%	
1240	Gr I-3 m= 5,7782 $R^2$ =96,9%		
1270	Gr I-4 m= 4,0542 $R^2$ =95,87%		

Amostra	Itens	Poros	Espinélio	Total
GR-1 A	Peso (g)	3,06	5,38	
1120°C(2h)/	Área (µm <sup>2</sup> )	463,84	815,5	
$1180^{\circ}C(2h)$	Volume(µm <sup>3</sup> )	9989,9	23288,8	
	Porcentagem	29,87	70,13	100
GRI-1 B	Peso (g)	1,5726	6,8330	
1120°C(2h)/	Área (µm <sup>2</sup> )	260,3400	1131,1862	
$1180^{\circ}C(2h)$	Volume(µm <sup>3</sup> )	4200,60	38045,31	42246
	Porcentagem	9,94	90,06	100
GRI-2	Peso (g)	1,0634	7,4965	
1120°C(2h)/ 1210°C(2h)	Área (µm <sup>2</sup> )	161,1935	1136,3433	
	Volume ( $\mu$ m <sup>3</sup> )	2046,5459	38305,7809	40352,3268
	Porcentagem	5,07	94,93	100
GRI-3	Peso (g)	1,3101	7,3319	
1120°C(2h)/	Área (µm <sup>2</sup> )	198,5891	1111,3927	
1240°C(2h)	Volume (µm <sup>3</sup> )	2798,55	37051,1167	39849,55
	Porcentagem	5,702	92,98	100
GRI-4	Peso (g)	1,1239	7,6944	
1120°C(2h)/	Área (µm <sup>2</sup> )	170,3643	1166,3416	
1270°C(2h)	Volume (µm <sup>3</sup> )	2223,3643	39831,60	42056,2581
	Porcentagem	5,29	94,71	100
GRII-1(A)	Peso (g)	2,31	6,27	
1120°C(3h)/	Área (µm <sup>2</sup> )	350,1558	950,42	
$1180^{\circ}C(2h)$	Volume ( $\mu$ m <sup>3</sup> )	6552,27	29300	
	Porcentagem	18,3	81,7	100
GRII-1(B) 1120°C(3h)/ 1180°C(2h)	Peso (g)	1,596	6,8121	
	Área (µm <sup>2</sup> )	241,9267	1032,5998	
	Volume ( $\mu m^3$ )	3763	33182	36945
	Porcentagem	10,19	89,81	100
GRII-2 1120°C(3h)/ 1210°C(2h)	Peso (g)	1,2289	7,4583	
	Área (µm <sup>2</sup> )	186,2813	1130,5528	
	Volume(µm <sup>3</sup> )	2542,4582	38013,3614	40555,8196
	Porcentagem	6.27	93,73	100
GRII-3 1120°C(3h)/ 1240°C(2h)	Peso (g)	1,1426	7,5860	
	Área (µm <sup>2</sup> )	173,1989	1149,9100	
	Volume (µm <sup>3</sup> )	2279,3858	38993,8180	41273,2038
	Porcentagem	5,52	94,48	100
GRII-4 1120°C(3h)/ 1270°C(2h)	Peso (g)	1,0095	7,684	
	Área (µm <sup>2</sup> )	153,0232	1164,7803	
	Volume (µm <sup>3</sup> )	1892,9362	39752,6436	41645,5798
	Porcentagem	4,55	95,45	100

Tabela 32 – Resultados de porosidade de amostras sinterizadas e não infiltradas, usando o método da pesagem da impressão micrográfica.

Tabela 33 – Porcentagens volumétricas das fases em amostras do Grupo I após infiltração com vidro de alumino-silicato de lantânio.

Amostra	Itens	Poros	Espinélio	Vidro	Total
GRI-1 1120°C(2h)/ 1180°C(2h)/ 1130°C(2h)	Peso (g)	0,6512	4,5646	3,4213	
	Área (µm <sup>2</sup> )	98,7110	691,9166	518,6115	
	Volume(µm <sup>3</sup> )	980,7269	18200,3857	11810,3628	30991,475
	Porcentagem	3,16	58,73	38,11	100
GRI-2(A) 1120°C(2h)/ 1210°C(2h)/ 1130°C(2h)	Peso (g)	0,1367	4,5156	3,8658	
	Área (µm <sup>2</sup> )	20,7214	684,4890	585,9902	
	Volume ( $\mu m^3$ )	94,3255	17908,1078	14185,2037	32187,637
	Porcentagem	0,29	55,64	44,07	100
GRI-2(B) 1120°C(2h)/ 1210°C(2h)/ 1130°C(2h)	Peso (g)	0,4095	5,0548	2,9803	
	Área (µm <sup>2</sup> )	62,0733	766,2226	451,7633	
	Volume ( $\mu m^3$ )	489,0546	21209,60	9602,1056	31300,760
	Porcentagem	1,56	67,76	30,68	100
GRI-3 1120°C(2h)/ 1240°C(2h)/ 1130°C(2h)	Peso (g)	0,4139	4,9802	3,0762	
	Área (µm <sup>2</sup> )	62,7403	754,9145	466,3002	
	Volume ( $\mu m^3$ )	496,9579	20741,8113	10069,2785	31308,000
	Porcentagem	1,59	66,25	32,16	100
GRI-4(A) 1120°C(2h)/ 1270°C(2h)/ 1130°C(2h)	Peso (g)	0,2400	5,2218	2,9725	
	Área (µm <sup>2</sup> )	36,3800	791,5370	450,5808	
	Volume ( $\mu m^3$ )	219,4287	22269,3147	9564,4273	32053,100
	Porcentagem	0,68	69,48	29,84	100
GRI-4(B) 1120°C(2h)/ 1270°C(2h)/ 1130°C(2h)	Peso (g)	0,08	5,6939	2,4992	
	Área (µm <sup>2</sup> )	12,1267	863,0994	378,8367	
	Volume ( $\mu m^3$ )	42,2229	25357,000	7373,573	32772,800
	Porcentagem	0,13	77,37	22,50	100