

PORCELANA FELDSPÁTICA DENTÁRIA REFORÇADA POR LEUCITA  
PRODUZIDA COM MATÉRIA-PRIMA BRASILEIRA

Vinícius Bemfica Barreira Pinto

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

Aprovada por:

---

Prof. Tsuneharu Ogasawara, D.Sc.

---

Prof. Flávio Teixeira da Silva, D.Sc.

---

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

---

Prof. Hélio Rodrigues Sampaio Filho, D.Sc.

---

Prof. Carlos Nelson Elias, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL

OUTUBRO DE 2007

PINTO, VINÍCIUS BEMFICA BARREIRA

Porcelana Feldspática Reforçada por Leucita Produzida  
com Matéria-Prima Brasileira [Rio de Janeiro] 2007

XVIII, 109 p. 29,7 cm (COPPE/UFRJ, D.Sc.,  
Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2007)

Tese - Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE

1. Vidrocerâmica Dental
2. Síntese de Leucita
3. Cristalização de leucita

I. COPPE/UFRJ II. Título (série)

A DEUS, toda honra e toda glória.

À minha avó Nair Machado Bemfica, *in memorium*,  
por todo amor a mim dedicado.

Aos meus pais Valter e Lizete,  
motivos da minha luta.

À Fernanda Vieira,  
amor e companheira, pelo contínuo  
estímulo e apoio nestes anos do meu doutorado.

## AGRADECIMENTOS

Ao Professor Tsuneharu Ogasawara pela orientação e à Profa. Maria Cecília de Souza Nóbrega, pelas muitas ajudas.

Aos amigos e excelentes companheiros de trabalho Carlos Falcão, Márcia Sader, Taís Munhoz, Juliana Antonino, Andréa Motta, Camila Dolavale e Marília Beltrão que ajudaram cada um a sua maneira para que o curso de Doutorado fosse concluído com êxito.

À Mônica Zachariais, companheira de laboratório, pelo apoio dado nas etapas desta caminhada.

Aos demais amigos, parentes e funcionários da UFRJ.

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

Ao Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da COPPE/UFRJ e ao CETEM pela ajuda necessária à realização desse trabalho.

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

PORCELANA FELDSPÁTICA DENTÁRIA REFORÇADA POR LEUCITA  
PRODUZIDA COM MATÉRIA-PRIMA BRASILEIRA

Vinícius Bemfica Barreira Pinto

Outubro/2007

Orientador: Tsuneharu Ogasawara

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Leucita, um alumino-silicato de potássio, constitui uma importante fase cristalina em vidrocerâmicas dentais feldspáticas. Sabe-se que a presença de leucita, devido seu comportamento de transformação de fase, também melhora a resistência e a tenacidade à fratura do compósito. Em quantidade, tamanho de cristal médio e a estrutura da leucita afetam diretamente as propriedades térmicas e mecânicas do compósito final. O mineral leucita pode ser incorporado de duas formas à porcelana dental: pela fusão incongruente do feldspato de potássio ou pela adição como um pó sintético. Cristalização controlada de vidros geralmente envolve fusão, formação e resfriamento do vidro atingindo formas apropriadas ou pó que são subsequentemente reaquecidos promovendo cristalização, via um processo de nucleação e crescimento. A fração volumétrica, tamanho de cristal e morfologia da fase cristalina são dependentes da composição inicial do vidro, da estequiometria da fase cristalina e do tempo e temperatura do tratamento térmico. As vidrocerâmicas dentárias feldspáticas reforçadas por leucita constituem uma interessante opção funcional e estética. Mesmo já em uso comercial há algum tempo, seu conhecimento científico e tecnológico é limitado para profissionais brasileiros. Assim, a presente pesquisa teve por objetivo melhorar o conhecimento científico desse material por meio de sua caracterização, sua reprodução por síntese com matérias primas brasileiras, inclusive da fase pura leucita tetragonal.

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

DENTAL FELDSPATHIC PORCELAIN REINFORCED BY LEUCITE  
PRODUCED WITH BRAZILIAN RAW-MATERIALS

Vinícius Bemfica Barreira Pinto

October/2007

Advisor: Tsuneharu Ogasawara

Department: Metallurgical and Materials Engineering

Leucite is a potassium aluminosilicate and is a very promising material for dental application. It was found that the presence of leucite, thanks to its phase transition behaviour, also improves composite strength and fracture toughness. The amount, average crystal size and structure of a leucite phase directly affect the thermal and mechanical properties of final composite. The mineral leucite can be incorporated into the dental porcelain from either the incongruent crystallization of potash feldspar it can be added as a synthetic powder. Controlled crystallization of glasses generally involves the melting, forming and cooling of glasses to form appropriate shapes or powders that are subsequently reheated to promote crystallization, via a nucleation and growth process. The volume fraction, crystal size and morphology of the crystalline phases are dependent on the original glass composition, the stoichiometry of the crystal phase and crystallization heat treatment times and temperatures. The dental feldspathic glass-ceramics reinforced with leucite constitute an interesting functional and aesthetic option. Although already in commercial use for many years, their scientific and technology knowledge for Brazilian professionals are very limited. So, the objective of this work was to improve the scientific knowledge on this material by means of its characterization, reproduction by their synthesis from Brazilian raw-materials, including that of pure tetragonal leucite.

## ÍNDICE GERAL

1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO DA LITERATURA	4
2.1. VIDRO-CERÂMICAS DE USO ODONTOLÓGICO	6
2.2. PRENSAGEM A QUENTE	8
2.3. COMPOSIÇÃO QUÍMICA DAS VIDRO-CERÂMICAS	12
2.3.1. SÍNTESE DE LEUCITA	14
2.3.2. FABRICAÇÃO DE VIDRO-CERÂMICA REFORÇADA POR LEUCITA	16
2.4. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDUDA – MEV	18
2.5. DIFRAÇÃO DE RAIO-X – DRX	22
2.6. PROPRIEDADES MECÂNICAS DAS VIDRO-CERÂMICAS	25
2.6.1. RESISTÊNCIA À FLEXÃO	25
2.6.1.1. RESISTÊNCIA FLEXURAL A TRÊS PONTOS	26
2.6.1.2. RESISTÊNCIA FLEXURAL A QUATRO PONTOS	28
2.6.1.3. RESISTÊNCIA FLEXURAL BIAXIAL	29
2.6.2. DUREZA	32
2.6.3. TENACIDADE À FRATURA	33
2.6.3.1. TENACIDADE À FRATURA POR INDENTAÇÃO (IF)	34
2.6.3.2. TENACIDADE À FRATURA POR RESISTÊNCIA (IS)	36
2.7. CONCLUSÕES DA REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	38
3. MATERIAIS E MÉTODOS	40

3.1. FINESSE ALL-CERAMIC® (DENTSPLY)	41
3.1.1. ANÁLISE QUÍMICA	41
3.1.2. MEDIDAS DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (DRX)	42
3.1.3. MICROESTRUTURA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)	42
3.1.4. MICRODUREZA VICKERS	42
3.1.5. RESISTÊNCIA À FLEXÃO 3 PONTOS	43
3.1.6. CONFECÇÃO DOS PADRÕES EM CERA	44
3.2. SÍNTESE DE LEUCITA	44
3.3. SÍNTESE DE VIDRO-CERÂMICA REFORÇADA POR LEUCITA	52
3.3.1. PREPARAÇÃO DA VIDRO-CERÂMICA EXPERIMENTAL – FRITA COM_01	52
3.3.2. ANÁLISE TÉRMICA DIFERENCIAL	54
3.3.3. ESTUDO DA CRISTALIZAÇÃO	54
3.3.4. ANÁLISE DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X	55
3.3.5. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	55
3.4. PREPARAÇÃO DA VIDRO-CERÂMICA EXPERIMENTAL – FRITA COM_07	56
3.4.1. MICROSCOPIA DE AQUECIMENTO	57
3.4.2. ANÁLISE TÉRMICA DIFERENCIAL	58
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES	59
4.1. CARACTERIZAÇÃO DA VIDRO-CERÂMICA FINESSE	59
4.1.1. ANÁLISE QUÍMICA	59
4.1.2. DIFRAÇÃO DE RAIOS-X	61

4.1.3. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	62
4.1.4. PROPRIEDADE MECÂNICA DA FINESSE ALL-CERAMIC	65
4.1.4.1. RESISTÊNCIA À FLEXÃO 3 PONTOS	65
4.1.4.2. DUREZA VICKERS	66
4.2. SÍNTESE DE LEUCITA	69
4.3. FABRICAÇÃO DE VIDRO-CERÂMICA	75
4.3.1. FRITA COM_01	75
4.3.2. FRITA COM_07	89
5. CONCLUSÕES	97
6. SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS	100
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	101
ANEXOS	107

## ÍNDICE DE FIGURAS

- Figura 1** – Desenho esquemático de preparo de *inlay* e *onlay* (a), restauração metálica (b) e *onlay* cerâmico (c). 5
- Figura 2** – Preparo de coroa total num incisivo superior (a), casquete de Finesse All-ceramic (b) e coroa total cerâmica finalizada com estratificação com porcelana de baixa fusão Finesse Porcelain (c). 5
- Figura 3** - Fotografia de quatro facetas de Finesse All- ceramic (a) fotografia inicial e (b) fotografia final. 7
- Figura 4** – Desenho esquemático de um forno de prensagem a quente. 8
- Figura 5** – Micrografia eletrônica de varredura de uma superfície atacada de porcelana finesse sinterizada (a) e uma vidro-cerâmica conformada por prensagem a quente (b). 9
- Figura 6** – Micrografia eletrônica de varredura evidenciando a diferença de distribuição de cristais de leucita na cerâmica sinterizada pelo método convencional (a) e por prensagem a quente (b). 9
- Figura 7** – Gráfico da taxa de nucleação(T1) e de crescimento(T2) dos cristais em uma vidro-cerâmica. 13
- Figura 8** – Micrografia eletrônica de varredura do IPS Empress atacada com 0,2 vol% de HF durante 1 min. (A) Combinações de cristais de leucita e microtrincas na matriz vítrea. (B) A trinca propaga através tanto da matriz quanto do cristal. 18

- Figura 9** – Micrografia eletrônica de varredura da superfície do IPS Empress atacada com ácido fluorídrico durante 15s. (A) Antes do tratamento térmico e (B) após o tratamento térmico. 19
- Figura 10** – Micrografia eletrônica de varredura da superfície do OPC atacada com ácido fluorídrico a 9,5% durante 15s. (A) Superfície fraturada antes do tratamento térmico e (B) superfície do OPC antes do tratamento térmico. 20
- Figura 11** – Micrografia eletrônica de varredura da superfície do Empress 2 atacada com 10 vol% de ácido fluorídrico numa faixa de tempo de 2 a 20 min. (A) Orientação preferida dos grãos que é perpendicular ao da trinca. (B) a trinca é defletida pelos cristais de dissilicato de lítio, dando uma mistura de impressão de trinca transgranular e intergranular. 21
- Figura 12** – Micrografia eletrônica de varredura da superfície da Finesse prensada e atacada com ácido fluorídrico durante 5s. 22
- Figura 13** – (A) Difratoograma de raio-X do IPS Empress antes do tratamento térmico, (B) difratoograma de raio-x do IPS Empress após o tratamento térmico. 23
- Figura 14** - (A) Difratoograma de raio-X da OPC antes do tratamento térmico, (B) difratoograma de raio-x da OPC após o tratamento térmico. 24
- Figura 15** – Representação esquemática da indentação Vickers, mostrando características das trincas radial/mediana  $c$  e  $a$ . 35
- Figura 16** – Pastilhas da vidro-cerâmica Finesse All-Ceramic. 41

<b>Figura 17</b> - EMIC modelo DL 1000 acoplada no computador (a), dispositivo de ensaio flexural a 3 pontos (b), detalhe dos apoios inferiores (c).	44
<b>Figura 18</b> – Padrões em acrílico.	45
<b>Figura 19</b> – Molde de polivinilsiloxano, Elite Double 8.	45
<b>Figura 20</b> – Conjunto de embutimento – anel de estabilizador, base de <i>sprue</i> , anel nivelador (a), barras em cera fixadas (b).	46
<b>Figura 21</b> – Espatulador a vácuo.	47
<b>Figura 22</b> – Forno de mufla – revestimento e êmbolo de alumina durante a eliminação da cera.	47
<b>Figura 23</b> – Pastilhas de Finesse All-Ceramic colocadas no revestimento.	48
<b>Figura 24</b> - Ceram Press da NEY (a) e conjunto – revestimento, e êmbolo de alumina - sendo colocados no forno para prensagem.	48
<b>Figura 25</b> – Barras de Finesse após a remoção do revestimento	49
<b>Figura 26</b> – Desenho esquemático da reação química e a formação de leucita.	51
<b>Figura 27</b> . Esquema do sistema de microscopia de aquecimento.	57
<b>Figura 28</b> – EDS (a) da Finesse All-Ceram após a prensagem e polimento (b).	60

<b>Figura 29</b> – Difratoograma de raios-X da Finesse antes e após a prensagem	61
<b>Figura 30</b> – Micrografias da Finesse prensada e atacada com HF durante 5 segundos (a) e EDS da amostra (b).	63
<b>Figura 31</b> – Micrografias eletrônicas de varredura da Finesse prensada e atacada por 10 e 15 segundos (a), EDS das amostras atacadas por 10 (b) e 15 (c) segundos.	64
<b>Figura 32</b> – Microscopia ótica da indentação Vickers numa amostra de Finesse prensada e polida com carga de 1000g e tempo de aplicação de 15s, numa amostra de Finesse prensada e polida (aumento de 200x)	66
<b>Figura 33</b> – Relação das médias entre as diferentes cargas aplicadas na dureza Vickers.	67
<b>Figura 34</b> – Diagrama ternário $\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{K}_2\text{O}$ .	69
<b>Figura 35</b> – Difratoogramas de raios-X dos cristais de leucita sinterizados por LFC (a) e PÓS (b).	71
<b>Figura 36</b> – Espectros de IR das amostras PÓS (a) e LFC (b).	72
<b>Figura 37</b> - Micrograficas eletrônicas de varreduras de cristais de leucita sintetizados pelo método LFC.	74
<b>Figura 38</b> – Difratoograma de raios-X da frita Com_01 1450°C.	76
<b>Figura 39</b> – Análise Térmica Diferencial (DTA) da frita Com_01 1450°C com taxa de aquecimento 10°C/min.	77
<b>Figura 40</b> – Análise Térmica Diferencial (DTA) da frita Com_01 1450°C com taxa de aquecimento 20°C/min.	77

<b>Figura 41</b> – Difratoogramas de raios-X da frita Com_01 1530°C: 650°C_1000°C (a) e 1000°C (b).	78
<b>Figura 42</b> – Difratoogramas de raios-X da frita Com_01 1450°C: 650°C_1000°C (a) e 1000°C (b).	79
<b>Figura 43</b> – Micrografias eletrônicas de varredura da frita Com_01 1450°C tratada termicamente a 650°C_1000°C: 3000x (a) e 5000x (b).	80
<b>Figura 44</b> - Micrografias eletrônicas de varredura da frita Com_01 1450°C tratada termicamente a 1000°C: 2000x (a) e 3000x (b).	81
<b>Figura 45</b> - Micrografias eletrônicas de varredura da frita Com_01 1530°C tratada termicamente a 650°C_1000°C: 10 000x (a) e 15 000x (b).	83
<b>Figura 46</b> - Micrografias eletrônicas de varredura da frita Com_01 1530°C tratada termicamente a 1000°C: 5000x (a) e 10 000x (b).	84
<b>Figura 47</b> – Micrografias de aquecimento da amostra COM_07.	90
<b>Figura 48</b> – Micrografias de aquecimento evidenciando a liberação dos gases oriundos da decomposição dos carbonatos de sódio, cálcio e potássio.	91
<b>Figura 49</b> – Micrografias de aquecimento da amostra COM_07 evidenciando a fusão completa por volta de 1450°C.	92
<b>Figura 50</b> – Microscopias óticas de pastilhas da frita Com_07 1550°C tratadas termicamente no forno Ceram press sob vácuo (a) e no forno de mufla (b).	92

**Figura 51** – Difratoograma de raios-X da frita Com\_07 tratada termicamente a 900°C durante 1h no forno de mufla.

95

## ÍNDICE DE TABELAS

<b>Tabela 1</b> – Ciclos de processamento a quente das vidro-cerâmicas revisadas	11
<b>Tabela 2</b> – Composição química da cerâmicas determinadas por EDS (% em peso)	14
<b>Tabela 3</b> – Resultados da literatura para resistência flexural a três pontos de vidro-cerâmicas prensadas a quente	27
<b>Tabela 4</b> - Resultados da literatura para resistência biaxial de vidro-cerâmicas prensadas a quente	30
<b>Tabela 5</b> - Resultados da literatura de dureza Vickers de vidro-cerâmicas prensadas a quente	33
<b>Tabela 6</b> - Resultados da literatura de tenacidade à fratura IF de vidro-cerâmicas prensadas a quente	36
<b>Tabela 7</b> - Resultados da literatura de tenacidade à fratura IS de vidro-cerâmicas prensadas a quente	37
<b>Tabela 8</b> - Resultados da literatura de tenacidade à fratura IS da vidro-cerâmicas Finesse All-ceramic	38
<b>Tabela 9</b> – Composição (% em peso) do Feldspato da mineração Ubaeira	50
<b>Tabela 10</b> – Composição (% em peso) do caulim da Caulisa	50
<b>Tabela 11</b> - Composição (% em peso) do Feldspato da mineração Armil	52

<b>Tabela 12</b> – Composição (em gramas) da frita Com_ 01	53
<b>Tabela 13</b> – Tratamento térmico realizado na frita Com_01	55
<b>Tabela 14</b> – Composição (em gramas) da frita Com_07	56
<b>Tabela 15</b> – Fluorescência de raio-X da pastilha Finesse	59
<b>Tabela 16</b> – Resultado da resistência à flexão da Finesse	65
<b>Tabela 17</b> – Média e Desvio Padrão da Dureza Vickers de cada grupo	68
<b>Tabela 18</b> – Teste de Tuckey entre os grupos – Dureza Vickers	68
<b>Tabela 19</b> – Fluorescência de raio-X da Frita Com_01 1450°C	75

# 1. INTRODUÇÃO

Embora o uso rotineiro das cerâmicas na odontologia restauradora seja um fenômeno recente, o desejo por um material estável e estético é antigo. A maioria das culturas ao longo dos séculos reconhecem os dentes como uma estrutura facial essencial para a saúde, a juventude, a beleza, e a dignidade. Desde os tempos mais remotos, o ser humano vem se preocupando em substituir ou restaurar elementos dentários total, ou parcialmente destruídos por traumas, cárie e doença periodontal. Na tentativa de restabelecer a função e a estética perdidas, diversos materiais têm sido empregados ao longo da história, e dentre eles devemos destacar os materiais cerâmicos [1].

No século XX foi introduzida uma das primeiras próteses unitárias cerâmicas na odontologia, cuja técnica de fabricação usava uma matriz de folha de platina e porcelana feldspática de alta temperatura de fusão. Essas próteses apresentavam uma excelente estética, mas a sua baixa resistência à flexão resultou em um alto índice de fracasso [2,3].

Desde então, as porcelanas feldspáticas com uma adesão química confiável têm sido utilizadas em restaurações metalocerâmicas por mais de 35 anos [2]. Nos anos 60, a baixa compatibilidade na expansão térmica (e na contração) entre as ligas da infraestrutura das facetas de cerâmica, que frequentemente levava a falhas e fraturas durante o resfriamento, estimulou o desenvolvimento das porcelanas feldspáticas contendo leucita. Isso permitiu o ajuste do coeficiente de expansão térmica das porcelanas feldspáticas para especificações bem restritas. Essa invenção levou a melhores considerações na confiabilidade dos sistemas metalocerâmicos, permitindo que os materiais cerâmicos se tornassem adesivos à infra-estrutura metálica. Durante o

resfriamento, a contração térmica da infra-estrutura metálica é discretamente maior do que a faceta de cerâmica, colocando assim a superfície interna da cerâmica em compressão [3].

No final do século XX, foram introduzidos vários sistemas inovadores para a fabricação de restaurações dentárias de cerâmica pura, por meio de uma cristalização vítrea controlada[3]. Este vidro era fundido e injetado em um molde refratário e, subsequentemente, cristalizado para formar o vidro ceramizado Dicor, que possuía cristais de flúormica tetrassilícica inseridos na matriz vítrea. Esse sistema passível de fundição foi abandonado devido às dificuldades de processamento, à incidência de fraturas [3] e suas limitações estéticas [1].

A tecnologia da cerâmica odontológica é uma das áreas de maior crescimento em pesquisas e desenvolvimento dos materiais odontológicos [2]. A diversidade dos materiais cerâmicos continua estimular laboratórios e pesquisas clínicas. As modificações a diversos sistemas de processamento foram sugeridas ou introduzidas para superar determinadas desvantagens.

As cerâmicas infiltradas, prensadas termicamente e usinadas foram desenvolvidas nos últimos 15 anos. Novos materiais para as restaurações de cerâmica pura são introduzidos todos os anos, certificando o aumento da popularidade das cerâmicas em Odontologia [3]. Cada sistema tem seu próprio mérito, e também sua desvantagem.

Um desses sistemas é a prensagem a quente de porcelana feldspática reforçada com cristais de leucita. As restaurações realizadas por esta técnica apresentam uma boa adaptação marginal à estrutura do dente, fazendo com que o risco de comprometimento por cárie diminua. A relativa simplicidade da técnica faz com que a mesma tenha uma boa aceitação pelos laboratórios protéticos. Além disso, a prensagem a quente confere ao material cerâmico vantagens como aumento da resistência flexural quando comparada com o método tradicional de sinterização de porcelanas. É importante ressaltar a excelente estética alcançada nas restaurações confeccionadas por este método, o que justifica também a sua aceitação tanto pelos cirurgiões-dentistas quanto pelos pacientes.

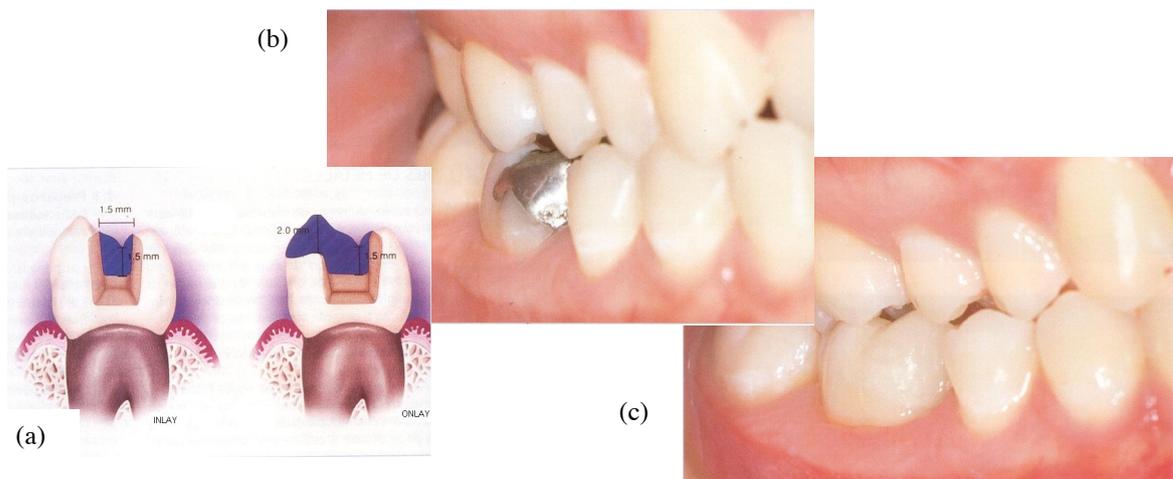
## 2. REVISÃO DA LITERATURA

Há alguns anos, os pacientes que faziam da estética um fator de primordial importância tinham como solução o desgaste completo das paredes axiais do dente para confecção de coroas totais metalocerâmicas. O desenvolvimento de materiais dentários estéticos com melhores propriedades físico-mecânicas possibilitou, de certa forma, maior preservação de estrutura dental quando da exigência estética pelo paciente.

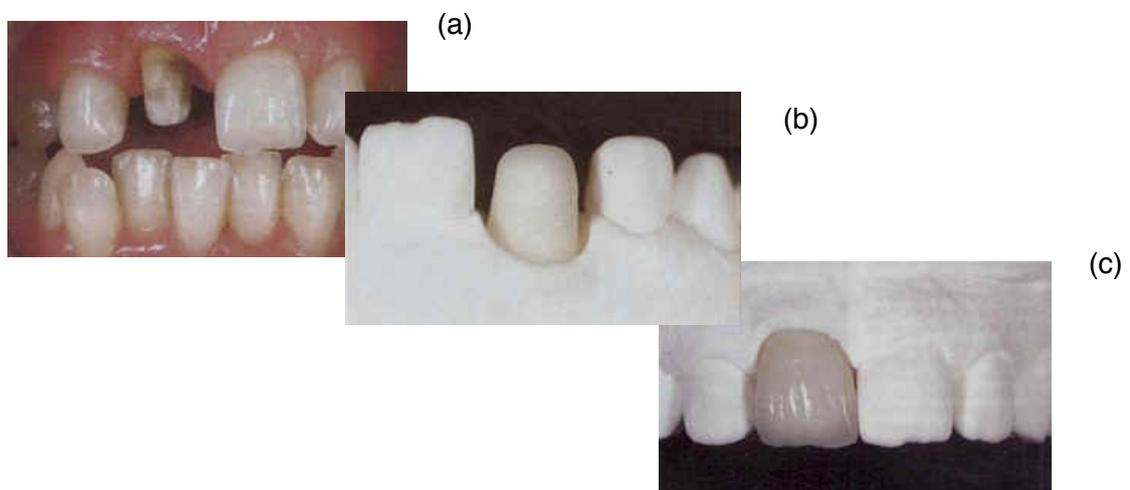
A principal vantagem desses novos materiais é poder obter estética com preparos parciais ou totais. Como alternativas de preparos de prótese livres de metais na atualidade tem-se [4]:

- ◆ *Inlays* ou preparos puramente intracoronários (figura1);
- ◆ *Onlays*, quando se faz necessário o recobrimento de algumas das cúspides em dentes posteriores(figura1);
- ◆ *Overlays*, quando há a necessidade do recobrimento de todas as cúspides em dentes posteriores;
- ◆ Facetas laminadas;
- ◆ Coroas parciais;
- ◆ Coroas totais (figura 2).

A presente revisão de literatura tem como principal objetivo reunir e debater informações sobre as propriedades físico-mecânicas das principais vidro-cerâmicas reforçadas com cristais de leucita de uso odontológico, tais como: Finesse All-Ceramic, IPS Empress e OPC.



**Figura 1** – Desenho esquemático de preparo de *inlay* e *onlay*( a), restauração metálica (b) e *onlay* cerâmico (c).



**Figura 2** – Preparo de coroa total num incisivo superior (a), casquete de Finesse All-ceramic (b) e coroa total cerâmica finalizada com estratificação com porcelana de baixa fusão Finesse Porcelain (c)

## 2.1. VIDRO-CERÂMICAS DE USO ODONTOLÓGICO

O sistema IPS Empress (Ivoclar/Vivadent) é baseado na tradicional técnica da cera perdida. O material restaurador é composto por uma cerâmica vítrea parcialmente pré-ceramizada pelo fabricante e processada em laboratório [4]. Consiste basicamente de uma cerâmica feldspática reforçada por cristais de leucita ( $K_2O-Al_2O_3-4SiO_2$ ), que corresponde cerca de 36% de fração volumétrica [2,5], os quais aumentam a resistência à propagação de trincas [2,4]. Este sistema é indicado para fabricação de *inlays*, *onlays*, e facetas. A técnica de estratificação, realizada através de pastilhas pré-coloridas fornecidas pelo fabricante, permite a construção de uma infra-estrutura cerâmica da cor de dentina sobre a qual é aplicada a porcelana de forma convencional. Esta técnica é indicada para coroas anteriores, posteriores unitárias e facetas [4].

Em 1998, Ivoclar lançou o Empress 2, que é uma vidro-cerâmica reforçada com cristais de dissilicato de lítio que corresponde cerca de 65% de fração volumétrica e é processada pelos mesmos procedimentos laboratoriais do IPS Empress. Empress 2 é recomendada para a fabricação de prótese parcial fixa (PPF) de 3 elementos [5].

O OPC (Optimal Pressable Ceramic – Jeneric/Pentron) é uma porcelana prensável com alto teor de leucita ( $K_2O-Al_2O_3-4SiO_2$ ), indicado para restaurações totalmente cerâmicas, tais como: coroas totais em dentes anteriores, pré-molares, incrustações com ou sem recobrimento de cúspides e facetas. O procedimento laboratorial também consiste na técnica da cera perdida e a prensagem é realizada num forno próprio do sistema (Optimal Autopress Unit) [4].

Finesse All-Ceramic (Dentisply/Ceramco) é uma cerâmica em que as características físicas são otimizadas devido ao tamanho uniforme e a distribuição dos cristais de leucita através da matriz vítrea, assegurando uniformidade e promovendo um alto grau de translucidez. As restaurações são fabricadas com materiais totalmente cerâmicos (Finesse All-Ceramic) e porcelanas de baixa fusão (Finesse porcelain) (figura 3). A queima é realizada em baixa temperatura de fusão, permitindo o uso das propriedades das partículas naturalmente opalescentes que poderiam se tornar instáveis às altas temperaturas. A principal vantagem do sistema é permitir, em dentes posteriores, o contato entre a restauração com o recobrimento oclusal e os dentes antagonistas naturais ou superficiais restauradas, pois a porcelana de baixa temperatura apresenta um desgaste mais compatível com os dentes naturais, quando comparados aos outros sistemas cerâmicos existentes. O sistema permite a realização de *inlays*, *onlays*, facetas laminadas e coroas totalmente cerâmicas [4].



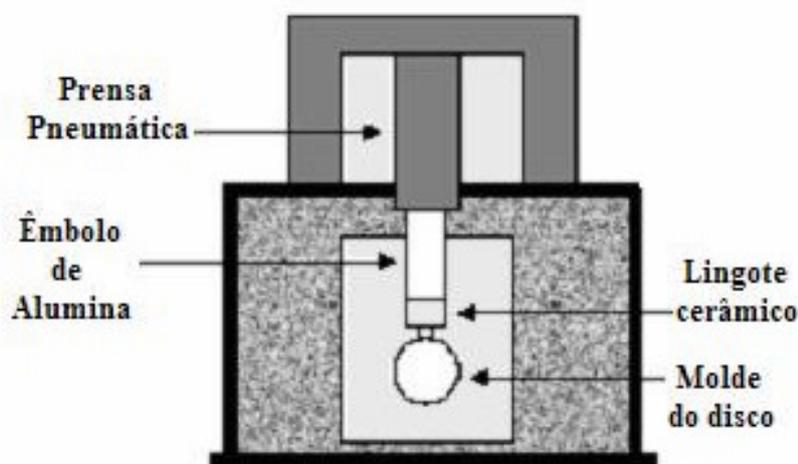
(a)

(b)

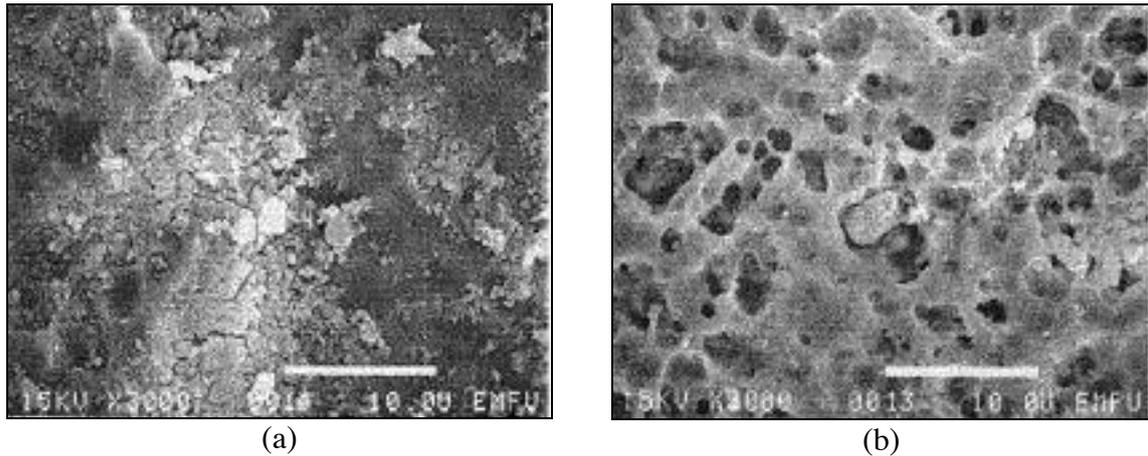
**Figura 3** - Fotografia de quatro facetas de Finesse All- ceramic (a) fotografia inicial e (b) fotografia final.

## 2.2. PRENSAGEM A QUENTE

A técnica de prensagem a quente envolve a utilização de um forno de porcelana especial com uma prensa pneumática (Figura 4), que pressiona o material cerâmico para dentro do molde em altas temperaturas sob vácuo. Os benefícios das cerâmicas prensadas a quente opostos com o método tradicional de sinterização são: processamento com a forma próxima ao ideal (*near net-shape processing*), diminuição da porosidade, aumento do módulo de Weibull, aumento da resistência flexural e excelente adaptação. Uma das características do forno de prensagem a quente é que ele também pode ser utilizado como um forno convencional de porcelana. O sistema utiliza a técnica da cera perdida e ciclo de processamentos curtos [6]. O aumento da resistência flexural é atribuído a um aumento e uma mais uniforme distribuição da fase cristalina na matriz vítrea [7,8]. Esta distribuição uniforme dos cristais pode ser observada na figura 5 onde há uma comparação da superfície da porcelana Finesse, processada pelo método tradicional de sinterização, e a Finesse processada por prensagem a quente [7].

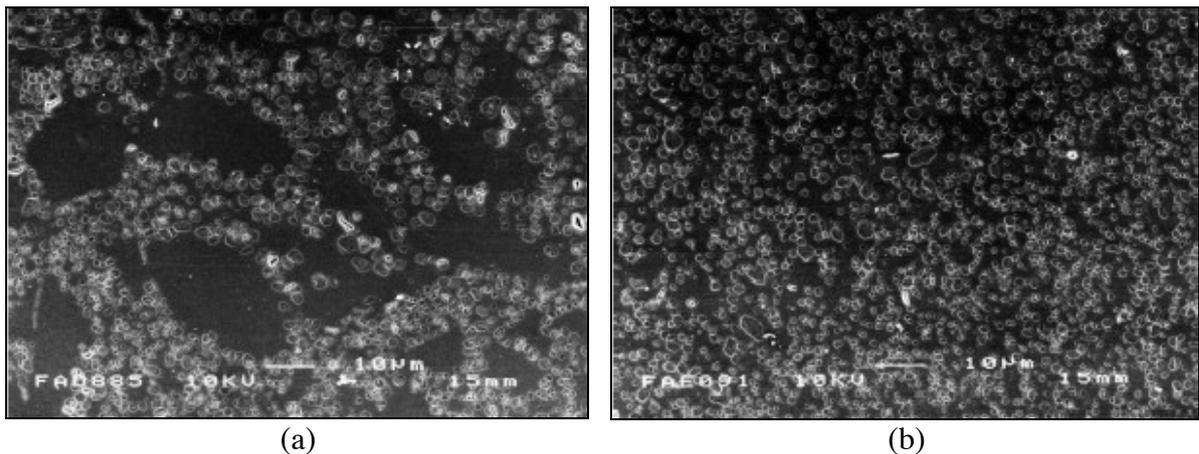


**Figura 4** – Desenho esquemático de um forno de prensagem a quente [6]



**Figura 5** – Micrografia eletrônica de varredura de uma superfície atacada de porcelana finesse sinterizada (a) e uma vidro-cerâmica conformada por prensagem a quente (b)[7]

Cattell *et al* também concluíram que uma distribuição completamente homogênea das partículas de leucita não foi produzida na amostra sinterizada pelo método convencional quando comparada com a prensada a quente, e uma grande área de matriz vítrea foi observada (figura 6) [9].



**Figura 6** – Micrografia eletrônica de varredura evidenciando a diferença de distribuição de cristais de leucita na cerâmica sinterizada pelo método convencional(a) e por prensagem a quente(b) [9]

Diversos são os procedimentos e ciclos de queima para confecção dos corpos de prova das vidro-cerâmicas encontrados na literatura. No entanto, nenhum dos trabalhos revisados correlaciona diretamente o efeito dos parâmetros do processamento nas propriedades físico-mecânicas dos materiais cerâmicos. A tabela 1 relata alguns ciclos de queima utilizados nas pesquisas revisadas.

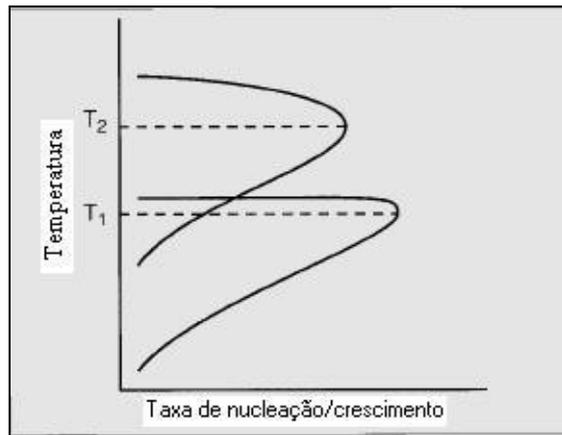
**Tabela 1** – Ciclos de processamento a quente das vidro-cerâmicas revisadas

	<i>Vidro cerâmica</i>	<i>Temperatura inicial (°C)</i>	<i>Rampa de aquecimento (°C/min)</i>	<i>Temperatura de queima (°C) / pressão (bar)</i>	<i>Tempo patamar (min)</i>	<i>Tempo prensagem (min)</i>	<i>Vácuo T inicial-final (°C)</i>
[6]	IPS Empress	-	-	1180°C / 5 bar	20 min	20 min	Vácuo*
[6]	OPC	-	-	1150°C / 5 bar	20 min	15 min	Vácuo*
[7]	OPC	700 °C	80 °C/min	1190 °C / -	20 min	17 min	Vácuo*
[7]	IPS Empress	700 °C	80 °C/min	1190 °C / -	20 min	17 min	Vácuo*
[7]	Finesse	700 °C	60 °C/min	930 °C / -	20 min	17 min	Vácuo*
	All-ceramic						
[10]	IPS Empress	700 °C	60 °C/min	1180 °C / -	20 min	-	Vácuo 500-1180 °C
[10]	Empress 2	700 °C	60 °C/min	920 °C / -	20 min	-	Vácuo 500-920 °C

### **2.3. COMPOSIÇÃO QUÍMICA DAS VIDRO-CERÂMICAS**

A vidro-cerâmica foi primeiramente desenvolvida nos trabalhos de Corning nos anos 50. No princípio, o vidro é fundido, tornando-se metaestável após o resfriamento. Durante o tratamento térmico subsequente, ocorre uma cristalização controlada, através dos mecanismos de nucleação e crescimento de cristais. Este processo de conversão de um vidro a um vidro parcialmente cristalino é chamado de ceramização. Assim, uma cerâmica vítrea é um sólido multifásico que contém uma fase vítrea na qual uma fase cristalina está presente finamente dispersa. A cristalização controlada do vidro resulta, portanto, na formação de pequenos cristais dispersos na matriz vítrea. A quantidade de cristais e sua taxa de crescimento são regulados pelo tempo e pela temperatura do tratamento térmico conferido[11].

A figura 7 mostra que a taxa de nucleação e a taxa de crescimento dos cristais estão em um valor máximo em temperaturas diferentes. O processo de ceramização envolve conseqüentemente um tratamento térmico em dois estágios. O primeiro estágio é realizado na temperatura para a nucleação máxima dos cristais, para maximizar o número de cristais formados. A temperatura do material é, então, elevada, após um período de tempo apropriado, e durante essa temperatura mais alta ocorre o crescimento dos cristais. A alta temperatura é mantida até que o tamanho ótimo dos cristais seja alcançado [11].



**Figura 7** – Gráfico da taxa de nucleação( $T_1$ ) e de crescimento( $T_2$ ) dos cristais em uma vidro-cerâmica [11].

Drummond et al. utilizaram uma análise de EDS para determinar a composição química de cerâmicas estudadas em sua pesquisa. A análise de EDS não possui detector de elementos leves e então elementos como B, O e Li não puderam ser detectados. A análise de EDS consistiu de numerosas varreduras sobre regiões representativas observadas por MEV. A tabela 2 mostra a composição química das vidro-cerâmicas Finesse All-ceramic, IPS Empress e OPC obtidas neste estudo[7].

**Tabela 2** –Composição química das cerâmicas determinadas por EDS (% em peso)[7]

<i>Cerâmica</i>	<i>SiO<sub>2</sub></i>	<i>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></i>	<i>K<sub>2</sub>O</i>	<i>Na<sub>2</sub>O</i>	<i>BaO</i>	<i>CaO</i>	<i>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></i>	<i>MgO</i>
<i>Finesse</i>								
<i>não-atacadas</i>	65,0	15,6	7,4	8,7	1,6	1,2	0,6	
<i>atacadas</i>	61,5	10,5	8,0	8,8	0,3	3,4	2,8	4,9
<i>IPS Empress</i>								
<i>Não-atacadas</i>	61,7	18,8	11,0	5,5	1,2	1,8		
<i>atacadas</i>	56,0	17,5	13,3	6,1	1,3	2,3	3,0	0,4
<i>OPC A-2</i>								
<i>Não-atacadas</i>	62,2	22,3	12,3	1,5	0,3	0,5	0,8	
<i>atacadas</i>	64,5	17,7	10,9	3,2	1,1	0,3	2,3	
<i>OPC I-40</i>								
<i>Não-atacadas</i>	61,4	18,4	13,5	2,0	0,3	0,6	0,4	
<i>atacadas</i>	66,6	18,5	10,0	2,5	0,4		2,4	0,3

### 2.3.1. SÍNTESE DE LEUCITA

Leucita ( $K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 4SiO_2$ ), um mineral alumino-silicato de potássio, é um componente das porcelanas dentárias[12], possui um elevado ponto de fusão (1693°C) e um alto coeficiente de expansão térmica[13]. Leucita é formada por uma fusão discordante do feldspato de potássio ( $K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$ ) ou pode ser incorporado nas porcelanas sob a forma de pó sintético. Em geral, a proporção de leucita é governada pelo teor de  $K_2O$  da frita assim como a temperatura e tempo do tratamento[12]. Além disso, este material possui uma propriedade estética e uma excelente biocompatibilidade, o que faz uma boa expectativa no seu uso como biomaterial.

Geralmente, o método normal de sintetizar um policristal de leucita ocorre através do aquecimento de materiais de partida até o ponto de fusão da leucita seguida de resfriamento gradual a temperatura ambiente[13].

A leucita pode ser obtida pelos seguintes métodos: co-precipitação, sol-gel, síntese hidrotérmica e pelo métodos do estado sólido. Com um elevado ponto de fusão, torna-se difícil a síntese de leucita pura numa relativa baixa temperatura [14].

Hashimoto et al[15] investigaram a síntese de leucita abaixo de 1000°C utilizando caulim natural com matéria-prima principal. Cristais de leucita esféricos com diâmetro aproximadamente de 50µm foram preparados a partir do aquecimento de uma mistura em pó de Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>, caulim e K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (em massa numa razão de 3:3:15) a 900°C durante 3h. De acordo com os autores, quartzo, uma das principais fases do caulim e o metacaolin amorfo formado durante o aquecimento do caolin foram os responsáveis pela diminuição da temperatura de síntese. Em um outro estudo, Hashimoto et al[16] sintetizaram leucita a partir de feldspato de potássio. Quando uma mistura de Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>):Feldspato de Potássio:K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> = 3:3:15 foi aquecida a 1100°C por 3h, cristais de leucita de diâmetro entre 50-60µm foram formados.

Nos estudos realizados por Novotna et al[17, 18] e Balandis et al[19] os cristais de leucita foram sintetizados sob condições hidrotérmicas. A preparação da leucita ocorre a partir de um precursor amorfo, analcime (NaAlSiO<sub>2</sub>•H<sub>2</sub>O), produzido em autoclave numa temperatura de 200°C durante 2h. Este precursor é submetido a uma calcinação a 1000°C durante 1h formando assim cristais de leucita com tamanho entre 3 - 7µm [17]. Outro método relatado pelos autores é a preparação de leucita através de

troca iônica (ion exchange) da analcime numa solução de KCl, em diferentes concentrações, em uma temperatura de 200°C durante 2 h, formando cristais de tamanho de partícula entre 3 -4 $\mu$ m[17,19].

### **2.3.2. FABRICAÇÃO DE VIDRO-CERÂMICA REFORÇADA POR LEUCITA**

O aumento das propriedades mecânicas da porcelana feldspática reforçada por leucita se presume devido ao estresse causado pela diferença de expansão térmica entre a leucita e a matriz de feldspato de potássio ou pela alta resistência da leucita pura. Entretanto, as propriedades mecânicas da leucita pura não foram ainda estimadas, devido a dificuldade de sintetizar um corpo denso policristalino de leucita[13].

Vidro-cerâmicas contendo leucita são extremamente versáteis levando em consideração às diferentes formas de processamento na confecção de próteses dentais, tais como: sinterização convencional, prensagem a quente e CAD-CAM (*Computer aided design and machining*)[20].

Nos últimos anos, constatou-se um crescente estudo no controle da nucleação e crescimento de cristais de leucita num vidro feldspático. A cristalização controlada de vidros feldspáticos oferece muitas possibilidades de modelar propriedades específicas em novos materiais vidro-cerâmicos. Do ponto de vista estrutural, uma vidro-cerâmica de alta qualidade demanda numa microestrutura constituída por pequenos grãos. Isto pode ser alcançado a partir de uma nucleação homogênea, que ocorre em muitos sistemas de silicatos quando submetidos a um resfriamento controlado[21].

Cattell et al[20,22] estudaram a cinética de nucleação e cristalização de leucita num vidro aluminossilicato de seguinte composição inicial: 64,2% SiO<sub>2</sub>, 16,1% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>,

10,9% K<sub>2</sub>O, 4,3% Na<sub>2</sub>O, 1,7% CaO, 0,5% LiO<sub>2</sub>, e 0,4%TiO<sub>2</sub>. Estes componentes foram moídos e posteriormente transferidos a um cadinho de alumina e aquecidos num forno elétrico.

No primeiro estudo [20] os componentes moídos foram aquecidos a uma temperatura de 1250°C durante 4h numa rampa de aquecimento de 10°C/min e resfriado ao ar. Um segundo vidro, de mesma composição, foi produzido a partir de um aquecimento a 1500°C durante 4h na mesma rampa de aquecimento e resfriado rapidamente em água destilada. A cristalização de leucita foi investigada através de pastilhas das fritas que foram tratadas termicamente em diferentes temperaturas, 850 – 1120 °C, e tempos (10, 30, 60 120 e 180 min).

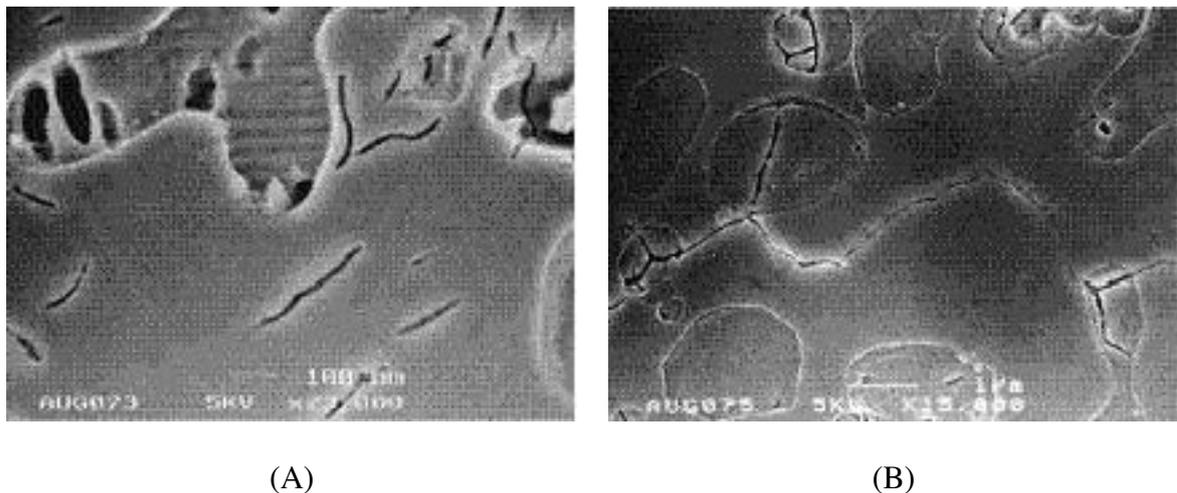
Em sua outra pesquisa[22], o tratamento térmico da cristalização e o tamanho de partícula da frita foram utilizados como controles no tamanho de cristais de leucita, na sua distribuição e fração volumétrica, objetivando a produção de uma vidro-cerâmica com finos cristais de leucita tetragonais distribuídos uniformemente na matriz vítrea.

À temperatura ambiente, a fase predominante da leucita é tetragonal. A mudança de fase passando de cúbica (alta leucita) para tetragonal (baixa leucita), no intervalo de 605-625°C, é acompanhada por uma variação significativa do volume e do coeficiente de expansão térmica ( $\alpha = 11 \times 10^{-6}$  a  $13 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  para  $\alpha = 20 \times 10^{-6}$  a  $25 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ), que geram uma tensão compressiva tangencial em volta dos cristais responsáveis pela neutralização da força motriz de formação de trincas[20].

Os mesmos autores, Cattell et al[20], dão ênfase à importância do óxido de titânio (TiO<sub>2</sub>), como agente nucleante. Segundo eles, ocorre uma significativa cristalização de leucita quando há uma elevada concentração de TiO<sub>2</sub> (4-8% em peso). Um outro óxido que é utilizado como agente nucleante é CeO<sub>2</sub>

## 2.4. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA – MEV

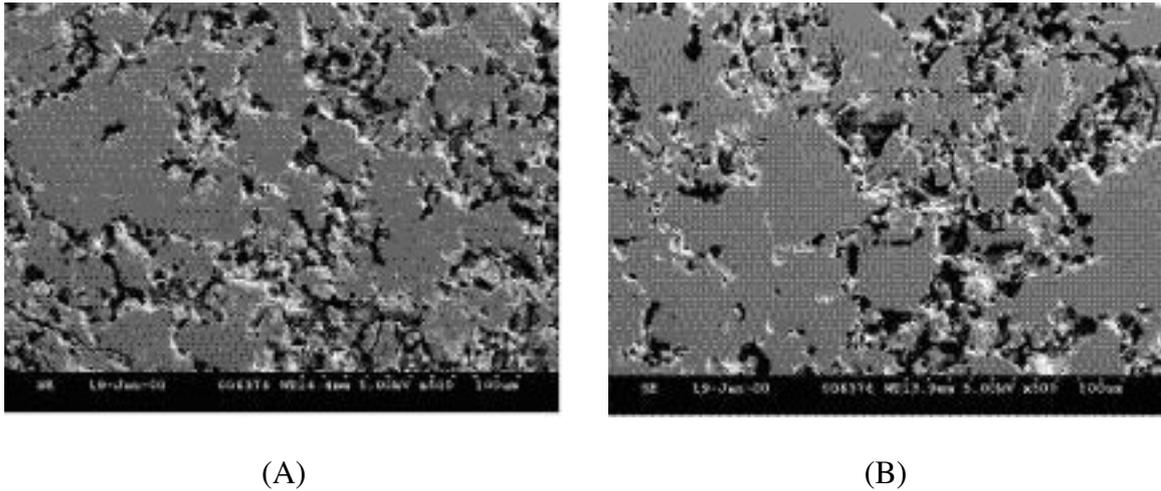
IPS Empress consiste de cristais uniformemente distribuídos de leucita tetragonal (diâmetro médio de  $1,7\mu\text{m}$ ), que estão dispersos numa matriz vítrea. Microtrinca é observada freqüentemente na matriz vítrea e menos nos grãos de leucita. Além disso, não há nenhuma tendência das micro-trincas coalescerem. Maclas (*Twinning*) de grãos de leucita são freqüentemente vistas. A propagação de trincas é tanto intergranular quanto transgranular[5] (Figura 8).



**Figura 8** – Micrografia eletrônica de varredura do IPS Empress atacada com 0,2 vol% de HF durante 1 min. (A) Combinações de cristais de leucita e microtrincas na matriz vítrea. (B) A trinca propaga através tanto da matriz quanto do cristal [5].

Investigações microestruturais revelam áreas vítreas grandes no IPS Empress antes e após o processamento e nenhuma diferença significativa do material referente ao tratamento térmico. A figura 9 corresponde a superfície do IPS Empress, atacadas com

ácido fluorídrico 9,5% durante 15 segundos e limpas em água destilada em um banho ultrassônico durante 5 minutos, antes e depois do processamento de prensagem a quente[6].

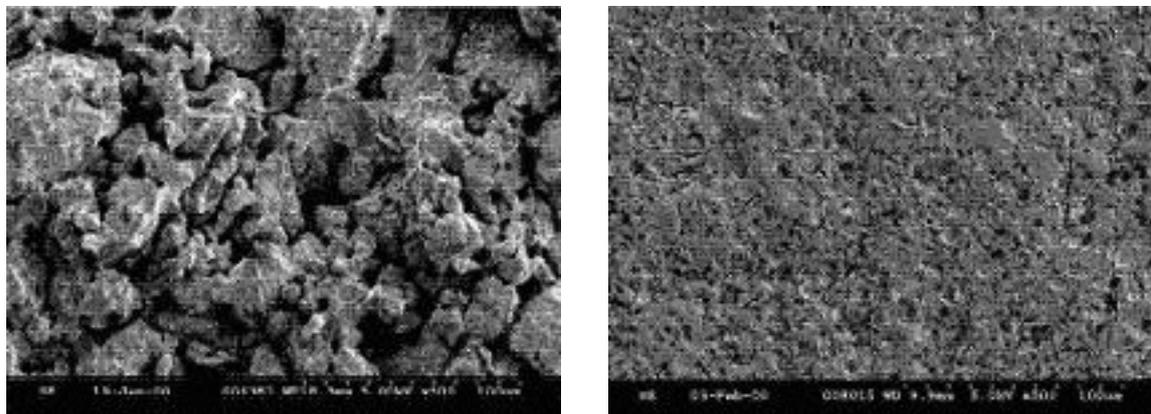


**Figura 9** – Micrografia eletrônica de varredura da superfície do IPS Empress atacada com ácido fluorídrico durante 15s. (A) Antes do tratamento térmico e (B) após o tratamento térmico[6].

Mudanças na fração volumétrica da leucita durante os ciclos de queima podem contribuir à tensão residual na porcelana e afetar a densidade das microtrincas. Um aumento de 5% na fração volumétrica da leucita na vidro-cerâmica Empress foi relatado após o ciclo de queima recomendado. Estes aumentos no teor da leucita foram cogitados por serem responsáveis pelo aumento da resistência flexural observada depois do tratamento térmico das amostras de Empress[9].

A análise microestrutural da vidro-cerâmica OPC permite observar grandes porções de pequenos cristais uniformemente dispersos. Há uma diferença significativa do material antes e depois do tratamento térmico. A microscopia eletrônica de varredura

antes do tratamento térmico revela o material como um compactado de pó cristalino onde a fase cristalina não pode ser observada (Figura 10) [6].



(A)

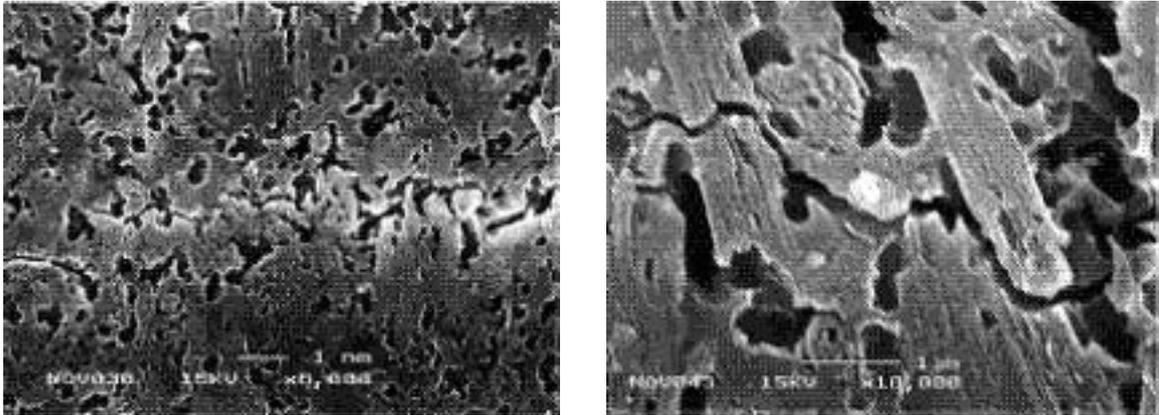
(B)

**Figura 10** – Micrografia eletrônica de varredura da superfície do OPC atacada com ácido fluorídrico a 9,5% durante 15s. (A) Superfície fraturada antes do tratamento térmico e (B) superfície do OPC depois do tratamento térmico [6]

O Empress 2 consiste de cristais alongados de dissilicato de lítio (comprimento médio  $5,2\mu\text{m}$  e diâmetro médio de  $0,8\mu\text{m}$ ). Observações de microscopia eletrônica de varredura de superfícies polidas e atacadas com 10% de ácido fluorídrico (figura 11) mostram a presença de faixas onde os cristais são alinhados e mais densos. Guazzato et al relatam que algumas imagens mostram que a trinca pode ser defletida por estas regiões aparentemente mais densas. Entretanto, em imagem com aumentos mais elevados pode ser observada uma trinca atravessando o cristal[5].

São poucos os artigos que relatam estudos microestruturais da vidro-cerâmica Finesse. Drummond et al pesquisaram as propriedades mecânicas de cerâmicas prensadas e constataram que a cerâmica Finesse All-Ceramic é composta de cristais de

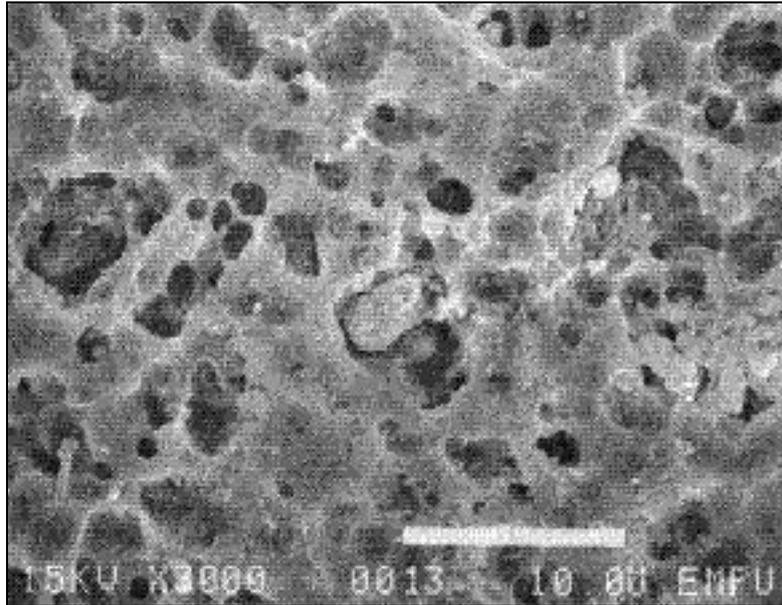
leucita distribuídos uniformemente na matriz. A figura 12 elucida uma superfície de Finesse prensada atacada com HF durante 5 segundos e polida [7].



(A)

(B)

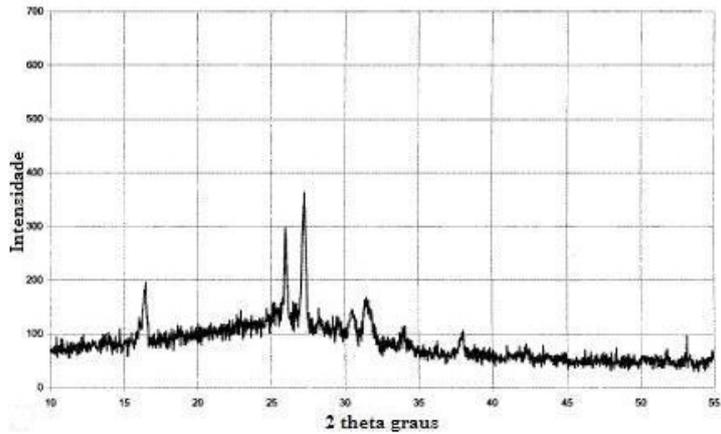
**Figura 11** – Micrografia eletrônica de varredura da superfície do Empress 2 atacada com 10 vol% de ácido fluorídrico numa faixa de tempo de 2 a 20 min. (A) Orientação preferida dos grãos que é perpendicular ao da trinca. (B) a trinca é defletida pelos cristais de dissilicato de lítio, dando uma mistura de impressão de trinca transgranular e intergranular [5]



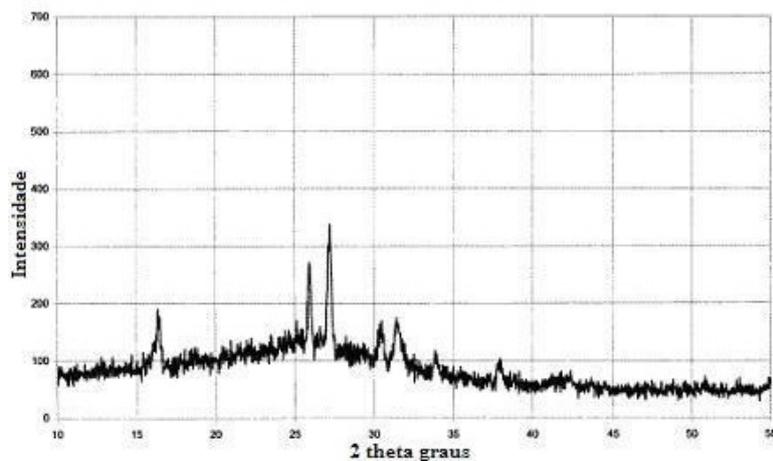
**Figura 12** – Micrografia eletrônica de varredura da superfície da Finesse prensada e atacada com ácido fluorídrico durante 5s[7]

## **2.5. DIFRAÇÃO DE RAIOS-X – DRX**

A fase cristalina de uma vidro-cerâmica pode ser analisada utilizando a técnica da difração de raios-X dos pós antes e depois do processo de prensagem a quente. A principal fase cristalina do IPS Empress é a leucita e os seus resultados indicaram que a quantidade de leucita não aumenta como um resultado do tratamento térmico[6,23]. Conseqüentemente, pode ser concluído que o IPS Empress alcançou sua cristalinidade máxima antes do processamento (figura 13) [6].



(A)



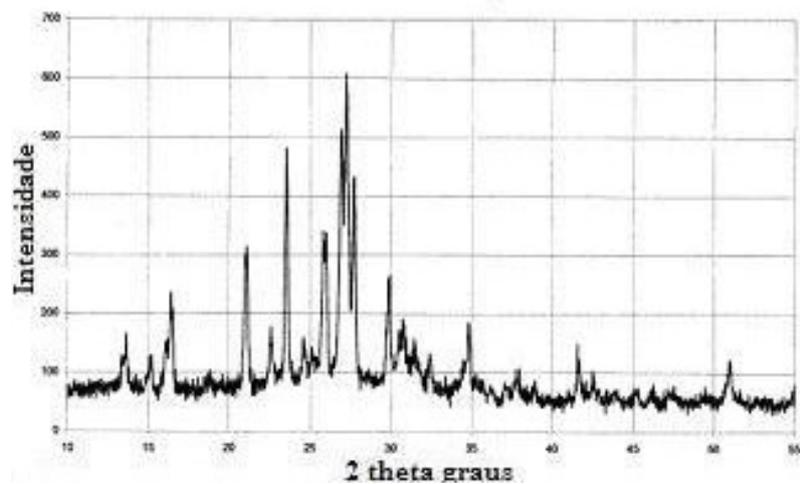
(B)

**Figura 13** – (A) Difratoograma de raio-X do IPS Empress antes do tratamento térmico, (B) difratoograma de raio-X do IPS Empress após o tratamento térmico [6].

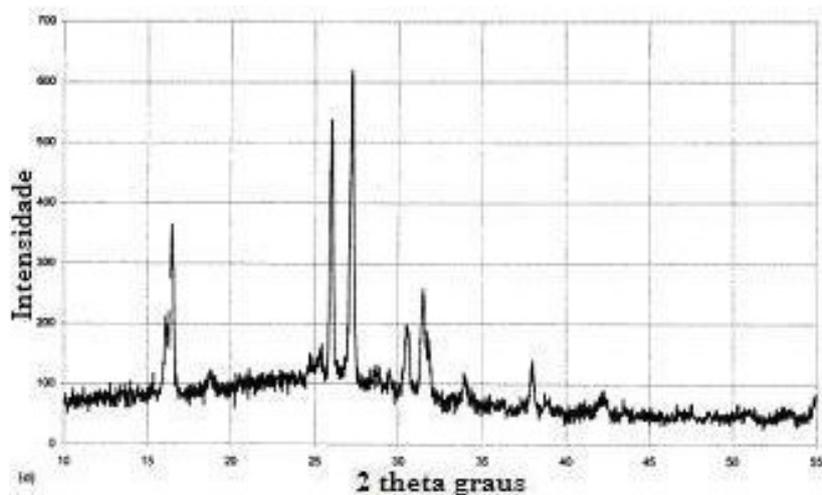
De acordo com Albakry et al, o DRX do IPS Empress revelou um elevado sinal amorfo, o que indicou o alto teor de vidro. Os principais picos foram detectados difração nos ângulos de 25.89, 27.22, 30.41, e 31.36 graus, com o pico dominante (alta intensidade) no 27.22 graus[23].

OPC é uma cerâmica leucítica, que é inicialmente um compacto de pó cristalino, mas é convertido em vidro-cerâmica após o processamento. A ausência de dispersão

amorfa, na difração do OPC antes do tratamento térmico indica que não é uma vidro-cerâmica neste momento, e que a fase vítrea também não pode ser visualizada na microscopia eletrônica. Há muitas fases cristalinas neste momento além da leucita, embora sua identificação não seja possível. Essas fases desaparecem uma vez que o material é tratado térmicamente e as posições dos picos que correspondem a leucita se tornam mais óbvias (figura 14) [6].



(A)



(B)

**Figura 14** - (A) Difratoograma de raio-X da OPC antes do tratamento térmico, (B) difratoograma de raio-X da OPC após o tratamento térmico[6]

## **2.6. PROPRIEDADES MECÂNICAS DAS VIDRO-CERÂMICAS**

Muitos materiais frágeis falham sob tensão devido a sua capacidade limitada de absorver uma quantidade substancial de energia de tensão elástica antes da fratura[24]. Cerâmicas e vidros são frágeis, apresentam elevada resistência à compressão e baixa resistência à tração, e falham numa tensão crítica muito baixa em aproximadamente 0,1 – 0,2%[25]. Por esta razão qualquer aumento na resistência e tenacidade pode somente ser alcançado por um aumento no módulo de elasticidade[26].

Cerâmicas dentárias são materiais frágeis, e as principais desvantagens destes materiais são manifestados em sua sensibilidade às falhas e defeitos, baixa resistência à tensão e tendência à falha catastrófica[24].

A falha clínica de restaurações totalmente cerâmicas é às vezes muito associada com a sua fragilidade e baixa tenacidade a fratura. A falta de estudos clínicos a respeito da última geração dos materiais conduziu aos fabricantes e aos técnicos dentais a colocar em grande ênfase as propriedades mecânicas para definir as indicações clínicas destes materiais. Nesta consideração, as mais relevantes propriedades mecânicas são a resistência e a tenacidade à fratura[5].

### **2.6.1- RESISTÊNCIA À FLEXÃO**

Os valores de resistência em cerâmicas são influenciados por diversos fatores, tais como distribuição da falha e metodologia do teste.

### 2.6.1.1. RESISTÊNCIA FLEXURAL A TRÊS PONTOS

A resistência flexural uniaxial ( $M$ ) pode ser mensurada com o teste a flexão a três pontos e calculada a partir da seguinte equação[27]:

$$M = \frac{3Wl}{2bd^2} \quad (1)$$

onde  $W$  é a carga de fratura (N);  $l$  é a extensão do teste (mm);  $b$  é a largura do espécime e  $d$  é a espessura do espécime.

Guazzato et al[5] realizaram um estudo com o objetivo de comparar a resistência flexural uniaxial de diferentes materiais cerâmicos. Em relação às duas cerâmicas prensadas testadas IPS Empress e Empress 2 (Ivoclar, Schaan, Liechtenstein), a resistência flexural a três pontos foi de 106 MPa e 306 MPa em média, respectivamente. As dimensões das barras ( $20 \times 4 \times 1,2 \text{ mm}^3$ ) testadas no ensaio mecânico obedeceram as normais da ISO 6872/95 para Cerâmicas Dentárias, assim como a velocidade de ensaio (0,5mm/minuto) e o espaço entre os apoios – *span* (14mm). Segundo a mesma pesquisa, o sucesso clínico do IPS Empress não pode ser explicado somente em base as suas propriedades mecânicas. Outros fatores, como *glazing*, pintura e cimentação adesiva, são propostos para explicar a resistência e o sucesso da restauração em serviço.

Drummond *et al* objetivaram em seu projeto a avaliação da resistência flexural de cerâmicas restauradoras com cargas estática e cíclica, incluindo os ensaios em água com o objetivo de uma maior representatividade com as condições da cavidade oral[7]. Os valores desse estudo estão citados na tabela 3. Nele observa-se que há uma diminuição de 15% na resistência flexural das vidro-cerâmicas quando testadas em água, o que já é conhecido que a umidade na ponta da trinca ajuda o crescimento da trinca.

**Tabela 3** – Resultados da literatura para resistência flexural a três pontos de vidro-cerâmicas prensadas a quente

<i>Vidro Cerâmica</i>	<i>Ensaio utilizado</i>	<i>Tamanho do Corpo de prova</i>	<i>Carga estática</i>	<i>Carga cíclica</i>
[7] Finesse Pressable	Três pontos	25x5x2,5 mm <sup>3</sup>	93,98 (7,48) ar	70,28 ( 7,41) ar
			86,88 (7,39) água	66,62 ( 6,52) água
[7] Empress	Três pontos	25x5x2,5 mm <sup>3</sup>	92,75 (15,00) ar	69,81 (7,27) ar
			78,37 (5,60) água	93,37(5,12) água
[7] OPC	Três pontos	25x5x2,5 mm <sup>3</sup>	96,81 (9,91) ar	68,67 (10,93) água
			80,76 (7,77) água	68,06 (11,86) água

### 2.6.1.2. RESISTÊNCIA FLEXURAL A QUATRO PONTOS

Resistência flexural é considerada geralmente como uma propriedade mecânica significativa para os materiais frágeis que são muito mais fracos na tensão do que na compressão. O teste de flexão a quatro pontos é um método de avaliar esta propriedade[10].

A resistência flexural a quatro pontos pode ser calculada a partir da seguinte equação[10]:

$$s = PL / wt^2 \quad (3)$$

onde  $P$  é a carga aplicada na fratura,  $L$  é o comprimento do *span* externo (total),  $w$  é a largura do espécime, e  $t$  é espessura do espécime.

Bona *et al* realizaram teste de flexão a quatro pontos cuja confecção dos corpos de prova foi baseado na ISO 6872, de dimensões de 25x4x1,2 mm<sup>3</sup>. As amostras foram polidas com alumina de granulação de 1µm e posteriormente limpas num banho ultrassônico em água destilada. A velocidade de ensaio de 0,5 mm/min. Os testes dessa pesquisa foram realizados com as amostras imersas em água destilada numa temperatura de 37°C e os resultados obtidos foram de 84,5 MPa e 215 MPa para o IPS Empress e o Empress 2, respectivamente[10].

Em um outro estudo, Tinschert et al. compararam a resistência flexural a quatro pontos de cerâmicas processadas em laboratório. As amostras testadas cujas dimensões eram 1,5 x 3,0 x 30,0 mm<sup>3</sup> foram produzidas de acordo com a norma DIN ENV 843-1(1995). Trinta (30) espécimes de IPS Empress foram testados e a média da resistência flexural a quatro pontos foi de 83,9 MPa com um desvio padrão de 11,3 MPa[28].

### 2.6.1.3. RESISTÊNCIA FLEXURAL BIAXIAL

A resistência flexural biaxial utiliza espécimes em forma de discos, fabricados a partir da técnica da cera perdida. Os discos ficam posicionados, simetricamente, sobre três esferas de aço[6]. Nos trabalhos de Gorman *et al* [6] e Albakry *et al* [23,24] a tensão máxima, que corresponde à resistência biaxial flexural, foi calculada de acordo com a norma da ASTM F 394-78 como segue abaixo:

$$S = - 0,2387 P (X - Y) / d^2 \quad (4)$$

onde  $S$  é a tensão máxima,  $P$  é a carga na fratura, e  $d$  é a espessura do espécime.  $X$  e  $Y$  foram determinados a partir das seguintes equações:

$$X = (1+\nu) \ln (B / C)^2 + [(1-\nu) / 2] (B / C)^2 \quad (5)$$

$$Y = (1+\nu) [ 1 + \ln (A / C)^2] + (1-\nu) (A / C)^2 \quad (6)$$

onde  $\nu$  é a razão de Poisson,  $A$  é o raio do círculo de sustentação,  $B$  é o raio da ponta do pistão, e  $C$  é o raio do espécime. Na tabela 4 estão citados os resultados da resistência flexural biaxial encontrados nesses trabalhos.

**Tabela 4** - Resultados da literatura para resistência biaxial de vidro-cerâmicas prensadas a quente

	<i>Vidro-cerâmica</i>	<i>Ensaio utilizado</i>	<i>Dimensões da amostra</i>	<i>Valor em MPa (desvio padrão)</i>
[6]	Empress	Biaxial	20 mm x 1,5mm	134,40 (11,50)
[6]	OPC	Biaxial	20 mm x 1,5mm	153,60 (17,80)
[23]	IPS Empress	Biaxial	14 mm x 1,1mm	175,00 (32,00)
[23]	Empress 2	Biaxial	14mmx1,1 mm	407,00 (45,00)

A resistência à fratura das vidro-cerâmicas dentais reforçada por leucita é melhorada geralmente pelos seguintes fatores[8]:

- Distribuição homogênea dos cristais de leucita na matriz vítrea: melhor homogeneidade, menor o tamanho da falha;
- Elevado teor quantitativo de leucita: por causa da diferença no coeficiente de expansão térmica entre a leucita tetragonal (20 – 25 x

$10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ ) e a matriz vítrea ( $8 - 13 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ ), a tensão compressiva nesse último é aumentado com o aumento da quantidade de leucita. O elevado teor de leucita é além disso automaticamente ligado a um elevado coeficiente de expansão térmica da cerâmica inteira;

- Porcentagem elevada do crescimento de leucita em relação ao máximo crescimento possível: quanto maior o crescimento possível de leucita teoricamente, menos potássio está situado na matriz vítrea. O coeficiente de expansão térmica da fase amorfa é assim diminuído e a diferença entre o (fixo) coeficiente de expansão térmica da leucita tetragonal torna-se maior. A tensão compressiva na matriz, e conseqüentemente toda resistência à tensão, aumenta.

Componentes cerâmicos estão sempre carregados por tensão residual devido ao processo de fabricação. Durante a sinterização e subsequente resfriamento, o componente cerâmico é carregado por tensão residual mediante a sua microestrutura não homogênea e por causa da distribuição aleatória da população de defeitos microscópicos. Tensão residual adicional será induzida quando a superfície da cerâmica sinterizada for lixada e polida. Fisher *et al* recomendam recozer a vidro-cerâmica que será caracterizada mecanicamente a uma temperatura de 100K abaixo da temperatura de transição vítrea, antes do teste, para determinar o ‘verdadeiro’ valor mecânico que não é influenciado pela tensão residual possível[29].

## 2.6.2 – DUREZA

Dureza é considerada uma importante propriedade quando comparamos materiais restauradores. É uma medida de resistência da indentação ou penetração superficial permanente. Segundo Albakry *et al* o significado da medição da dureza na odontologia restauradora é que ela delinea a abrasividade do material ao qual a dentição natural pode ser submetida[24].

A dureza de um material pode ser calculada usando a seguinte equação[6,30]:

$$H = P / 2a^2 \quad (7)$$

onde  $P$  é igual à carga do indentador e  $a$  é a metade do comprimento do indentador (mm).

Gorman *et al* mensuraram a dureza do IPS Empress e OPC através da técnica de indentação Vickers com uma carga de 300g durante 15 segundos e obtiveram 6,94(0,79) e 7,28(0,62) GPa, respectivamente[6]. Este e outros valores de dureza estão citados na tabela 5.

**Tabela 5** - Resultados da literatura de dureza Vickers de vidro-cerâmicas prensadas a quente

	<i>Vidro cerâmica</i>	<i>Tipo de indentação</i>	<i>Carga aplicada</i>	<i>Tempo de aplicação</i>	<i>Dureza</i>
<i>[6]</i>	IPS Empress	Vickers	300g	15 segundos	6,94 (0,79)
	OPC	Vickers	300g	15 segundos	7,28 (0,62)
<i>[5]</i>	IPS Empress	Vickers	*	*	6,5 (0,4)
	Empress 2	Vickers	*	*	5,3 (0,2)
<i>[24]</i>	IPS Empress	Vickers	1,5 N *	*	6,6 (0,4)
	Empress 2	Vickers	1,54 N*	*	5,3 (0,2)
<i>[31]</i>	IPS Empress	Vickers	9,8 N	-	5,9
	Empress2	Vickers	9,8 N	-	6,3

\*a dureza foi mensurada de acordo com a norma ASTM C 1327-99

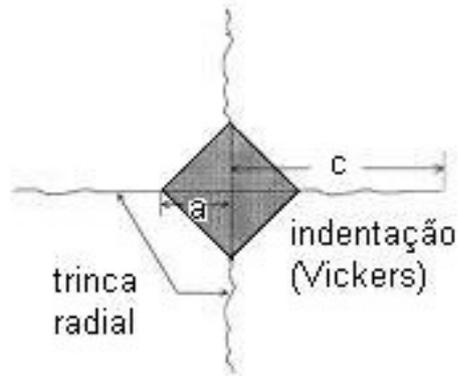
### 2.6.3 - TENACIDADE À FRATURA

Tenacidade à fratura é definida como o nível crítico da intensidade da tensão em que uma falha começa a crescer, e indica a capacidade do material em resistir à propagação rápida da trinca e sua conseqüente falha catastrófica. Uma das mais importantes características da tenacidade à fratura é a sua capacidade de indicar a utilidade do material na cavidade oral[24,30]. Um pequeno aumento na tenacidade à fratura pode conduzir a um grande aumento na capacidade do material de absorver a energia elástica[25].

O teor de leucita está diretamente relacionado com o valor da tenacidade à fratura. César *et al* mostraram que existe uma relação positiva entre a tenacidade à fratura e o teor de leucita, o que significa que quanto maior o teor de leucita, maior é a resistência à propagação de trinca[32].

### **2.6.3.1. TENACIDADE À FRATURA POR INDENTAÇÃO (IF)**

Como uma alternativa de testes convencionais de tenacidade à fratura, a técnica de tenacidade à fratura por indentação (IF) foi estabelecida como um procedimento apropriado em aproximações de  $K_{Ic}$  para materiais frágeis. Uma exatidão de 10% pode ser obtida quando o módulo de Young (E) for conhecido, ou 30% quando E for desconhecido. Na técnica IF, falhas de controlado tamanho, forma e localização são introduzidas dentro da amostra permitindo assim a caracterização do processo de fratura. Esta técnica requer uma medida direta do tamanho da trinca radial/mediana obtidas da indentação Vickers em cargas no excesso da carga crítica ( $P_c$ ) onde fissuras envolta da indentação começam, como demonstrada na figura 15[30].



**Figura 15** – Representação esquemática da indentação Vickers, mostrando características das trincas radial/mediana  $c$  e  $a$ [30].

A aplicação da técnica IF no estudo do comportamento e das propriedades de materiais frágeis é especialmente apropriada devido às dimensões pequenas do corpo de prova e ao fato do crescimento da trinca ser similar às trincas esperadas em condições clínicas[24].

A seguinte equação é usada para calcular a tenacidade à fratura ( $K_{Ic}$ )[6,24,30]:

$$K_{Ic} = 0,016 (E/H)^{1/2} (P/c)^{3/2} \quad (8)$$

onde  $H$  é a dureza,  $E$  o módulo elástico,  $P$  a carga indentada aplicada, e  $c$  o comprimento da trinca medida a partir do centro da indentação.

Numa comparação entre as vidro-cerâmicas prensadas a quente OPC e Empress, Gorman *et al* obtiveram valores de  $1,36 \text{ MPa m}^{0,5}$  e  $1,33 \text{ MPa m}^{0,5}$  respectivamente[6].

Albakry *et al* avaliaram duas técnicas de medir tenacidade à fratura (IF e IS) do IPS Empress e Empress 2 em barras e discos, e relataram que IPS Empress demonstrou similar valor de tenacidade usando diferentes técnicas[24]. Outros valores de tenacidade à fratura por indentação  $\text{MPa m}^{0,5}$  estão listados na tabela 6.

**Tabela 6** - Resultados da literatura de tenacidade à fratura IF de vidro-cerâmicas prensadas a quente

	<i>Vidro-Cerâmica</i>	<i>Tenacidade à fratura (<math>\text{MPa m}^{0,5}</math>)</i>
<i>[6]</i>	OPC	1,36
	IPS Empress	1,33
<i>[24]</i>	IPS Empress	1,26 (0,1)
	Empress 2	1,53(0,2) trincas longas
		1,16(0,2) trincas curtas

### 2.6.3.2. TENACIDADE A FRATURA POR RESISTÊNCIA (IS)

A técnica de resistência à indentação (IS) é considerada uma técnica em dois tempos (1) uma introdução de uma falha por uma indentação de microdureza e (2) uma fratura controlada em um teste de barras (3 ou 4 pontos) ou um teste biaxial com discos. Não existe uma necessidade de determinar o tamanho inicial da falha. A trinca irá se estender estável durante o teste de fratura subsequente em resposta à carga externa e aos campos de tensão residual associados com a indentação até que alcance um tamanho crítico em que a falha catastrófica do ponto ocorrerá[30].

Albakry *et al* avaliaram a tenacidade à fratura a partir de duas técnicas de fratura: biaxial e resistência flexão a três pontos. IPS Empress foi o material que demonstrou uma similaridade dos seus resultados[24]. Os resultados desse estudo e de outros estudos estão presentes na tabela 7.

A tenacidade à fratura tanto para barras quanto discos foram calculados a partir da seguinte equação[24]:

$$K_{Ic} = 0,59(E/H)^{1/8} (S_f P^{1/3})^{3/4} \quad (9)$$

onde 0,59 é uma constante geometrical,  $E$  é o módulo elástico,  $H$  é a dureza,  $S_f$  é a tensão de fratura, e  $P$  é a carga de indentação.

**Tabela 7** - Resultados da literatura de tenacidade à fratura IS de vidro-cerâmicas prensadas a quente

	<i>Vidro-cerâmica</i>	<i>IS três pontos</i>	<i>IS biaxial</i>
[5]	IPS Empress	1,2 ( 0,14)	-
[5]	Empress 2	2,9 (0,51)	-
[24]	IPS Empress	1,39 (0,3)	1,32 (0,3)
[24]	Empress 2	3,14 (0,5)	2,50 (0,3)

Drummond *et al* [7] realizaram medições de tenacidade à fratura pela técnica IS de vidro-cerâmicas tanto em ar quanto em água. Neste trabalho foi concluído que a tenacidade à fratura das vidro-cerâmicas prensadas a quente reforçadas com leucita tiveram seus valores numa faixa de 1,2 – 1,9 MPa/m<sup>0,5</sup>, exceto a disilicato de lítio – Empress 2 – que foi de 2,7 MPa/m<sup>0,5</sup>. A tabela 8 mostra os valores de tenacidade à fratura da vidro-cerâmica Finesse All-ceramic obtidas neste estudo.

**Tabela 8** - Resultados da literatura de tenacidade à fratura IS da vidro-cerâmica Finesse All-ceramic

<i>Finesse All-ceramic</i>	<i>Tenacidade à fratura</i> (MPa/m <sup>0,5</sup> )
<i>Ar</i>	1,23 (0,15)
<i>Água</i>	1,01 (0,32)

## 2.7 . CONCLUSÕES DA REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

O interesse de dentistas, técnicos laboratoriais e pacientes em materiais totalmente cerâmicos está rapidamente crescendo assim como fortes e rígidos materiais são desenvolvidos e comercializados junto com tecnologias de processamento modernas. Atualmente, uma larga escala de materiais e sistemas estão disponíveis. Entretanto, relativamente pouco é conhecido sobre suas microestruturas e mecanismos de tenacificação e a relação entre eles e as propriedades mecânicas das correspondente cerâmicas[5].

A falha clínica das restaurações totalmente cerâmicas é às vezes associada com sua fragilidade e baixa tenacidade à fratura. Inúmeros estudos em materiais cerâmicos dão ênfase nas propriedades mecânicas para definir a indicação clínica destes materiais.

Como já foi dito na revisão, a resistência é influenciada por diversos fatores, como a distribuição de falhas e a metodologia do teste utilizado, o que faz a comparação dos resultados inapropriada.

A vidro-cerâmica Finesse All-ceramic da Dentsply é uma representativa cerâmica prensada a quente. São poucos os trabalhos encontrados na literatura que relatam as propriedades da Finesse. Com isso, há uma grande necessidade de uma maior caracterização de suas propriedades mecânicas para que possa ter uma correta indicação clínica. É importante ressaltar que os testes a serem realizados devem obedecer normas técnicas de confecção de espécimes específicas para cerâmicas dentais, assim como as recomendações do fabricante no seu processamento.

Além disso, sabendo que a demanda interna brasileira aumenta cada vez mais em busca de novos materiais cerâmicos, é de extrema importância o desenvolvimento desses materiais com insumos nacionais, já que, praticamente em sua totalidade, as cerâmicas odontológicas são importadas.

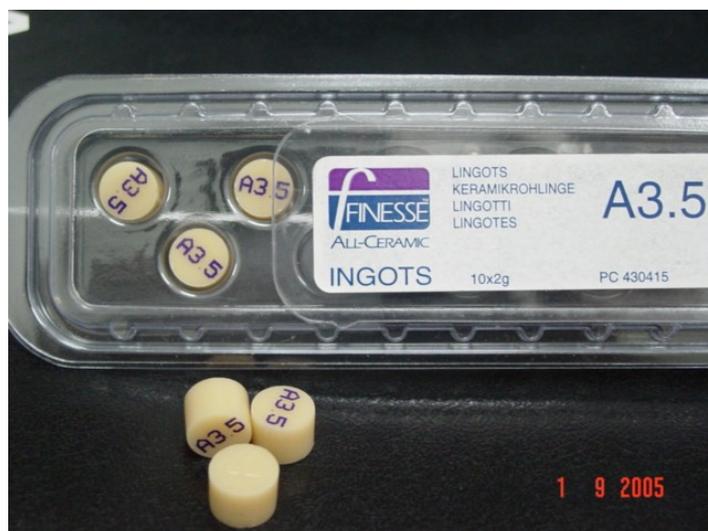
Por isso, o presente trabalho teve como objetivos principais: (1) aprofundar os estudos da vidro-cerâmica Finesse All-ceramic (Dentsply) quanto as suas propriedades química e mecânica; (2) o desenvolvimento de uma vidro-cerâmica feldspática reforçada com cristais de leucita fabricada com matéria-prima brasileira tomando como

base a vidro-cerâmica Finesse All-ceramic, e , em consequência, desenvolver uma metodologia e estímulo para produção de materiais cerâmicos odontológicos; e (3) sintetizar cristais de leucita tetragonal com matéria-prima brasileira.

## 3. MATERIAIS E MÉTODOS

### 3.1. FINESSE ALL-CERAMIC® (DENTSPLY)

A primeira etapa da pesquisa consistiu na caracterização química e mecânica da vidro-cerâmica Finesse All-Ceramic® da Dentsply (figura 16). Os lingotes, de lote 370599 e cor A3,5, foram adquiridos de uma revendedora da Dentsply.



**Figura 16** – Pastilhas da vidro-cerâmica Finesse All-Ceramic

#### 3.1.1. ANÁLISE QUÍMICA

A análise química da vidro-cerâmica Finesse All-Ceramic foi obtida por uma varredura semiquantitativa em uma fluorescência de raio X, modelo S-4 Explorer, da *Bruker-axs* do Brasil, equipada com tubo de ródio.

### **3.1.2. MEDIDAS DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (DRX)**

A estrutura cristalográfica da Finesse All-Ceramic foi determinada por meio de um difratômetro da marca *Bruker-AXS D5005*, radiação CoKa (35kV/40mA); 2 $\theta$  por passo, com tempo de contagem de 1s por passo e coletado de 5 a 80° 2 $\theta$ . A interpretação qualitativa de espectro foi efetuada por comparação com padrões contidos no banco de dados PDF02 (ICDD, 1996) em *software Bruker DiffracPlus*.

### **3.1.3. MICROESTRUTURA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)**

Análise micrográfica da vidro-cerâmica foi evidenciada por meio de um microscópio eletrônico de varredura da marca JEOL 6460LV; utilizou-se imagens por elétrons secundários e retroespalhados, com 15 KV. Além das imagens, a superfícies das amostras também foram analisadas por Espectrometria de Energia Dispersiva (EDS) no equipamento NORAN SYSTEM SIX 200, para caracterizar a presença de determinados elementos químicos nos materiais. Ácido fluorídrico foi utilizado para atacar a superfície das vidro-cerâmicas com objetivo de evidenciar a fase cristalina do material.

### **3.1.4. MICRODUREZA VICKERS**

A microdureza das amostras foi determinada pelo uso da técnica de penetração Vickers. Nesta técnica, a determinação da microdureza está baseada no tamanho da

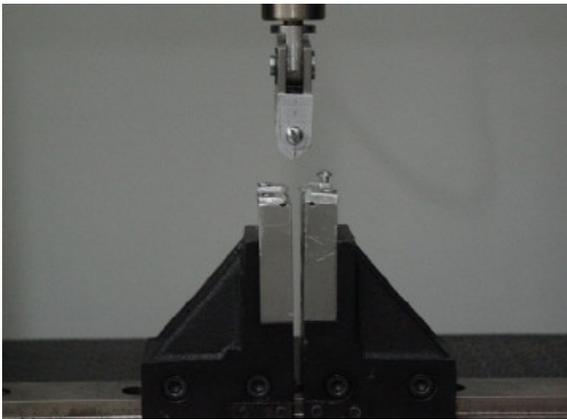
impressão causada na superfície do material pela carga aplicada no penetrador de diamante. Este penetrador tem forma piramidal, com seção quadrada. As impressões de microdureza, n=10, foram feitas em um Micro-durômetro Leitz Duremiter 2, com cargas variadas.

### **3.1.5. RESISTÊNCIA À FLEXÃO 3 PONTOS**

A resistência à flexão 3 pontos foi realizada de acordo com as diretrizes da ISO 6872[27], em máquina de ensaios mecânicos da marca EMIC modelo DL 1000, São José dos Pinhas, Brasil (figura 17), com velocidade de 0,5 mm/s. As barras foram confeccionadas pela técnica da cera perdida e a prensagem de acordo com as recomendações do fabricante.



(a)



(b)



(c)

**Figura 17** – EMIC modelo DL 1000 acoplada no computador (a), dispositivo de ensaio flexural a 3 pontos (b), detalhe dos apoios inferiores (c).

### **3.1.6. CONFECÇÃO DOS PADRÕES EM CERA**

Para obtenção das barras em cera, foram confeccionados padrões em acrílicos (figura 18). Da posse desses padrões, moldes de polivinilsiloxano Elite Double 8

(Zhermack, Itália) foram obtidos com as dimensões equivalentes aos padrões em acrílicos (figura 19).



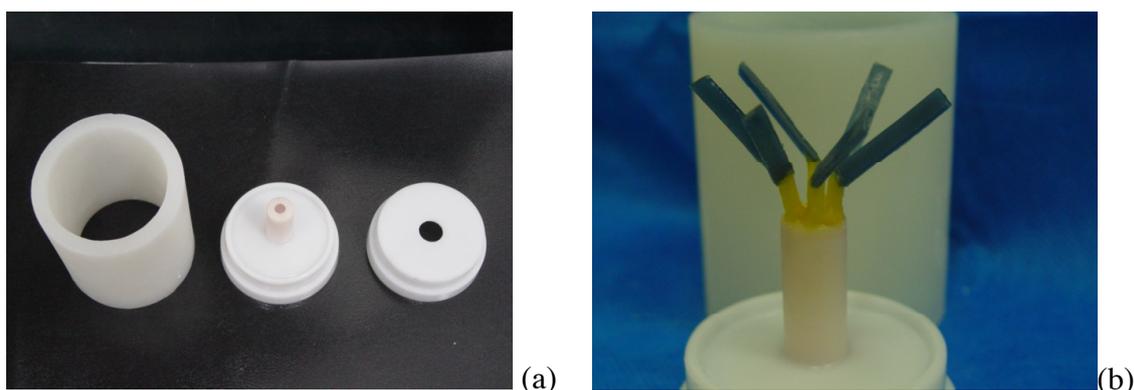
**Figura 18** – Padrões em acrílico

Os modelos de cera (Renfert) foram confeccionados pelo derretimento da cera, que foi depositada no molde de silicona, adquirindo assim o formato desejado.



**Figura 19** – Molde de polivinilsiloxano, Elite Double 8.

As barras em ceras foram fixadas no conjunto de embutimento obedecendo as recomendações do fabricante (figura 20). O *sprue* utilizado foi de diâmetro de 3 mm e com comprimento entre 6 – 8 mm. A distância entre as peças foi de no mínimo de 3 mm.



**Figura 20** – Conjunto de embutimento – anel de estabilizador, base de *sprue*, anel nivelador (a), barras em cera fixadas (b).

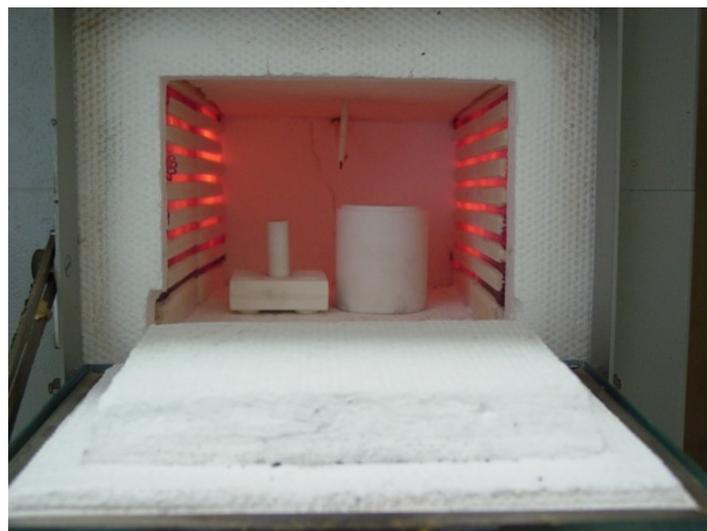
O revestimento utilizado foi o fosfatado Gilvest HS, importado pela Servo dental do Brasil na seguinte proporção: para cada 160g de pó de revestimento utilizou-se 40 mL de líquido.

A mistura formada foi homogeneizada, manualmente por 15 s e por 45 s no espatulador a vácuo (figura 21); em seguida, foi depositada no conjunto de embutimento (anel estabilizador, base de *sprue* e anel nivelador), já com o modelo de cera devidamente limpo e seco. Esse sistema foi colocado em repouso por 30 min para que ocorresse o endurecimento do revestimento, para finalmente ser retirado o conjunto de embutimento.



**Figura 21** – Espatulador a vácuo

O êmbolo de alumina utilizado na prensagem e o revestimento endurecido foram encaminhados ao forno de mufla, à temperatura de 850°C, por um período de 60 min para que ocorresse a eliminação da cera. De acordo com as recomendações do fabricante, as pastilhas de Finesse não foram pré-aquecidas (figura 22).

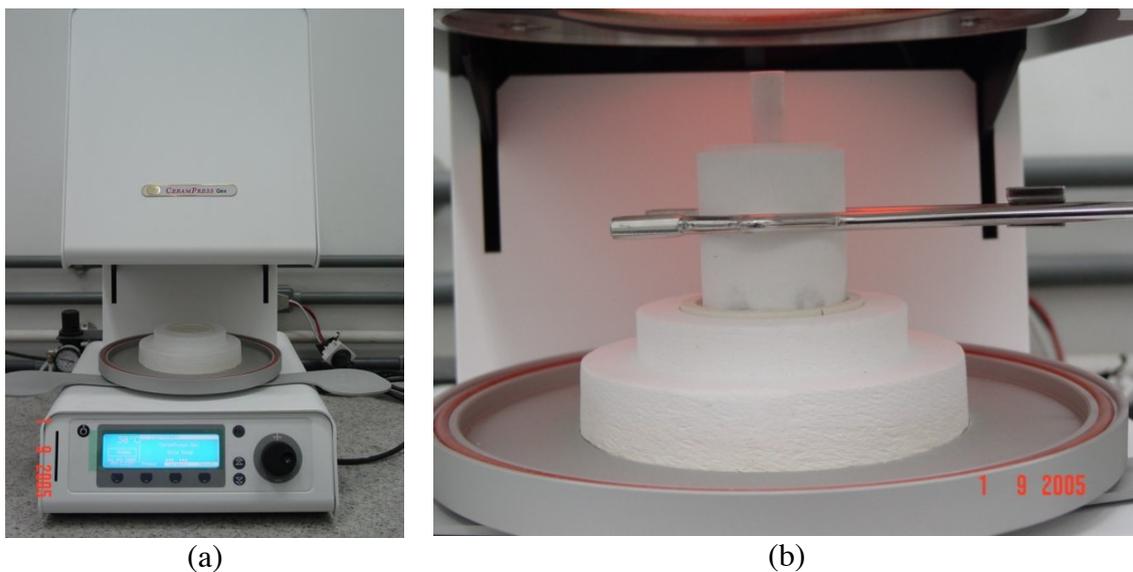


**Figura 22** – Forno de mufla – revestimento e êmbolo de alumina durante a eliminação da cera

Após a eliminação da cera, pastilhas de Finesse All-Ceramic foram colocadas dentro do revestimento (figura 23) e todo o conjunto (revestimento, pastilhas e êmbulo de alumina) foi encaminhado ao forno Ceram Press da NEY, com a temperatura inicial de 700°C e taxa de aquecimento de 60°C/min e mantido à temperatura de 930°C por 27 min, sendo que neste patamar a prensagem ocorreu por 7 min, com pressão de 5 bar (figura 24).

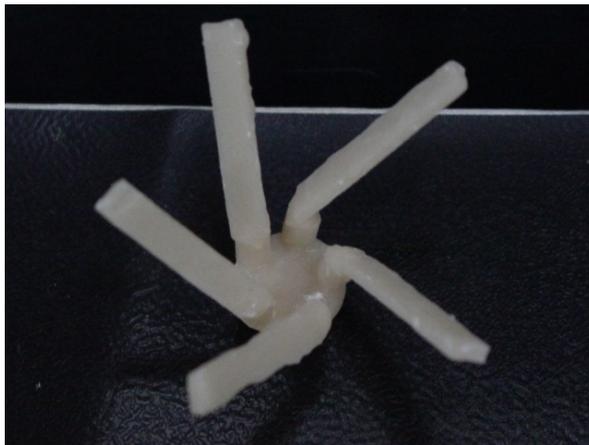


**Figura 23** – Pastilhas de Finesse All-Ceramic colocadas no revestimento



**Figura 24** - Ceram Press da NEY (a) e conjunto – revestimento e êmbulo de alumina - sendo colocados no forno para prensagem

Após o processo de prensagem a quente, o conjunto foi retirado do forno e resfriado ao ar. A remoção do revestimento foi realizada com o processo de jateamento de esferas de vidro ( $50\mu\text{m}$ ) numa pressão de 60 psi e nas margens das barras de 20 psi (figura 25).



**Figura 25** – Barras de Finesse após a remoção do revestimento

### **3.2. SÍNTESE DE LEUCITA**

Cristais de leucita foram sintetizados com duas fontes de matéria-prima. A primeira delas utilizou o feldspato da mineração Ubaeira, localizada no estado da Paraíba, caulim, da Caulisa, e carbonato de potássio,  $\text{K}_2\text{CO}_3$ . A composição química do feldspato de do caulim estão descritos nas tabelas 9 e 10 respectivamente.

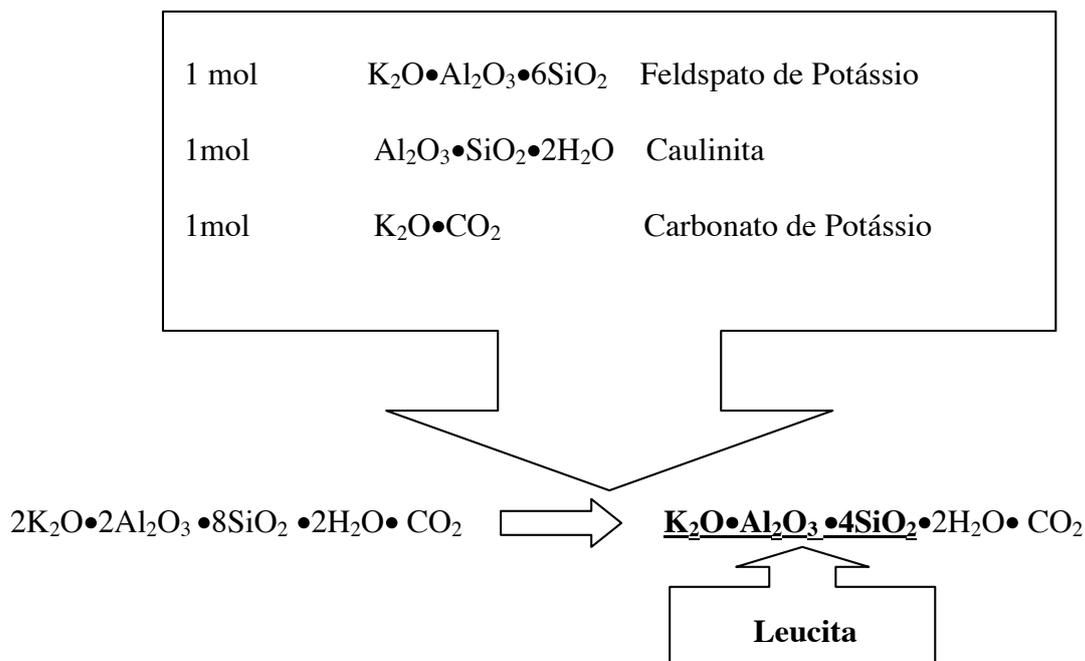
**Tabela 9** – Composição (% em peso) do Feldspato da mineração Ubaeira

<i>Composto</i>	<i>Composição (%)</i>
<i>SiO<sub>2</sub></i>	66.00
<i>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></i>	18.50
<b>CaO</b>	0.10
<i>Na<sub>2</sub>O</i>	3.30
<i>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></i>	0.37
<i>K<sub>2</sub>O</i>	11.50
<i>Rb<sub>2</sub>O</i>	0.10
<b>PF</b>	0.19

**Tabela 10** – Composição (% em peso) do caulim da Caulisa

<i>Composto</i>	<i>Composição (%)</i>
<i>SiO<sub>2</sub></i>	47.00
<i>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></i>	38.00
<b>CaO</b>	0.03
<i>K<sub>2</sub>O</i>	0.76
<i>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></i>	0.20
<i>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></i>	0.08
<b>PF</b>	13.60

A quantidade de matéria-prima utilizada (em gramas) para obter cristais de leucita foi de 13,64g de feldspato da Ubaeira, 6,38g de caulim e 3,455g de  $K_2CO_3$ . O esquema (figura 26) abaixo demonstra a reação química e a formação da leucita.



**Figura 26** – Desenho esquemático da reação química e a formação de leucita

Os componentes acima foram misturados e moídos num cadinho e esferas (10mm de diâmetro) de ágata durante 1 h numa rotação de 300 rpm. Em seguida foi levada para um forno de mufla à temperatura de 1530 °C por 2h numa taxa de aquecimento de 10°C/min. Após a fusão do material, o material foi resfriado até temperatura ambiente dentro do próprio forno.

Outra forma de sintetizar cristais de leucita foi através da mistura de pós sintéticos de 1 mol de  $K_2O$ , 1 mol de  $Al_2O_3$  e 4 moles de  $SiO_2$ . A quantidade de

matéria-prima (em gramas) foi a seguinte: 6,908g de  $K_2O$ , 5,1g de  $Al_2O_3$  e 12g de  $SiO_2$ . Da mesma forma anteriormente citados, os componentes também foram misturados, moídos e fundidos.

As amostras das duas formas foram analisadas do DRX e MEV.

### 3.3. SÍNTESE DE VIDRO-CERÂMICA REFORÇADA POR LEUCITA

#### 3.3.1. PREPARAÇÃO DA VIDRO-CERÂMICA EXPERIMENTAL – FRITA COM\_01

Como matéria-prima principal para produção de vidro-cerâmica dental foi utilizado, além do feldspato da mineração Ubadeira (Paraíba), o feldspato da mineração Armil, localizada no estado do Rio Grande do Norte (tabela 11).

**Tabela 11-** Composição (% em peso) do Feldspato da mineração Armil

<i>Composto</i>	<i>Composição (%)</i>
<i>SiO<sub>2</sub></i>	66.00
<i>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></i>	20.00
<i>CaO</i>	0.26
<i>Na<sub>2</sub>O</i>	5.90
<i>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></i>	0.34
<i>K<sub>2</sub>O</i>	5.50
<i>Rb<sub>2</sub>O</i>	0.07
<i>NiO</i>	0.11
<i>PF</i>	1.30

A primeira fritta foi preparada a partir do Feldspato Armil e a adiço das seguintes materia-primas:  $Al_2O_3$ ,  $K_2CO_3$ ,  $NaHCO_3$ ,  $BaO$ ,  $CaO$ ,  $ZnO$  e  $TiO_2$ . A quantidade de materia-prima utilizada (em gramas) para obter a fritta Com\_01 pode ser observada na tabela 12.

**Tabela 12** – Composiço (em gramas) da fritta Com\_ 01

<i>Fritta Com_01</i>	<i>Composiço (g)</i>
<i>Feldspato Armil</i>	19,128
<i><math>Al_2O_3</math></i>	0,234
<i>CaO</i>	0.334
<i><math>NaHCO_3</math></i>	0,371
<i>BaO</i>	0,234
<i><math>K_2CO_3</math></i>	1,473
<i>ZnO</i>	0,01478
<i><math>TiO_2</math></i>	0,0432

A mistura dos pos foi homogeneizada e moida num moinho de bolas, com jarro e esferas (10mm de diametro) de agata durante 1h numa rotaço de 300 rpm.

A fuso da mistura da porcelana foi realizada em duas temperaturas 1530 e 1450°C, numa taxa de aquecimento de 10°C/min, por 2 h. Apos, o vidro liquido foi resfriado rapidamente em gua bidestilada. A fritta Com\_01 foi ento moida durante 2h.

### **3.3.2. ANÁLISE TÉRMICA DIFERENCIAL**

Amostras do pó da frita Com\_01 foram examinadas pela análise térmica diferencial (DTA) com o objetivo de estudar a cinética da sua cristalização à leucita. Cada amostra foi pesada e colocada dentro de cadinho de platina, enquanto alumina foi mantida no outro cadinho como material referência. As amostras foram analisadas mediante seu aquecimento entre 23 e 1000°C usando rampas de 5, 10 e 20°C/min.

### **3.3.3. ESTUDO DA CRISTALIZAÇÃO**

Quantidades maiores de amostras da frita foram então moídas durante 2 horas num jarro com esferas de ágata (de 10mm de diâmetro), e pastilhas foram obtidas a partir da prensagem uniaxial de 1,0g de frita numa pressão de 2 bar durante 60 segundos num molde de aço inoxidável. As pastilhas verdes foram removidas do molde e tratadas termicamente num forno elétrico de mufla segundo dois diferentes históricos térmicos: (a) rampa de 10°C/min com patamar de 1h a 650°C + rampa de 10°C/min e patamar de 1h a 1000°C; (b) rampa de 10°C/min e patamar de 1h a 1000°C (tabela 13). Em ambos os casos, o resfriamento da amostra foi rápido, mediante retirada do forno e imediato mergulho em água fria bidestilada, a fim de “congelar” o específico estado cristalizado da amostra.

**Tabela 13** – Tratamento térmico realizado na frita Com\_01

<i>Frita</i>	
<b>1450</b>	10°C/min - 1000°C/1h 10°C/min - 650°C/1h - 10°C/min - 1000°C/1h
<b>1530</b>	10°C/min - 1000°C/1h 10°C/min - 650°C/1h - 10°C/min - 1000°C/1h

### 3.3.4. ANÁLISE DE DIFRAÇÃO DE RAIO-X

Os difratogramas de raios X (DRX) das amostras, obtidos pelo método do pó, foram coletados usando equipamento Bruker-AXS D5005 equipado com espelho de Goebel para feixe paralelo de raios X, nas seguintes condições de operação: radiação Co K $\alpha$  (35kV, 40mA); velocidade do goniômetro de 0,02° 2 $\theta$  por passo com tempo de contagem de 1,0 segundo por passo e coletados de 5 a 80° 2 $\theta$ . As interpretações qualitativas de espectro foram efetuadas por comparação com padrões contidos no banco de dados PDF02 (ICDD, 1996) em software Bruker Diffrac<sup>Plus</sup>.

### 3.3.5. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

As amostras tratadas termicamente foram atacadas por solução aquosa de ácido fluorídrico (0,1% HF) durante 60 segundos, lavagem em água bidestilada num banho ultrassônico. Microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi usada para evidenciar a fase cristalina na matriz vítrea. As amostras tratadas termicamente foram recobertas com ouro e analisadas num microscópio da marca Jeol JSN 6467 LV.

### 3.4. PREPARAÇÃO DA VIDRO-CERÂMICA EXPERIMENTAL – FRITA COM\_07

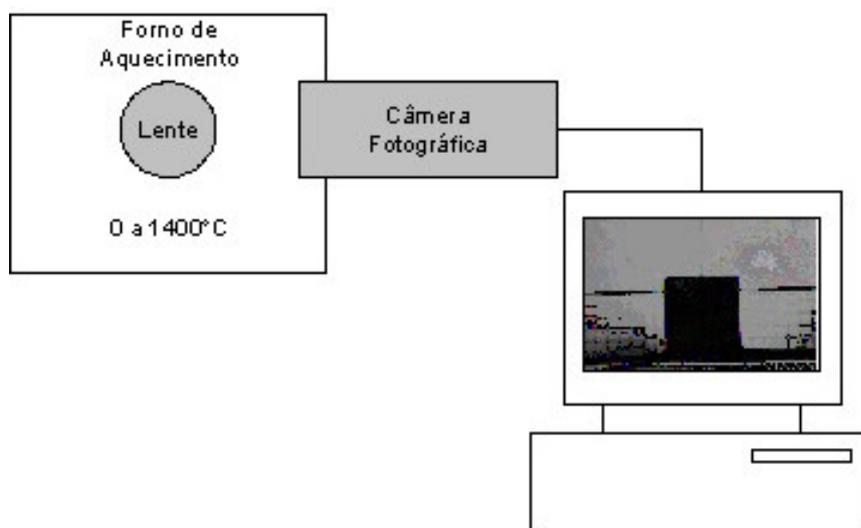
Para a preparação da segunda frita (frita Com\_07) foi utilizado como matéria-prima principal o feldspato da mineração Ubaeira, cuja composição química foi anteriormente citada. Além do feldspato da Ubaeira foram adicionados os seguintes componentes (em gramas):  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{K}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{BaO}$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZnO}$ , borax ( $\text{Na}_2\text{O} \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ),  $\text{Y}_2\text{O}_3$  e  $\text{CeO}_2$  (tabela 14). Todo material foi misturado e moído num moinho de bolas (jarro e esferas de ágata de 10mm de diâmetro) por 1 h / 300 rpm.

**Tabela 14** – Composição (em gramas) da frita Com\_07

<i>Frita Com_07</i>	<i>Composição (g)</i>
<i>Feldspato da Ubaeira</i>	39,03
<i>SiO<sub>2</sub></i>	5,8
<i>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></i>	0,03
<i>CaCO<sub>3</sub></i>	1,64
<i>Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub></i>	3,24
<i>BaO</i>	0,585
<i>K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub></i>	0,95
<i>TiO<sub>2</sub></i>	0,108
<i>ZnO</i>	0,03695
<i>Borax</i>	1,37
<i>Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub></i>	0,09
<i>CeO<sub>2</sub></i>	0,286

### 3.4.1. MICROSCOPIA DE AQUECIMENTO

A microscopia de aquecimento é uma técnica que permite identificar a temperatura adequada para fundir um determinado material. No caso dos vidros, esta técnica permite reduzir os custos e o tempo de produção de vidros cuja composição está sendo determinada. Prever a melhor temperatura de utilização do forno e obter características do amolecimento do material estudado são os principais benefícios dessa técnica. Um esquema dos equipamentos utilizados pode ser observado na figura 27. Imagens do comportamento da amostra frente à temperatura são obtidas por fotografias em seqüência e armazenadas em um programa[33].



**Figura 27.** Esquema do sistema de microscopia de aquecimento

Um estudo piloto do efeito da composição Com\_07 na temperatura de fusão foi desenvolvido por microscopia de aquecimento (*Leitz Heating Microscope 1A* Laboratório de Microscopia/Xistoquímica/IQ/UFRJ).

Os procedimentos consistem em compactar o pó com a composição que será estudada em um cubo de 3 milímetros de aresta. Este cubo é levado a um forno e aquecido até 1460°C à taxa de 20°C/min. Os efeitos da temperatura podem ser observados em um monitor e a temperatura de fusão pode ser visualmente determinada.

A fusão da mistura da frita Com\_07 foi realizada numa temperatura de 1550°C, numa taxa de aquecimento de 10°C/min, por 2 h. Após, o vidro líquido foi resfriado rapidamente em água bidestilada.

A frita Com\_07 foi então moída durante 1h num moinho de esferas e jarro de ágata com rotação de 300 rpm.

### **3.4.2. ANÁLISE TÉRMICA DIFERENCIAL**

Amostras do pó da frita Com\_07 foram examinadas pela análise térmica diferencial (DTA) com o objetivo de estudar a cinética da sua cristalização à leucita. Cada amostra foi pesada e colocada dentro de cadinho de platina, enquanto alumina foi mantida no outro cadinho como material referência. As amostras foram analisadas mediante seu aquecimento entre 23 e 1100°C usando rampas de 2 e 10°C/min.

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 4.1. CARACTERIZAÇÃO DA VIDRO-CERÂMICA FINESSE

#### 4.1.1. ANÁLISE QUÍMICA

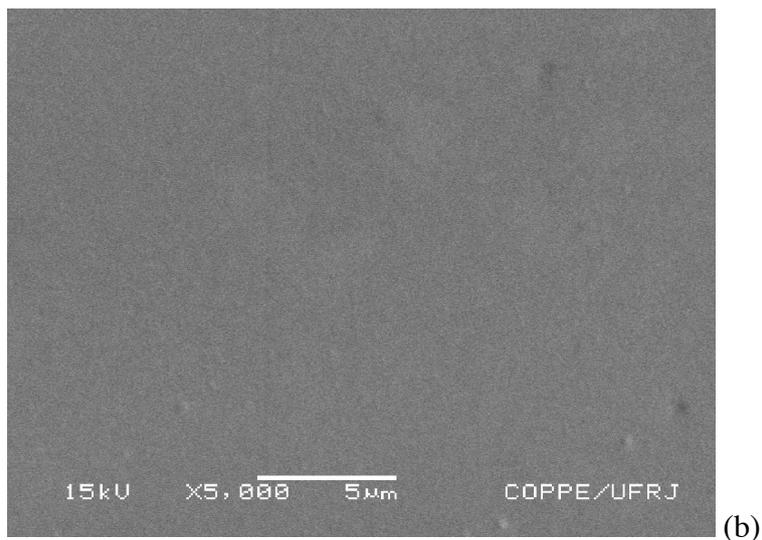
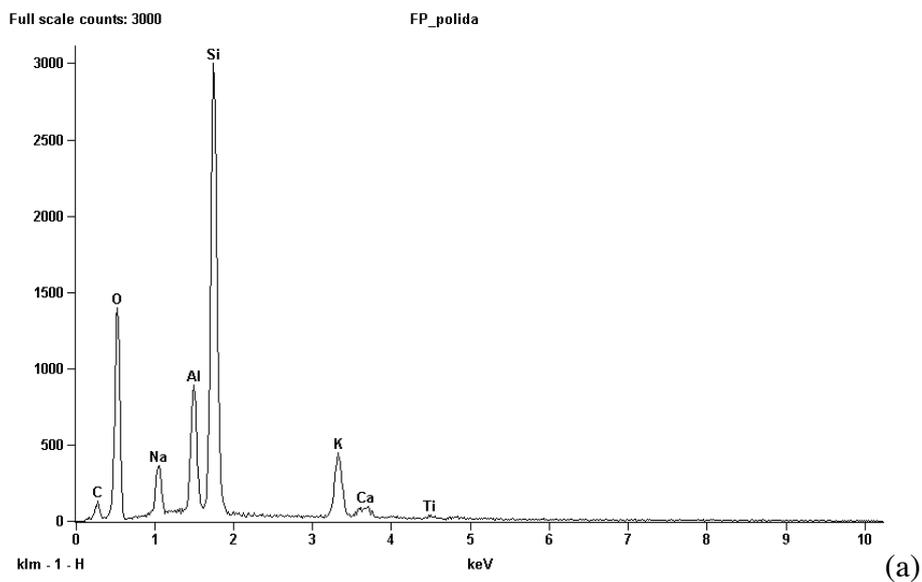
A análise química semi-quantitativa obtida por fluorescência de raio-X da pastilha Finesse All-Ceramic (tabela 15) nos oferece uma descrição química mais detalhada do que a análise realizada por Drummond et al[7]. A caracterização por EDS foi realizada de uma amostra de Finesse polida (figura 28). Além de não ser sensível a elementos leves, necessita de uma quantidade mínima do elemento para ser detectado. Por isso, elementos como Sr, Zn, Y, Sn, Rb, Ce e Ti não foram previstos na pesquisa de Drummond et al.

**Tabela 15** – Fluorescência de raio-X da pastilha Finesse

<i>SrO</i>	0.016
<i>ZnO</i>	0.0739
<i>Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub></i>	0.179
<i>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></i>	0.19
<i>TiO<sub>2</sub></i>	0.216
<i>SnO<sub>2</sub></i>	0.23
<i>Rb<sub>2</sub>O</i>	0.287
<i>CeO<sub>2</sub></i>	0.572
<i>BaO</i>	1.17
<i>CaO</i>	1.92
<i>Na<sub>2</sub>O</i>	6.81
<i>K<sub>2</sub>O</i>	10.28
<i>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></i>	14.5
<i>SiO<sub>2</sub></i>	63.12
	<b>99.5639</b>

Sabendo que os óxidos de Ce e Ti possuem o papel de agentes nucleantes[20] o resultado da fluorescência de raio-X é de extrema importância para formulação da composição química da vidro-cerâmica experimental.

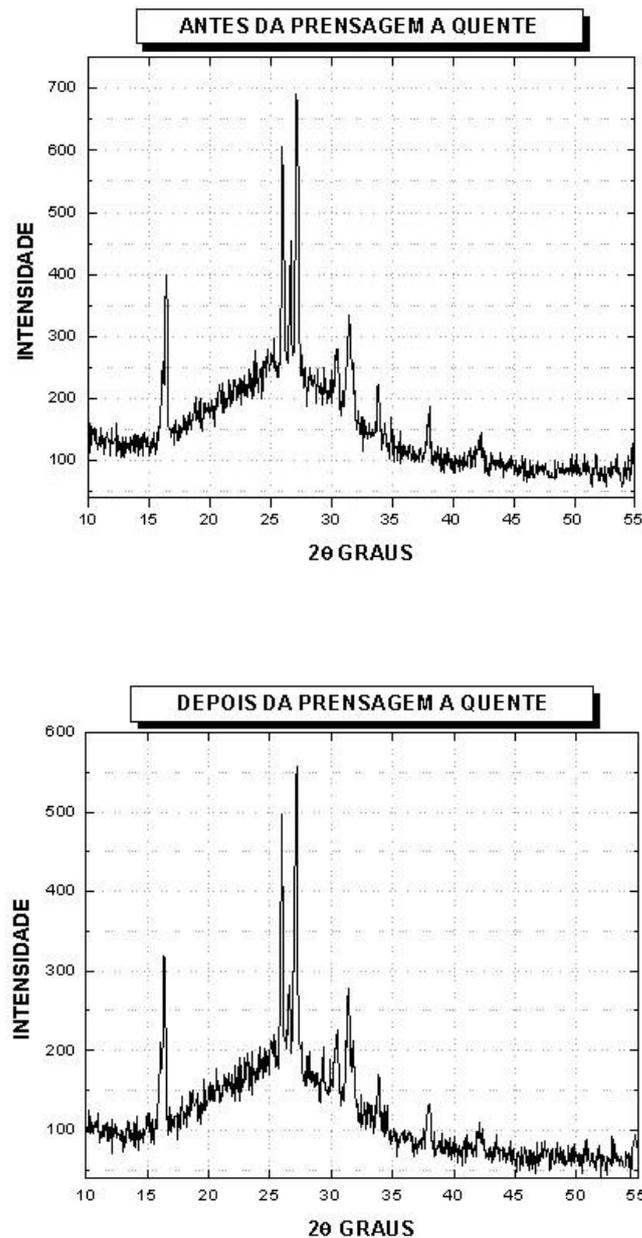
No entanto, assim como EDS, a fluorescência não é capaz de detectar o elemento boro (B) que tem o papel de fundente, diminuindo assim a temperatura de fusão da frita.



**Figura 28** – EDS (a) da Finesse All-Ceram após a prensagem e polimento (b)

#### 4.1.2. DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

A análise do difratograma de raios-X da Finesse (figura 29) indica a presença de cristais de leucita numa matriz vítrea, caracterizada pelo halo amorfo no centro do difratograma. Em comparação com trabalhos na literatura[19], os difratogramas apresentados são característicos de leucita tetragonal.

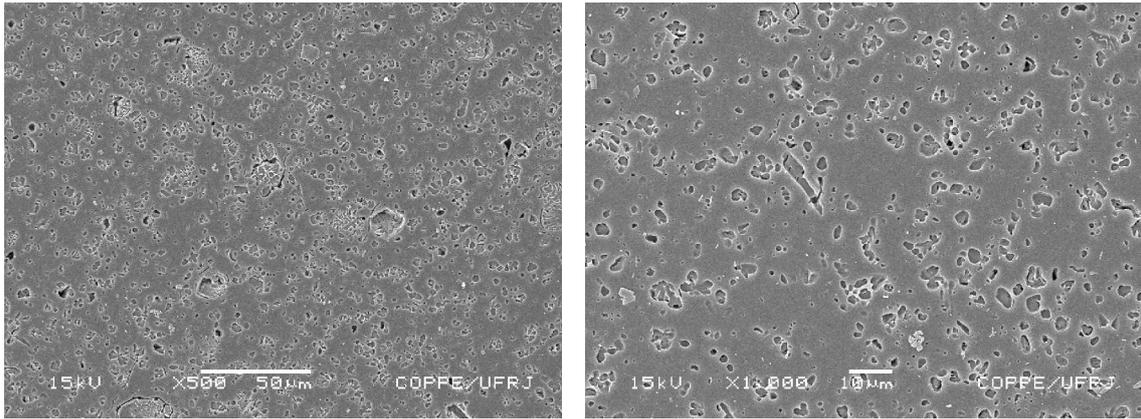


**Figura 29** – Difratograma de raios-X da Finesse antes e após a prensagem

Os resultados obtido são semelhantes aos dos Albakry et al[23] quando comparamos a Finesse com a vidro-cerâmica IPS- Empress. A vidro-cerâmica Finesse possui um elevado sinal amorfo, o que indica seu alto teor de vidro, e picos relativos a cristais de leucita, onde o de maior intensidade está localizada por volta de 27 graus. Sua cristalinidade também é atingida antes da prensagem o que a difere da vidro-cerâmica OPC.

#### **4.1.3. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA**

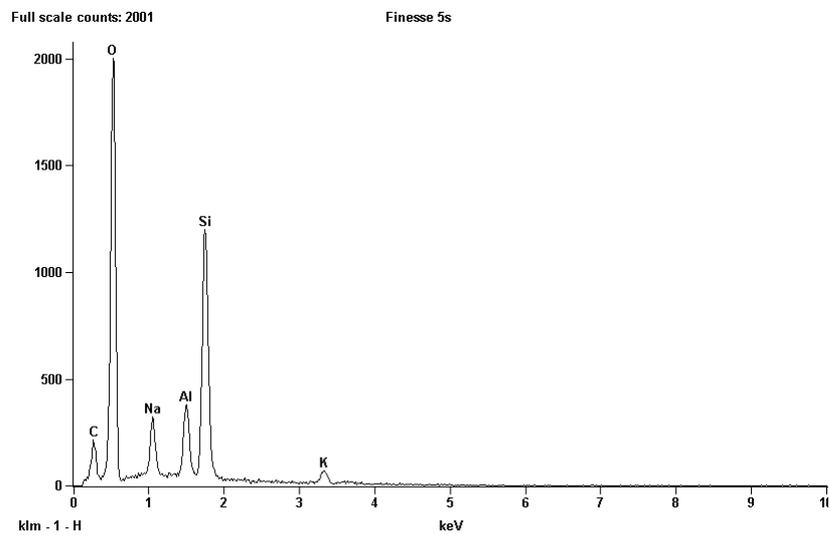
Amostras de Finesse foram atacadas com ácido fluorídrico (HF) 10% em três tempos diferentes: 5, 10 e 15 segundos, depois lavadas num banho ultrasônico em água bidestilada. As micrografias eletrônicas de varredura podem ser visualizadas nas figuras 30 (5 segundos) e 31 (10 e 15 segundos)



5 segundos\_ 500x

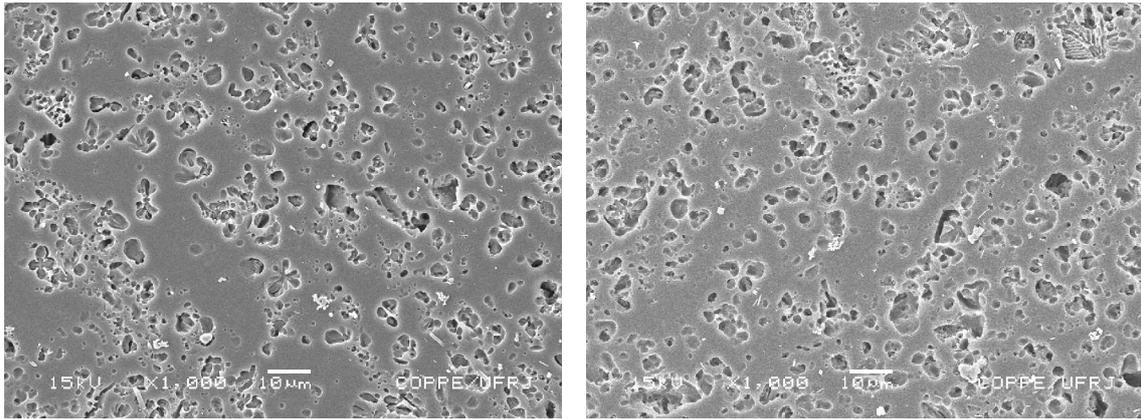
5 segundos\_ 1000x

(a)



(b)

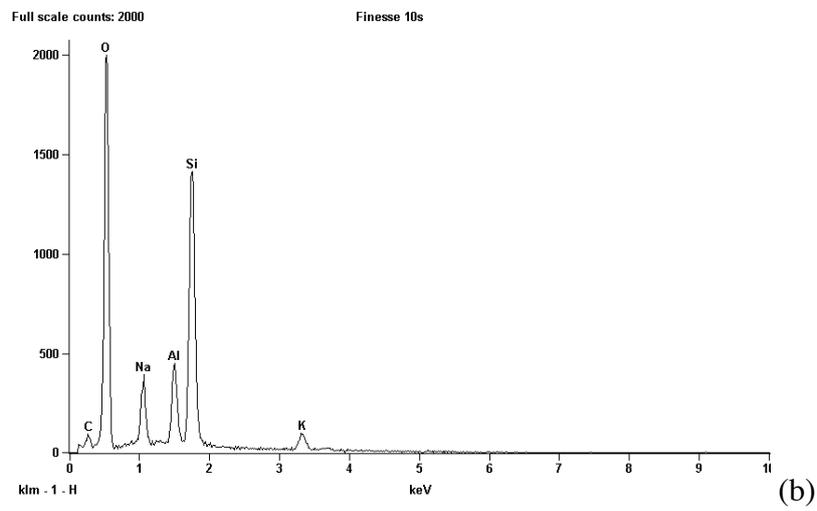
**Figura 30** – Micrografias da Finesse prensada e atacada com HF durante 5 segundos (a) e EDS da amostra (b)



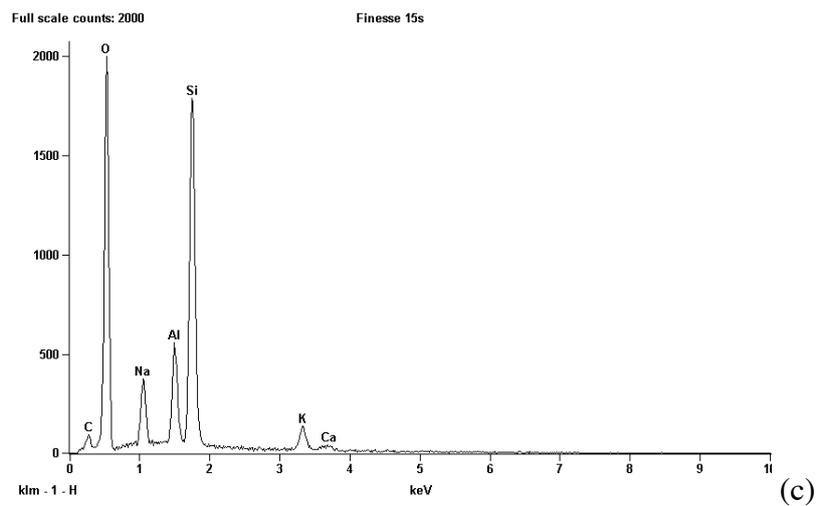
10 segundos \_ 1000x

15 segundos \_ 1000x

(a)



(b)



(c)

**Figura 31** – Micrografias eletrônicas de varredura da Finesse prensada e atacada por 10 e 15 segundos(a), EDS das amostras atacadas por 10 (b) e 15 (c) segundos

Assim como em trabalhos anteriormente já citados[7], as micrografias das amostras de Finesse atacadas evidenciam os cristais de leucita distribuídos uniformemente na matriz vítrea e as análises de EDS detectaram os principais elementos químicos. De acordo com o aumento do tempo de exposição ao HF, elementos que estão em menores concentrações vão ficando mais expostos e com isso podem ser detectados pela técnica. Este é o caso do elemento cálcio (Ca) no espectro de EDS quando a amostra foi atacada por 15 segundos.

#### **4.1.4. PROPRIEDADE MECÂNICA DA FINESSE ALL-CERAMIC**

##### **4.1.4.1. RESISTÊNCIA À FLEXÃO A 3 PONTOS**

A resistência à flexão 3 pontos foi calculada a partir de barras de dimensões de 20 x 4 x 1,2 mm<sup>3</sup>, numa velocidade de 0,05mm/s com *span* de 14mm. O cálculo foi realizado de acordo com a equação (1) e estão apresentados na tabela 16.

**Tabela 16** – Resultado da resistência à flexão da Finesse

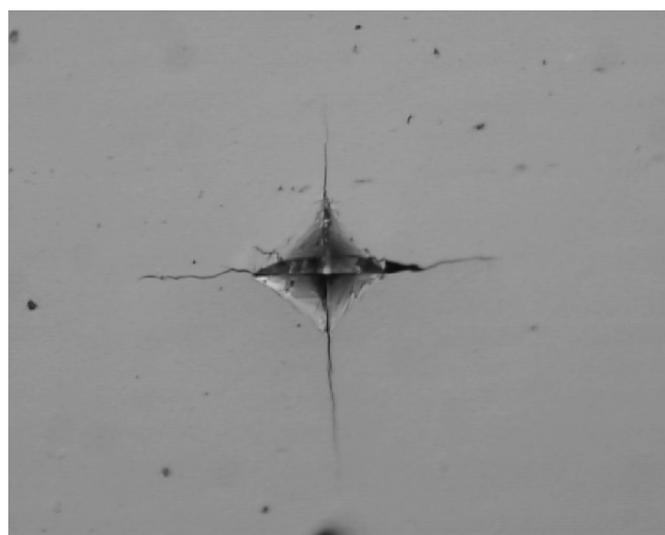
<b>Material</b>	<b>N</b>	<b>Média</b>	<b>Desvio padrão</b>	<b>Mínimo</b>	<b>Maximo</b>
Finesse	20	102,449	20,276	51,136	135,000

Os resultados obtidos com a vidro-cerâmica Finesse se diferem dos obtidos dos Drummond et al[7]. As dimensões utilizadas nesse estudo foram diferentes do presente trabalho, o que impossibilita qualquer tipo de comparação.

No entanto, se compararmos com o trabalho realizado por Gazzato et al[5] o valor da resistência flexural da vidro-cerâmica Finesse foi semelhante ao da vidro-cerâmica IPS Empress, 102,5MPa e 106MPa respectivamente. Ambos trabalhos obedeceram as normas da ISO 6872 específica para cerâmicas dentais.

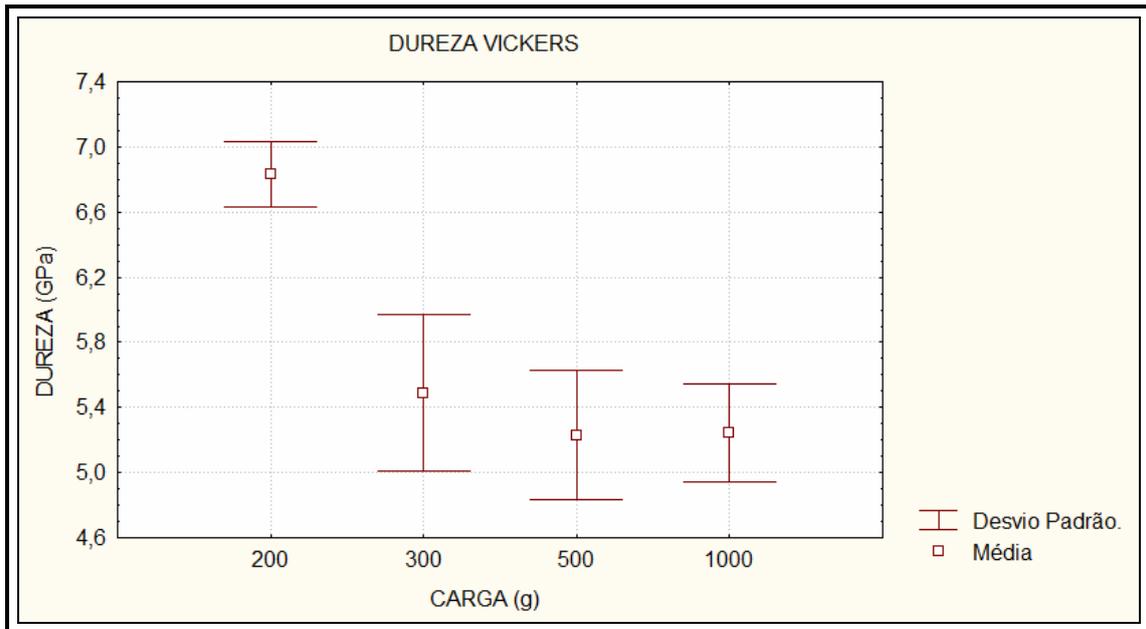
#### **4.1.4.2. DUREZA VICKERS**

Amostras de Finesse All-Ceramic prensada de tamanho de 1 x 1 cm<sup>2</sup> foi polida com lixas de granulações de 220 à 1200 e posteriormente com pasta diamantada de 6, 3, 1 e ¼ µm atingindo superfície de espelho. Após lavagem em água bidestilada, foi submetida a uma cobertura em ouro para visualização da indentação (figura 32).



**Figura 32** – Microscopia ótica da indentação Vickers com carga de 1000g e tempo de aplicação de 15s, numa amostra de Finesse prensada e polida (aumento de 200x).

Foram realizadas 10 indentações (n=10) para diferentes cargas: 200g (G\_1), 300g (G\_2), 500g(G\_3) e 1000g(G\_4) durante 15 s. A figura 33 ilustra a relação entre as médias em GPa dos grupos analisados.



**Figura 33** – Relação das médias entre as diferentes cargas aplicadas na dureza Vickers

A tabela 17 mostra a média e o desvio padrão de cada grupo. Foi realizado teste de Tuckey com intervalo de confiança de 95% com objetivo de analisar estatisticamente o efeito da carga aplicada no valor da dureza.

**Tabela 17** – Média e Desvio Padrão da Dureza Vickers de cada grupo

<i>CARGA(g)</i>	<i>MÉDIA(GPa)</i>	<i>DESVIO PADRÃO</i>
<i>G_1: 200</i>	6,83	0,20
<i>G_2: 300</i>	5,49	0,48
<i>G_3: 500</i>	5,23	0,40
<i>G_4: 1000</i>	5,24	0,30

O teste de Tuckey (tabela 18) mostrou que o resultado do grupo 1 (carga de 200g) diferiu-se estatisticamente dos demais grupos, enquanto que, não houve diferença significativa entre os grupos 2 (300g), 3 (500g) e 4 (100g), pois o intervalo de valores desta comparação é maior que 0,05.

**Tabela 18** – Teste de Tuckey entre os grupos – Dureza Vickers

<i>Teste Tuckey</i>	<i>Diferenças são significativas quando <math>p &lt; 0,05000</math></i>			
	Grupo 1	Grupo 2	Grupo 3	Grupo 4
<i>Carga (g)</i>	M=6,83	M=5,49	M=5,23	M=5,24
<i>G_1 : 200</i>		<b>0,000159</b>	<b>0,000159</b>	<b>0,000159</b>
<i>G_2 : 300</i>	<b>0,000159</b>		0,394497	0,431312
<i>G_3 : 500</i>	<b>0,000159</b>	0,394497		0,999909
<i>G_4 : 1000</i>	<b>0,000159</b>	0,431312	0,999909	

Essa diferença estatística de valores de dureza entre cargas pode ser observado quando comparamos os trabalhos de Gorman et al[6] e Bona et al[31]. A dureza da vidro-cerâmica IPS-Empress foi testada nestes trabalhos em diferentes cargas. Quando testada numa carga de 300g o valor da dureza da IPS Empress foi de 6,94GPa[6] e numa carga de 9,8N (1000g) de 5,9GPa[31]. Em relação a Finesse a diferença só ocorreu quando a carga foi reduzida para 200g.

## 4.2. SÍNTESE DE LEUCITA

A temperatura de síntese de cristais de leucita foi baseada no diagrama ternário  $\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{K}_2\text{O}$ , ilustrado na figura 34.

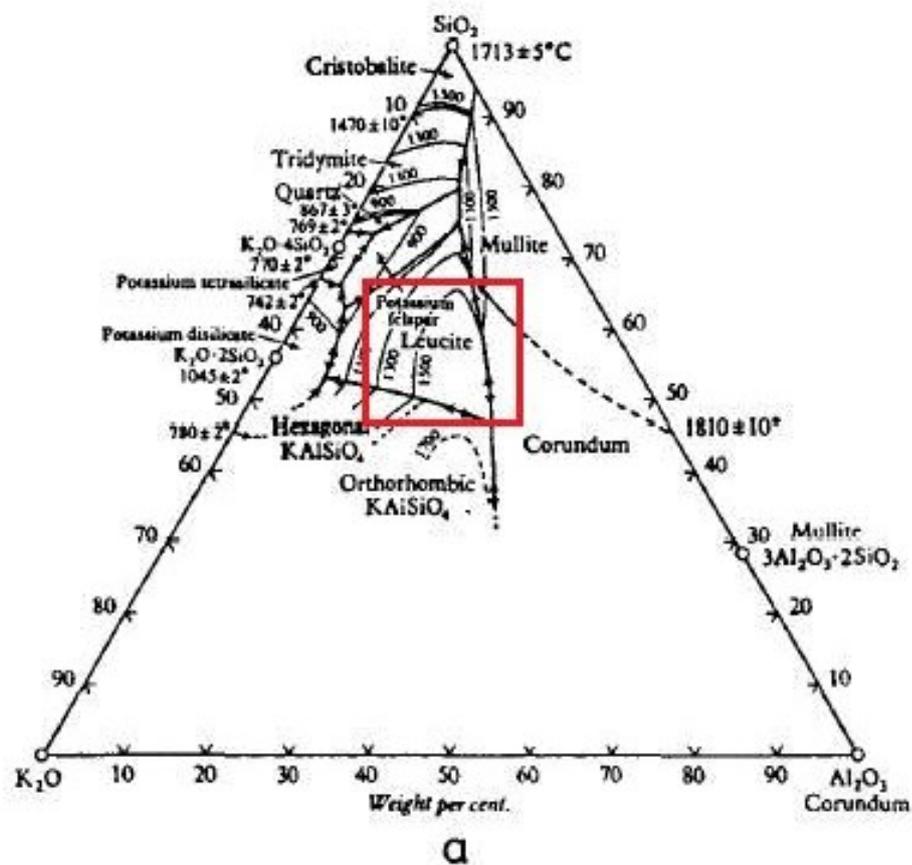
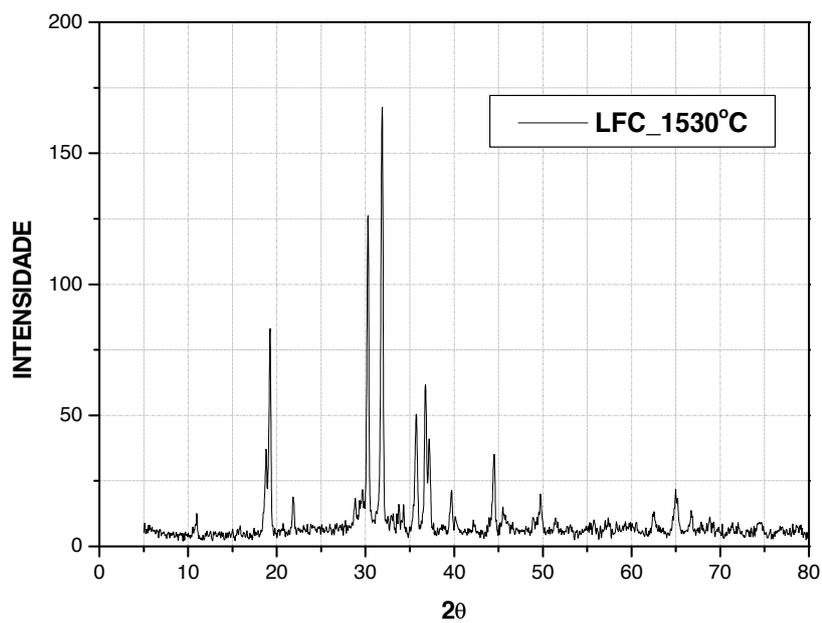


Figura 34 – Diagrama ternário  $\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{K}_2\text{O}$

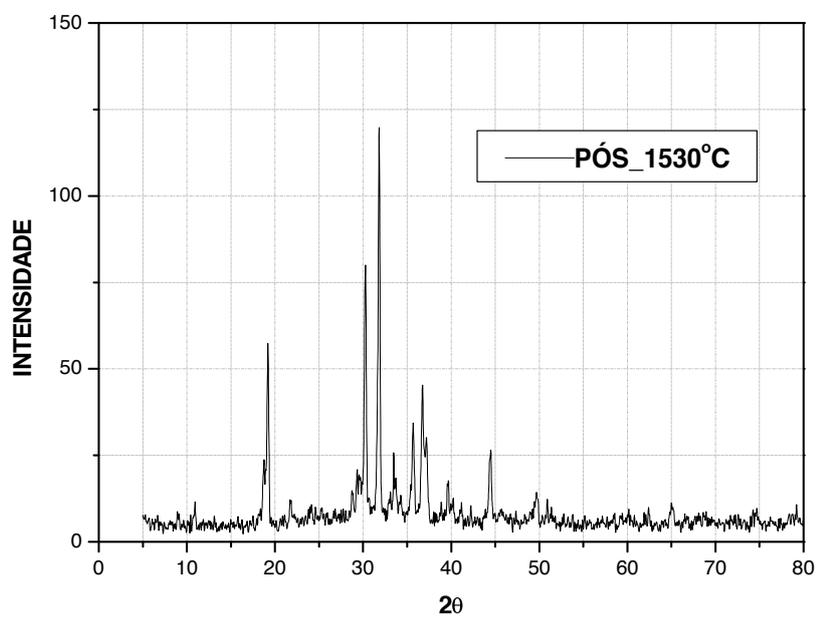
Os difratogramas de raios-X dos cristais formado a partir do feldspato da Ubaeira e Caulim (LFC), e os dos cristais formado pela mistura de pós (PÓS) apresentam picos característicos de leucita com ausência de fase amorfa (figura 35).

As amostras também foram caracterizadas por infra-vermelho (IR) pelo método de pastilha de KBr: LFC\_1530°C e LPo\_1530°C(figura 36).

De acordo com a literatura[19] os resultados obtidos pelos dois métodos são característicos de leucita tetragonal.

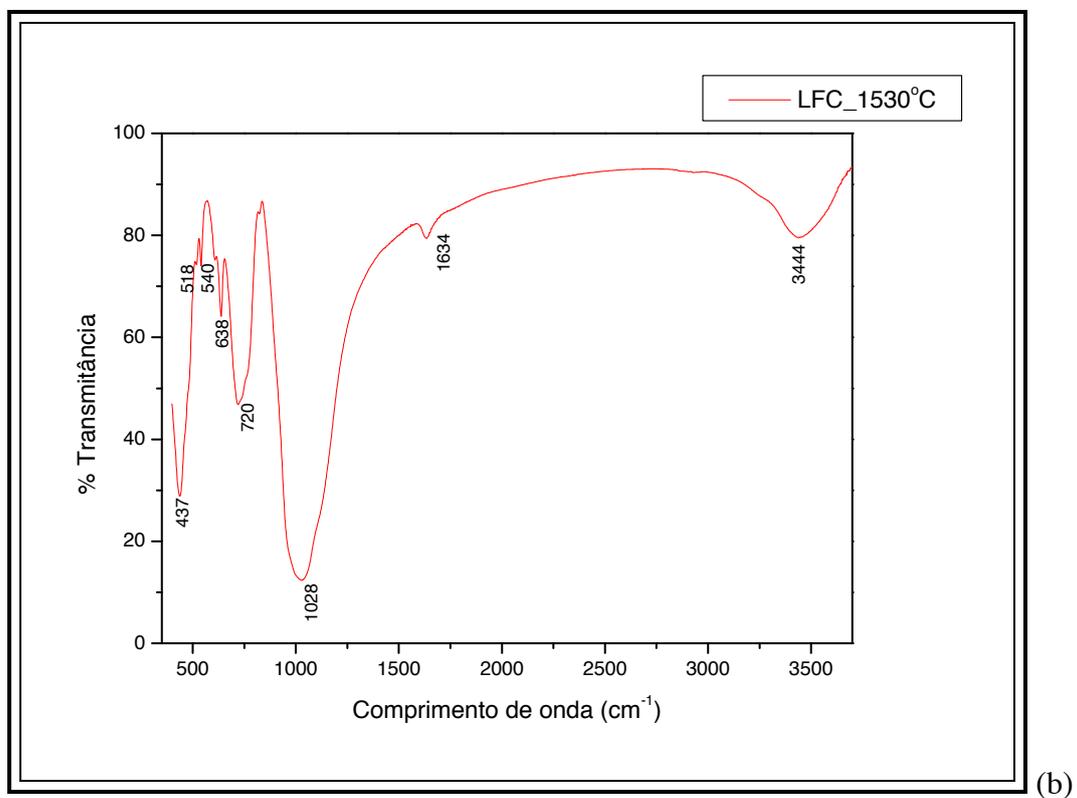
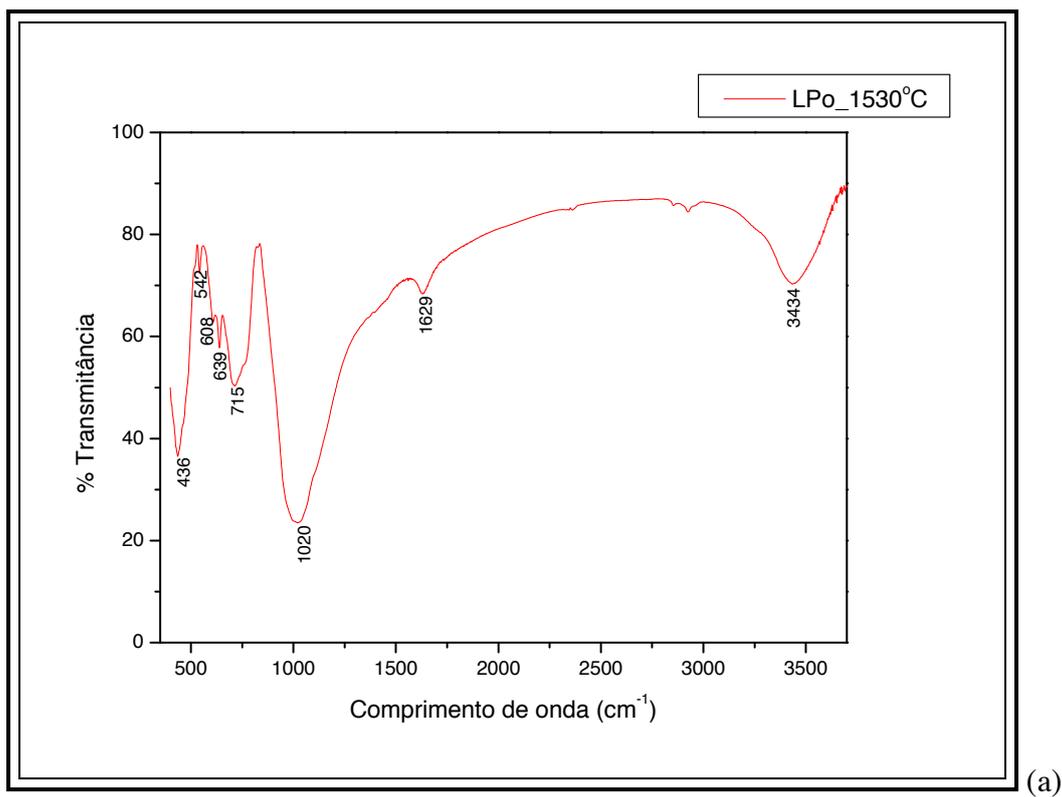


(a)



(b)

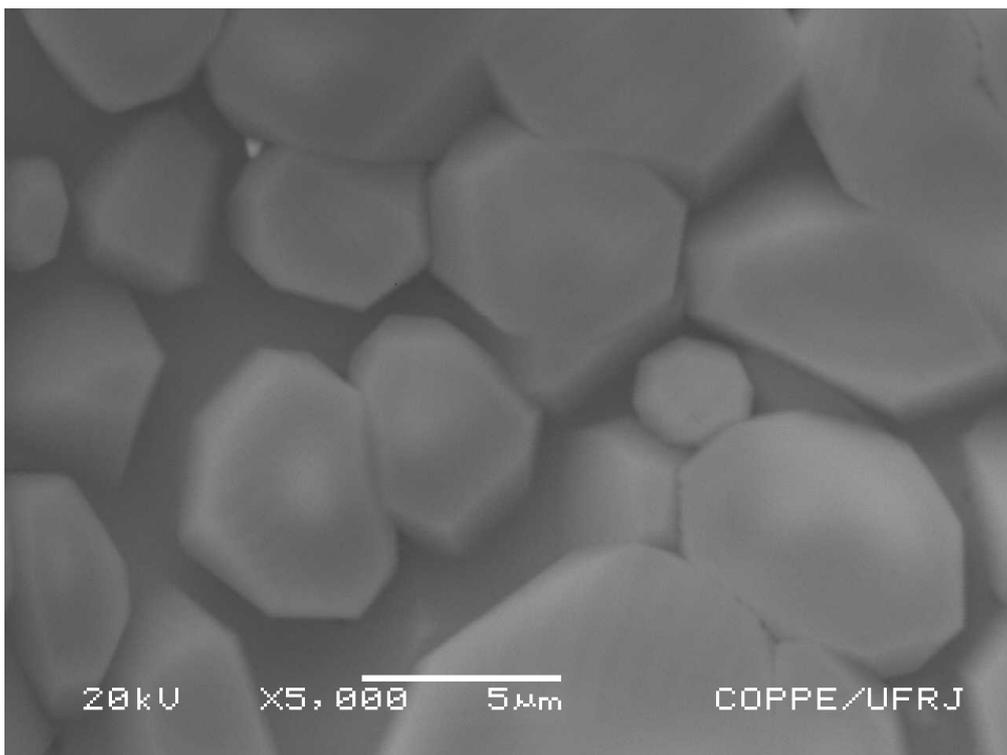
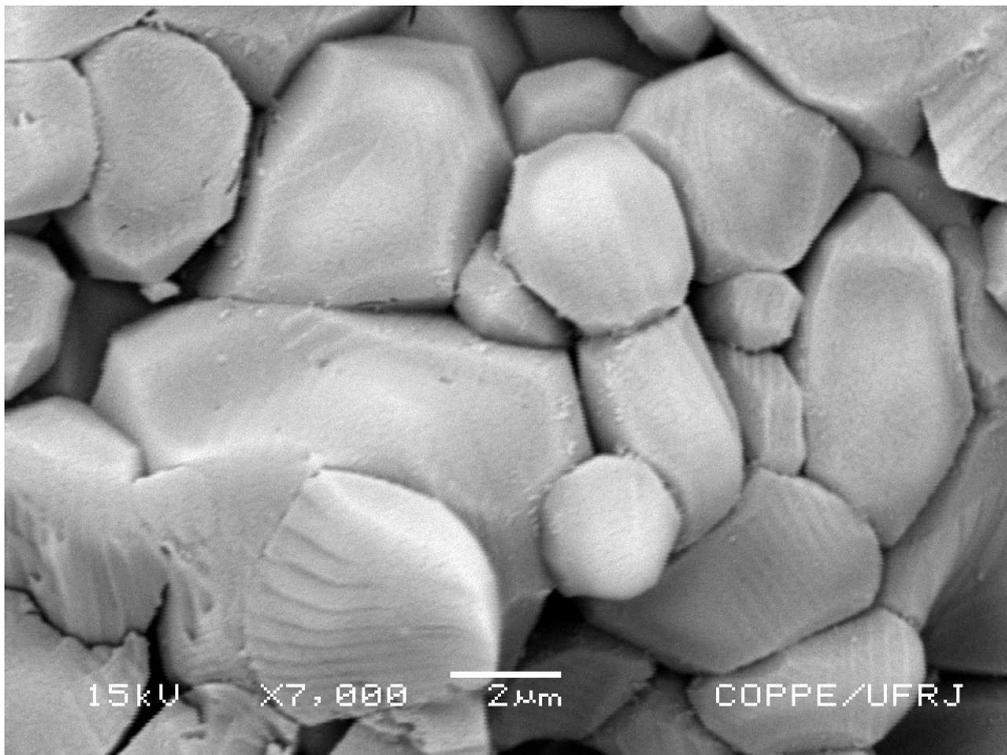
**Figura 35** – Difratomogramas de raios-X dos cristais de leucita sinterizados por LFC (a) e PÓS (b).



**Figura 36** – Espectros de IR das amostras PÓS (a) e LFC (b).

A figura 37 ilustra os cristais de leucita sintetizados a partir de LFC. Como já previstos na literatura, os cristais obtidos são considerados grandes quando comparado com métodos de síntese de leucita a baixa temperatura[13,17-19].

Os métodos de síntese de leucita de “alta temperatura” se caracterizam pelos grãos grandes de leucita[15,16]. Em um outro trabalho, Hashimoto et al[34] sintetizaram cristais esféricos de leucita de diâmetro entre 70 e 110 $\mu\text{m}$  (média igual a 84 $\mu\text{m}$ ) aquecendo a 1000°C durante 3h uma mistura de sulfato de potássio, sulfato de alumínio e sílica, na razão molar de 5,9 : 1,0 : 1,1 e descobriu também que o tamanho dos cristais conseguiu atingir o valor de 115 $\mu\text{m}$  quando o tempo de residência da mistura reacional a 1000°C foi aumentado até 12h.



**Figura 37** - Micrograficas eletrônicas de varredura de cristais de leucita sintetizados pelo método LFC.

### 4.3. FABRICAÇÃO DE VIDRO-CERÂMICA

#### 4.3.1. FRITA COM\_01

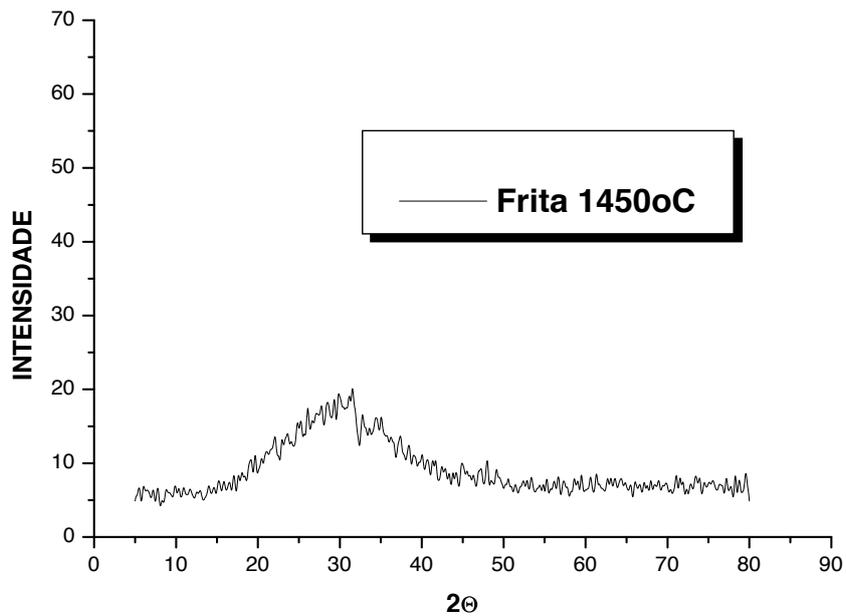
A composição inicial para produção da vidro-cerâmica foi baseada na análise de fluorescência de raio-X da Finesse All-Ceramic.

Após a fusão e o resfriamento imediato foi realizada análise química da frita Com\_01 fundida a 1450°C pelo método da fluorescência de raio-X (tabela 19).

**Tabela 19** – Fluorescência de raio-X da Frita Com\_01 1450°C

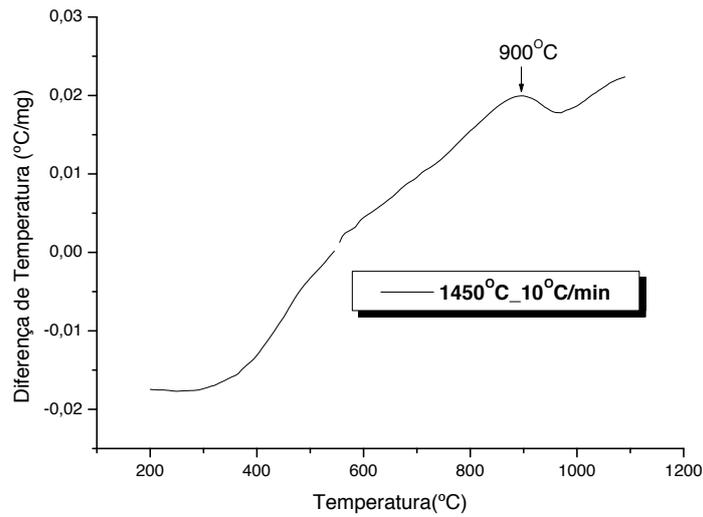
<i>Frita Com_01</i>		
<i>Composto</i>	<i>Concentração</i>	
<i>SrO</i>	0,015	± 0,0015
<i>ZrO<sub>2</sub></i>	0,0549	± 0,00549
<i>Rb<sub>2</sub>O</i>	0,0768	± 0,00768
<i>ZnO</i>	0,0773	± 0,00773
<i>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></i>	0,13	± 0,013
<i>TiO<sub>2</sub></i>	0,28	± 0,028
<i>BaO</i>	0,98	± 0,098
<i>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></i>	1	± 0,1
<i>CaO</i>	1,87	± 0,187
<i>Na<sub>2</sub>O</i>	5,9	± 0,59
<i>K<sub>2</sub>O</i>	10,3	± 1,03
<i>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></i>	19	± 1,9
<i>SiO<sub>2</sub></i>	60,2	± 6,2

A avaliação dos difratogramas de raios-X (figura 38) indica que as fritas são vítreas, com um perfil difratométrico característico por halo centrado em torno de  $2\theta = 33^\circ$  característico da formação de materiais vítreos.



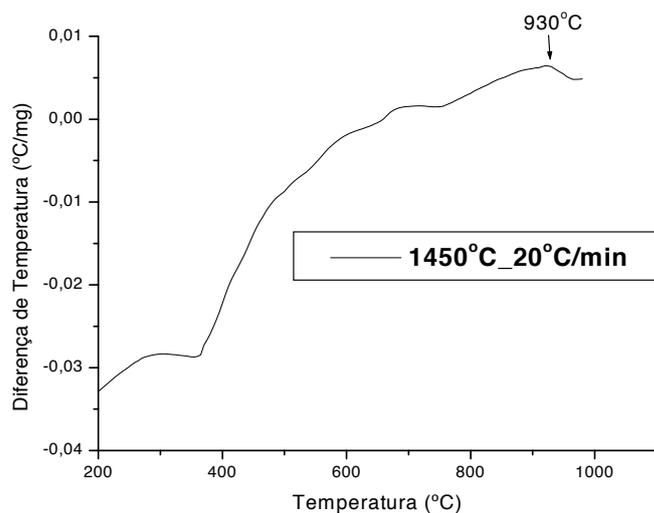
**Figura 38** – Difratograma de raios-X da frita Com\_01 1450°C.

A figura 39 mostra que o vidro feldspático obtido pela fusão a 1450°C exibe uma reação endotérmica abaixo de 100°C, uma reação exotérmica entre 550°C e 900°C, uma segunda reação exotérmica ocorrendo acima de 950°C.



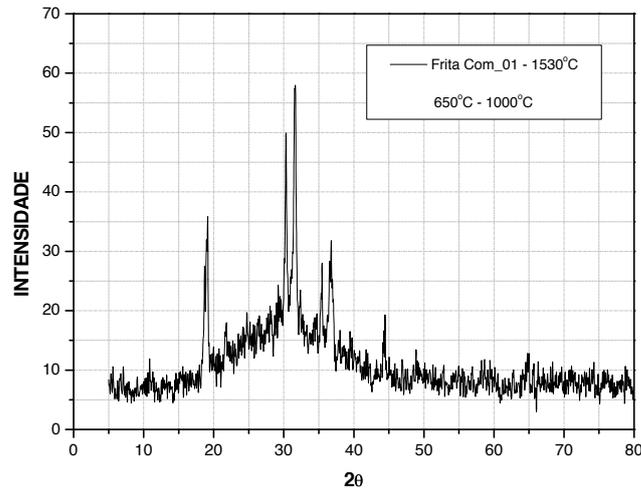
**Figura 39** – Análise Térmica Diferencial (DTA) da frita Com\_01 1450°C com taxa de aquecimento 10°C/min

A figura 40 mostra que o vidro feldspático obtido pela fusão a 1450°C exibe uma reação endotérmica abaixo de 200°C, uma segunda reação endotérmica entre 300°C e 350°C, e uma reação exotérmica entre 750°C e 930°C.

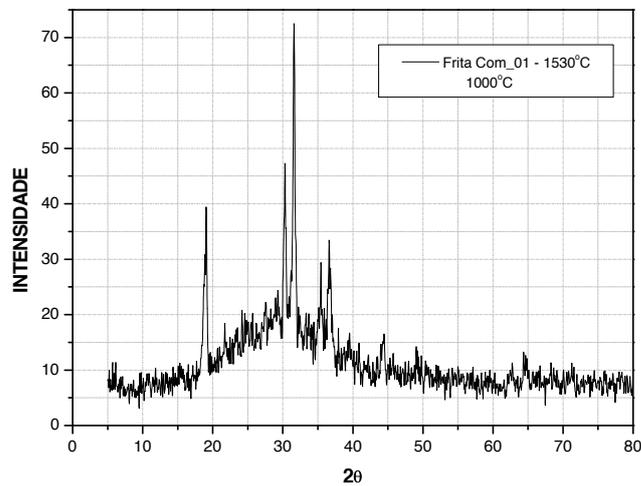


**Figura 40** – Análise Térmica Diferencial (DTA) da frita Com\_01 1450°C com taxa de aquecimento 20°C/min

As figuras 41 e 42 mostram, respectivamente, os difratogramas dos produtos obtidos dos tratamentos térmicos nas fritas de vidro feldspático obtido pelas fusões a 1530 e 1450°C. Os picos são característicos da fase cristalina leucita e apresentam bastante material amorfo evidenciado pelo desvio acentuado da linha base.

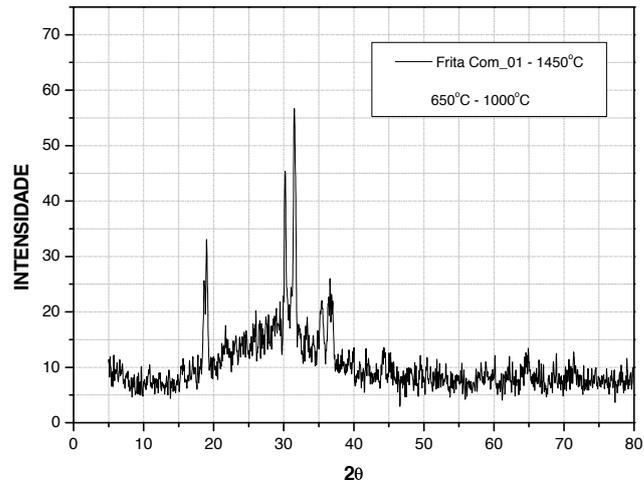


(a)

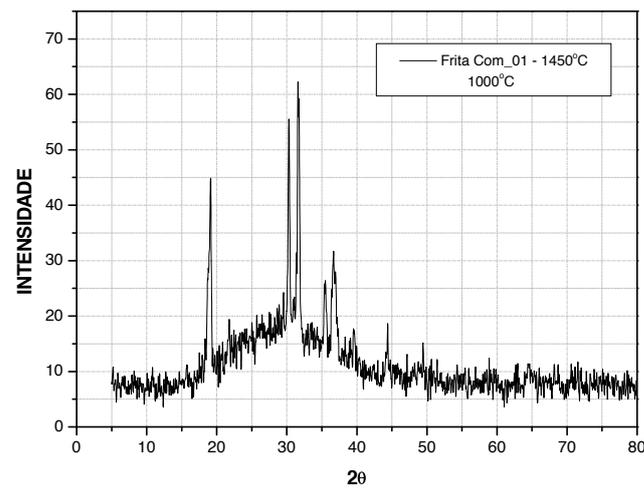


(b)

**Figura 41** – Difratogramas de raios-X da frita Com\_01 1530°C: 650°C\_1000°C (a) e 1000°C (b)



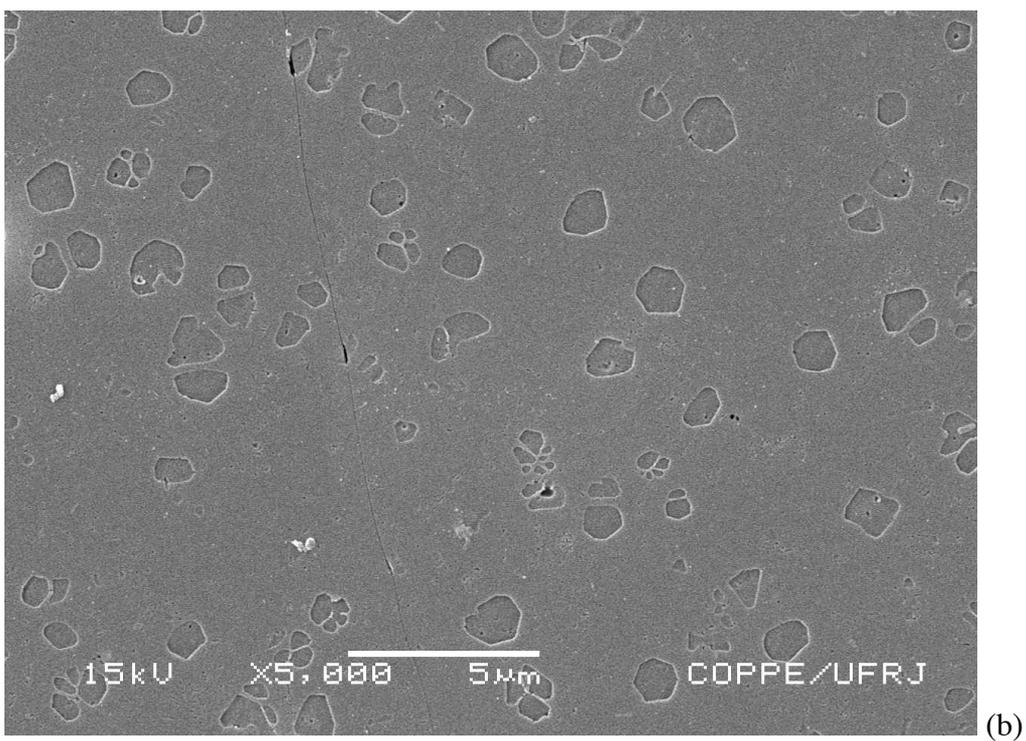
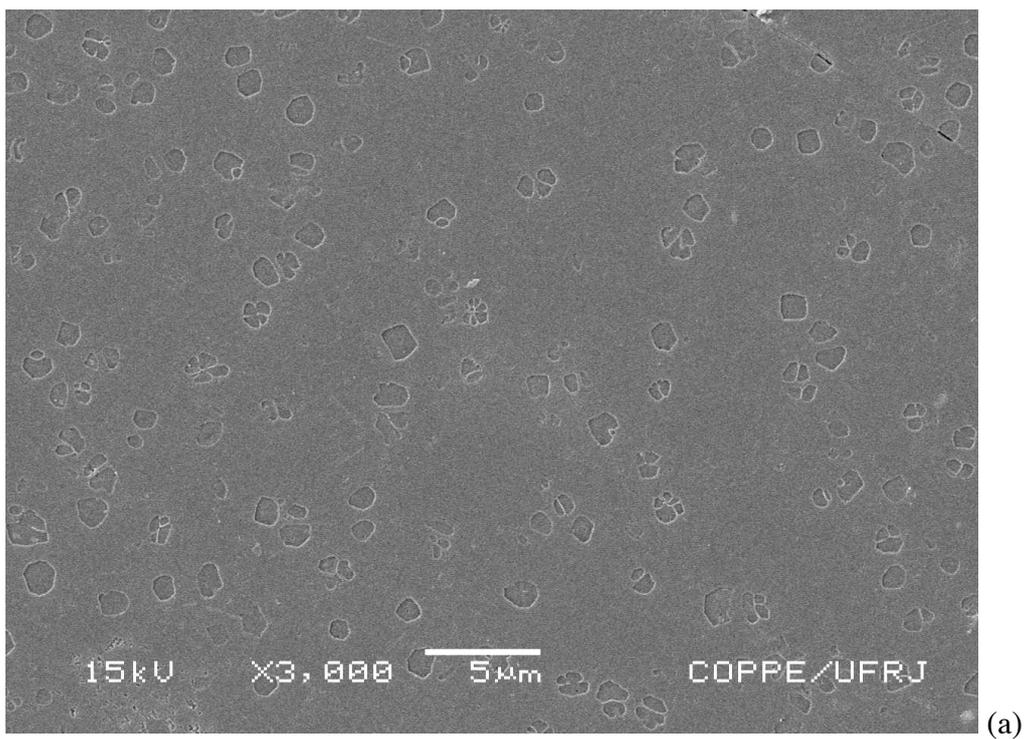
(a)



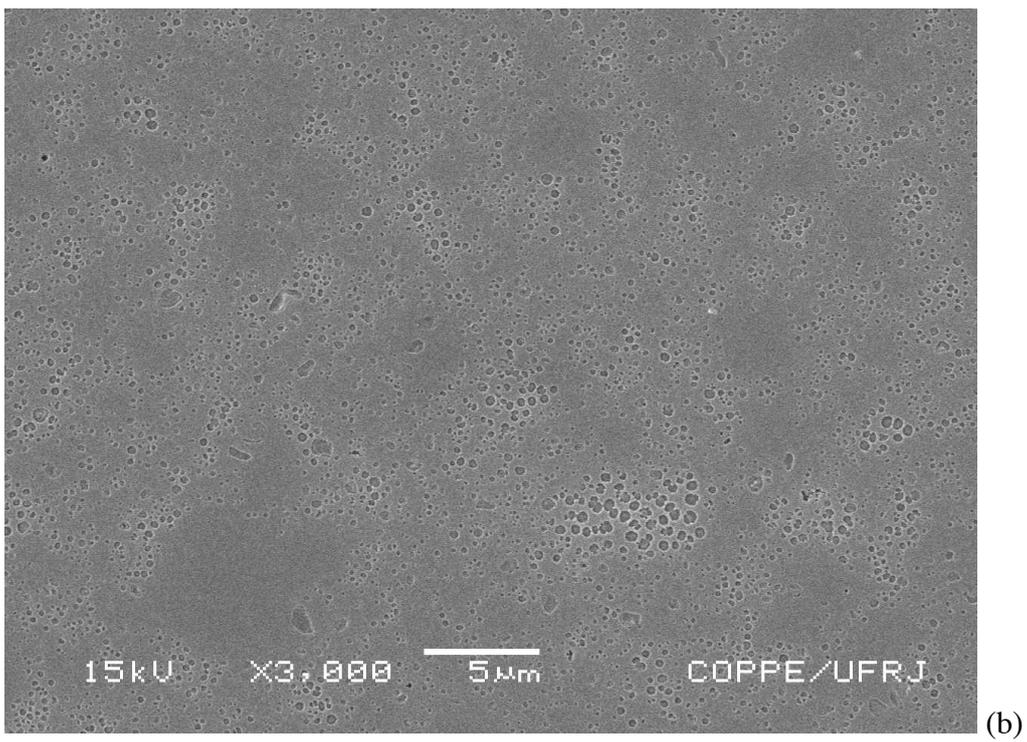
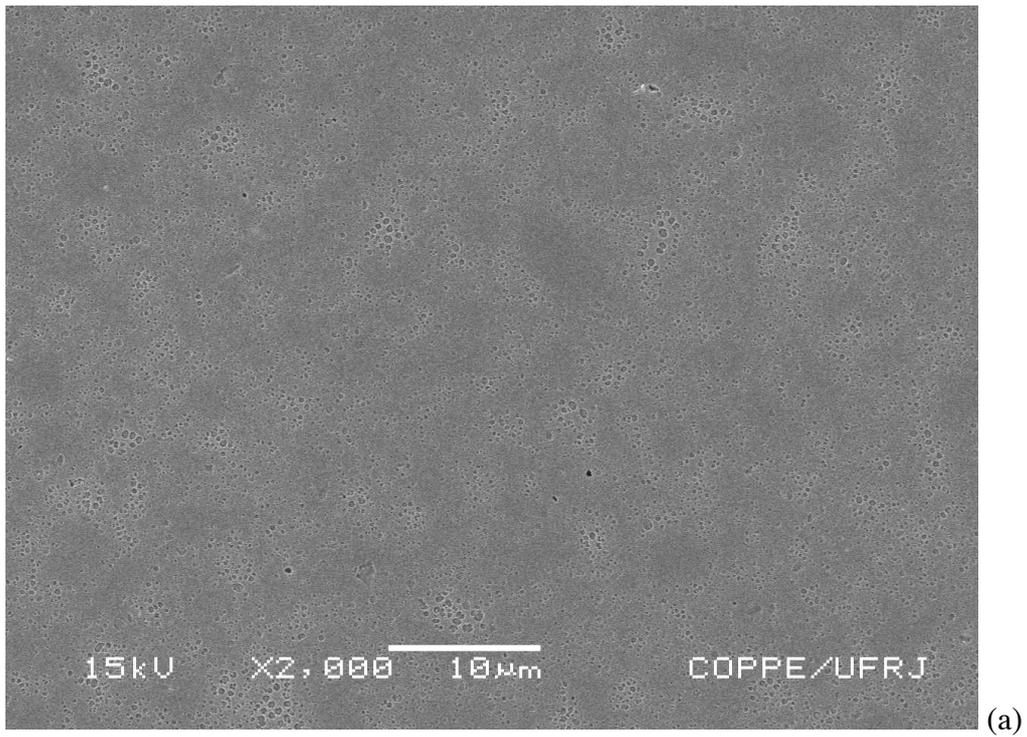
(b)

**Figura 42-** Difratogramas de raios-X da frita Com\_01 1450°C: 650°C\_1000°C (a) e 1000°C (b)

A figuras 43 e 44 apresentam, respectivamente, as micrografias eletrônicas de varredura das vidro-cerâmicas resultantes dos tratamentos térmicos 650°C\_1000°C e 1000°C da frita de vidro feldspático obtido pela fusão a 1450°C.

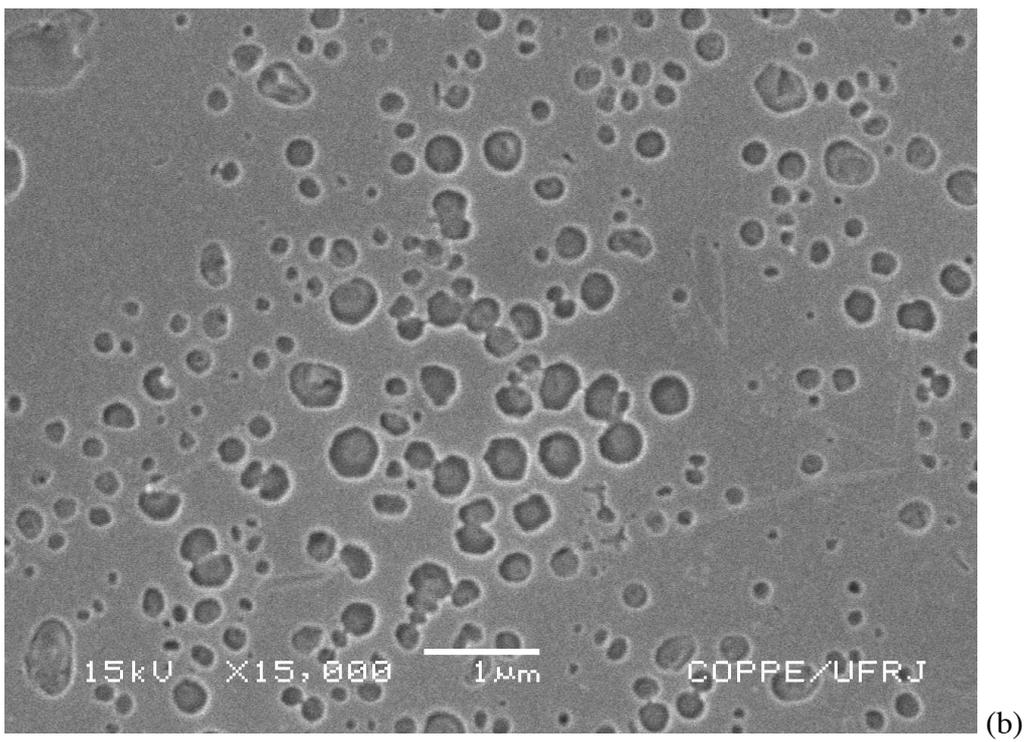
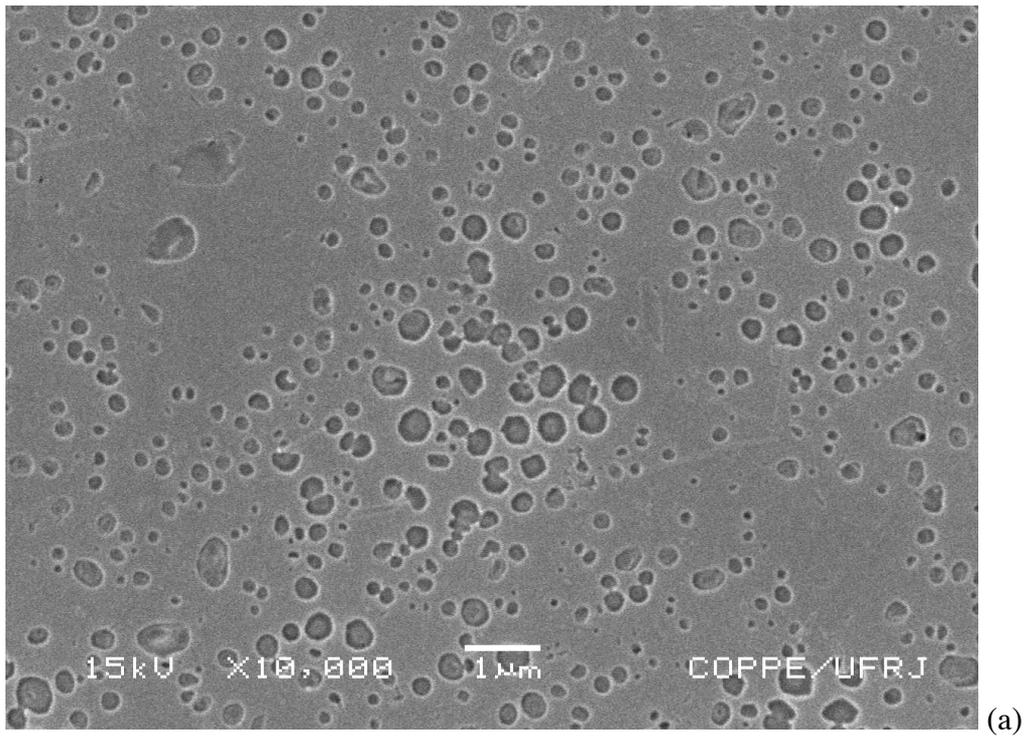


**Figura 43** – Micrografias eletrônicas de varredura da frita Com\_01 1450°C tratada termicamente a 650°C\_1000°C: 3000x (a) e 5000x (b)

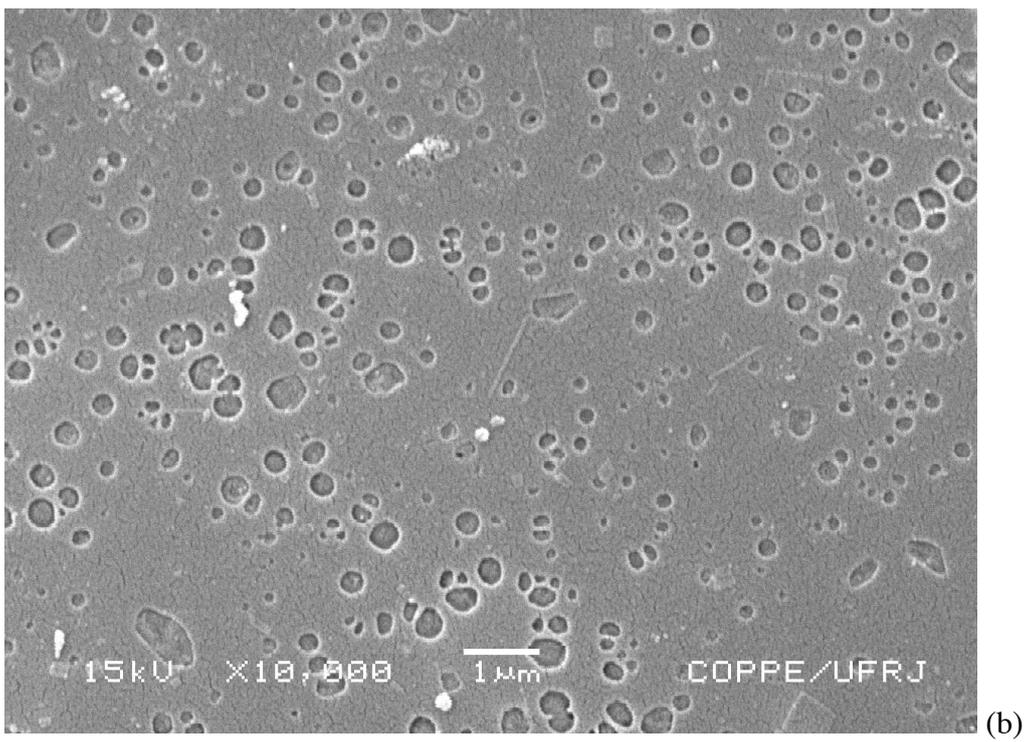
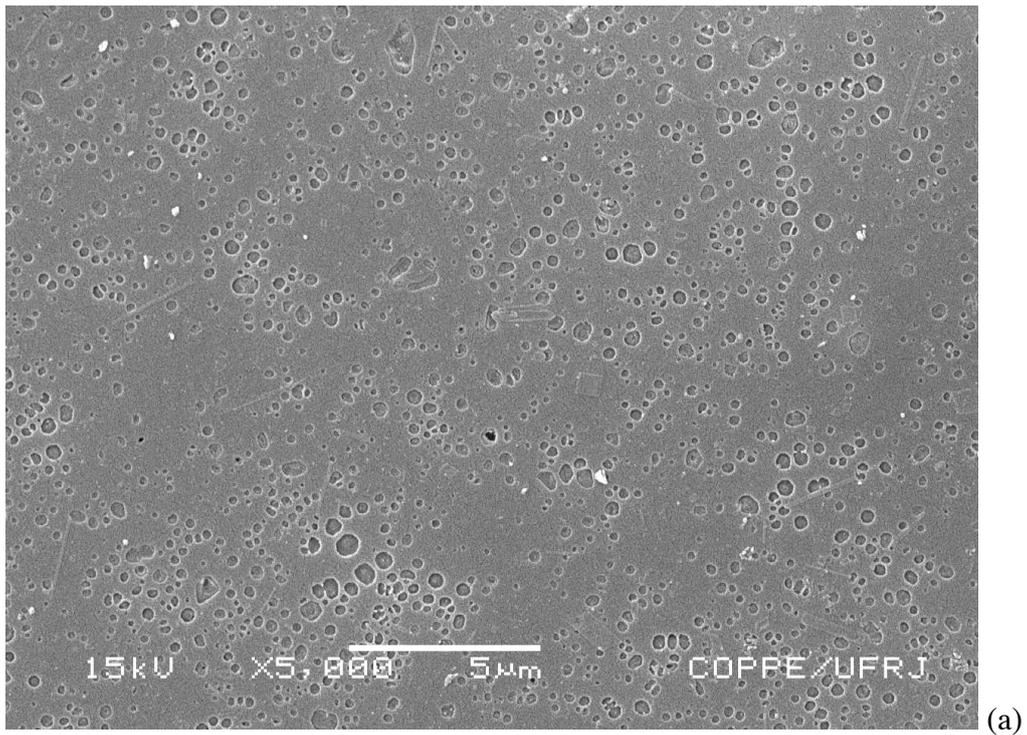


**Figura 44** - Micrografias eletrônicas de varredura da frita Com\_01 1450°C tratada termicamente a 1000°C: 2000x (a) e 3000x (b)

As figuras 45 e 46 apresentam, respectivamente, as micrografias eletrônicas de varredura das vidro-cerâmicas resultantes dos tratamentos térmicos 650°C\_1000°C e 1000°C da frita de vidro feldspático obtido pela fusão a 1530°C.



**Figura 45** - Micrografias eletrônicas de varredura da frita Com\_01 1530°C tratada termicamente a 650°C\_1000°C: 10 000x (a) e 15 000x (b)



**Figura 46** - Micrografias eletrônicas de varredura da frita Com\_01 1530°C tratada termicamente a 1000°C: 5000x (a) e 10 000x (b)

O tamanho de grão de leucita aqui obtido é um tamanho pequeno sob o ponto de vista de um produto obtido por cristalização incongruente (por nucleação e crescimento a partir da matriz vítrea) de um vidro feldspático obtido pela fusão a alta temperatura, mas considerado grande quando comparado com aquele de uma leucita obtida por Hashimoto et al[13] por métodos de síntese a baixa temperatura, que pode estar ao redor de  $0,2\mu\text{m}$ . Como já mencionado anteriormente, os métodos de síntese de leucita de “alta temperatura” se caracterizam pelos grãos grandes de leucita.

No trabalho de Cattel et al[20], foram estudadas duas formas de cristalização de leucita. A primeira a partir de uma mistura fundida a  $1250^{\circ}\text{C}/4\text{h}$  e resfriada ao ar dentro do forno; a segunda foi fundida a  $1500^{\circ}\text{C}/4\text{h}$  e resfriada em água imediatamente. O tamanho dos cristais na frita que foi mergulhada em água após a fusão foi maior do que a que foi resfriada dentro do forno ( tratadas termicamente sob a mesma condição). Uma explicação pelo aumento do tamanho dos cristais da frita está relacionada com a redução da viscosidade do vidro causada pelo resfriamento em água. A taxa de nucleação e crescimento de cristais em vidros silicatos previamente aumenta em resposta com o aumento do teor de água e a redução da viscosidade vítrea.

O tamanho dos cristais da frita Com\_01  $1450^{\circ}\text{C}$  com tratamento térmico de (b) [rampas de  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , patamares de 1h a  $650^{\circ}\text{C}$  e a  $1000^{\circ}\text{C}$ ], em média maior do que  $1\mu\text{m}$ , se difere dos demais tratamentos tanto na frita Com\_01  $1450^{\circ}\text{C}$  com tratamento térmico de (a) [rampa de  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , patamar de 1h a  $1000^{\circ}\text{C}$ ] quanto no tratamento da frita Com\_01  $1530^{\circ}\text{C}$  nos dois tipos de tratamento térmico (com tamanho de cristais menor do que  $1\mu\text{m}$ ).

Concluiu-se que, a fusão realizada na temperatura de 1450°C, deixou “sementes” ou “núcleos” naturais provenientes da fusão favorecendo assim uma maior nucleação e crescimento. Quando essa mesma frita se submete ao tratamento térmico (b), o tempo oferecido é suficientemente grande para nucleação e crescimento dos cristais. Em relação ao tratamento térmico (a), o tempo é reduzido por não existir o patamar intermediário. Isso faz com que o tempo não seja suficiente para que os cristais cresçam tanto, o que pode ser observado comparando as figuras 43 e 44.

A frita Com\_01 1530°C, a fusão, provavelmente, deixou um número menor de “semente” ou “núcleos”. Por isso, o tamanho de cristais não foi influenciado pelo dois tipos de tratamento térmico. Isso pode ser observado nas figuras 45 e 46 onde os cristais de leucita atingiram, aproximadamente, tamanhos semelhantes.

Não foi realizada microscopia de aquecimento na frita Com\_01 para confirmar a correta temperatura de fusão do material. No entanto, como a base das fritas foram os feldspatos da mineração Armil e Ubaeira, podemos nos basear na microscopia de aquecimento do feldspato Armil (Anexo I) para confirmar que em 1450°C a temperatura foi insuficiente para fundir todo o material e deixar remanescentes que servirão como núcleos de cristalização, e que em 1530°C o material estava mais fundido e, com isso, o número de núcleos era menor. Devemos levar em consideração que o processo de fabricação de frita leva a uma queda brusca na temperatura, em torno de 100°C, devido a remoção do material dentro do forno e seu resfriamento em água.

Diante disto, e lembrando que cristais pequenos de leucita bem disseminados na matriz vítrea proporcionam maiores resistências mecânicas, conclui-se que no presente

trabalho o diâmetro das partículas de leucita na vidrocerâmica feldspática estão numa faixa muito interessante para um processo de alta temperatura para a obtenção da vidrocerâmica.

Recomenda-se que o tamanho dos cristais de leucita na matriz vítrea seja menores de  $4\mu\text{m}$  e que estejam homoganeamente distribuídos na matriz vítrea, a fim de diminuir a suscetibilidade de fraturas nesta.

A natureza esférica das partículas de leucita contribui com o desvio das tensões transformadas e com a transformação de energia de tensão. A formação de grandes cristais ou aglomerados acima do tamanho crítico está associada às extensivas microtrincas na matriz vítrea[9].

Outrossim a faixa de temperatura de cristalização (nucleação e crescimento) de leucita num vidro feldspático é de  $870$  a  $1100^{\circ}\text{C}$ [21] para nucleação volumétrica, no caso de partículas de vidro de diâmetro superior a  $0,45\mu\text{m}$ , que é o caso do presente trabalho, onde a temperatura de cristalização situou-se entre  $550^{\circ}\text{C}$  e  $900^{\circ}\text{C}$  quando a taxa de aquecimento do vidro foi de  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  e entre  $640^{\circ}\text{C}$  e  $930^{\circ}\text{C}$  numa taxa de aquecimento de  $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . Isto deixa claro que um lento aquecimento do vidro feldspático permite o início da cristalização (formação da leucita) numa temperatura menor, bem como o encerramento da cristalização numa temperatura menor, do que pode resultar grãos menores de leucita possivelmente favorecendo uma maior resistência mecânica à vidrocerâmica final.

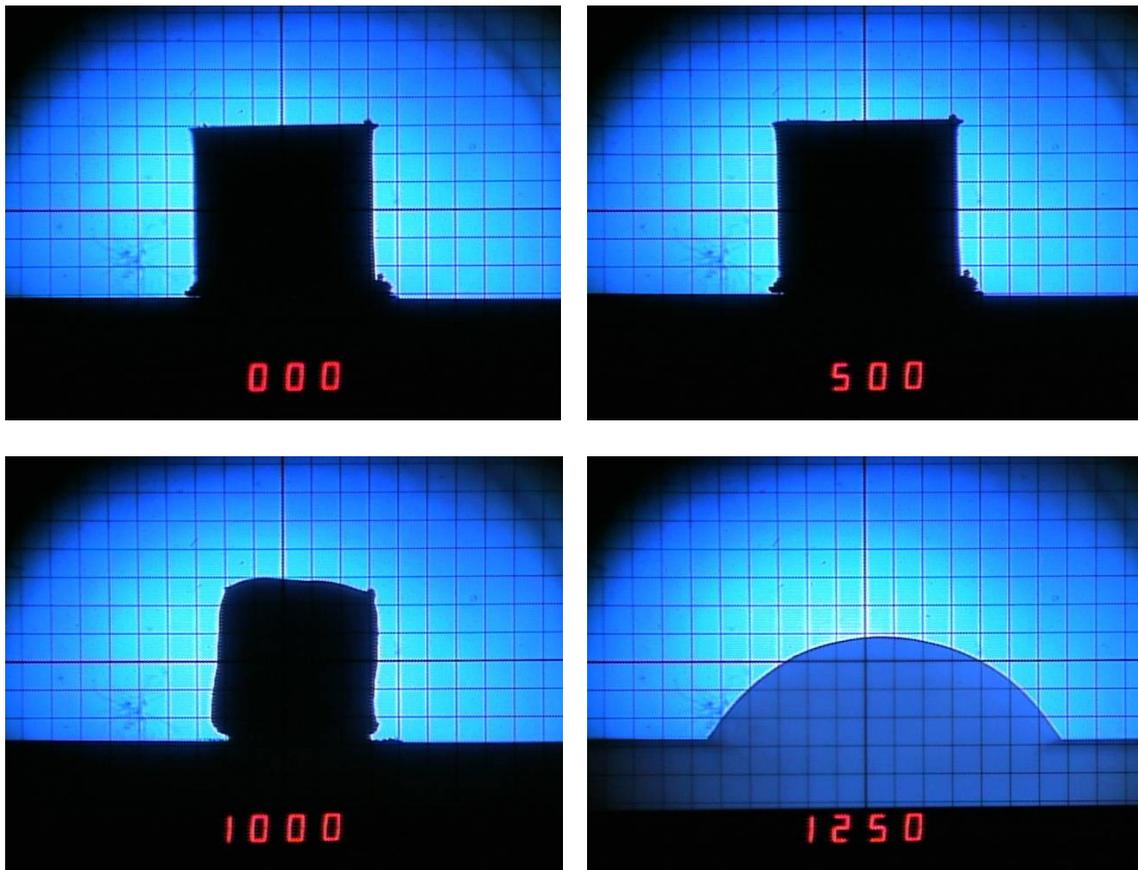
Nos difratogramas aqui apresentados viu-se que os tamanhos dos picos de difração são maiores na vidrocerâmica tratada termicamente segundo o ciclo térmico de (a) [rampa de 10°C/min, patamar de 1h a 1000°C] do que na vidrocerâmica tratada termicamente segundo o histórico térmico de (b) [rampas de 10°C/min, patamares de 1h a 650°C e a 1000°C]. Este fato pode ser explicado quando se lembrar que no ciclo térmico (b) se dá mais tempo para que a nucleação de leucita se complete quanto para que os núcleos cresçam até mesmo pelo canibalismo dos grãos maiores em relação aos grãos menores e é bem conhecido o fato de que grãos maiores em menor número resultam em menores intensidades dos picos de difração de raios-X. Outrossim, os difratogramas mostram que o difratograma do caso (b) tem menor halo do que aquele do caso (a), isto é, maior tempo de nucleação e crescimento de leucita traduz em menor quantidade de fase amorfa e grãos maiores. Naturalmente, a existência de halos caracteriza o produto final como uma vidrocerâmica, isto é, cristais de leucita disseminados na matriz de vidro feldspático (a leucita atuando no papel tenacificador da fase vítrea).

No presente caso, o produto do tratamento térmico foi resfriado bruscamente em água (para que as fases reinantes ao final do tratamento térmico fossem “congeladas”), mas um resfriamento do material dentro do forno desligado (uma prática industrialmente comum para evitar choques térmicos) não deveria acarretar nenhuma diferença significativa sobre a constituição de fases da vidrocerâmica.

### 4.3.2. FRITA COM\_07

A composição da frita Com\_07, dada na tabela 14, também foi baseada na composição da Finesse adquirida por fluorescência de raio-X. Ao compararmos com a frita Com\_01, além de utilizar o feldspato da Ubaeira no lugar do Armil foi adicionado os óxido de cério (CeO), ítreo (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) e boro (borax).

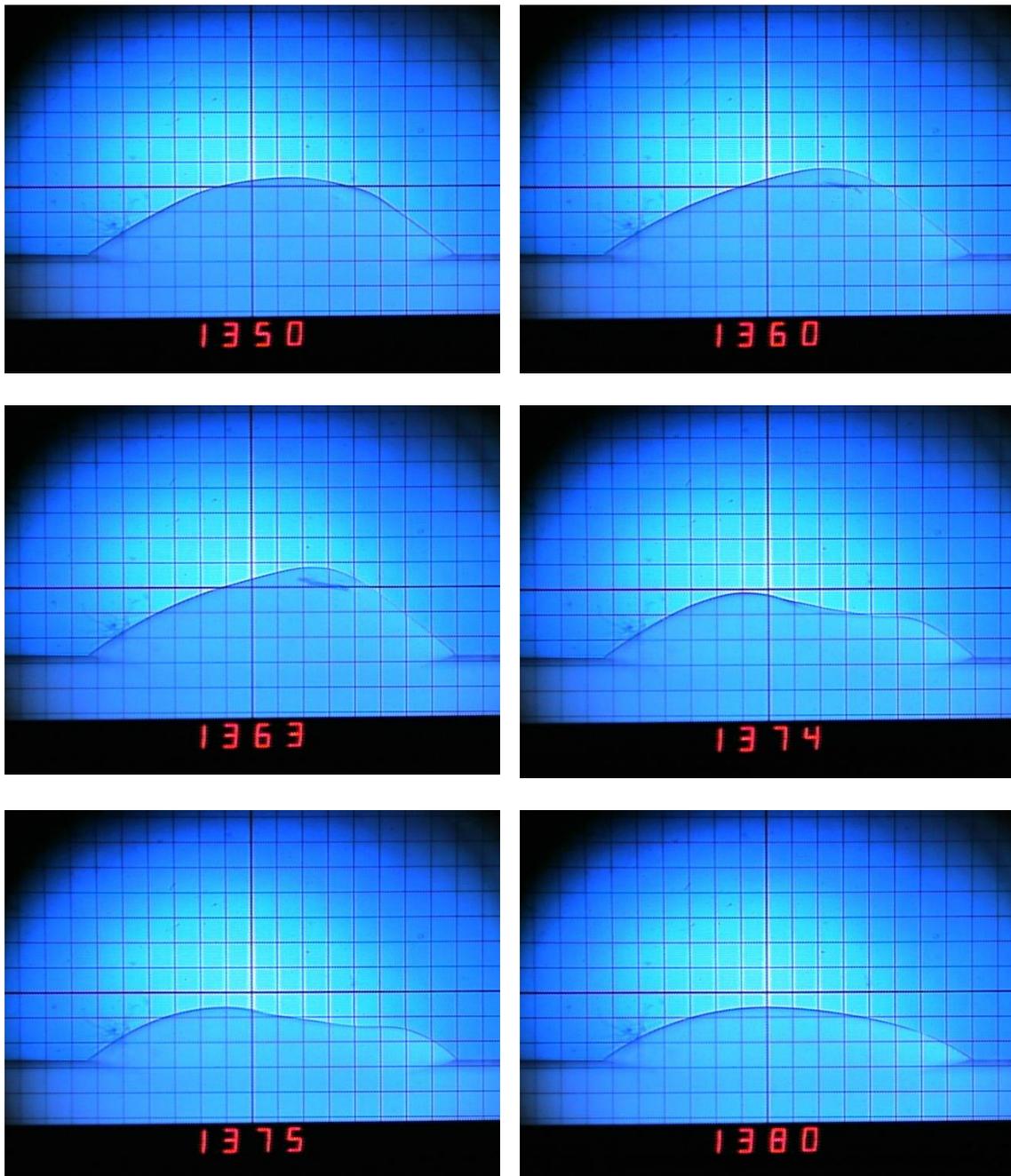
A microscopia de aquecimento serviu para que analisássemos a matéria-prima de partida a cada °C. A figura 47 mostra a amostra na temperatura ambiente, 500, 1000 e 1250°C. Pode-se observar que a 500°C a amostra não sofreu nenhuma alteração e que em 1000°C a temperatura começa a mudar sua forma. Em 1250°C a amostra já perdeu sua forma original, tornando-se mais translúcida do que as micrografias anteriores.



**Figura 47** – Micrografias de aquecimento da amostra Com\_07

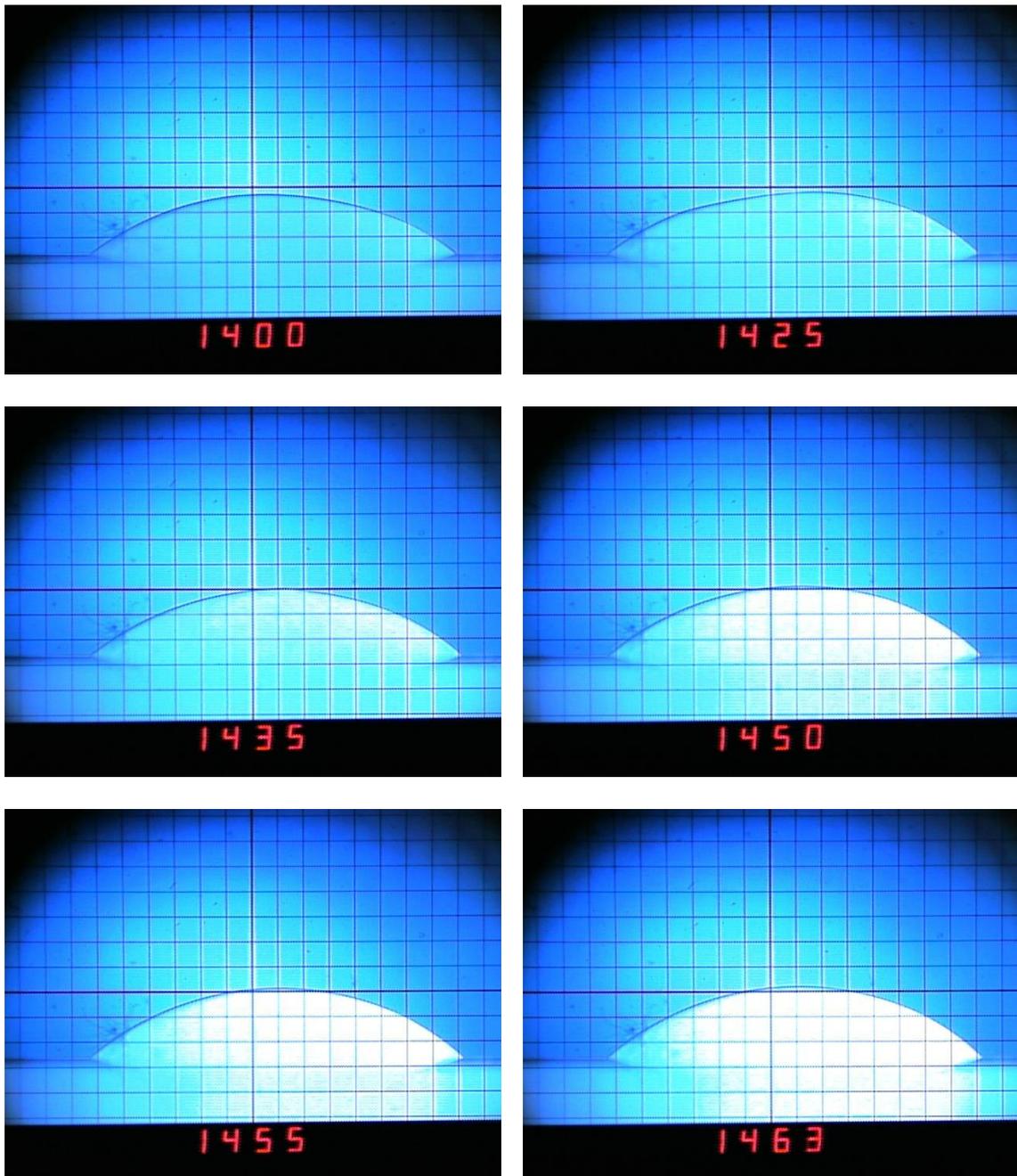
Os óxidos de sódio, cálcio e potássio foram adicionados à composição da frita Com\_07 sob forma de carbonatos (conforme mencionado na tabela 14). Isso faz com que, como resultado da decomposição desses carbonatos, resulte a liberação de gás  $\text{CO}_2$ . Esta liberação pode ser visualizada na microscopia de aquecimento conforme a figura 48.

O início da liberação dos gases foi evidente por volta de  $1360 - 1363^\circ\text{C}$  mostrando uma deformação da “calota” e com término por volta de  $1374 - 1375^\circ\text{C}$ .



**Figura 48** – Micrografias de aquecimento evidenciando a liberação dos gases oriundos da decomposição dos carbonatos de sódio, cálcio e potássio

A fusão completa ocorreu em torno de 1450°C. Isto pode ser observado pela completa translucidez da amostra, como demonstrado na figura 49.



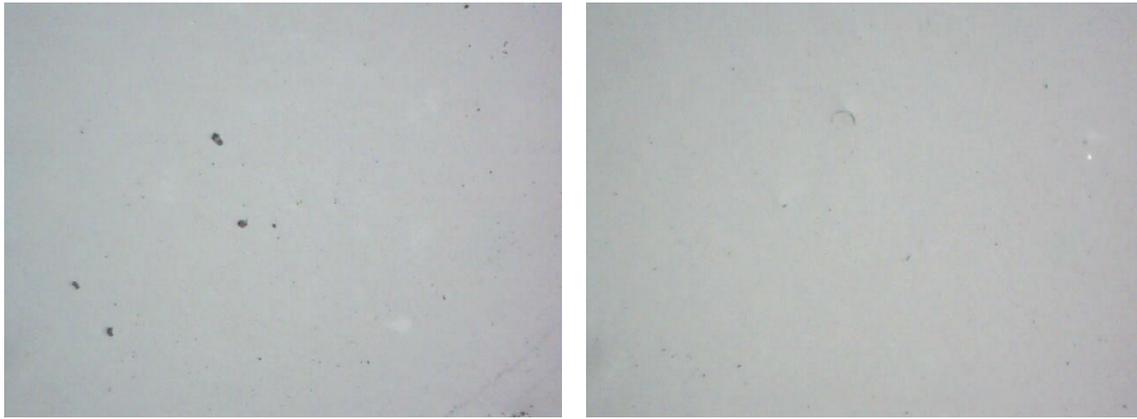
**Figura 49** – Micrografias de aquecimento da amostra Com\_07 evidenciando a fusão completa por volta de 1450°C

A frita Com\_07 foi fundida a 1550°C durante 2h com um rampa de aquecimento de 10°C/min. A temperatura de fusão foi baseada nos dados obtidos pela microscopia de aquecimento. Sabendo que a frita Com\_07 atingiu a fusão completa na temperatura de

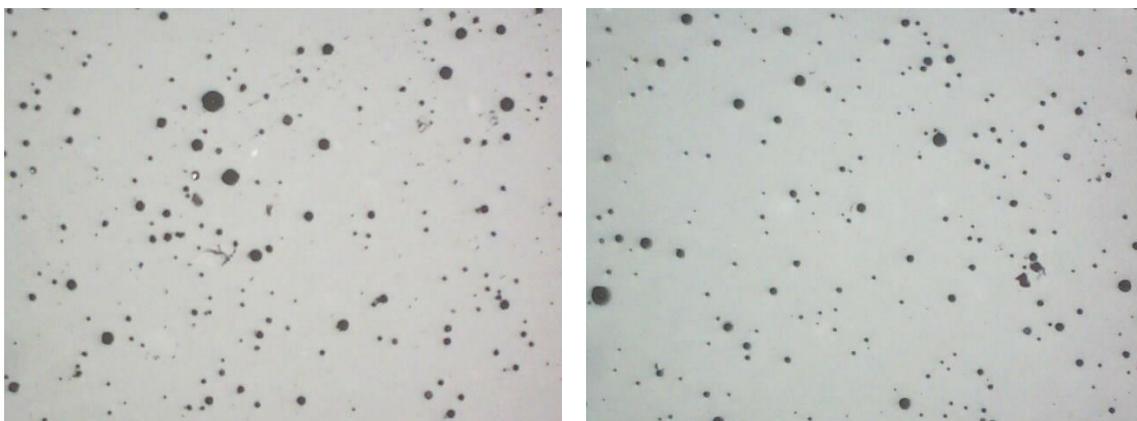
1450°C, foi dado um acréscimo devido ao fato de que quando retiramos o material do forno e “mergulhamos” em água para resfriamento, a temperatura sofre uma queda brusca de aproximadamente 100°C. A frita foi moída durante 1 h num jarro e esferas de ágata com rotação de 300 rpm.

A análise térmica da frita Com\_07 evidenciou picos característicos de cristalização de leucita a partir de 850°C.

O tratamento térmico da frita Com\_07 foi realizado a 900°C com rampa de aquecimento de 10°C/min durante 1 h e resfriada naturalmente dentro do forno à temperatura ambiente. O tratamento foi realizado tanto num forno de mufla quanto no forno Ceram press sob vácuo contínuo com o objetivo de reduzir a quantidade de poros na pastilha a ser produzida. A figura 50 evidencia a redução de poros na pastilha quando tratada termicamente sob vácuo. A redução da porosidade na pastilha está intimamente relacionada a uma menor quantidade de poros na peça cerâmica prensada.



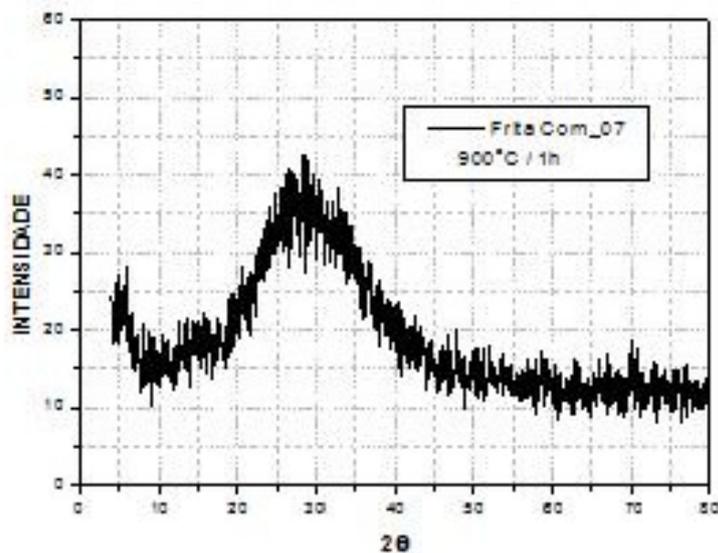
(a)



(b)

**Figura 50** – Microscopias óticas das pastilhas da frita Com\_07 1550°C tratadas termicamente no forno Cerampress sob vácuo (a) e no forno de mufla (b)

O difratograma de raios-X da frita Com\_07 tratada a 900°C durante 1 h não evidenciou a presença de cristais de leucita, continuando com a característica amorfa da frita sem tratamento térmico. Conclui-se que a presença de boro, como fundente, na composição da frita Com\_07 fez com que a fusão da frita não deixasse remanescentes da fusão tornando assim mais complexa a cristalização de leucita (figura 51).



**Figura 51** – Difratoograma de raios-X da frita Com\_07 tratada termicamente a 900°C durante 1h no forno de mufla

Nos trabalhos de Cattel et al[20,22] cristais de leucita tetragonal foram cristalizados, preferencialmente, numa temperatura acima de 1000°C, o que faz acreditar que a temperatura utilizada na frita Com\_07 foi insuficiente para cristalização.

Diferente da frita Com\_01, a frita Com\_07 foi moída durante 1h ao invés de 2h. Sabe-se que a cristalização da frita está intimamente relacionada com o tamanho de partícula da frita, ou seja, o menor tamanho de partícula com o aumento da área superficial pode originar mais sítios de nucleação[22]. Por isso, pode-se concluir que a moagem realizada não foi suficiente para produzir tamanho de partícula capaz de cristalizar leucita na frita Com\_07. Além disso, a diminuição do tamanho da frita também está relacionado com o tamanho dos cristais de leucita. Cattel et al relatam em seu trabalho que uma redução da frita de 5,39 a 3,27  $\mu\text{m}$ , quando submetida a um

tatamento térmico a 1120°C/1h reduz o tamanho médio dos cristais de leucita de 1,1  $\mu\text{m}$  a 0,4  $\mu\text{m}$ [22].

## 5. CONCLUSÕES

(a) A difratometria de raios-X mostrou que a vidrocerâmica Finesse (da Dentsply) não se altera muito durante a conformação por injeção sob pressão a quente, quanto às fases contidas, mostrando que o processo de cristalização da leucita já havia sido consolidado na etapa anterior de preparação da pastilha.

(b) Os resultados de resistência à flexão por 3 pontos apresentados aqui por barras da vidrocerâmica Finesse (da Dentsply) diferem-se daqueles obtidos por Drumond et al. [7] porque as dimensões das barras nos dois estudos eram diferentes, enquanto que com barras semelhantes os resultados do presente trabalho revelaram-se semelhantes àqueles obtidos por Guazzato et al. [5].

(c) Alcançou-se, no presente estudo, a necessária capacitação para a produção de cristais sintéticos de leucita pura tetragonal, por meio da fusão a 1530°C, de mistura estequiométrica de matérias-primas tanto de óxidos simples quanto de feldspato da Ubaeira junto com caulim da Caulisa, ambos da Região de Borborema-Seridó (RN/PB).

(d) O tratamento térmico a 1000°C do pó de frita de vidro feldspático “Com\_1”\* [fundido a 1450 (ou 1530°C) durante 120 minutos, seguido de resfriamento brusco em água] resultou numa vidro-cerâmica com abundância de cristais de leucita de aproximadamente 1µm de diâmetro, a faixa de sua cristalização estando dentro daquela reportada na literatura sobre o assunto.

\*Com\_1 = (Composição “Finesse[Dentsply]”) composta pela mistura de feldspato Armil + necessárias adições de alumina, carbonato de potássio, bicarbonato de sódio, BaO, CaO, ZnO e dióxido de titânio.

(e) A análise pela microscopia de aquecimento permitiu determinar 1450°C como a temperatura necessária para a fusão de um vidro totalmente translúcido a partir da composição “COM\_7” (composição Finesse[Dentsply]) composta pela mistura do feldspato Ubaeira + adições necessárias de carbonato de sódio, carbonato de potássio, CaO, CeO<sub>2</sub> + Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + bórax. A frita de vidro produzida pelo resfriamento brusco em água deste vidro não se cristalizou no subsequente tratamento térmico sob aquecimento controlado na faixa de temperatura de 900°C, mostrando que um vidro isento de partículas sólidas remanescentes (sementes ou núcleos) apresenta uma muito maior dificuldade de cristalização.

(f) A produção de frita de vidro à base de feldspato da Região de Seridó-Borborema (divisa RN-PB), no estado finamente cominuído juntamente com os demais ingredientes da mistura estequiométrica, mediante sua fusão a 1450°C durante 2h, seguida de mergulho em água bidestilada, foi bem sucedida.

(g) A análise térmica diferencial revelou que um aquecimento mais lento da frita do vidro feldspático, referido na conclusão (f) permite o início e término da sua cristalização, gerando cristais de leucita, em temperaturas menores.

(h) A difratometria de raios-X em pastilhas de frita de vidro feldspático, referido na conclusão (f), num ciclo térmico mais lento, com patamares de 1h a 650°C e 1000°C, conduz a picos de difração menores, provavelmente como um reflexo de um menor número de grãos de leucita de tamanhos médios menores do que quando se usa um ciclo térmico mais rápido com um único patamar de 1h a 1000°C.

(i) Tratamento térmico da frita Com\_07 sob vácuo gera pastilhas com um menor porosidade quando comparada com as pastilhas tratadas num forno de mufla.

## **6. SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS**

(a) Estudar a cristalização de leucita em fritas de vidro feldspático obtidas pela fusão de misturas de matérias primas contendo controlados tamanhos e quantidades de “sementes” ou “nucleos” de cristalização.

(b) Determinar a variação da quantidades de “sementes” ou “nucleos” naturais (remanescentes da fusão) em vidros feldspáticos como função da temperatura de fusão dos mesmos vidros.

(c) Estudar o efeito da granulometria do pó de frita sobre a cinética de nucleação e crescimento de leucita em vidros feldspáticos obtidos pela fusão de misturas de matérias primas brasileiras.

(d) Estudar a obtenção de barras sinterizadas de vidrocerâmica feldspática reforçada com leucita a partir da sinterização de misturas de pó de frita de vidro feldspático não-leucítico com pós finos de cristais puros de leucita sintética.

## 7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

---

- [1] KELLY, J.R., NISHIMURA, I., CAMPBELL, S.D., “Ceramics in dentistry: Historical roots and current perspectives”, *Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 75, n.1, pp.18-32, Jan., 1996
- [2] ANUSAVICE K.J., “Cerâmicas Odontológicas”, In: *Materiais Dentários*, 11 ed., capítulo 21, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, Elsevier Editora Ltda., 2005
- [3] GRAIG., R.G, POWERS, J.M., “Materiais Dentários Restauradores”, 11 ed., cáp.18, 2004
- [4] BOTINO, M.A., QUINTAS, A.F., MIYASHITA, E., GIANNINI, V., “Metal Free – Estética em Reabilitação Oral”, 1 ed., capítulo 4 e 5, São Paulo, SP, Brasil, Ed. Artes Médicas Ltda, 2001
- [5] GUAZZATO, M., ALBAKRY, M., RINGER, S.P., SWAIN, M.V., “Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part I. Pressable and alumina glass-infiltrated ceramics”, *Dental Materials*, v.20, n.5, pp.441-448, Jun 2004
- [6] GORMAN, C.M., McDEVITT, W.E., HILL, R.G., “ Comparison of two heat-pressed all-ceramic dental materials”, *Dental Materials*, v.16, n.6, pp. 389-395, Nov 2000

- 
- [7] DRUMMOND, J.L., KING, T.J., BAPNA, M.S., KOPERSKI, R.D. “Mechanical property evaluation of pressable restorative ceramics”, *Dental Materials*, v.16, n.3, pp 226-233, Maio 2000
- [8] ASSMAN, S., ERMIRICH, M., KUNZMANN,K., “Determination of quantitative leucite content in pressable ceramics compared to conventional dental porcelains”, *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, v.12, n., pp. 833-835, 2000
- [9] CATTELL, M.J., CHADWICK, T.C., KNOWLES, J.C., CLARKE, R.L., LYNCH,E., “Flexural strength optimization of a leucite reinforced glass ceramic”, *Dental Material*, v.17, pp.21-33, 2001
- [10] BONA, A.D., ANUSAVICE, K.J., DeHOFF, P.H., “Weibull analysis and flexural strength of hot-pressed core and veneered ceramic structures”, *Dental Materials* , v.19, n.7, pp. 662-669, Nov., 2003
- [11] DENTAL CERAMIC CHAPTER 3.4
- [12] ONG, J.L., FARLEY, D.W., NORLING, B.K., “Quantification of leucite concentration using X-ray diffraction”, *Dental Materials*, v.16, pp.20-25, 2000

- 
- [13] HASHIMOTO, S., SATO, F., HONDA, S., AWAJI, H., FUKUDA, K.,  
“Fabrication and Mechanical Properties of Sintered Leucite body”, *Journal of the Ceramic of Japan*, v.113, n.7, pp. 448-490, 2005
- [14] ZHANG, Y., JIANQING, W., PINGEN, R., MING, L., “Low temperature synthesis of high purity leucite”, *Materials Letters*, xxx, 2006
- [15] HASHIMOTO, S., YAMAGUCHI, A., FUKUDA, K. and ZHANG, S., “Low-Temperature synthesis of Leucite Crystals Using Kaolin”, *Materials Research Bulletin*, Vol.40, 2005, 1577-1583.
- [16] HASHIMOTO, S., YAMAGUCHI, A., FUKUDA, K., “Synthesis of leucite crystals using potash feldspar”, *Journal of Ceramic Society of Japan*, v.112, n. 1304, pp. 242-244, 2004
- [17] NOVOTNA, M., SATAVA, P., LEZAL, D., “Synthesis of leucite for application in dentistry”, *Glass Technology*, v. 45, n. 2, 2004
- [18] NOVOTNA, M., SATAVA, V., LEZAL, D., KOUZKOVA, A., KOTKA, P.,  
“Preparation of leucite based materials”, *Solid State Chemistry V Solid State Phenomena*, v. 90-91, pp. 377-382, 2003
- [19] BALANDIS, A., SINKYAVICHENE, I., “Hydrothermal synthesis of leucite and its application in engineering ceramics”, *Glass and Ceramics*, v. 62, n. 1-2, 2005

- 
- [20] CATTELL, M.J., CHADAWICK, T.C., KNOWLES, J.C., CLARKE, R.L., “The crystallization of an aluminosilicate glass in the K<sub>2</sub>O-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> system”, *Dental Materials*, v. 21, pp. 811-822, 2005
- [21] TOSIC, M.B.; DIMITRIJEVIC, R.Z.; MITROVIC, M.M., “Crystallization of leucite as the main phase in glass doped with fluorine anions”, *Journal of Materials Science*, v.37, p.2293-2303, 2002
- [22] CATTELL, M.J., CHADAWICK, T.C., KNOWLES, J.C., CLARKE, R.L., SAMARAWICK, D.Y.D., “The nucleation and crystallization of fine grained leucite glass-ceramic for dental application”, *Dental Materials*, v. 22, pp. 925-933, 2006
- [23] ALBAKRY, M., GUAZZATO, M., SWAIN, M.V., “Biaxial flexural strength, elastic moduli, and x-ray diffraction characterization of three pressable all-ceramic materials”, *Journal of Prosthetic Dentistry*, v.89, n.4, Abr., 2003
- [24] ALBAKRY, M., GUAZZATO, M., SWAIN, M.V., ” Fracture toughness and hardness evaluation of three pressable all-ceramic dental materials”, *Journal of Dentistry*, v.31, n., pp. 181-188, 2003
- [25] RIZAKALLA, A.S., JONES, D.W., “Indentation fracture toughness and dynamic elastic moduli for commercial feldspathic dental porcelain materials” , *Dental Materials*, v.20, n.2, pp.198-206, Feb., 2004

- 
- [26] RIZAKALLA, A.S., JONES, D.W., “Mechanical properties of commercial high strength ceramic core materials” , *Dental Materials*, v.20, n.2, pp.207-212, Fev., 2004
- [27] INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, ISO 6872: 1995(E): Dental Ceramics, 2<sup>a</sup> ed.; 1995. Geneva, Switzerland
- [28] TINSCHERT, J., ZWER, D., MARX, R., ANUSAVICE, K.J., “ Structural reliability of alumina-, feldspar-, leucite-, mica-, and zirconia-based ceramics” , *Journal of Denistry*, v.28, n., pp 529-535, 2000
- [29] FISCHER, H., HEMELIK, M., TELLE, R., MARX, R., “Influence of annealing temperature on the strength of dental glass ceramic materials” , *Dental Materials*, v.21, pp. 671-677, Jul., 2005
- [30] SCHERRER, S.S., DENRY, I.L., WISKOTT, H.W.A, “ Comparison of the three fracture toughness testing techniques using a dental glass and a dental ceramic” , *Dental Materials*, v.14, n.4 , pp. 246-255, Jul., 1998
- [31] BONA, A.D., MECHOLSKY Jr., J.J., ANUSAVICE, K.J., ” Fracture behavior of Lithia disilicate- an leucite-based ceramic” , *Dental Materials*, v. 20, n., pp. 956-962, 2004

---

[32] CESAR, P.F., YOSHINURA, H.N., MIRANDA JÚNIOR, W.G., OKADA, C.Y.,

”Correlation between fracture toughness and leucite content in dental porcelains”, *Dental Materials*, v., n., pp. 1-9, 2005

[33] MUNHOZ, T., “Desenvolvimento e Caracterização de Vidros para Cimentos de Ionômeros de Vidro”, Exame de Qualificação, UFRJ, 2007

[34] HASHIMOTO S, YAMAGUCHI A, “Synthesis of spherical leucite crystals”, *Journal of the Ceramic Society of Japan*, v. 108. n.1, pp. 40-44, Jan.2000.

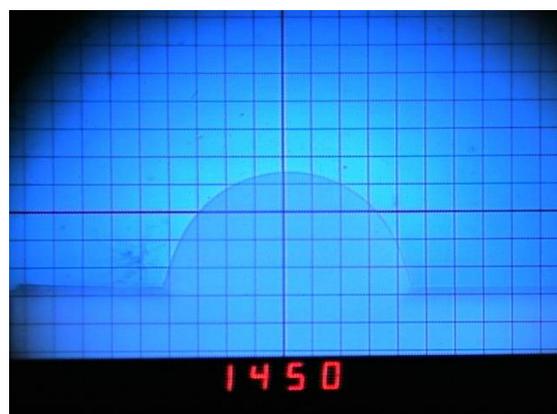
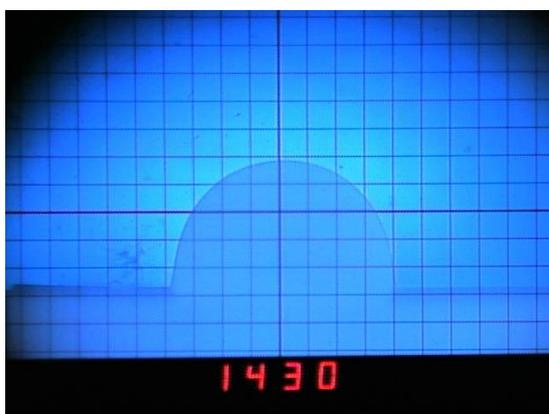
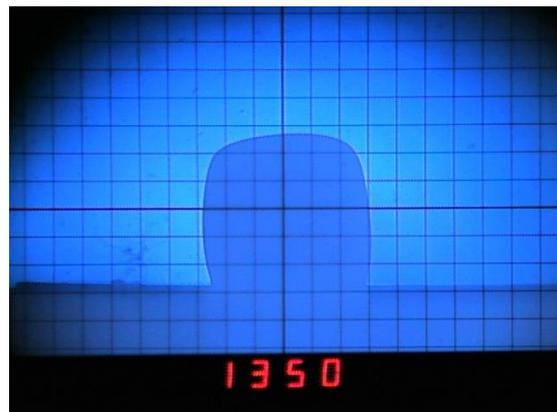
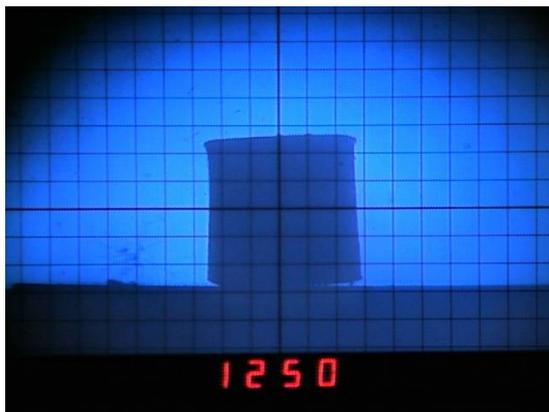
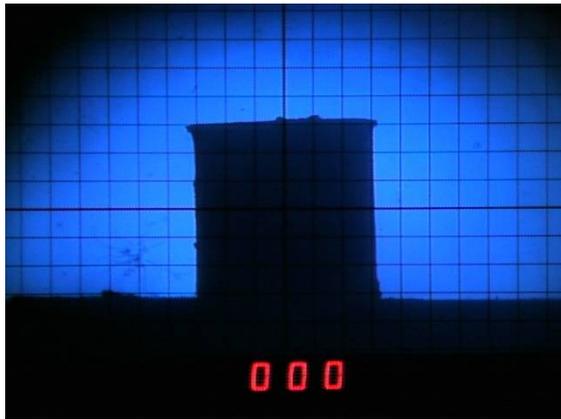
---

## **ANEXOS**

---

# ANEXO I

Microscopia de aquecimento do Feldspato da mineração Armil



---

## ANEXO II

Microscopia de aquecimento do Feldspato da mineração Ubaeira

