

INFLUÊNCIA DO PROCESSAMENTO DE INFILTRAÇÃO NA RESISTÊNCIA À
FLEXÃO E NA MICROESTRUTURA DO COMPÓSITO ALUMINA-VIDRO DE
LANTÂNIO

Raquel Costa da Silva

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

Aprovada por:

Prof. Tsuneharu Ogasawara, D.Sc.

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

Prof. Ivo Carlos Corrêa, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ-BRASIL
MARÇO DE 2006

SILVA, RAQUEL COSTA DA

Influência do processamento de infiltração na resistência à flexão e na microestrutura do compósito alumina-vidro de lantânio. [Rio de Janeiro] 2006.

XIV, 101 p. 29,7cm (COPPE/UFRJ, M.S.c., Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2006)

Dissertação- Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE

1. Cerâmicas odontológicas
2. Tempo e temperatura de infiltração
3. Resistência flexural

I. COPPE/UFRJ II. Título (série)

AGRADECIMENTOS

A Deus, pelo sopro de vida.

Ao professor Tsuneharu Ogasawara, pela confiança depositada, pelos ensinamentos imprescindíveis e pela orientação e suporte à pesquisa.

À professora Maria Cecília Nóbrega, pela sessão de seus horários de microscopia eletrônica de varredura em meu favor e, também, pelos conhecimentos transmitidos.

Ao professor Flávio Teixeira, pela atenção e presteza dispensadas.

Ao amigo Vinícius Bemfica, pelo auxílio nos ensaios mecânicos e pelo constante apoio (fruto da bondade que lhe é inerente).

À amiga Marília Silva, pela ajuda despretensiosa na análise de Weibull, pela revisão da tese, pelo seu carinho e alegria contagiante.

Ao amigo Marcus Vinícius Ruybal Bica, pelo companheirismo e amizade sincera nesta jornada difícil.

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

INFLUÊNCIA DO PROCESSAMENTO DE INFILTRAÇÃO NA RESISTÊNCIA À FLEXÃO E NA MICROESTRUTURA DO COMPÓSITO ALUMINA-VIDRO DE LANTÂNIO

Raquel Costa da Silva

Março/2006

Orientador: Tsuneharu Ogasawara

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

O presente estudo avaliou a influência do tempo e da temperatura de infiltração do vidro de lantânio na resistência à flexão e na microestrutura do sistema In-Ceram[®] Alumina (Vita Zahnfabrik). Para tal, foram empregadas 50 barras de alumina parcialmente sinterizadas para a realização de 5 diferentes grupos experimentais de infiltração com vidro de lantânio da alumina parcialmente sinterizada: (I) infiltração a 1100°C durante 6h (tempo utilizado para infiltração de infraestruturas de próteses parciais fixas); (II) infiltração a 1110°C (temperatura recomendada pelo fabricante) durante 6h; (III) infiltração a 1120°C durante 6h; (IV) infiltração a 1130°C durante 6h; (V) infiltração a 1110°C durante 2h (tempo utilizado para infiltração de coroas unitárias).

A resistência à flexão das barras foi testada em uma máquina de ensaios mecânicos (EMIC). Obteve-se resultados de resistência à flexão na ordem de 580,75 (\pm 99,21)MPa; 605,47 (\pm 75,17)MPa; 579,34 (\pm 92,14)MPa; 590,40 (\pm 139,31)MPa e 410,16 (\pm 178,19)MPa, respectivamente para os grupos I, II, III, IV e V. Os resultados foram submetidos a tratamento estatístico (ANOVA) e revelaram que as pequenas alterações na temperatura de infiltração não interferem na resistência à flexão de barras de In-Ceram[®] Alumina, mas que o aumento do tempo de infiltração melhorou a capacidade de resistência à flexão. Complementarmente, utilizou-se a análise de Weibull para se avaliar a confiabilidade do material frente aos diversos tratamentos propostos. Esta análise deu suporte a conclusão de que: menores tempos de infiltração dão margem a menor reprodutibilidade do processo de infiltração. A análise microestrutural foi realizada por meio de Microscópio eletrônico de varredura e revelou que a etapa de infiltração de barras de alumina continuará impulsionando o avanço da sinterização da infra-estrutura cerâmica no sentido da definição de contornos de grãos mais arredondados e de poros igualmente mais arredondados (ao lado da diminuição do volume de poros).

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

INFLUENCE OF THE INFILTRATION PROCESSING ON THE VALUE OF FLEXURAL STRENGTH AND MICROSTRUCTURE OF ALUMINA-LANTHANUM GLASS COMPOSITE

Raquel Costa da Silva

March/2006

Adivisor: Tsuneharu Ogasawara

Department: Metallurgical and Materials Engineering

This study evaluated the influence of time and temperature of lanthanum glass infiltration on the flexural strength and microstructure of In-Ceram[®] Alumina system (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha). For that, 50 partially sintered alumina bars were used in order to perform 5 different experimental groups of lanthanum glass infiltration into partially sintered alumina: (I) infiltration 1100°C for 6h (time utilized for infiltrating infrastructure of fixed partial prosthesis); (II) infiltration at 1110°C (temperature recommended by the manufacturer) for 6h; (III) infiltration at 1120°C for 6h; (IV) infiltration at 1130°C for 6h; (V) infiltration at 1110°C for 2h (time utilized for infiltrating single crown). The variance analysis (ANOVA) revealed that small changes in infiltration temperature don't interfere on the flexural strength of the In-Ceram[®] Alumina bars, but that increase of infiltration time improved the flexural strength.

Using a Universal Testing Machine (EMIC), the flexural strength of the bars was tested. The flexural strength obtained was 580.75 (\pm 99.21) MPa; 605.47 (\pm 75.17) MPa; 579.34 (\pm 92.14) MPa; 590.40 (\pm 13.31) MPa and 41.,16 (\pm 178.19) MPa, respectively for the groups: I, II, III, IV e V. The results were submitted to a statistical treatment (ANOVA) and revealed that short changes in the infiltration temperature don't alter appreciably the flexural strength of the Vita In-Ceram[®] Alumina bars, but the increase of the infiltration time improved their flexural strength. In addition, the Weibull analysis was used in order to evaluate the material reliability in view of all treatments. This analysis supported the following conclusion: a small infiltration time lead to a poor reproducibility of infiltration process. Observations with scanning electron microscope showed that the infiltration process increase the sintering of alumina bars toward rounder grain boundaries and pores.

ÍNDICE

1. INTRODUÇÃO.....	1
2. REVISÃO DA LITERATURA.....	4
2.1 O sistema In-Ceram [®] Alumina.....	11
2.1.1 Passos da fabricação do sistema In-Ceram [®]	17
2.1.2 Suspensão de alumina.....	21
2.1.3 Vidro de lantânio.....	24
2.1.3.1 Dissolução dos vidros de lantânio.....	26
3. MATERIAIS E METODOLOGIA.....	30
3.1 Materiais.....	30
3.1.1 Materiais para a confecção dos corpos de prova de In-Ceram [®] alumina.....	30
3.1.2 Equipamentos.....	31
3.2 Metodologia.....	33
3.2.1 Preparação dos corpos de prova.....	33
3.2.2 Ensaio de resistência à flexão.....	42
3.2.3 Análise estatística.....	43
3.2.4 Caracterização de matérias primas.....	45
3.2.5 Análise de sinterização adicional.....	46
3.2.6 Caracterização da barras de alumina infiltradas com vidro.....	46
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	48
4.1 Resultados de resistência à flexão.....	48
4.2 Análises microgáficas.....	55
4.2.1 Gesso não sinterizado (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha).....	55

4.2.2 Pós de alumina Vita In-Ceram [®] (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha).....	57
4.2.3 Pós de vidro de lantânio (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha).....	60
4.2.4 Micrografias das barras de alumina parcialmente sinterizadas.....	63
4.2.5 Micrografias das Barras de alumina parcialmente sinterizadas a 1120°C e infiltradas com vidro de lantânio durante 6,5h.....	74
4.2.6 Micrografias das Barras de alumina parcialmente sinterizadas a 1120°C e infiltradas com vidro de lantânio durante 2,5h.....	85
5. CONCLUSÕES.....	88
6. SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS.....	89
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	90
APÊNDICE.....	97

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1- Diagrama pSi-pH do sistema B-Al-Ca-Ti-H ₂ O a 25°C para $a_{Ti} = 0,150 a_{Si}$, $a_{Al} = 1,178 a_{Si}$, $a_B = 1,640 a_{Si}$ e $pO_2 = 0,21$ atm.....	28
Figura 2- Diagrama pSi-pH do sistema Si-La-H ₂ O a 25°C para $a_{La} = 0,5530 a_{Si}$ e $pO_2 = 0,21$ atm.....	28
Figura 3- Materiais para confecção do In-Ceram [®] Alumina. Da esquerda para direita: pó de alumina, solvente aquoso, aditivo, pó de vidro de lantânio e gesso (ao fundo).....	31
Figura 4- Equipamentos para confecção do In-Ceram [®] Alumina. No sentido horário: aparelho de ultrassom Vita Vitasonic [®] II, forno de queima Vita Inceramat [®] 3, forno de queima Vita Vacumat [®] 40 e trijato Easy Blast (Bego).....	32
Figura 5- Equipamento de ensaio universal (EMIC linha DL 1000).....	32
Figura 6- Padrões poliméricos.....	34
Figura 7- Molde de polivinilsiloxano.....	34
Figura 8- Molde preenchido com o conjunto gesso/lama de alumina.....	34
Figura 9- Barras de alumina parcialmente sinterizadas.....	36
Figura 10- Barras de alumina parcialmente sinterizadas e infiltradas com vidro de lantânio.....	40
Figura 11- Barras de alumina parcialmente sinterizadas, infiltradas com vidro de lantânio e usinadas.....	41
Figura 12- Módulo de Weibull correspondente às amostras do grupo I.....	49
Figura 13- Módulo de Weibull correspondente às amostras do grupo II.....	49

Figura 14- Módulo de Weibull correspondente às amostras do grupo III.....	50
Figura 15- Módulo de Weibull correspondente às amostras do grupo IV.....	50
Figura 16- Módulo de Weibull correspondente às amostras do grupo V.....	51
Figura 17– Micrografias do molde de gesso não sinterizado do sistema Vita In-Ceram [®] . Em (a) aumento de 500 vezes; em (b) aumento de 3000 vezes.....	56
Figura 18- EDS do gesso não-sinterizado do sistema Vita In-Ceram [®]	57
Figura 19– Micrografias do pó de alumina do sistema Vita In-Ceram [®] . Em (a) aumento de 500 vezes; em (b) aumento de 3000 vezes.....	59
Figura 20- EDS do pó de alumina do sistema Vita In-Ceram [®]	60
Figura 21– Micrografias do pó de Vidro do sistema Vita In-Ceram [®] Alumina. Em (a) aumento de 100 vezes; em (b) aumento de 500 vezes.....	61
Figura 22- EDS do pó de vidro do sistema Vita In-Ceram [®] Alumina.....	62
Figura 23– Micrografias representativas de barra de alumina do Grupo A, sinterizada parcialmente consoante instruções do fabricante. Em (a) aumento de 1000 vezes; em (b) aumento de 3000 vezes.....	64
Figura 24– Micrografias representativas de barra de alumina do Grupo A', sinterizada parcialmente (consoante instruções do fabricante) e a 1100°C pelo programa de infiltração do vidro de lantânio do grupo I. Em (a) aumento de 1000 vezes; em (b) aumento de 3000 vezes.....	66
Figura 25 – Micrografias representativas de barra de alumina do Grupo B, sinterizada parcialmente consoante instruções do fabricante. Em (a) aumento de 1000 vezes; em (b) aumento de 3000 vezes.....	67

Figura 26– Micrografias representativas de barra de alumina do Grupo B', sinterizada parcialmente (consoante instruções do fabricante) e a 1110°C pelo programa de infiltração do vidro de lantânio do grupo II. Em (a) aumento de 1000 vezes; em (b) aumento de 3000 vezes.....68

Figura 27- Micrografias representativas de barra de alumina do Grupo C, sinterizada parcialmente consoante instruções do fabricante. Em (a) aumento de 1000 vezes; em (b) aumento de 3000 vezes.....69

Figura 28– Micrografias representativas de barra de alumina do Grupo C', sinterizada parcialmente (consoante instruções do fabricante) e a 1120°C pelo programa de infiltração do vidro de lantânio do grupo III. Em (a) aumento de 1000 vezes; em (b) aumento de 3000 vezes.....70

Figura 29 -Micrografias representativas de barra de alumina do Grupo D, sinterizada parcialmente consoante instruções do fabricante. Em (a) aumento de 1000 vezes; em (b) aumento de 3000 vezes.....71

Figura 30- Micrografias representativas de barra de alumina do Grupo D', sinterizada parcialmente consoante instruções do fabricante e a 1130°C pelo programa de infiltração do vidro de lantânio do grupo IV. Em (a) aumento de 1000 vezes; em (b) aumento de 3000 vezes.....73

Figura 31– Micrografias (via elétrons secundários) representativas de barra de alumina do grupo I (sinterizada durante 2 horas a 1120°C e infiltrada pelo vidro de lantânio a 1100°C durante 6 horas). Em (a) aumento de 2000 vezes; em (b) aumento de 3000 vezes.....75

Figura 32– Micrografia (via elétrons retroespalhados) representativa de barra de alumina do grupo I (sinterizada durante 2 horas a 1120°C e infiltrada pelo vidro de

lantânio a 1100°C durante 6 horas). Onde as áreas mais escuras correspondem à alumina e as áreas mais claras correspondem ao vidro de lantânio.....76

Figura 33- EDS do compósito de alumina/vidro In-Ceram[®] Alumina do Grupo I.....76

Figura 34– Micrografias (via elétrons secundários) representativas de barra de alumina do grupo II (sinterizada durante 2 horas a 1120°C e infiltrada pelo vidro de lantânio a 1110°C durante 6 horas). Em (a) aumento de 2000 vezes; em (b) aumento de 3000 vezes.....77

Figura 35– Micrografia (via elétrons retroespalhados) representativa de barra de alumina do grupo II (sinterizada durante 2 horas a 1120°C e infiltrada pelo vidro de lantânio a 1110°C durante 6 horas). Onde as áreas mais escuras correspondem à alumina e as áreas mais claras correspondem ao vidro de lantânio.....78

Figura 36- EDS do compósito de alumina/vidro In-Ceram[®] Alumina do Grupo II.....78

Figura 37– Micrografias (via elétrons secundários) representativas de barra de alumina do grupo III (sinterizada durante 2 horas a 1120°C e infiltrada pelo vidro de lantânio a 1120°C durante 6 horas). Em (a) aumento de 2000 vezes; em (b) aumento de 3000 vezes.....80

Figura 38– Micrografia (via elétrons retroespalhados) representativa de barra de alumina do grupo III (sinterizada durante 2 horas a 1120°C e infiltrada pelo vidro de lantânio a 1120°C durante 6 horas). Onde as áreas mais escuras correspondem à alumina e as áreas mais claras correspondem ao vidro de lantânio.....81

- Figura 39- EDS do compósito de alumina/vidro In-Ceram[®] Alumina do Grupo III.....81
- Figura 40– Micrografias (via elétrons secundários) representativas de barra de alumina do grupo IV (sinterizada durante 2 horas a 1120°C e infiltrada pelo vidro de lantânio a 1130°C durante 6 horas). Em (a) aumento de 2000 vezes; em (b) aumento de 3000 vezes.....83
- Figura 41– Micrografia (via elétrons retroespalhados) representativa de barra de alumina do grupo IV (sinterizada durante 2 horas a 1120°C e infiltrada pelo vidro de lantânio a 1130°C durante 6 horas). Onde as áreas mais escuras correspondem à alumina e as áreas mais claras correspondem ao vidro de lantânio.....84
- Figura 42- EDS do compósito de alumina/vidro In-Ceram[®] Alumina do grupo IV.....84
- Figura 43– Micrografias (via elétrons secundários) representativas de barra de alumina do grupo V (sinterizada durante 2 horas a 1120°C e infiltrada pelo vidro de lantânio a 1110°C durante 2 horas). Em (a) aumento de 2000 vezes; em (b) aumento de 3000 vezes.....86
- Figura 44– Micrografia (via elétrons retroespalhados) representativa de barra de alumina do grupo V (sinterizada durante 2 horas a 1120°C e infiltrada pelo vidro de lantânio a 1110°C durante 2 horas). Onde as áreas mais escuras correspondem à alumina e as áreas mais claras correspondem ao vidro de lantânio.....87
- Figura 45- EDS do compósito de alumina/vidro In-Ceram[®] Alumina do Grupo V.....87

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1- Composição do vidro de lantânio segundo a patente.....	20
Tabela 2- Composição da porcelana de esmalte segundo a patente.....	20
Tabela 3- Resultados dos valores médios de resistência à flexão a 3 pontos dos grupos de amostras I a V.....	48
Tabela 4- ANOVA entre os grupos I a IV.....	53
Tabela 5- ANOVA entre os grupos II e V.....	53
Tabela 6- Composição do vidro de lantânio (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha).....	63

ÍNDICE DE GRÁFICOS

Gráfico 1- Tempo e temperatura da queima de sinterização da alumina.....	35
Gráfico 2- Tempo e temperatura da infiltração da alumina com vidro de lantânio do grupo I.....	37
Gráfico 3- Tempo e temperatura da infiltração da alumina com vidro de lantânio do grupo II.....	37
Gráfico 4- Tempo e temperatura da infiltração da alumina com vidro de lantânio do grupo III.....	38
Gráfico 5- Tempo e temperatura da infiltração da alumina com vidro de lantânio do grupo IV.....	38
Gráfico 6- Tempo e temperatura da infiltração da alumina com vidro de lantânio do grupo V.....	39
Gráfico 7- Queima de controle do vidro de lantânio.....	42

1 INTRODUÇÃO

Nos últimos trinta anos, vários materiais cerâmicos livres de metal têm sido introduzidos e consagrados no mercado odontológico em decorrência da maior excelência estética e biocompatibilidade dessas restaurações em comparação às metalocerâmicas [1]. Entretanto, a baixa resistência à fratura das restaurações de cerâmica pura limitou o seu uso durante anos, principalmente, em dentes posteriores. Felizmente, com o advento dos materiais de alumina parcialmente sinterizados e infiltrados com vidro (In-Ceram[®], Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha), melhoras consideráveis na capacidade de resistência à flexão têm sido obtidas [1,2].

Os materiais cerâmicos têm a sua aplicabilidade limitada em função das suas propriedades mecânicas serem, em muitos aspectos, inferiores às dos metais. A principal desvantagem das cerâmicas é uma disposição à fratura catastrófica (de uma maneira frágil) com muito pouca absorção de energia quando expostas às tensões de tração ou flexão. Não obstante, as ligas metálicas odontológicas são, geralmente, mais tenazes e resistentes à fratura quando submetidas a diferentes tipos de tensões [3,4]. Apesar da sua dureza intrínseca e da sua fragilidade natural, os materiais cerâmicos destacam-se pela sua estética e biocompatibilidade incomparáveis.

Uma vantagem primordial que a restauração cerâmica livre de metal revela é o aumento na profundidade de translucidez e melhora na transmissão de luz sobre, ou através, da restauração como um todo. Conseqüentemente, os materiais cerâmicos têm a capacidade de mimetizar a estrutura dental. A eliminação do colar metálico (inerente às próteses metalocerâmicas) aumenta a probabilidade de se alcançar um resultado estético enquanto reduz a probabilidade de sobrecontorno na restauração. Portanto, o

risco de uma doença periodontal é minimizado. Os sistemas cerâmicos têm condução térmica reduzida, o que resulta em menor sensibilidade térmica e menor potencial de irritação pulpar. Ainda é relevante ressaltar que uma pequena porcentagem da população é hipersensível à ligas que contém metais nobres como o paládio e não-nobres como o níquel. Os sistemas cerâmicos livres de metal eliminam este problema [5]. Estas qualidades motivaram esforços para a superação das referidas limitações das cerâmicas odontológicas[6].

O sistema In-Ceram[®] Alumina (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha) é um compósito cerâmico, de alta resistência, empregado na fabricação de coroas e próteses parciais fixas (PPFs) anteriores de até três elementos dentários. A alumina processada pela técnica de colagem por barbotina e sinterizada a baixa temperatura dá origem a uma subestrutura porosa, passível de manipulação. Essa subestrutura deverá ser posteriormente infiltrada com vidro de lantânio visando a sua densificação. A subestrutura infiltrada após polimento/jateamento é recoberta com uma cerâmica feldspática para conferir morfologia, função e estética de um dente natural [7].

A alumina porosa parcialmente sinterizada é muito frágil (18 MPa), tanto que os técnicos têm que manuseá-las cuidadosamente. No processo subsequente (a infiltração de vidro de lantânio) a resistência à flexão da infraestrutura de In-Ceram[®] Alumina é elevada e sua translucidez é melhorada [8].

A infiltração do vidro elimina, praticamente, todas as porosidades, que são sítios potenciais para iniciação da trinca. A diferença nos coeficientes de expansão térmica entre a alumina e o vidro produz tensão compressiva na interface alumina-vidro, o que aumenta a resistência do material [9]. Por conseguinte, o In-Ceram[®] Alumina possui

uma resistência à flexão de 300MPa a 600MPa, o que significa uma resistência expressiva frente aos outros materiais cerâmicos utilizados até então [10].

O desempenho de cerâmicas de alumina parcialmente sinterizadas é extremamente influenciado pela infiltração vítrea subsequente. O vidro de lantânio, mesmo em quantidade diminuta, confere ao sistema In-Ceram[®] Alumina a resistência suficiente para que o mesmo seja utilizado em coroas totais e próteses parciais fixas anteriores. Sendo assim, o presente estudo avaliou a influência do tempo e da temperatura de infiltração do vidro de lantânio na resistência à flexão e microestrutura do sistema In-Ceram[®] Alumina.

2 REVISÃO DA LITERATURA

As cerâmicas constituíram-se nos materiais mais sofisticados da Idade da Pedra há mais de 10.000 anos, e desde então mantiveram sua importância na sociedade humana. Há evidências de queima de materiais cerâmicos que datam de 23.000 anos antes de Cristo. Embora sejam caracterizados pela alta dureza e susceptibilidade à fratura (devido à sua friabilidade), a odontologia vem se beneficiando de outras características inerentes a este material. Tais como: potencial para simular a aparência natural dos dentes, propriedades isolantes e interação tecidual diminuta [4].

A porcelana é um dos materiais dentários mais estáveis que existe. Sua superfície lisa e brilhante é resistente à adesão de pigmentos exógenos, ao mesmo tempo em que permite transmissão regular e difusa de luz. Portanto, a cerâmica tem potencial de reproduzir a textura, a profundidade de cor e a translucidez dos dentes naturais. As cerâmicas utilizadas em odontologia são resistentes à degradação na cavidade oral, são biologicamente compatíveis e oferecem notável resistência à abrasão [10].

Foi Pièrre Fauchard [*apud* 10], um dentista francês conhecido como "pai da odontologia", que, em 1728, levou o crédito por ter sido o primeiro a sugerir o uso da porcelana na odontologia, incluindo um método para confecção de próteses totais feitas em marfim. No entanto, somente em 1774 a porcelana foi usada para fins odontológicos, quando Alexis Duchâteau [*apud* 10] desenvolveu uma técnica para fabricar próteses totais de porcelana. Em 1792, De Chamant patenteou um processo para confecção de dentes de porcelana [*apud* 11].

Um dos mais remotos relatos de fabricação individual de restaurações cerâmicas estava no tratado de John Murphy em 1837 [*apud* 12], onde o autor descreveu um método de utilização de porcelana sobre uma fina base de platina, para construção de

restaurações tipo *inlay* (incrustação). A primeira coroa totalmente cerâmica a recobrir o elemento dentário em toda extensão de sua coroa clínica foi a coroa conhecida como jaqueta de porcelana, desenvolvida por Land em 1886 [apud 13]. Durante décadas, esta foi a restauração mais estética que a odontologia poderia oferecer. No início dos anos 50, as cerâmicas empregadas nas coroas de jaqueta de porcelana convencional eram porcelanas feldspáticas de médio a alto ponto de fusão ou porcelana aluminizada de baixa resistência [4,14]. A adaptação das coroas de jaqueta de porcelana aluminizada produzidas convencionalmente era limitada pelo uso de matrizes de lâmina de platina e pela contração de queima das porcelanas [6]. Atualmente as porcelanas feldspáticas são usadas para recobrimento estético sobre uma infraestrutura de metal ou porcelana.

Esta porcelana feldspática, também conhecida, no meio odontológico, como porcelana tradicional, é gerada a partir de dois minerais principais: o quartzo e o feldspato. O quartzo (SiO_2) é a fase cristalina da sílica, apresenta alto ponto de fusão (permanece inalterado durante a queima da cerâmica) e funciona como um arcabouço para os outros ingredientes. O feldspato (que se funde durante a queima) é responsável pela formação da fase vítrea da porcelana [15].

As porcelanas feldspáticas mais utilizadas incluem: Vita VMK[®] (Vita Zahnfabrik), Dulceram[®] (Degussa), Ceramco II[®] (Ceramco) e Noritake[®] (Noritake) [10].

Em 1956, Brecker [apud 6] descreveu a fabricação de coroas totais e PPFs de porcelanas dentais fundidas a ligas áureas. Nesse tipo de trabalho protético, a porcelana é fundida diretamente sobre o metal opacificado e, um desgaste dentário uniforme com aproximadamente 2,5mm se faz mister. Essas restaurações metalocerâmicas foram desenvolvidas para superar os problemas associados à fratura frágil das coroas

totalmente cerâmicas. Mas, a resolução do problema mecânico estabelecia, clinicamente, uma aparência desagradável. Afinal, o encobrimento das superfícies metálicas com porcelanas opacas resultava em uma estética indesejável (sem translucidez), podendo ser agravada por inadequado desgaste dentário.

Duas das mais importantes inovações responsáveis pela manutenção do ótimo desempenho estético e vida clínica das restaurações metalocerâmicas foram as patentes de Weinstein (1962) e Weinstein et al. (1962) [apud 4]. Uma dessas patentes descreveu a formulação de uma porcelana feldspática queimada a vácuo, que permitiu o controle sistemático da temperatura de sinterização e do coeficiente de expansão térmica. A outra descreveu os componentes que poderiam ser usados para produzir ligas que se unissem quimicamente e fossem termicamente compatíveis com as porcelanas feldspáticas. A primeira porcelana comercial foi desenvolvida pela Vita Zahnfabrik em aproximadamente 1963 [4].

A introdução de porcelanas queimadas a vácuo e a ligação da porcelana às ligas de ouro (introduzidas por Weinstein et al no início de 1960) foram descobertas primordiais para a estética dental. Elas permitiram que as infraestruturas de ouro fossem encobertas por porcelanas, unindo a estética da porcelana e com a ductibilidade e resistência da liga áurea nos anos 70 [16, 17]. Embora as primeiras porcelanas fossem opacas e sujeitas a devitrificação durante a queima, novos materiais permitiram a fabricação de restaurações cerâmicas que se assemelham muito ao dente humano [17]. A grande escalada do preço do ouro estimulou as pesquisas para a obtenção das ligas alternativas (de menor custo) como as de níquel-cromo e prata-paládio, utilizadas em larga escala nos dias atuais [16].

A crescente preocupação da população com a estética, transformando-a em um referencial de saúde, e a baixa resistência das coroas de jaqueta de porcelana direcionaram esforços para que, nos anos 60, Mc Lean e Huges [apud 12] desenvolvessem uma vitro-cerâmica reforçada por alumina (para inibir a propagação de trincas), fortalecendo, assim, a infraestrutura de cerâmica sobre a qual esta cerâmica vítrea dental era aplicada. Essas coroas reforçadas por alumina eram produzidas por pré-fritagem do componente cristalino com a matriz vítrea. A quantidade de alumina que pode ser, geralmente, incorporada é limitada por conta da ocorrência de porosidade na porcelana [6]. Todavia, mesmo que tais cerâmicas fossem consideradas como fornecedoras de melhor estética para dentes anteriores, quando comparadas às coroas metalocerâmicas, elas exibiam uma pobre resistência à flexão, a qual limitava seu uso para dentes posteriores [18].

Em 1967, McLean [apud 19] introduziu a idéia de fabricar uma cerâmica com alta concentração de alumina para a fabricação de PPFs.

Em 1968, MacCulloch [apud 4] sugeriu que cerâmicas vítreas, oferecendo uma combinação de resistência e translucidez, poderiam oferecer uma alternativa para porcelanas dentais. Os vidros ceramizados são vidros parcialmente cristalizados e obtidos pela nucleação e desenvolvimento de cristais na fase vítrea da matriz [4].

No ano de 1970, novas técnicas foram desenvolvidas para fabricar coroas metalocerâmicas com ombro cerâmico. Essencialmente, a porcelana de ombro tem uma alta temperatura de fusão e maior resistência à deformação plástica. Ainda, durante a queima da porcelana de revestimento, ocorrem mínimas distorções. Todavia, o objetivo da eliminação da subestrutura de ouro e substituição por uma cerâmica de alta resistência ainda tinha que ser alcançada [17].

Em 1979, Rogers [*apud* 17] relatou um método bastante engenhoso para fazer casquetes de ouro por eletrodeposição e o uso de cobertura de óxidos de estanho para a ligação de uma porcelana convencional ao metal.

Na indústria de vidro as cerâmicas vítreas constituem uma ampla classe de materiais que são fundidos e conformados como vidros por causa do seu fácil processamento, mas são posteriormente cristalizados para se beneficiar de propriedades da fase cristalina. Uma cerâmica altamente cristalina é, portanto, alcançada sem contração associada com a sinterização [5]. A Dicor[®] e a Dicor[®] Plus (Caulk/Dentsply) foram as primeiras cerâmicas vítreas fundíveis, e ainda são disponíveis em alguns laboratórios. O sistema foi lançado por Adair e Grossman em 1983 [*apud* 10] e as porcelanas diferem uma da outra pelo fato de que a Dicor[®] Plus pode ser recoberta com uma porcelana de baixa fusão [10]. O sistema Dicor[®], que é constituído de uma cerâmica de vidro e mica tetrassílica, é oferecido na forma de barras de vidro de sílica, contendo fluoreto de magnésio (o qual exerce o papel de agente de nucleação). A microestrutura da cerâmica Dicor[®] consiste de cristais do tipo mica entrelaçados em uma matriz vítrea. O índice de refração do cristal é próximo ao do vidro circundante, ajudando a manter a translucidez no corpo devitrificado. A reputação destas restaurações é a de oferecer excelente estética. Porém, qualquer modificação na superfície final (glazeada) resulta na remoção da coloração superficial da porcelana [6]. Esses sistemas estão indicados apenas para restaurações unitárias em dentes anteriores, devido à falta de resistência e aos altos índices de fracassos quando utilizados em dentes posteriores.

Na década de 80, materiais dentários vitro-cerâmicos foram desenvolvidos com resistência aumentada (~ 180 MPa), contudo, melhorias na confiabilidade e na

facilidade de processamento eram imprescindíveis para que as cerâmicas dentais fossem aceitas como substitutas para o metal [8]. Afinal, a natureza frágil das cerâmicas exige uma melhor margem de segurança, quanto a sua resistência, quando comparadas aos metais. Todas as cerâmicas dentais tendem a falhar na mesma deformação crítica de 1%. Por esta razão, qualquer aumento na resistência e tenacidade só pode ser alcançado por um aumento no módulo de elasticidade [14].

Em 1982, Mc Lean [apud 24] introduziu a PPF de alumina ligada à platina para reduzir o problema de fratura através da área de conector enquanto eliminava a tradicional infraestrutura de metal fundido. Contudo, esta opção de restauração demonstrou um alto grau de fratura na área de conector. Desde então, desenvolvimentos nas cerâmicas dentais têm permitido a introdução de novos materiais cerâmicos de alta resistência para PPFs [19].

Os sistemas cerâmicos atuais surgiram a partir de métodos de reforço em sua microestrutura. No início de 1990, foi lançado um vidro ceramizado prensado chamado IPS Empress[®] (Ivoclar/Vivadent). O qual consiste em uma cerâmica vítrea fundível (derivada do sistema químico $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-K}_2\text{O}$), com reforço de cristais de leucita que são nucleados por meio de cristalização superficial. Isso resulta em excelente resistência à flexão e indica seu uso em dentes posteriores. O material restaurador é composto por pastilhas de cerâmica vítrea parcialmente pré-ceramizadas pelo fabricante e processadas em laboratório [10, 16]. Objetivando o uso do sistema de cerâmica aquecido e prensado para confecção de PPFs, foi desenvolvida uma cerâmica vítrea de dissilicato de lítio, no final de 1990. O IPS-Empress[®] 2 (Ivoclar/Vivadent) é uma cerâmica vítrea que contém o dissilicato de lítio ($\text{LiO}_2\text{-Li}_2\text{O}$) como fase cristalina principal. A microestrutura final consiste de aproximadamente 60% em volume de cristais de dissilicato de lítio,

medindo entre 0,5 a 5 μm e uma segunda fase cristalina composta por ortofosfato de lítio (Li_3PO_4) com partículas de 0,1 a 0,3 μm (encontradas em pequena quantidade) [4, 16, 20]

Esta cerâmica possui dentre suas principais características: alta resistência mecânica, excelente estética, integridade marginal e capacidade de ser condicionada com ácidos. A cerâmica vítrea de dissilicato de lítio combinada com uma porcelana para esmalte permite a fabricação de coroas unitárias e PPFs que demonstram propriedades similares aos dentes naturais. Comparada com outras cerâmicas de altas propriedades mecânicas (como a zircônia e alumina), a IPS-Empress[®] 2 tem excelente translucidez, segundo Luo *et al.* [21]. A IPS Empress[®] 2 está indicada para coroas em geral e próteses fixas de três elementos anteriores e posteriores, incluindo o primeiro molar como pântico, sendo que este não deve possuir largura superior a 7-8 mm [16].

A resistência clínica à fratura de PPFs é relacionada ao tamanho, forma e posição dos conectores e ao vão (espaço) do pântico. A base para um desenho adequado do conector e do pântico é a lei das barras. Esta versa que: a deflexão de uma barra aumenta como o cubo do seu comprimento, e isto é inversamente proporcional a sua largura, e inversamente proporcional ao cubo da sua altura. O teste de flexão a três pontos é um dos testes mais comumente usados para determinar o módulo de ruptura ou a resistência à flexão transversa de uma barra de secção retangular feita com material frível. Quando forças oclusais são aplicadas diretamente através do longo eixo de uma PPF totalmente cerâmica no meio do pântico, tensões compressivas irão se desenvolver na região oclusal do conector em sua área marginal mais alta, e tensões trativas irão se desenvolver na superfície gengival do conector. Estas tensões trativas contribuem para a propagação de microtrincas localizadas na superfície gengival do conector através do

núcleo do material em uma direção oclusal, e pode eventualmente resultar em fratura [19].

Desenvolvimentos em engenharia de cerâmicas dentais tem conduzido a introdução de novos sistemas, disponíveis comercialmente, que usam um núcleo cerâmico para substituir a infraestrutura metálica [22]. Logo após o surgimento da IPS Empress[®] 2, outras cerâmicas mais resistentes mecanicamente foram desenvolvidas, incluindo a Procera[®] All Ceram (Nobelpharma), que é uma cerâmica aluminizada para núcleo sinterizado, prensada a seco e usinada; o In-Ceram[®] Alumina, cerâmica de alumina parcialmente sinterizada e infiltrada por vidro; o In-Ceram[®] Zircônia, uma cerâmica de alumina-zircônia parcialmente sinterizada e infiltrada por vidro; a Lava[®], bloco de zircônia para núcleo parcialmente ou completamente sinterizado, que é confeccionado pelo sistema CAD-CAM (digitalização de modelos sem a necessidade de um padrão de cera); e o Cercom[®], uma cerâmica de zircônia pré-sinterizada, usinada em um tamanho maior no estado pré-sinterizado, baseado na digitalização de um padrão de cera. Também é possível digitalizar dentes preparados e usinar uma prótese utilizando o sistema Cerec[®] (Sirona Corporation). O sistema Cerec[®] 1 foi lançado em meados da década de 1980, e a melhoria do software e hardware levou aos sistemas Cerec[®] 2 e Cerec[®] 3, empregados na confecção de inlays, onlays e facetas de cerâmica [4].

2.1 O sistema In-Ceram[®] Alumina

Num esforço para melhorar a resistência e aumentar a versatilidade dos sistemas cerâmicos, infraestruturas de alumina, zircônia e espinélio foram desenvolvidas. As infraestruturas com alto teor de alumina (Al_2O_3) como primeiramente no sistema Hi-

Ceram[®] (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha) e atualmente nos sistemas In-Ceram[®] e Procera All Ceram[®], apresentaram melhora substancial na resistência das restaurações [10].

Em 1987, Tyszblat [apud 12] inventou um novo método para fazer restaurações de cerâmica pura com alta resistência e uma baixa contração de processamento. Este método, conhecido como In-Ceram[®], consiste na infiltração de um esqueleto poroso de alumina com um vidro fundido. No processamento da cerâmica, a coroa é preparada primeiramente por pincelamento de uma mistura contendo 65% de alumina sobre a superfície de um molde refratário, aquecimento da alumina a 1100°C por 2h para a obtenção de um esqueleto de partículas de alumina parcialmente sinterizadas, e posterior infiltração do esqueleto poroso com vidro a 1100°C por 4h. A infiltração do vidro elimina, praticamente, todas as porosidades, as quais são sítios potenciais para iniciação da trinca. A diferença nos coeficientes de expansão térmica entre a alumina e o vidro produz tensão compressiva no vidro na interface alumina-vidro, o que aumenta a resistência do material [12]. Por conseguinte, o In-Ceram[®] Alumina possui uma resistência flexural de 300 MPa a 600 MPa, o que significa uma resistência expressiva frente aos outros materiais cerâmicos utilizados até então [2]. A alta resistência à flexão do material de alumina infiltrado por vidro (In-Ceram[®]) depende da resistência das ligações formadas na sinterização entre as partículas de óxido de alumínio e do completo molhamento da microestrutura de poros abertos pelo infiltrante (o vidro de lantânio) [14].

O sistema In-Ceram[®] Alumina assume uma posição de destaque devido a uma adequada fidelidade marginal em coroas unitárias com término em ombro arredondado. Fidelidade esta conferida pelo alto teor de alumina, pequeno tamanho das partículas (0,5

e 3,5 μm) associado à pequena contração e ao processo simples de confecção [2, 9, 23-25]. Realmente, um dos aspectos mais promissores desses compósitos cerâmicos infiltrados, onde um vidro fundido se infiltra em uma estrutura porosa consolidada, envolve a formação de estruturas próximas da forma final com baixa contração e adaptação acurada, o que é pré-requisito para coroas dentais [18]. Ademais, segundo June Wilson [apud 26], a alumina é um material que apresenta uma resposta interfacial mínima, que não resulta na ligação ou rejeição do tecido do hospedeiro.

A cerâmica In-Ceram[®] consiste de duas fases tridimensionais interpenetradas: a alumina e o vidro de lantânio, enquanto nos materiais prensáveis somente a fase vítrea é contínua [27]. No seu processamento, há formação de pescoços entre as partículas de alumina parcialmente sinterizadas. Esta alumina porosa parcialmente sinterizada é muito frágil (18 MPa), tanto que os técnicos têm que manuseá-las cuidadosamente. No processo subsequente, a infiltração de vidro de lantânio conduz a uma relativamente elevada resistência à flexão do produto In-Ceram[®] Alumina e melhora a sua translucidez [8].

O sistema In-Ceram[®] Alumina, o qual usa casquetes de alumina sinterizada em alta temperatura e infiltrada com vidro, foi introduzido para a fabricação de PPFs anteriores de três elementos e tem demonstrado resultados funcionais e estéticos na área anterior [19,22]. Uma gama de estudos tem mostrado que o In-Ceram[®] (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha) apresenta propriedades mecânicas satisfatórias para sua indicação em próteses fixas de três elementos na região anterior da arcada dentária, porém os resultados não o credenciam para próteses fixas posteriores com mais de um elemento. As propriedades mecânicas dos *copings* de In-Ceram[®], se revelaram significativamente superiores àquelas de sete materiais cerâmicos *metal free*

(Dicor[®] *as cast e cerammed*, Dentsply; Vita In-Ceram[®] *alumina core* e Vita In-Ceram[®] *matrix glass*, Vita Zahnfabrik; Hi-Ceram[®] *core*, Vident; Vitadur[®] *core*, Vita Zahnfabrik; Vitadur N[®] *dentine e enamel*, Vita Zahnfabrik) [14].

Para prevenir tais falhas, os conectores de PPFs totalmente cerâmicas devem ter altura e largura suficientes. A resistência, e conseqüentemente, as dimensões críticas mínimas destes conectores, são exclusivamente dependentes do tipo de material cerâmico empregado para o material de núcleo. Com este sistema, as dimensões mínimas recomendadas para o conector são 4mm gengivo-oclusalmente e 3mm buco-lingualmente [22].

Para assegurar sucesso a longo tempo de PPFs metalocerâmicas, as dimensões mínimas recomendadas para a área de conector são uma altura ocluso-gengival de 2.5 mm e uma largura buco-lingual de 2,5 mm, o que provê para o conector uma área de superfície de 6,25 mm². Estas dimensões devem ser alcançadas tanto para o segmento anterior como para o segmento posterior. Contudo, este não é o caso para PPFs totalmente cerâmicas. Devido ao modo primário de falha e a friabilidade das cerâmicas, as dimensões de conector requeridas para este tipo de prótese são maiores que aquelas recomendadas para as PPFs metalocerâmicas. Este pode ser considerado o fator que mais contribui para a restrição da versatilidade do seu uso.

Sendo assim, o uso de próteses fixas com um pêntico suspenso é questionável por causa da possibilidade de desenvolvimento de grandes tensões na área de conector, já que o pêntico age como uma alavanca que é deprimida sobre forças oclusais [19,22].

Em materiais com conteúdo cristalino comparável, alguns outros fatores como: porosidade, tamanho de grão, forma e orientação, são importantes na determinação das propriedades mecânicas. A trajetória da trinca do compósito In-Ceram[®] é marcadamente

afetada pela orientação dos grãos alongados (com 10-12 μm e 2,5-4 μm de comprimento e largura, respectivamente), isto é, a trinca é longa e o padrão é intergranular quando a direção é orientada ao longo do comprimento do grão. Enquanto que: a trinca se torna mais curta, e o padrão é transgranular, quando ela se prolonga na direção normal ao comprimento dos grãos [27].

Quanto à taxa de penetração do vidro de lantânio na infraestrutura de alumina parcialmente sinterizada, sabe-se que há um aumento desta quando o tamanho de partícula for maior, devido ao aumento do tamanho do poro. Isso sugere que a força que guia a penetração é a força capilar. Embora uma maior tenacidade à fratura possa ser alcançada pelo aumento do tamanho de partícula, provavelmente devido ao tamanho de partícula e à interação da ponta da trinca com uma segunda fase, este artifício pode reduzir a resistência do material. Deste modo, as propriedades mecânicas ótimas dos compósitos contendo alumina são alcançadas com tamanho de partícula médio de 2,85 μm [18].

Ademais, durante a sinterização do pó de alumina, o MgO (adicionado ao pó de alumina) parece melhorar sobremaneira a homogeneidade do tamanho de grão, bem como controlar seu crescimento. Este óxido promove, também, o molhamento uniforme dos grãos de Al_2O_3 pelo líquido pela alteração das energias interfaciais, permitindo a fabricação de cerâmicas com altas densidades [8].

A melhora na resistência do material é dividida em duas etapas. Primeiramente, a maioria dos defeitos é preenchida com o vidro usado para infiltração e os defeitos criados pelo tratamento superficial são parcialmente revertidos. Secundariamente, o coeficiente de expansão do vidro usado para infiltração é diferente daquele do núcleo de alumina. A cobertura do vidro na superfície, depois do tratamento a quente, cria uma

cobertura uniforme de tensões compressivas, que fortalece a fase vítrea e o material compósito. O coeficiente de expansão térmica é uma propriedade muito importante dos materiais dentários. Ele é sutilmente menor que o coeficiente de expansão térmica dos dentes, representando papel fundamental na resistência clínica das restaurações cerâmicas [28].

Depois da fabricação da infraestrutura, o material de núcleo de alumina infiltrada é recoberto com porcelana feldspática e passa por um processo de queima e glazeamento à temperatura de aproximadamente 900°C [29]. Este material de recobrimento estético tem coeficiente de expansão térmica semelhante ao da infraestrutura de alumina infiltrada. Pois, quando cerâmicas de coeficiente de expansão térmica diferente são fusionadas, há o surgimento de grandes tensões entre suas interfaces, o que pode ser suficiente para determinar uma fratura imediata da restauração durante o processo de resfriamento. Quando a peça não fratura por si só, forças adicionais geradas durante a prova da restauração, cimentação ou mastigação podem determinar sua fratura [10].

Além da resistência mecânica, outra condição essencial para todas as coroas de cerâmica manufaturadas por conformação e sinterização, é a mínima contração durante o processo de fabricação, para que haja uma adaptação acurada ao dente preparado. Para o In-Ceram[®] convencional (processado por colagem de barbotina), a fonte de contração durante o processo de fabricação é a contração da cura da moldagem de polivinilxilosano (0,1%) e a contração linear da lama de barbotina depois da sinterização a 1120°C (0,3%). A contração é compensada pela expansão de presa de um modelo de gesso especial (0,4%), logo nenhuma contração é envolvida no processo do In-Ceram[®] [8].

Coroas unitárias fabricadas com esse material possuem uma desadaptação marginal de 25 μm , enquanto que próteses fixas de três elementos possuem uma abertura marginal ao redor de 58 μm , o que é bem tolerável em termos de adaptação de peças protéticas [16].

2.1.1 Passos da fabricação do sistema In-ceram[®] alumina

Tyszblat, em 1988 [29], relatou um método para confecção de próteses dentais por meio de uma infraestrutura de fritas de óxidos metálicos conformada por colagem de barbotina cujos poros são impregnados com um vidro. Segundo o inventor o método para a confecção de tais próteses deve seguir os passos listados abaixo:

- 1) Inicialmente, de acordo com as técnicas convencionais, o dente é preparado e uma moldagem subsequente é tomada, o que faz possível obter um modelo de trabalho inicial que reproduz em positivo a forma do dente que irá receber a coroa, assim como a forma dos dentes adjacentes e dentes opostos;
- 2) Um segundo modelo do dente que irá receber a coroa é produzido em gesso, cuja composição é uma mistura de 100g de sulfato de cálcio hemiidratado e 21 mL;
- 3) Quando o refratário, que foi vertido na moldagem de duplicação, toma presa e seca-se, uma lama estável é depositada sobre este. A composição da suspensão é a seguinte: 100g de pó de alumina, com tamanho médio de partícula de 3.5 μm , misturados com 13

mL de água contendo 0.5g de éster celulose. O pH da mistura é ajustado para 7.6 por adição de 0.07g de ácido cítrico;

- 4) A absorção da água pela capilaridade do refratário causa uma aglomeração de partículas de alumina (da barbotina) sobre a superfície do modelo;
- 5) A espessura do depósito e alumina pode ser alterada tanto com um pincel que leva mais mistura para as partes cujas espessuras devem ser aumentadas, ou com a ajuda de uma espátula pela qual o excesso depositado possa ser removido e as margens possam ser acabadas;
- 6) Além disso, é possível proceder facilmente a escultura da prótese tão logo que o depósito de alumina tenha desenvolvido a consistência de argila;
- 7) Então, o modelo de refratário, que suporta a camada de alumina produzida, é colocado em um forno, preferencialmente sob vácuo, para facilitar a secagem, a menos que seja preferido deixá-la secar ao ar;
- 8) O conjunto todo é colocado em um forno onde a temperatura é inicialmente aumentada para cerca de 180°C com uma taxa de aquecimento de 1°C por minuto. A temperatura é, então, aumentada para 330°C. A duração total da operação é estimada em 3 a 5 horas;
- 9) A eliminação da água do refratário e a separação do modelo da infraestrutura de alumina são obtidas pelo processo de aquecimento supracitado;

- 10) Sem remover o conjunto do forno, a temperatura é gradualmente aumentada, por exemplo, em cerca de uma hora, para uma média de 1100°C. Esta temperatura é mantida por duas horas;
- 11) Após o resfriamento, nota-se que o refratário contraiu substancialmente e a infraestrutura de partículas de alumina parcialmente sinterizada é suficientemente consolidada para que se possa manuseá-la;
- 12) A pré-sinterização é efetuada com uma contração de 0,3%, que é compensada pela expansão do refratário durante a presa, levando em conta uma falta de adaptação de 1% para o assentamento da prótese;
- 13) No intuito de proceder à infiltração a infraestrutura é coberta com um pó de vidro cuja composição em porcentagem é a seguinte:

Tabela 1- Composição do vidro de lantânio segundo a patente

Composto	Teor
SiO ₂	20%
B ₂ O ₃	19%
Al ₂ O ₃	20%
La ₂ O ₃	30%
CaO	5%
Ti O ₂	4%
Óxidos para coloração	2%

- 14) O vidro é gradualmente aquecido em temperaturas menores que 1100°C, que é mantida por 2 a 3 horas, para fazer possível a penetração do vidro fundido, por capilaridade, na infraestrutura de partícula de alumina, preenchendo todos os poros.
- 15) A coroa produzida é esmaltada por várias aplicações de camadas de porcelana para esmalte cuja composição, em porcentagem é a seguinte:

Tabela 2- Composição da porcelana de esmalte segundo a patente

Composto	Teor
Na ₂ O	4,6%
K ₂ O	7,6%
CaO	1,7%
Al ₂ O ₃	13,9%
SiO ₂	65,5%
B ₂ O ₃	6,7%

2.1.2 Suspensão de alumina

Consoante à patente, a lama para fabricação de infraestruturas de alumina contém cerca de 0,05 a 0,5% em peso de partículas de óxidos metálicos e o agente de estabilização pode ser o álcool polivinílico, um ácido acrílico, um éster de celulose ou um silicato de sódio. Quando o tamanho médio de partícula da alumina for 3,5 μm , a camada de aglomerado formada na superfície do modelo de gesso (infraestrutura de alumina) é sinterizada a uma temperatura de 1050 a 1150°C. Em contrapartida, quando a média de tamanho de partícula for 8,5 μm , a temperatura de sinterização é de 1250°C. E, por fim, quando a média de tamanho de partícula for 20 μm , a temperatura de sinterização é cerca de 1300 a 1400°C [29,30].

A tendência nas indústrias cerâmicas é usar o pó com alta reatividade e pequeno tamanho de partícula (menor que 4 μm) para alcançar um produto final com melhores propriedades e reduzir a temperatura e o tempo de sinterização. A Vita utiliza no sistema In-Ceram[®] Alumina um tamanho de partículas variando de 0,5 a 3,5 μm [16]. As partículas do óxido de alumínio empregado têm uma área superficial específica de 1 a 5 m^2/g [29]. O uso de tais pós apresenta um problema de empacotamento de partícula devido à aglomeração de partículas. Com o decréscimo de tamanho de partícula, a razão área de superfície/volume cresce e os efeitos de superfície começam a influenciar no comportamento da partícula. Forças eletrostáticas de van der Waals e pontes de hidrogênio da umidade absorvida levam à formação de pequenos aglomerados de partículas que resistem a quebra em partículas individuais. A alta porosidade nestes aglomerados resulta em baixa densidade de empacotamento.

Os aditivos, então, são geralmente necessários para alcançar dispersão adequada das partículas e, portanto, obter ótima fluidez e características de empacotamento [31].

Os dispersantes alteram as propriedades de superfície do pó para que forças repulsivas se tornem maiores que as forças atrativas e as partículas possam permanecer separadas em suspensão. [32]

A colagem por barbotina é um dos mais promissores métodos de conformação e é amplamente usado para produção comercial de cerâmicas. Contudo, o método precisa ser melhorado. A deformação durante a sinterização é um dos problemas mais sérios. Uma possível origem deste problema é certamente o empacotamento anisotrópico das partículas de pó no corpo verde, o qual deve ser inerente a este método de conformação. Partículas de forma alongada, as quais são típicas nos pós brutos (verdes) das categorias industriais e sistemas não cúbicos, devem desenvolver este tipo de estrutura sob campo de tensões de cisalhamento na operação de conformação. O convencional processo de colagem por barbotina é realizado com uma lama de pó bruto (verde) dispersado em água. O rigoroso escoamento da água durante a colagem por barbotina é claramente responsável pelo desenvolvimento do empacotamento anisotrópico das partículas [33].

LEE e KRIVEN [34], em 1997, no intuito de sintetizar alumina infiltrada por vidro de borossilicato com 0% de contração, usaram o álcool isopropílico no lugar da água para prevenir a hidratação da superfície do pó de alumínio e misturaram, também, etil celulose na lama como defloculante e ligante.

Tyszblat e Michele [29], em sua patente de 1988, estabeleceram que o pH da lama é de 7 a 8 e que o agente de controle de pH é o ácido cítrico. Tseng e Wu [35] avaliaram o comportamento reológico de suspensões de Al_2O_3 submicrométricas em pH 2 e 11. Neste estudo a suspensão de alumina apresentou uma melhor estabilidade de dispersão em pH 2, resultando em um empacotamento mais denso na colagem da

barbotina. Entretanto, as partículas em pH 11 tenderam a formação de agregados no início da sedimentação, desestabilizando, assim, a suspensão.

2.1.3 Vidro de Lantânio

Vidros alumino-silicato de lantânio são conhecidos por causa das suas propriedades mecânicas interessantes. No que se refere à estrutura desses vidros, uma das suas características está relacionada à ausência dos clássicos modificadores de rede, tais como íons alcalinos e alcalinos terrosos. Cátions terra-rara têm campo de força maior que os cátions modificadores comuns. O La_2O_3 diminui a viscosidade do vidro e melhora a fluidez próximo ao ponto de amolecimento, agindo como um modificador de rede do vidro [34]. Estes vidros são materiais interessantes por suas propriedades mecânicas: dureza, alto módulo de elasticidade, durabilidade em meio alcalino, temperatura de transição vítrea alta ($T_g = 900^\circ\text{C}$). Uma grande durabilidade dos alcalinos foi notada em vidros de alumino-silicato contendo La_2O_3 e Y_2O_3 [36,37].

A Ítria e a magnésia são conhecidas por melhorarem as propriedades mecânicas dos vidros de alumino-silicatos de lantânio. Além disso, a substituição de O por N fortalece a estrutura vítrea e melhora as propriedades físicas do vidro. Tais como: módulo elástico, tenacidade à fratura e dureza. Também aumenta a temperatura de transição vítrea. Todavia, ainda não é bem estabelecido se a durabilidade química é melhorada pela incorporação de nitrogênio [38].

As modificações geradas pela dissolução de nitrogênio em uma rede de vidro de óxido ocorrem devido às ligações menos polarizadas Si-N, em comparação com as ligações Si-O. Tem sido mostrado que a adição de nitrogênio a vidros de alumino silicatos não afeta sua cinética e que isso é uma alteração satisfatória para esses tipos de vidros [39].

Quando o vidro é alterado pela água uma camada porosa pode ser formada, resultante do desprendimento incongruente dos constituintes do vidro. A dissolução de um vidro de YLa(Ce)Si é um fenômeno puramente heterogêneo. Ele envolve a dissolução seletiva de sílica e alumínio enquanto o lantânio e a ítria são retidos na superfície do vidro. O comportamento de dissolução dos vidros de alumino-silicato de YLa parece ser governado por um processo de dissolução-precipitação implicando na redistribuição dos elementos. Os óxidos de ítrio e lantânio podem se transformar em fases amorfas insolúveis localizadas preferencialmente em zonas fortemente alteradas como buracos ou trincas [37].

Conforme se adiciona alumina a estrutura de vidros do sistema $\text{La}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-P}_2\text{O}_5$, há fortalecimento da rede por criação de ligações cruzadas entre as cadeias de fosfato. O aumento na conectividade da estrutura aumenta a temperatura de transição vítrea, diminui o coeficiente de expansão térmica e melhora a durabilidade em meio aquoso. A densidade e o índice de refração também diminuem conforme se aumenta o conteúdo de alumina. A diminuição é devido à reposição de íons La^{3+} de maior massa por íons Al^{3+} [40].

O vidro de alumino-silicato de lantânio empregado para impregnar a infraestrutura de alumina tem uma energia de superfície (na temperatura de infiltração) menor que a energia de superfície da referida infraestrutura após a pré-sinterização. Ele pode conter, segundo a patente de Tyszblat [29], óxido de chumbo, óxido de boro ou óxido de vanádio em uma quantidade suficiente para aumentar a molhabilidade do vidro. Também contém óxidos metálicos, em uma proporção de 2%, que conferem cor ao material.

O vidro de infiltração do sistema In-Ceram[®] Alumina contém uma pequena quantidade de óxidos metálicos e após a sua solidificação fornece uma massa essencialmente amorfa que é transparente ou oferece uma massa mais ou menos cristalina que é opalescente. Ele possui um índice de refração diferente do índice da infraestrutura, este índice de refração pode ser modificado para a obtenção de diferentes efeitos ópticos [29].

Além disso, os vidros de infiltração desse sistema cerâmico compósito devem ser compatíveis quimicamente com a alumina em temperatura elevada; ter baixa viscosidade a 900-1000°C e ter uma boa resistência à corrosão [41].

Al₂O₃ é compatível com muitos compostos aluminosos como o LaAl₁₁O₃, o qual tem um hábito de crescimento anisotrópico. Isto contribui para o aumento da resistência do material, em especial da sua tenacidade [42].

2.1.3.1 Dissolução dos Vidros de Lantânio

As cerâmicas dentais são geralmente classificadas como materiais inertes [26]. Contudo, sabe-se que diferenças na composição, microestrutura e condições ambientais irão afetar o grau de degradação em meio aquoso [43]. Pesquisas anteriores [1, 28, 43-46] mostraram que tanto porcelanas feldspáticas como as cerâmicas dentais sinterizadas e infiltradas com vidro (de alumino-silicato de lantânio) têm a fase vítrea muito mais passível de corrosão do que fases cristalinas como: alumina; zircônia; espinélio de alumínio e magnésio.

Embora a estabilidade química dos materiais cerâmicos seja muito satisfatória, variações na composição e nas técnicas de processamento podem induzir uma redução

na estabilidade em meio aquoso. Acredita-se que a corrosão nesse tipo de ambiente é desencadeada pelo seletivo desprendimento de íons alcalinos. Sob condições estáticas, o aumento do pH, na superfície da cerâmica, leva a uma perda de sílica da matriz vítrea. Isso corrobora com a assertiva de que íons alcalinos metálicos são menos estáveis na fase vítrea que na fase cristalina [43]. Contudo, a adição de íons divalentes como Ca^{2+} , Mg^{2+} , Zn^{2+} e Ba^{2+} , assim como íons Al^{3+} , parecem reduzir a troca de íons com o meio [47]. Uma coisa, porém, está claramente estabelecida experimentalmente: a fase vítrea é mais degradável em água do que a fase cristalina [28,45].

No gráfico mostrado na figura 1, observa-se o diagrama pSi-pH do sistema B-Al-Ca-Ti-H₂O a 25°C para $a_{\text{Ti}} = 0,150 a_{\text{Si}}$, $a_{\text{Al}} = 1,178 a_{\text{Si}}$, $a_{\text{B}} = 1,640 a_{\text{Si}}$ e $p_{\text{O}_2} = 0,21$ atm. Complementando, o gráfico apresentado na figura 2 mostra o diagrama pSi-pH do sistema Si-La-H₂O a 25°C para $a_{\text{La}} = 0,5530 a_{\text{Si}}$ e $p_{\text{O}_2} = 0,21$ atm. A superposição destes dois diagramas, abrangendo todo o sistema B-Al-Ca-Ti-La-H₂O, revela que na faixa de pH entre 5 e 9,5 (para atividade 1 molar de silício) as espécies cristalinas estáveis do sistema são: $\text{La}_2\text{Si}_2\text{O}_7$, $\text{Al}_2\text{O}_3 \bullet \text{H}_2\text{O}$, TiO_2 , H_3BO_2 e Ca^{2+} . A estabilidade do silicato de lantânio cresce com o aumento da alcalinidade do meio até pH=11,5, decrescendo rapidamente com adicional aumento da alcalinidade. Concomitante, surge e cresce a estabilidade do titanato de cálcio (que substitui TiO_2 e Ca^{2+}) enquanto $\text{Al}(\text{OH})_4^-$, $\text{SiO}_3\text{OH}^{3-}$ e $\text{La}(\text{OH})_3$ se tornam as espécies estáveis do Al, Si e do La.. Em valores de pH inferiores àqueles do lado esquerdo do domínio de estabilidade do silicato de lantânio predominam: $\text{Al}_2\text{O}_3 \bullet \text{H}_2\text{O}$, TiO_2 , La^{3+} , Ca^{2+} e H_4SiO_4 . Em condições de acidez extrema e baixa atividade do silício, as espécies estáveis tornam-se: SiO^{2+} , Ca^{2+} , Al^{3+} , La^{3+} , TiOH^{3+} e H_3BO_2 [47].

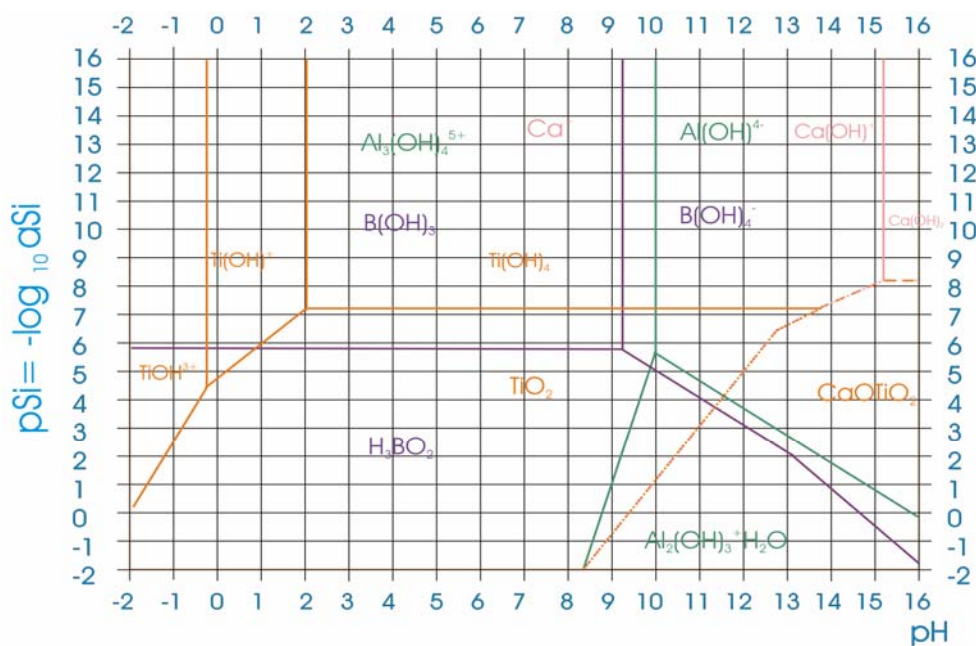


Figura 1- Diagrama pSi-pH do sistema B-Al-Ca-Ti-H₂O a 25°C para $a_{Ti} = 0,150$, $a_{Si} = 1,178$, $a_{Al} = 1,178$, $a_{B} = 1,640$ e $pO_2 = 0,21$ atm.

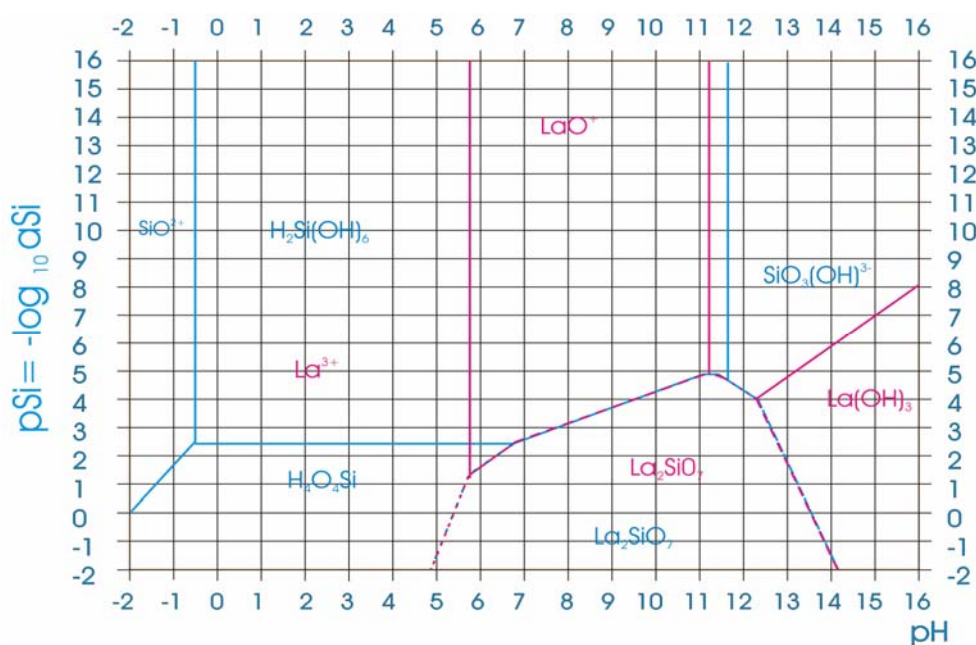


Figura 2- Diagrama pSi-pH do sistema Si-La-H₂O a 25°C para $a_{La} = 0,5530$ e $pO_2 = 0,21$ atm.

Desta forma, as previsões dos diagramas concordam com fatos experimentalmente conhecidos, visto que eles demonstram (termodinamicamente) a possibilidade de degradação da fase vítrea dessas cerâmicas. O tempo necessário para a transformação dependerá da permeabilidade dos produtos formados (se impermeável, impedirá a continuação da degradação do vidro).

Lohbauer, em 2002 [48], atribuiu a baixa resistência mecânica das porcelanas feldspáticas ao seu alto conteúdo de fase vítrea, a qual é mais vulnerável a corrosão pela água. Não obstante, as cerâmicas do sistema In-Ceram[®] Alumina apresentaram, em seu estudo, uma resistência superior a das porcelanas feldspáticas, devido ao baixo conteúdo de fase vítrea no material. Todavia, a fase vítrea do sistema In-Ceram[®] Alumina, mesmo que diminuta, exerce um papel vital para manutenção da rigidez mecânica do material [49]. Tanto que, a estocagem deste tipo de cerâmica, sob condições de fadiga em água, culminou em uma significativa perda de resistência [48,49]. Por conseguinte, a obtenção de uma fase vítrea menos susceptível a corrosão seria mister para a preservação da excelente resistência mecânica de cerâmicas parcialmente sinterizadas e posteriormente infiltradas com vidro.

3 MATERIAIS E METODOLOGIA

3.1 Materiais

3.1.1 Materiais para a confecção dos corpos de prova de In-Ceram[®] Alumina

Placas de acrílico

Discos de carborundum para corte das placas de acrílico

Polovinilsiloxano (Elite Double, Zhemack, Itália)

Gesso para In-Ceram[®] Alumina (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha)

Pó de alumina (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha)

Solvente aquoso (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha)

Aditivo In-Ceram[®] Alumina (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha)

Pó de vidro de lantânio (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha)

Pasta de polimento diamantada de granulação 2 a 4 μm (Diamond Excel, FGM)



Figura 3- Materiais para confecção do In-Ceram[®] Alumina. Da esquerda para direita: pó de alumina, solvente aquoso, aditivo, pó de vidro de lantânio e gesso (ao fundo).

3.1.2 Equipamentos

Vibrador para gesso (VH Softline)

Aparelho de ultrassom Vita Vitasonic[®] II (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha)

Forno de queima Vita Inceram[®] 3 (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha)

Forno de queima Vita Vacumat[®] 40 (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha)

Micromotor de baixa rotação (W & H MF-perfecta)

Broca (EVE-DIABOND - granulação grossa DB-15g)

Trijato Easy Blast (Bego)

Equipamento de ensaio universal (EMIC linha DL 1000)

Microscópio eletrônico de varredura (JEOL JSM-6460 LV)



Figura 4- Equipamentos para confecção do In-Ceram[®] Alumina. No sentido horário: aparelho de ultrassom Vita Vitasonic[®] II, forno de queima Vita Inceramat[®] 3, forno de queima Vita Vacumat[®] 40 e trijato Easy Blast (Bego).



Figura 5- Equipamento de ensaio universal (EMIC linha DL 1000).

3.2 Metodologia

3.2.1 Preparação dos corpos de prova

Foram confeccionados 60 espécimes cerâmicos parcialmente sinterizados de In-Ceram[®] Alumina respeitando-se a norma ISO 6872:1995(E) [50]. Segundo a norma, os espécimes têm que apresentar largura= $4\pm 0,25$ mm, comprimento de pelo menos 20mm e espessura= $1,2\pm 0,2$ mm. As dimensões dos corpos de prova confeccionados neste trabalho foram: largura=4mm, comprimento=25mm, espessura=1,4 mm.

Os espécimes foram elaborados a partir de um padrão polimérico de secção retangular e dimensões de 2mm x 5mm x 25mm, o qual foi duplicado em um material à base de polivinilsiloxano. Este molde foi preenchido com um gesso disponível comercialmente para o sistema In-Ceram[®] Alumina. O gesso foi manipulado seguindo-se as instruções do fabricante. Sendo assim, 20 gramas de pó de gesso foram manipulados (com auxílio de uma espátula) com 4,6 mL de água destilada; após a manipulação o gesso foi vertido sob o molde de polivinilsiloxano sob vibração em aparelho vibrador de gesso (VH Softline), para evitar o aprisionamento de bolhas. Após duas horas, o processo de cristalização do gesso já estava completo e as barras de gesso foram, então, removidas do molde e lixadas com lixa d'água (a seco). A seguir foram aferidas com paquímetro para que as dimensões de 2mm x 5mm x 25mm fossem alcançadas. Obtiveram-se, então, barras de gesso para posterior realização do processo de colagem de barbotina.

Um outro padrão polimérico foi confeccionado, a partir de barras de acrílico apresentando as seguintes dimensões: 4mm x 5mm x 25mm. Este padrão também foi

duplicado em polivinilsiloxano. A barra de gesso foi assentada no fundo do molde de 4mm de altura e, sobre ela, foi vertida a suspensão de alumina (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha) até que se atingisse a margem superior do molde. Durante a colagem por barbotina, o solvente é removido por capilaridade pelo gesso, enquanto as partículas de alumina são depositadas sobre o mesmo. Conforme o nível da barbotina decaía, foi se adicionando mais suspensão para que a altura desejada da peça fosse alcançada. Ver figuras 6, 7 e 8.



Figura 6- Padrões poliméricos.

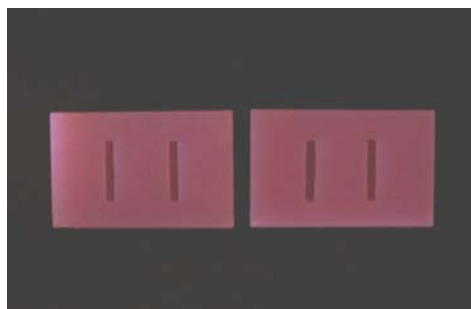


Figura 7- Molde de polivinilsiloxano

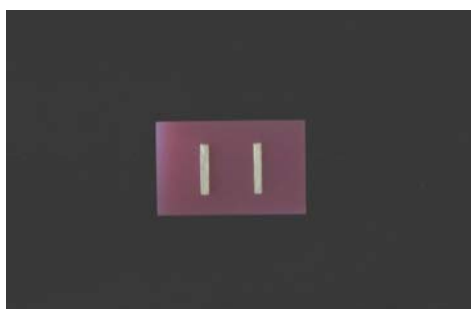


Figura 8- Molde preenchido com o conjunto gesso/lama de alumina

Após a precipitação da solução, o conjunto gesso/alumina foi removido do molde e parcialmente sinterizado no forno Vita Inceramat[®] 3 (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha). O programa de sinterização da alumina, processada por colagem de barbotina, sugerido pelo fabricante consiste em um pré-aquecimento até uma temperatura de 120°C a uma taxa de 20°C/h. Seguido por um aquecimento até a temperatura de 1120°C a uma taxa de 500°C/h com patamar de 2h nesta temperatura (ver gráfico 1). Os espécimes não foram parcialmente sinterizados em uma só etapa, pois o forno não comportava todas as 60 barras. Portanto, os 60 conjuntos gesso-barbotina foram divididos em 2 grupos de 30 conjuntos cada para o procedimento da sinterização. Na figura 9 pode-se observar o aspecto das barras de alumina parcialmente sinterizadas.

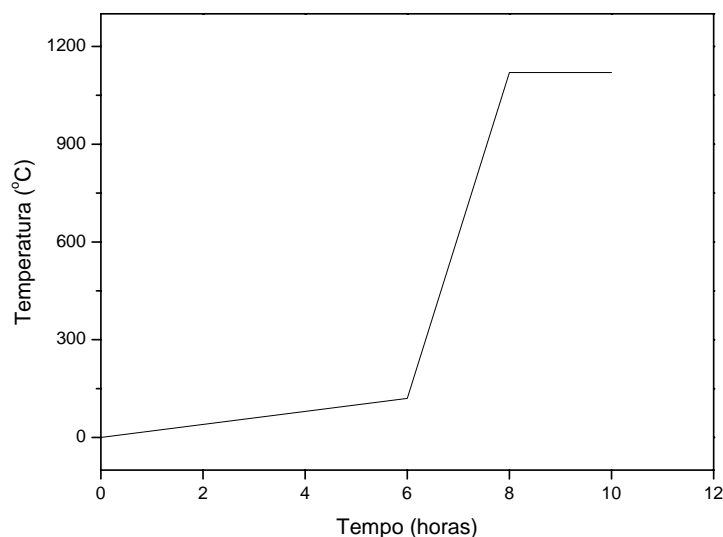


Gráfico 1 – Tempo e temperatura da queima de sinterização da alumina



Figura 9- Barras de alumina parcialmente sinterizadas.

Das 60 barras de alumina parcialmente sinterizadas 40 foram distribuídas em quatro grupos experimentais com temperaturas de infiltração do vidro de: 1100°C (Grupo I), 1110°C (Grupo II), 1120°C (Grupo III) e 1130 °C(Grupo IV) e tempo de infiltração de 6h; 10 barras foram distribuídas para o Grupo V com temperatura de infiltração de 1110°C e tempo de infiltração de 2h, observar os gráficos 2, 3, 4, 5 e 6. Cada grupo de 10 espécimes recebeu 5 barras de cada um dos dois processos de sinterização realizados, para que a variável sinterização influenciasse por igual todos os grupos. As outras 10 barras de alumina parcialmente sinterizadas foram usadas para caracterização em microscópio eletrônico de varredura e reservadas para eventuais perdas ocorridas durante a infiltração das peças.

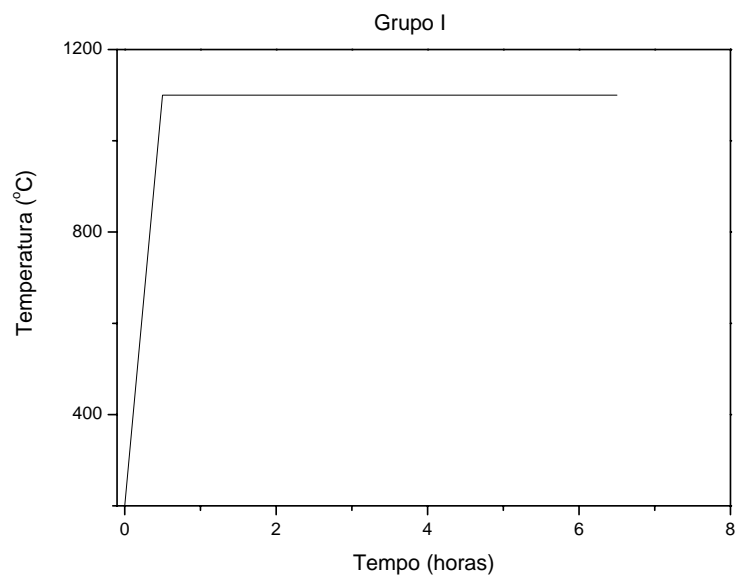


Gráfico 2 – Tempo e temperatura da infiltração da alumina com vidro de lantânio do grupo I.

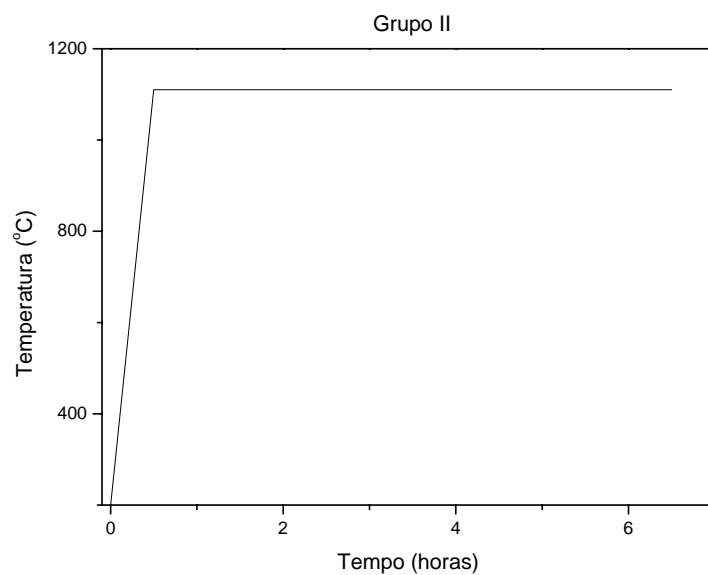


Gráfico 3 – Tempo e temperatura da infiltração da alumina com vidro de lantânio do grupo II.

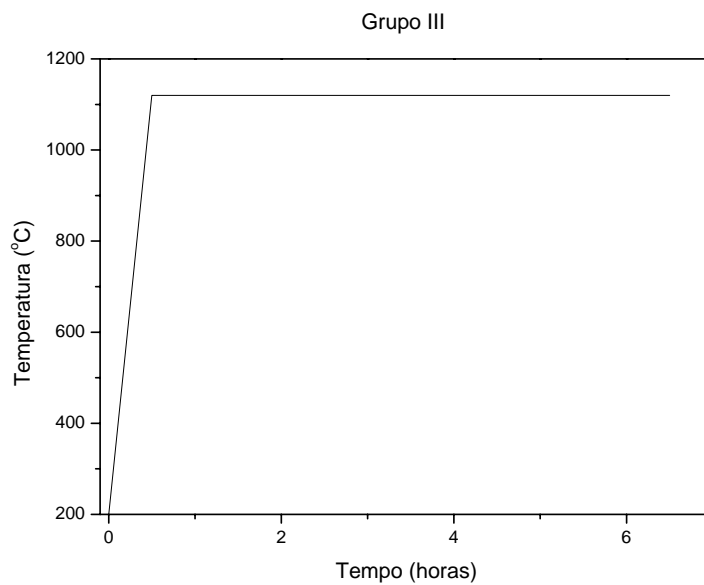


Gráfico 4 – Tempo e temperatura da infiltração da alumina com vidro de lantânio do grupo III.

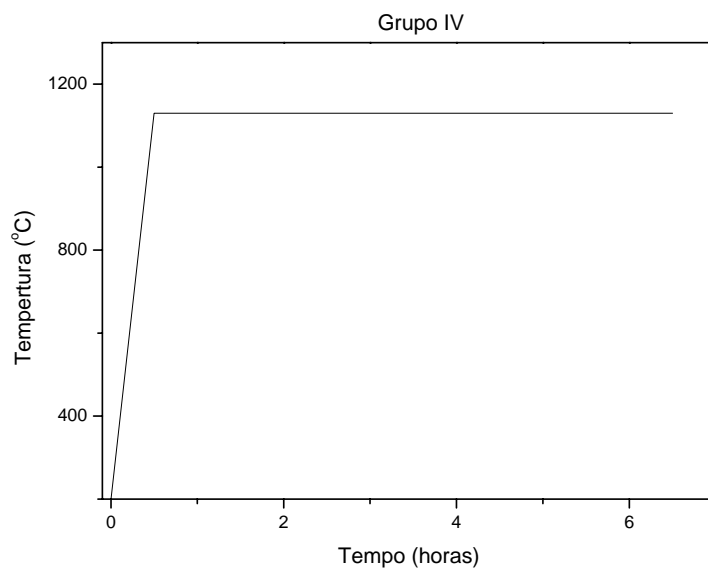


Gráfico 5 – Tempo e temperatura da infiltração da alumina com vidro de lantânio do grupo IV.

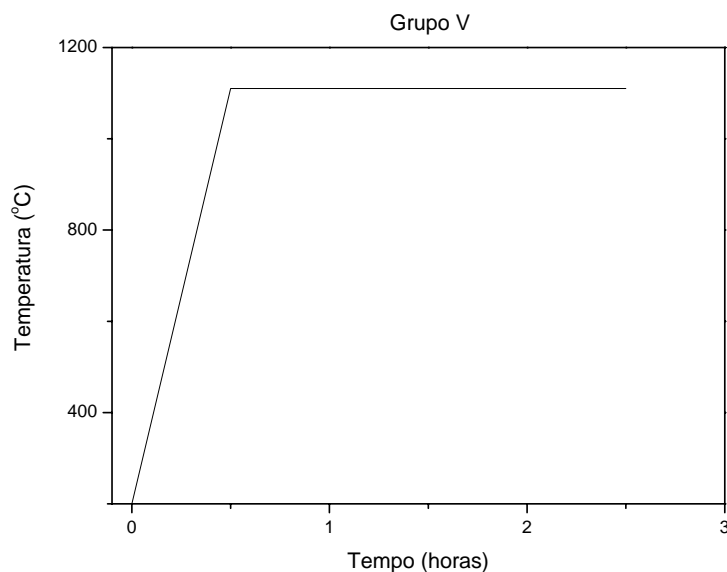


Gráfico 6 – Tempo e temperatura da infiltração da alumina com vidro de lantânio do grupo V.

As barras do grupo I foram infiltradas a 1100°C (temperatura 10°C abaixo da recomendada pela Vita) por um período de 6h (tempo recomendado para infiltração de PPFs).

As barras do grupo II foram infiltradas a 1110°C (temperatura recomendada atualmente pela Vita) por um período de 6h (tempo recomendado para infiltração de PPFs).

As barras do grupo III foram infiltradas a 1120°C (temperatura 10°C acima da recomendada pela Vita) por um período de 6h (tempo recomendado para infiltração de PPFs).

As barras do grupo IV foram infiltradas a 1130°C (temperatura 20°C acima da recomendada pela Vita) por um período de 6h (tempo recomendado para infiltração de PPFs).

As barras do grupo V foram infiltradas a 1110°C (temperatura recomendada pela Vita) por um período de 2h (tempo recomendado para infiltração de próteses unitárias).

Para que se realizasse o processo de infiltração o pó de vidro de lantânio foi misturado à água destilada e esta mistura foi assentada em uma placa de platina. As barras de alumina parcialmente sinterizadas foram colocadas sobre o conjunto lama de vidro/placa de platina e levadas, assim, ao forno Vita Inceramat[®] 3 para que se procedesse a infiltração. A placa de platina só comportava 5 barras de alumina. Sendo assim, para que se obtivesse 10 espécimes infiltrados a fase de infiltração teve que ser realizada em duas etapas. As barras de alumina foram distribuídas aleatoriamente para cada etapa.



Figura 10- Barras de alumina parcialmente sinterizadas e infiltradas com vidro de lantânio.

Após a infiltração, o excesso de vidro foi removido com pedra diamantada para desgaste em cerâmica (EVE-DIABOND - granulação grossa DB-15g) em micromotor (W & H MF-perfecta) com rotação de 30.000 rpm, para que as dimensões de 1,4 x 4 x 25mm fossem atingidas. Subseqüentemente ao desgaste, as barras foram jateadas com óxido de alumínio com tamanho de partícula de 125µm e pressão de 2,5 bar. As barras foram polidas com lixas d'água com granulação de 220, 360, 600 e 1200 com pasta de polimento produzida com diamante de granulação 2 a 4µm (Diamond Excel, FGM). A

preparação da superfície dos espécimes para teste pode introduzir defeitos de usinagem os quais podem ter um efeito pronunciado na resistência à flexão. Tais danos agregados durante a preparação do espécime podem ser um fator de interferência aleatório, ou uma parte inerente da característica a ser mensurada. Para que o desgaste das peças fosse realizado de uma maneira uniforme entre elas, esse foi realizado sempre em uma única direção conforme a norma ASTM Designation: C 1161-90 [51].



Figura 11- Barras de alumina parcialmente sinterizadas, infiltradas com vidro de lantânio e usinadas.

Após o procedimento de acabamento as barras foram submetidas uma queima de controle em forno Vita Vacumat[®] 40, ver gráfico7. Esta queima tem o intuito de eliminar o vidro presente em excesso na estrutura do compósito cerâmico. Além disso, ela pode contribuir para o relaxamento de tensões residuais geradas nos espécimes durante a etapa de usinagem.

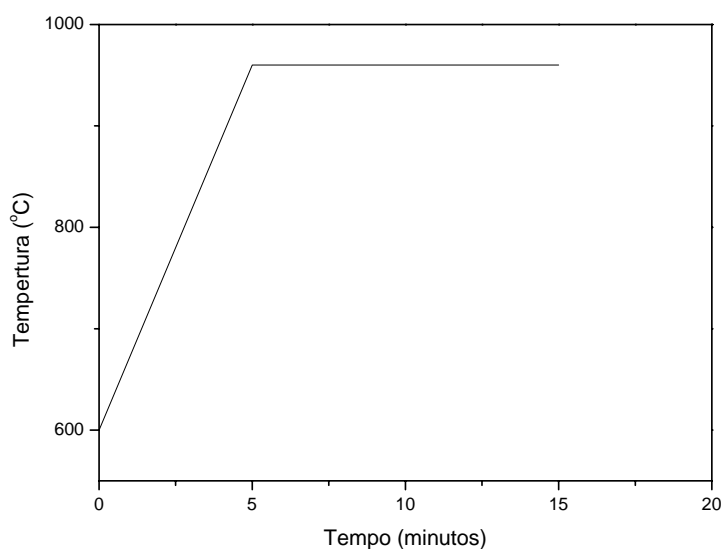


Gráfico 7 – Queima de controle do vidro de lantânio.

3.2.2 Ensaio de resistência à flexão

A resistência à flexão das barras foi testada em 3 pontos, em uma máquina de ensaios mecânicos (EMIC modelo DL 1000). A distância entre os apoios, segundo a ISO 6872:1995(E) [50], tem que ser de 12mm a 15mm e a velocidade de descida de $(1 \pm 0,5)$ mm/min. Para este ensaio, a distância entre os apoios foi de 12mm e a velocidade de descida foi de 0,5mm/min. Segundo a ASTM Designation: C 1161-90 [51] os cilindros de suporte dos espécimes devem: possuir pelo menos três vezes o comprimento dos espécimes; devem ser aproximadamente 1,5 vez a profundidade do espécime empregado no teste; e devem estar cuidadosamente posicionados, tal que a distância entre os apoios sejam acuradas em $\pm 0,10$ mm. O suporte de aplicação de carga para a configuração dos três pontos deve ser posicionado no meio dos cilindros de

suporte em $\pm 0,10\text{mm}$. Todos estes requisitos foram seguidos para a realização dos ensaios mecânicos.

Os resultados oferecidos pela máquina de ensaios mecânicos foram os dados de força máxima (N) para a fratura dos espécimes. Estes dados foram tratados, para que se obtivesse a resistência à flexão em MPa. A fórmula usada foi a seguinte:

$$M = \frac{3Wl}{2bd^2}$$

Onde W é a força de fratura, em newtons;

l é a distância entre os apoios, em milímetros;

b é a largura do espécime, em milímetros;

d é a espessura do espécime, em milímetros.

Foram, assim, obtidos os valores da resistência à flexão uniaxial a 3 pontos, M, em megapascal, de cada corpo de prova.

3.2.3 Análise estatística

Os resultados de resistência à flexão uniaxial a 3 pontos foram submetidos a tratamento estatístico por meio de análise de variância (ANOVA) de fator único, com intervalo de confiança de 0,05. Complementarmente utilizou-se a análise de Weibull para se avaliar a confiabilidade do material frente aos diversos tratamentos propostos.

Para a realização da análise ANOVA o programa STATISTICA for Windows 5.1 B (StatSoft, Inc., USA) foi empregado. A análise de Weibull foi viabilizada por meio do programa Microsoft[®] excel 2000 (Microsoft corporation).

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

MOR (módulo de ruptura)

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

Onde W é a força de fratura, em newtons;

l é a distância entre os apoios, em milímetros;

b é a largura do espécime, em milímetros;

d é a espessura do espécime, em milímetros.

Estimador

$$P_f = \frac{j - \frac{3}{8}}{n + \frac{1}{4}}$$

Onde j é o número de cada amostra;

n é o número total das amostras.

Gráfico: Parâmetros x e y

$$x = \ln(\text{MOR})$$

$$y = \ln \ln \left(\frac{1}{1 - P_f} \right)$$

O valor do módulo de Weibull (m) foi calculado pelo método dos mínimos quadrados:

$$y = mx + b$$

$$\ln \ln \frac{1}{1 - P_f} = m[\ln(MOR)] + (m \ln \sigma_0)$$

O valor de σ_0 é calculado pela fórmula:

$$\sigma_0 = inv \left(\frac{\ln(-\ln \ln(\frac{1}{1 - P_f}) + m(\ln MOR))}{m} \right)$$

Taxa de risco:

$$\frac{m}{\sigma_0^m} (\sigma)^{m-1}$$

onde $\sigma = \ln(MOR)$;

$$e \sigma_0 = inv \left(\frac{\ln(-\ln \ln(\frac{1}{1 - P_f}) + m(\ln MOR))}{m} \right)$$

Efeito do volume x tensão de tração (flexão a 3 pontos):

$$V_e = \frac{V}{2(m+1)^2}$$

3.2.4 Caracterização de matérias primas

O gesso, o pó de alumina e o vidro de lantânio utilizados na técnica In-Ceram[®] Alumina foram submetidos à análise em microscópio eletrônico de varredura e EDS no laboratório F-203 do PEMM/COPPE/UFRJ.

O vidro de lantânio também foi analisado por meio de difração de raios-X nos laboratórios do CETEM/UFRJ.

3.2.5 Análise de sinterização adicional

No intuito de averiguar se o aumento da temperatura de infiltração leva a uma sinterização adicional do arcabouço de alumina parcialmente sinterizada, procedeu-se a seguinte conduta: quatro barras de alumina parcialmente sinterizadas (na temperatura recomendada pelo fabricante) foram divididas em quatro grupos (A, B, C e D) e quebradas ao meio. A área fraturada, de cada espécime, foi analisada por meio de microscopia eletrônica de varredura. Após a análise, as barras fraturadas foram divididas em quatro grupos (A', B', C' e D') para que fossem submetidas à queima com as temperaturas de infiltração de 1100, 1110, 1120 e 1130°C (respectivamente). Em seguida, foi realizada nova análise microscópica para observar se: o aumento da temperatura permite o avanço da sinterização da infra-estrutura cerâmica, no sentido da definição (arredondamento) de contornos de grãos e de poros igualmente mais arredondados (ao lado da diminuição do volume de poros).

3.2.6 Caracterização das barras de alumina infiltradas com vidro

Em seguida a realização dos ensaios mecânicos, um espécime de cada grupo experimental (I, II, III, IV e V) teve a área de fratura, induzida no teste de resistência de flexão a 3 pontos, analisada por meio de microscopia eletrônica de varredura. As imagens foram obtidas tanto via elétrons secundários como via elétrons retroespalhados. Em adição, os espécimes submetidos à análise micrográfica também foram examinados por EDS.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Resultados de resistência flexural

A tabela 3 mostra os valores médios de resistência à flexão a 3 pontos dos grupos de amostras I a V.

Tabela 3- Resultados dos valores médios de resistência à flexão a 3 pontos dos grupos de amostras I a V.

Grupo de amostras	Resistência à Flexão (MPa)	Desvio Padrão (MPa)
I	580,75	99,21
II	605,47	75,17
III	579,34	92,14
IV	590,40	139,31
V	410,16	178,19

As tabelas completas encontram-se nos apêndices A, B, C, D e E.

No gráfico apontado na figura 12 observa-se o módulo de Weibull (igual a 6,43264, com coeficiente de correlação de 96,594%) correspondente às amostras do grupo I. O gráfico apresentado na figura 13 fornece os dados referentes ao grupo II (módulo de Weibull = 8,73 , com coeficiente de correlação de 98%). O gráfico indicado na figura 14 mostra os dados do grupo III (módulo de Weibull = 8,57, com coeficiente de correlação de 91%). O gráfico registrado na figura 15 apresenta os dados do grupo IV (módulo de Weibull = 3,85975, com coeficiente de correlação de 95,283%). Enquanto o gráfico oferecido na figura 16 revela os dados do grupo V (módulo de Weibull = 2,24561, com coeficiente de correlação de 97,167%).

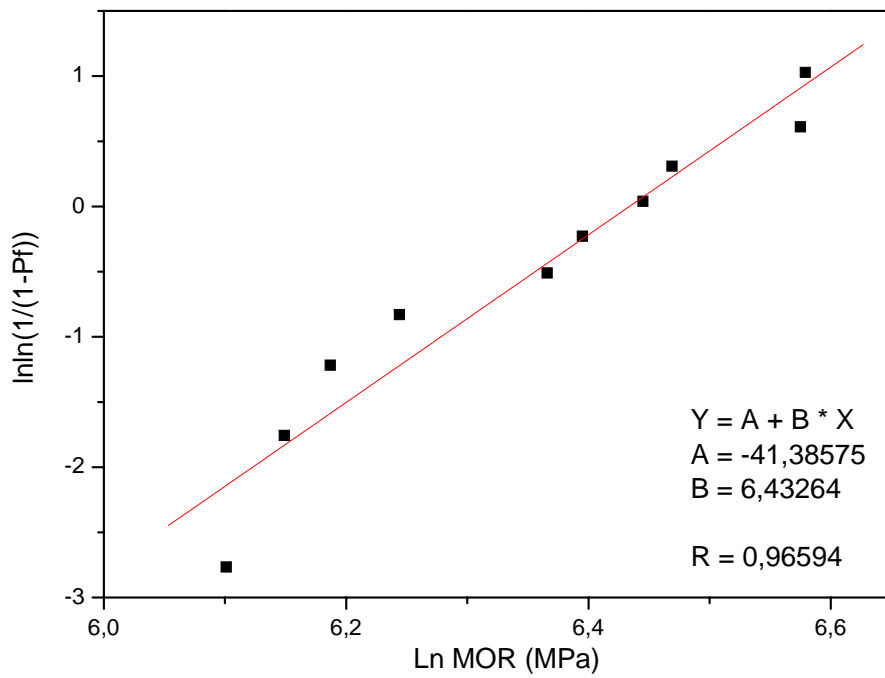


Figura 12- Módulo de Weibull correspondente às amostras do grupo I

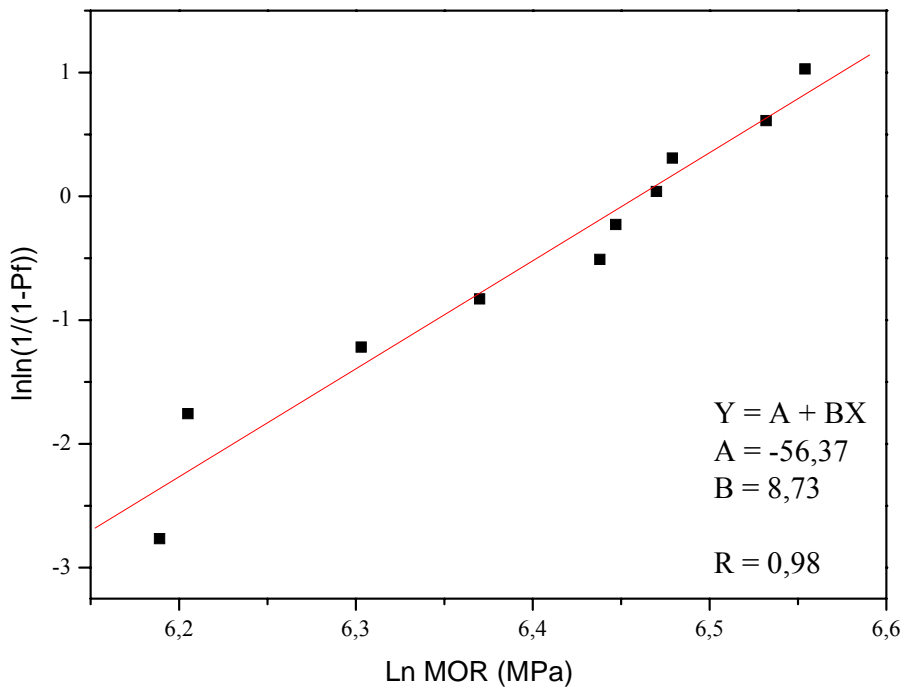


Figura 13- Módulo de Weibull correspondente às amostras do grupo II

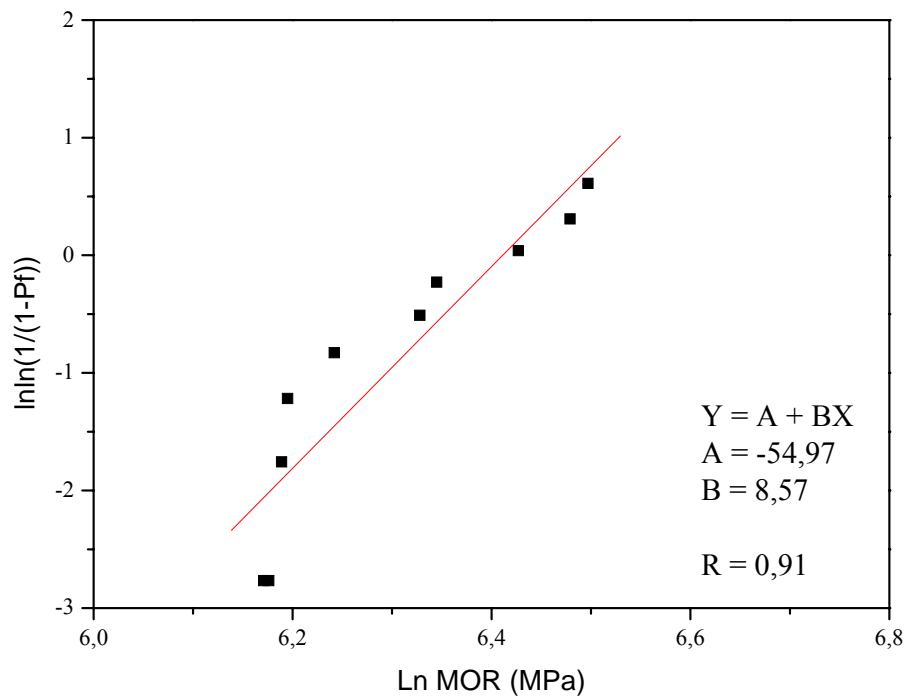


Figura 14- Módulo de Weibull correspondente às amostras do grupo III

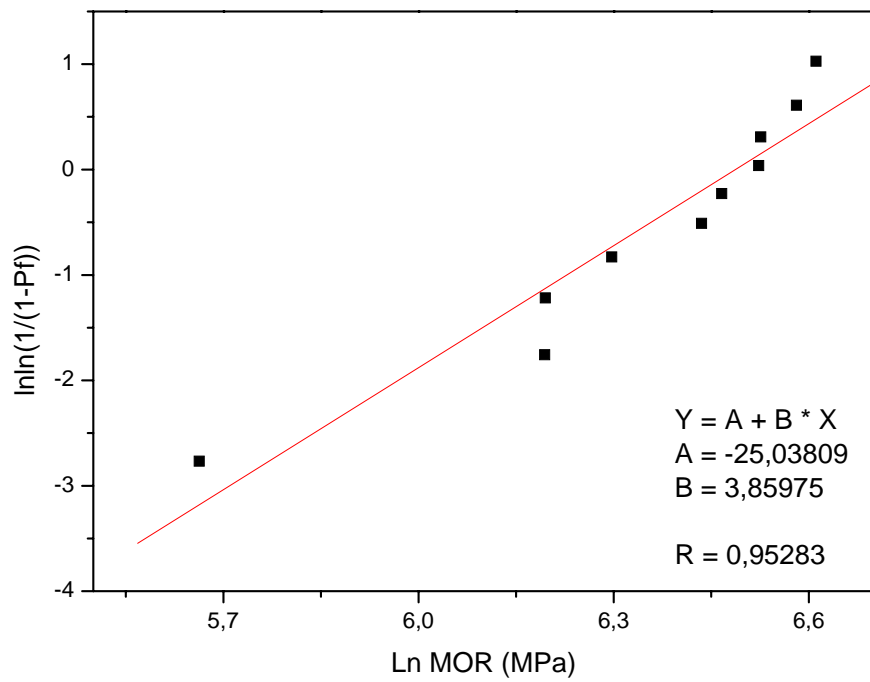


Figura 15- Módulo de Weibull correspondente às amostras do grupo IV

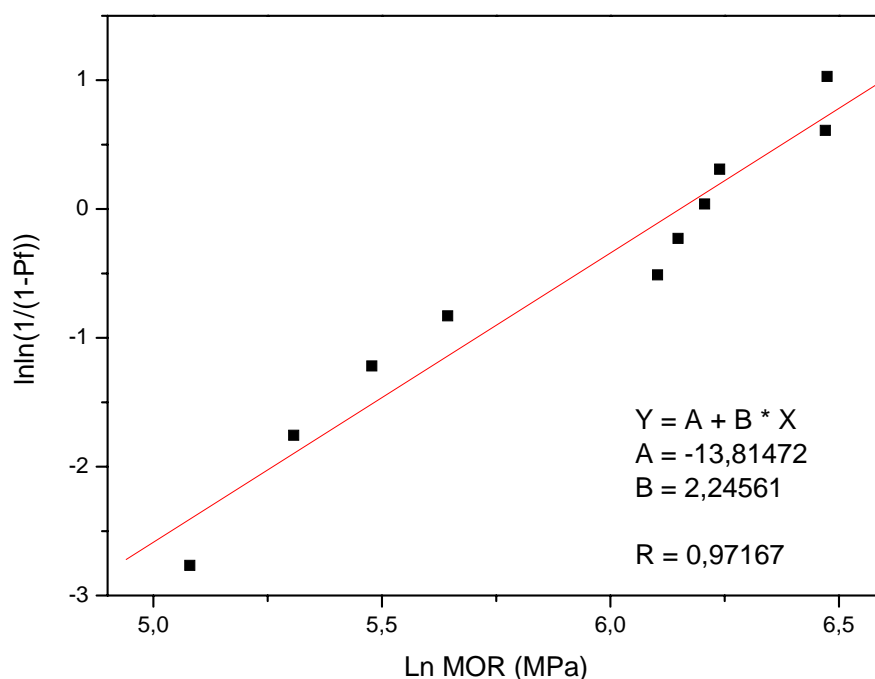


Figura 16- Módulo de Weibull correspondente às amostras do grupo V

Valor crescente do módulo de Weibull (m) significa decrescente dispersão dos resultados, isto é, maior confiabilidade do material [52,53]. No presente caso o módulo de Weibull do grupo I ($m=6,43264$) é menor que o do grupo II ($m= 8,83512$), isto é, uma infiltração a 1100°C (que representa um pequeno descontrole térmico do forno) pode causar prejuízo à prótese cerâmica em elaboração, que deveria (segundo recomendações do fabricante) ser infiltrado com vidro a 1110°C . Por outro lado, o módulo de Weibull do grupo III (infiltrado a 1120°C , que é igual à temperatura da sinterização parcial prévia) é igual a $8,57$, praticamente igual ao módulo de Weibull referente ao grupo II (infiltrado a 1110°C), significando que a confiabilidade das próteses infiltradas a 1110 e 1120°C é semelhante. A análise do valor do módulo de Weibull do grupo IV (infiltrado a 1130°C , temperatura superior àquela da sinterização parcial prévia) denota um dado preocupante para o protesista. Neste grupo (IV) o

módulo de Weibull é apenas 3,85975. Isto pode ser decorrente do fato de que simultaneamente à infiltração há (provavelmente) alguma sinterização complementar da estrutura de alumina, o que diminui a viabilidade de poros interconectados e prejudica a infiltração de vidro. Sendo assim, no caso dos corpos de prova do grupo IV, uma temperatura de infiltração (1130°C) bem maior do que aquela recomendada pelo fabricante (1110°C) e maior do que 1120°C (temperatura da sinterização parcial prévia) deu margem a um avanço bem mais intenso de sinterização complementar (dificultando e inibindo o processo de infiltração do vidro de lantânio, já que os poros disponíveis foram se tornando cada vez mais finos no decorrer do tempo de infiltração). Por conseguinte, o resultado global se tornou bem mais dispersivo ou menos reprodutível (maior desvio padrão). O grupo que seguiu a temperatura de infiltração recomendada pelo fabricante e o tempo de infiltração recomendado para coroas unitárias (Grupo V) externou o menor módulo de Weibull ($m=2,24561$). Os resultados do grupo V estão condizentes com a expectativa, uma vez que o tempo de infiltração (indicado para coroas unitárias) na temperatura recomendada pelo fabricante (1110°C) foi bem menor (2 horas) do que no caso dos outros grupos onde a temperatura de infiltração foi aquela recomendada para PPFs (6 horas); revelando, todavia, o fato de que menores tempos de infiltração dão margem a menor reprodutibilidade do processo de infiltração, isto é, quanto maior o tempo de infiltração tanto mais completo será o processo de infiltração (o que é compreensível pelo fato da infiltração ser um processo de escoamento viscoso do vidro líquido que, numa dada temperatura, apresentará uma definida fluidez, ou seja, uma definida velocidade de avanço através dos poros da estrutura sólida disponível).

Não obstante, a análise de variância (ANOVA) de fator único mostrou que: entre os resultados dos grupos I a IV (infiltrados com o mesmo tempo e diferentes

temperaturas) o efeito da temperatura não foi significativo, com 95% de confiança ($p=0,950056$), ver tabela 4. O que nos permite afirmar que: pequenas diferenças na temperatura de infiltração do vidro não conduzem a diferenças significativas no valor da resistência à flexão por 3 pontos. Outrossim, a mesma análise estatística mostrou uma diferença significativa no valor da resistência à flexão por 3 pontos quando o tempo de infiltração de vidro foi aumentado de 2 horas para 6 horas (respectivamente, grupos V e II). Este aumento foi, de veras, expressivo para o mesmo grau de confiança utilizado anteriormente, ver tabela 5.

Tabela 4- ANOVA entre os grupos I a IV

Fonte de variabilidade	SQ (efeito)	GL (efeito)	MQ (efeito)	SQ (erro)	GL (erro)	MQ (erro)	F	P
entre tratamentos	3879,833	3	1293,278	400808,0	36	11133,55	0,116160	0,950056

Os efeitos são estatisticamente significativos para $p < 0,05000$

Tabela 5- ANOVA entre os grupos II e V

Fonte de variabilidade	SQ (efeito)	GL (efeito)	MQ (efeito)	SQ (erro)	GL (erro)	MQ (erro)	F	P
entre tratamentos	190735,8	1	190735,8	336625,2	18	18701,40	10,19901	0,005033

Os efeitos são estatisticamente significativos para $p < 0,05000$

O In-Ceram[®] Alumina é um material que oferece uma resistência flexural de 300 MPa a 600 MPa [2]. Sendo que a obtenção de valores de resistência à flexão acima de 605 MPa para o sistema In-Ceram[®] Alumina depende: da força de ligação entre as partículas de óxido de alumínio (obtidas durante a sinterização parcial); e do completo molhamento da microestrutura de poros abertos pela infiltração com vidro de lantânio

[7]. O presente trabalho obteve resultados de resistência à flexão na ordem de 580,75 (\pm 99,21)MPa; 605,47 (\pm 75,17)MPa; 579,34 (\pm 92,14)MPa; 590,40 (\pm 139,31)MPa e 410,16 (\pm 178,19)MPa, respectivamente para os grupos I, II, III, IV e V. Onde os valores de resistência mais expressivos foram aqueles pertencentes aos grupos de maior tempo de infiltração (grupos I, II, III e IV). O que permitiu demonstrar que: quanto maior o tempo de infiltração, maior é a resistência flexural do sistema In-Ceram[®] Alumina. Isto revela a dependência do processo de infiltração com o tempo e a temperatura empregada. Posto que: a infiltração é um processo de escoamento viscoso do vidro (no estado líquido) que, numa dada temperatura, apresentará uma definida velocidade de avanço através dos poros da estrutura sólida disponível.

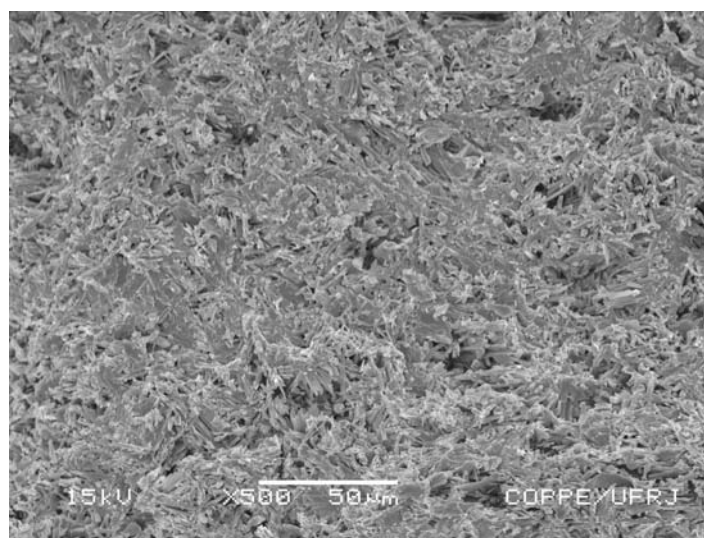
Considerando-se as propriedades mecânicas, PPFs requerem 400 N para região anterior e 600 N para a região posterior. Estes dados são duas vezes maiores que a média da máxima força de oclusão, para oferecer um fator de segurança, porque a saliva e as mudanças térmicas levam a uma redução da força de fratura das cerâmicas [7]. Neste estudo, os resultados de resistência à flexão do Grupo I ao IV (com tempo de infiltração direcionado para confecção de PPFs) foram (respectivamente): 580,75 (\pm 99,21)MPa; 605,47 (\pm 75,17)MPa; 579,34 (\pm 92,14)MPa; 590,40 (\pm 139,31)MPa; o que equivale em Newtons a: 580,75 N/mm, 605,47 N/mm, 579,34 N/mm e 590,40 N/mm. Os dados obtidos concordam com uma gama de estudos cujos resultados externam que o sistema In-Ceram[®] apresenta propriedades mecânicas satisfatórias para sua indicação em próteses fixas de três elementos na região anterior da arcada dentária. Contudo, os mesmos achados, não credenciam para o emprego em próteses fixas posteriores com mais de um elemento[14].

Os valores de resistência à flexão do Grupo V ($410,16 \pm 178,19$ MPa) foram, consideravelmente inferiores ao do Grupo II (infiltrado com a mesma temperatura, porém com maior tempo). Estes resultados impedem que PPFs sejam confeccionadas com o protocolo de infiltração do grupo V. Entretanto, coroas unitárias anteriores e posteriores podem ser manufaturadas por este protocolo, posto que: somente materiais com resistência flexural ao redor de 150 MPa são inadequados para coroas em dentes posteriores [16].

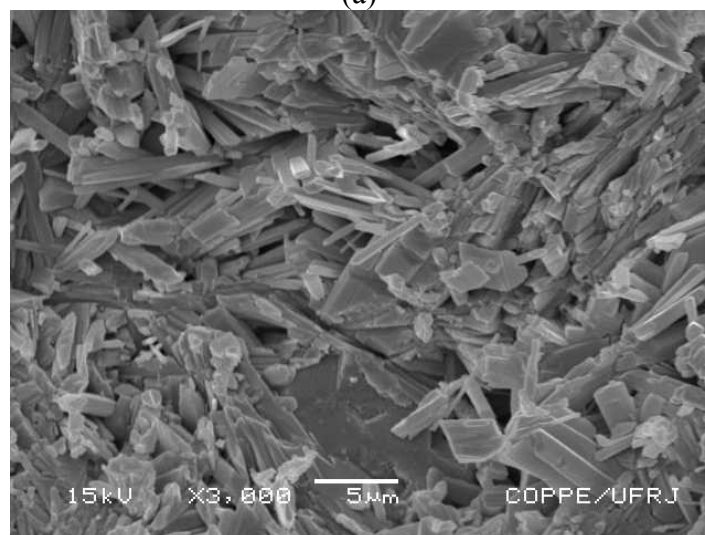
4.2 Análises microestrutural e elementar

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

A figura 17 mostra micrografias da superfície de fratura do gesso não-sinterizado do sistema Vita In-Ceram[®] Alumina (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha), onde se pode observar que as partículas de gesso (sulfato de cálcio hemihidratado) têm, após a hidratação associada ao processo de sua moldagem, tamanhos predominantemente entre 10 e 30 μm , o que provê um substrato adequadamente poroso para a colagem da barbotina. Esta última sendo uma suspensão de partículas de alumina de aproximadamente 3 μm de diâmetro médio num meio aquoso contendo aditivos dispersantes-ligantes que proporcionam uma lama com reologia apropriada para que a barbotina se cole na superfície do gesso mas não a penetre.



(a)



(b)

Figura 17– Micrografias do molde de gesso não sinterizado do sistema Vita In-Ceram[®]. Em (a) aumento de 500 vezes; em (b) aumento de 3000 vezes.

No gráfico apresentado na figura 18 pode-se observar, por meio da análise de EDS, que o gesso não-sinterizado do sistema Vita In-Ceram[®] Alumina é, basicamente, um composto de oxigênio, enxofre e cálcio. Não é possível afirmar, apenas por meio da análise de EDS, que o gesso do sistema Vita In-Ceram[®] Alumina é um composto de sulfato de cálcio. O EDS somente identifica os elementos presentes (O, S, Ca), mas não

indica como eles estão arrançados. Esta informação poderia ser afirmada por meio de análise de difração de Raios-X.

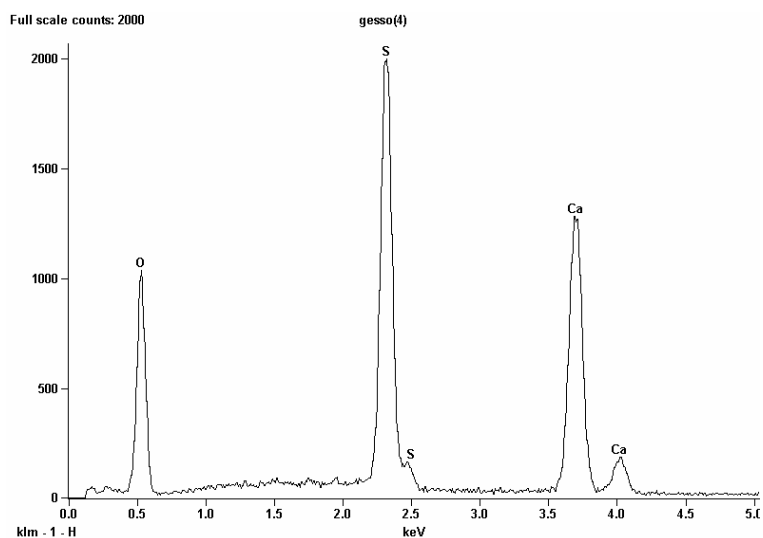
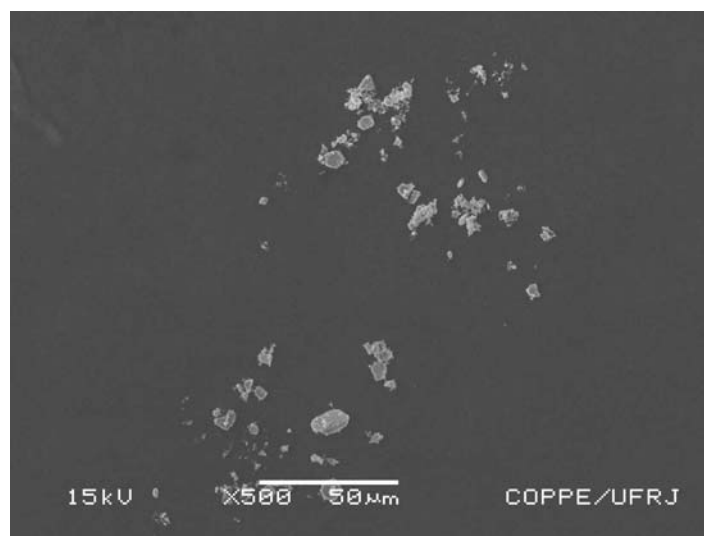


Figura 18- EDS do gesso não-sinterizado do sistema Vita In-Ceram[®].

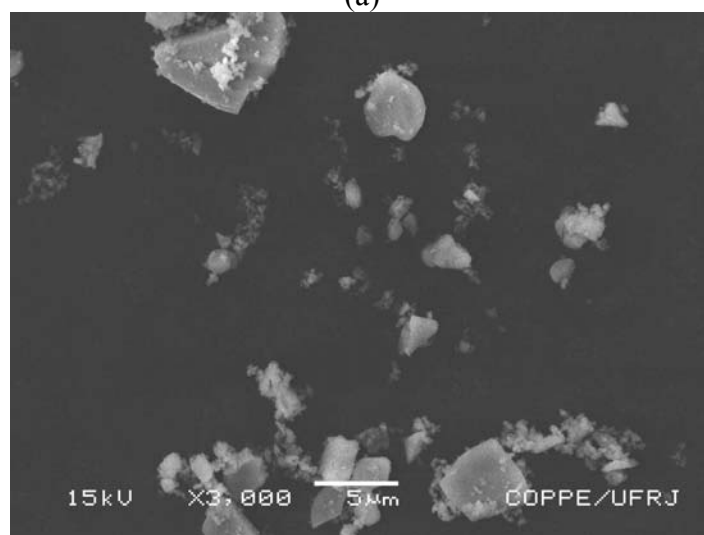
4.2.2 Pós de alumina Vita In-ceram[®] (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha)

A figura 18 mostra micrografias de MEV do pó de alumina da Vita In-Ceram[®], indicando que algumas de suas partículas podem ser maiores do que 10 μm , mas que a maioria tem tamanhos inferiores a este valor (5 a 2,5 μm) e, uma parcela não desprezível tem tamanho de partículas submicrométricas. Isto torna os processos de sinterização parcial e infiltração de vidro bastante complexos. Porque as partículas menores podem não só facilitar os elos entre as partículas maiores, mas também podem se acumular, acidentalmente, nos seus interstícios. A ocorrência de tal fato prejudica, deveras, a porosidade (que é importante para a subsequente infiltração).

Quanto à taxa de penetração do vidro de lantânio na infraestrutura de alumina parcialmente sinterizada, sabe-se que há um aumento desta quando o tamanho de partícula do pó de alumina for maior (devido ao aumento do tamanho dos poros da infraestrutura). Sugerindo, desta forma, que a força que guia a penetração é a força capilar [18]. Embora uma maior tenacidade à fratura possa ser alcançada pelo aumento do tamanho de partícula do pó de alumina, é evidente que este artifício pode reduzir a resistência do material (provavelmente devido ao tamanho de contorno de grão e à interação da ponta da trinca com uma segunda fase). Na literatura, as propriedades mecânicas ótimas dos compósitos contendo alumina foram alcançadas com tamanho de partícula médio de $2,85\mu\text{m}$ [18]. O tamanho de partícula do pó de alumina (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha) aferidos nas análises microestruturais variou entre 10 a $2,5\mu\text{m}$, apresentando ainda algumas partículas de tamanho submicrométricos. A presença de partículas com tamanhos maiores que $10\mu\text{m}$ pode representar uma tendência a menor resistência do material, embora possa facilitar o processo subsequente de infiltração.



(a)



(b)

Figura 19– Micrografias do pó de alumina do sistema Vita In-Ceram[®]. Em (a) aumento de 500 vezes; em (b) aumento de 3000 vezes.

No gráfico apresentado na figura 20 pode-se observar, por meio da análise de EDS, que o pó de alumina da Vita In-Ceram[®] é composto exclusivamente de alumínio e oxigênio.

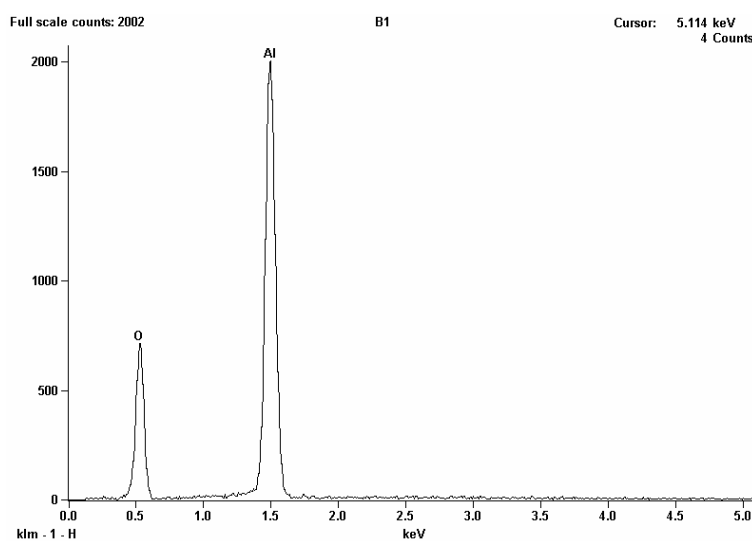


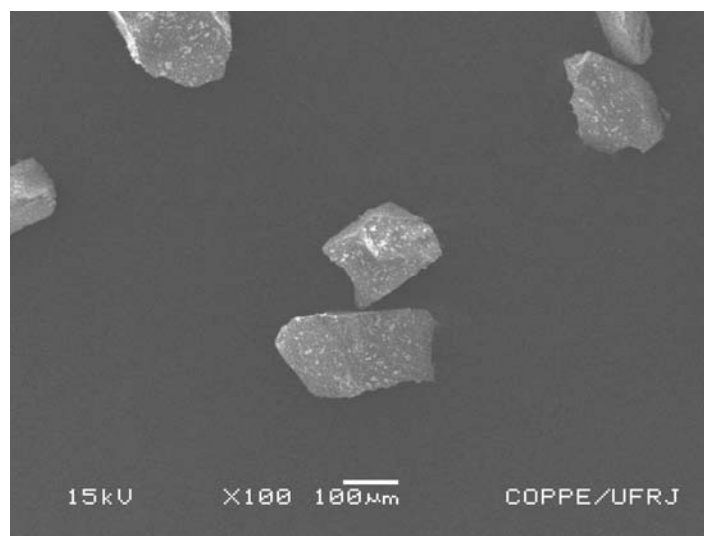
Figura 20- EDS do pó de alumina do sistema Vita In-Ceram[®].

4.2.3 Pós de vidro de lantânio (da Vita)

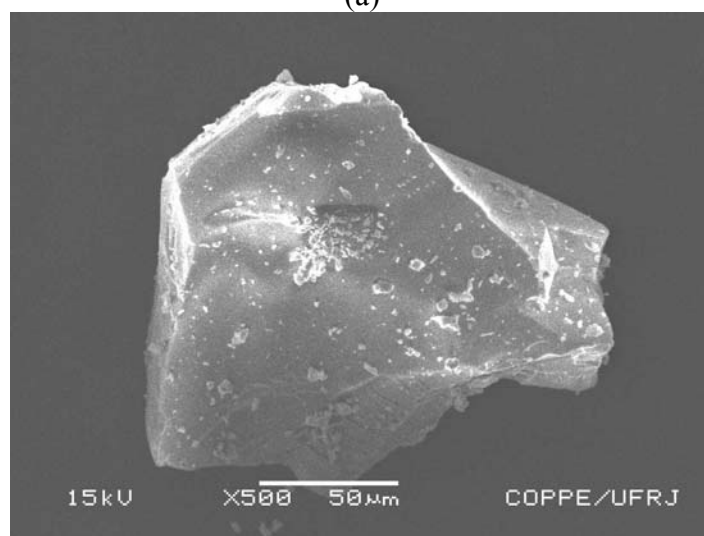
A Figura 21 apresenta micrografias do pó de vidro da Vita In-Ceram[®] Alumina, onde se pode perceber que elas são menores do que 300 μm , mas podem ser maiores do que 200 μm , embora existam partículas menores do que este último tamanho. De qualquer forma, os tamanhos das partículas de vidro infiltrante são grandes, enquanto se poderia pensar que partículas menores seriam preferíveis, pois teriam menor superfície específica e reagiriam mais rapidamente durante o processo de infiltração. Acontece que, no referido processo, a primeira etapa é a absorção de calor radiante (então quanto maior a superfície fazendo a radiação tanto melhor a absorção de calor), e a segunda etapa é a condução de calor da superfície absorvedora para o interior da massa de vidro (neste caso é preferível uma massa contínua de vidro, isto é, partículas grandes de vidro) e uma camada de partículas de vidro muito pequena terá dificuldades de condução. Isto equivale à assertiva de que: com tamanhos menores de partículas a superfície destas ficaria muito quente, mas o seu interior ficaria frio, porque a condução entre as

partículas da superfície para aquelas situadas na parte interior da camada seria difícil, já que haveria ar (ou algum outro gás) entre elas.

Assim sendo, a melhor distribuição granulométrica das partículas de vidro de infiltração In-Ceram[®] será um compromisso entre os dois processos de transferência de calor, o que deve ter sido obtido pela Vita Zahnfabrik por meio de experimentação.



(a)



(b)

Figura 21– Micrografias do pó de Vidro do sistema Vita In-Ceram[®] Alumina. Em (a) aumento de 100 vezes; em (b) aumento de 500 vezes.

No gráfico apresentado na figura 22 pode-se observar, por meio da análise de EDS, que o pó de vidro da Vita In-Ceram[®] Alumina apresenta em sua composição alumínio, sílcio, lantânio e cálcio.

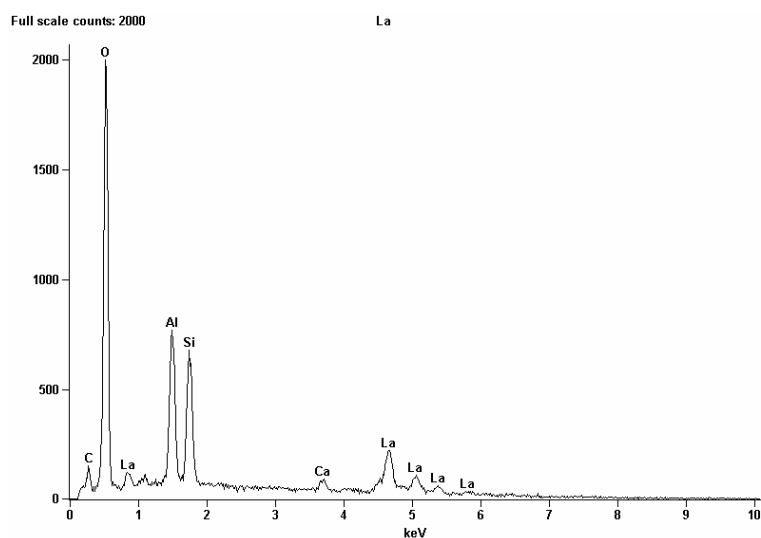


Figura 22- EDS do pó de vidro do sistema Vita In-Ceram[®] Alumina.

O vidro de lantânio (Vita In-Ceram[®] Alumina) também foi analisado por meio de difração de raios-X nos laboratórios do CETEM/UFRJ. Os compostos presentes no vidro estão disponíveis na tabela 6.

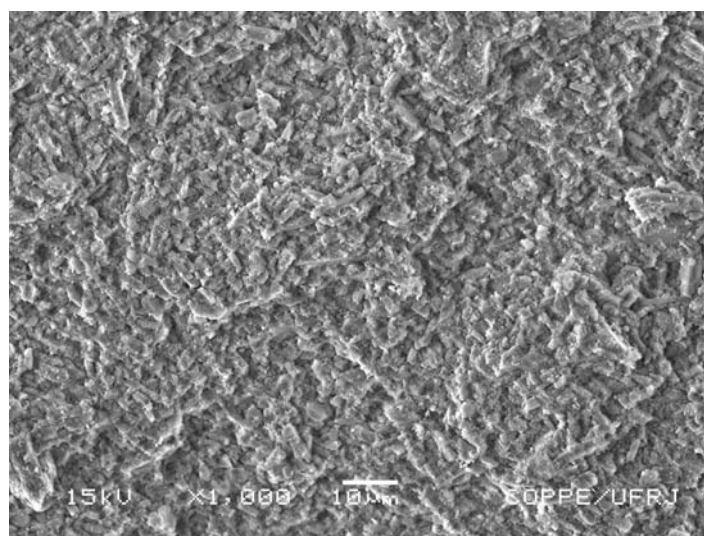
Tabela 6- Composição do vidro de lantânio (Vita In-Ceram[®] Alumina)

COMPOSTO	PORCENTAGEM
K ₂ O	0,047
P ₂ O ₅	0,047
MnO	0,253
NiO	0,322
Fe ₂ O ₃	1,31
CaO	3,14
TiO ₂	6,16
SiO ₂	19,1
Al ₂ O ₃	20,0
La ₂ O ₃	49,60

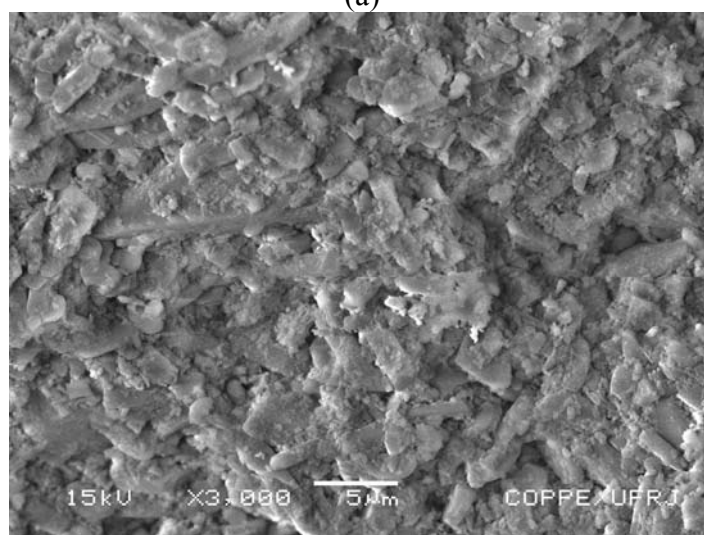
4.2.4 Análise microestrutural das Barras de Alumina Parcialmente Sinterizadas

(a) Barras de Alumina do Grupo A e A'

A Figura 23 apresenta micrografias da superfície de fratura de uma barra de alumina parcialmente sinterizada do grupo A (sinterizada conforme preconizado pelo fabricante, pelo programa especificado no gráfico 1), mostrando que a sua microestrutura é de grãos angulosos (lembrando as partículas de alumina do pó original), com os grãos maiores sendo unidos por meio de uma série de partículas menores que se soldaram de maneira incipiente.



(a)



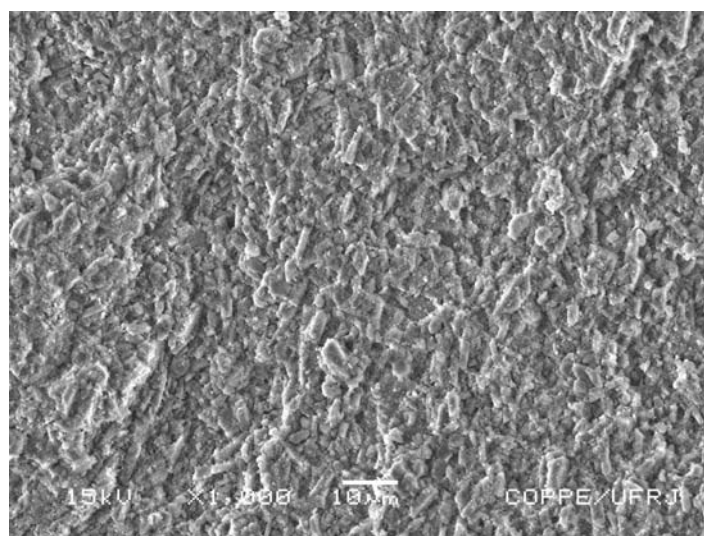
(b)

Figura 23– Micrografias representativas de barra de alumina do Grupo A, sinterizada parcialmente consoante instruções do fabricante. Em (a) aumento de 1000 vezes; em (b) aumento de 3000 vezes.

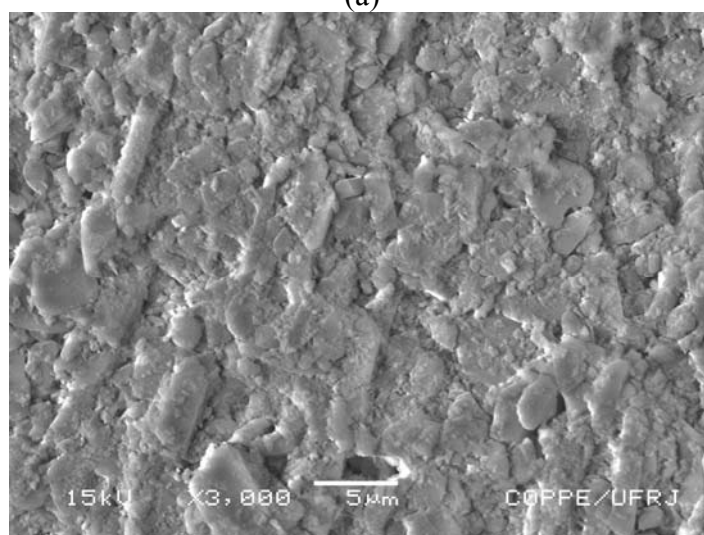
Deste processo, houve, como resultado, uma porosidade muito variável em tamanho e forma. No entanto, esta variabilidade está homogeneamente distribuída ao longo da massa sinterizada do já casquete cerâmico de alumina infra-estrutural. Isto torna compreensível porque o tempo de infiltração do vidro lantânio é muito importante no fortalecimento da infra-estrutura da prótese dental. Afinal, os poros maiores são mais facilmente preenchidos pelo vidro, mas os poros menores requerem um tempo muito

maior (além da capacidade de molhamento da superfície das partículas de alumina pelo vidro líquido). Outrossim, é de se compreender que um aumento da temperatura continuará impulsionando o avanço da sinterização da infra-estrutura cerâmica, no sentido da definição de contornos de grãos mais arredondados e de poros igualmente mais arredondados (ao lado da diminuição do volume de poros).

A Figura 24 mostra micrografias da superfície de fratura do grupo A' (alumina parcialmente sinterizada a 1120°C pelo programa de sinterização para a técnica de colagem por barbotina e a 1100°C pelo programa de infiltração do vidro de lantânio do grupo I), podendo-se notar que elas são à primeira vista semelhantes àquelas da barra de alumina do grupo A (conforme visto na Figura 23), mas é possível observar um tênue avanço do arredondamento dos grãos e, concomitante, redução da porosidade aparente.



(a)

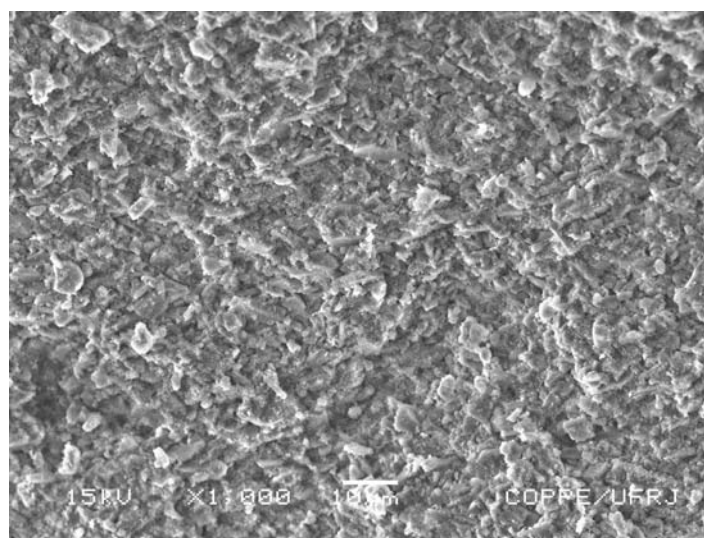


(b)

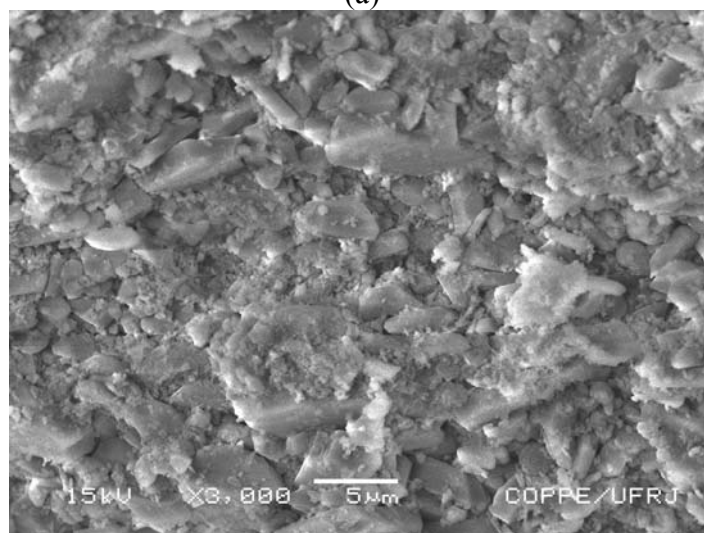
Figura 24– Micrografias representativas de barra de alumina do Grupo A', sinterizada parcialmente (consoante instruções do fabricante) e a 1100°C pelo programa de infiltração do vidro de lantânio do grupo I. Em (a) aumento de 1000 vezes; em (b) aumento de 3000 vezes.

(b) Barras de Alumina do Grupo B e B'

A Figura 25 apresenta micrografias da superfície de fratura de uma barra de alumina parcialmente sinterizada do grupo B (sinterizada durante 2 horas, segundo o programa especificado no gráfico 1), mostrando que ela é similar àquela do Grupo A sinterizada nas mesmas condições (Figura 23).



(a)

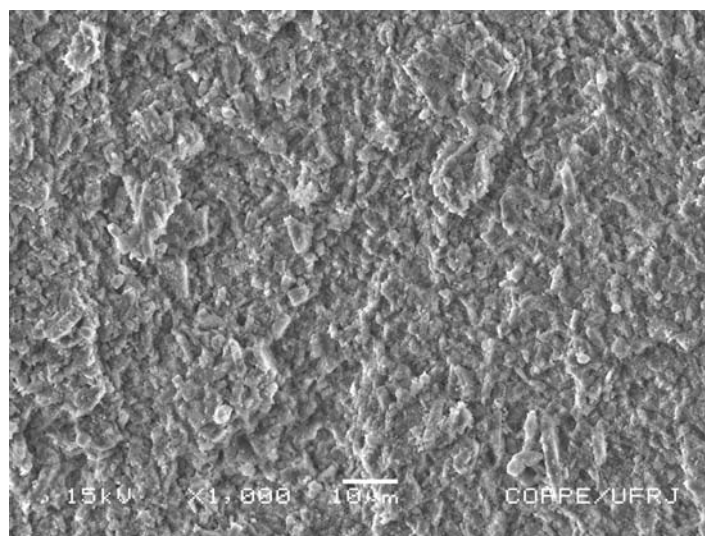


(b)

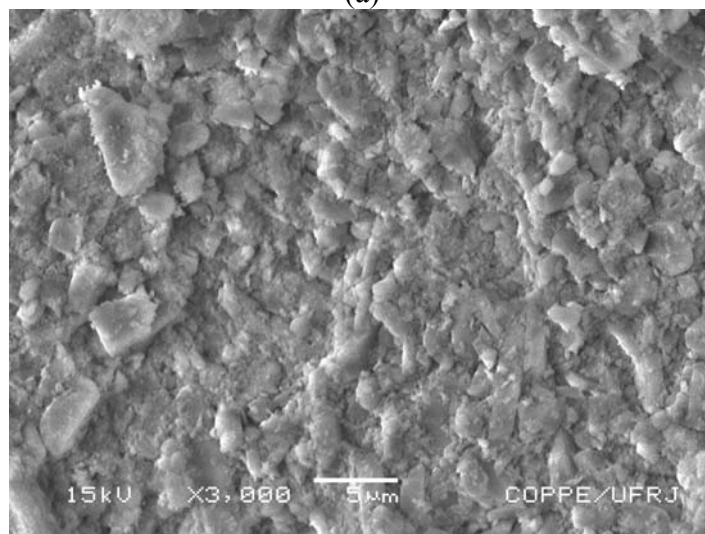
Figura 25 – Micrografias representativas de barra de alumina do Grupo B, sinterizada parcialmente consoante instruções do fabricante. Em (a) aumento de 1000 vezes; em (b) aumento de 3000 vezes.

A Figura 26 apresenta micrografias da superfície de fratura do grupo B' (alumina parcialmente sinterizada a 1120°C pelo programa de sinterização para a técnica de colagem por barbotina e a 1110°C pelo programa de infiltração do vidro de lantânio do grupo II), onde é possível notar uma tênue evolução do arredondamento dos grãos e dos poros quando comparada com a micrografia da monoqueima (figura 25). A

situação relativa entre as duas figuras é comparável àquela já observada entre as Figuras 23 e 24, no que tange ao efeito da segunda queima.



(a)



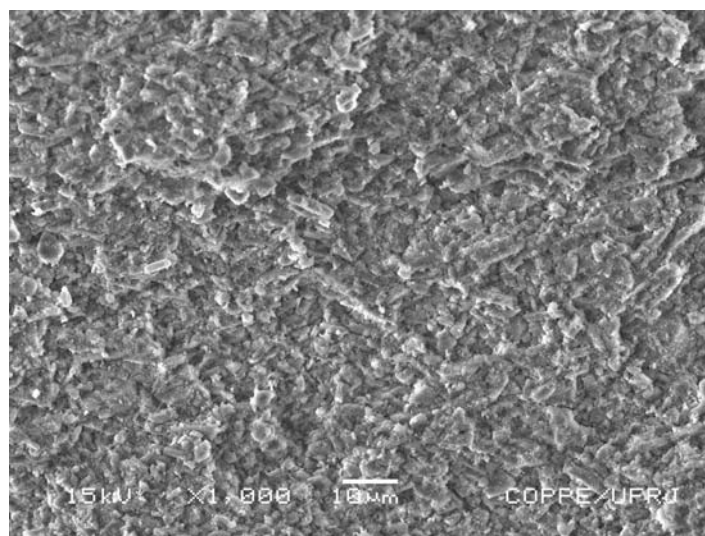
(b)

Figura 26– Micrografias representativas de barra de alumina do Grupo B', sinterizada parcialmente (consoante instruções do fabricante) e a 1110°C pelo programa de infiltração do vidro de lantânio do grupo II. Em (a) aumento de 1000 vezes; em (b) aumento de 3000 vezes.

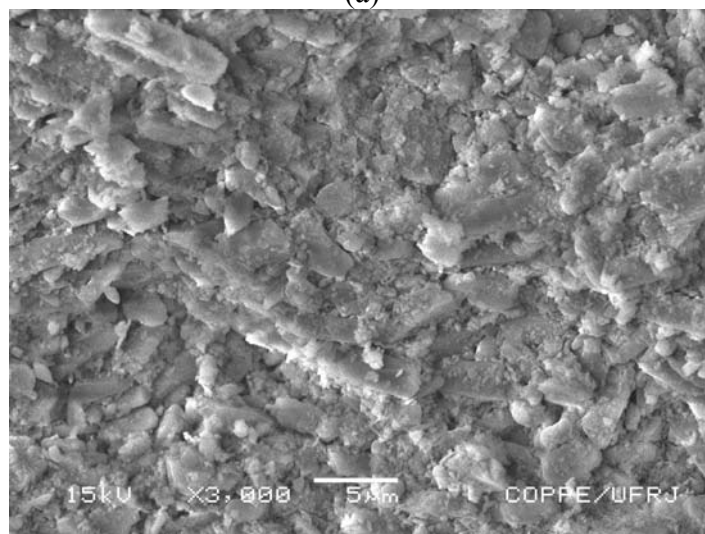
(c) Barras de Alumina do Grupo C e C'

A Figura 27 apresenta micrografias da superfície de fratura de uma barra de alumina parcialmente sinterizada do grupo C (sinterizada durante 2 horas, segundo o

programa especificado no gráfico 1), mostrando que ela é a característica de uma monoqueima nesta temperatura (semelhante àquelas das Figuras 23 e 25).



(a)

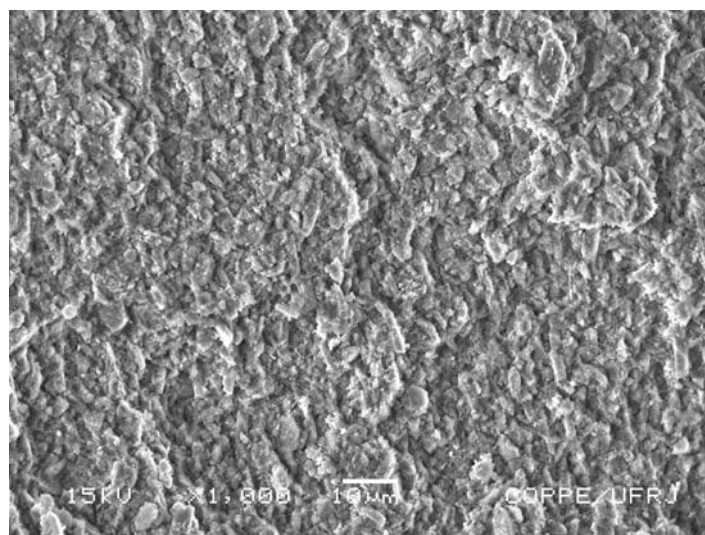


(b)

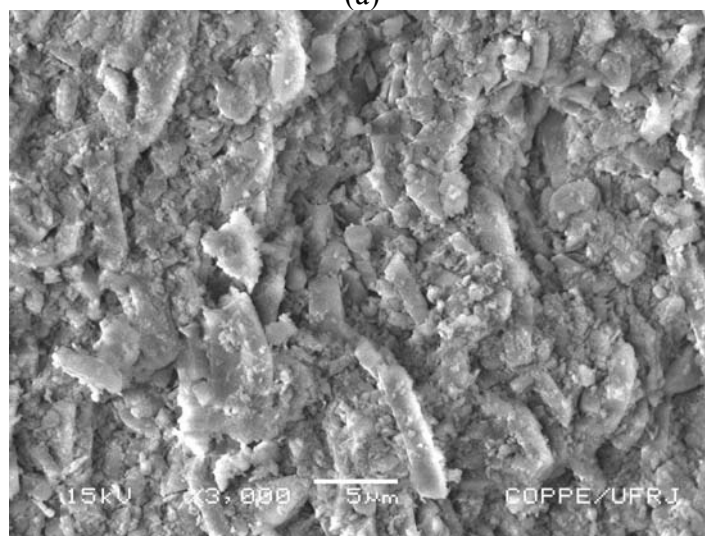
Figura 27- Micrografias representativas de barra de alumina do Grupo C, sinterizada parcialmente consoante instruções do fabricante. Em (a) aumento de 1000 vezes; em (b) aumento de 3000 vezes.

A Figura 28 apresenta micrografias da superfície de fratura do grupo C' (alumina parcialmente sinterizada a 1120°C pelo programa de sinterização para a técnica de colagem por barbotina e a 1120°C pelo programa de infiltração do vidro de

lantânio do grupo III), podendo-se observar uma tênue evolução do arredondamento dos grãos e dos poros (similar à relação entre as Figuras 23 e 24, bem como entre as figuras 25 e 26, conseqüente de uma segunda queima).



(a)

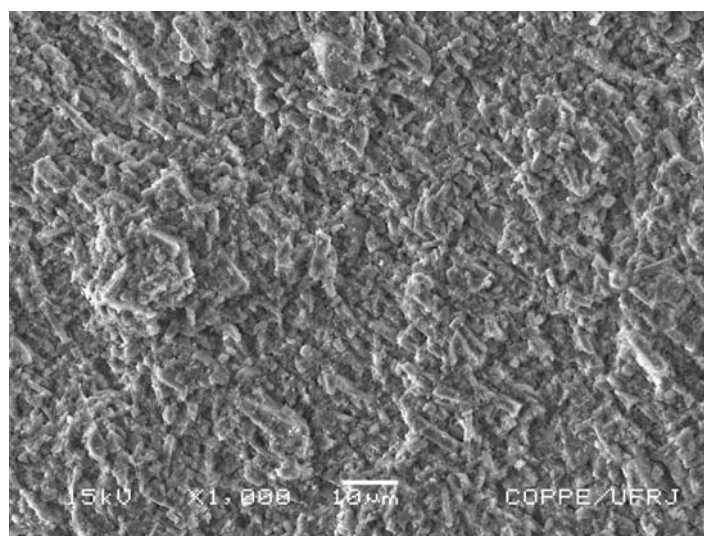


(b)

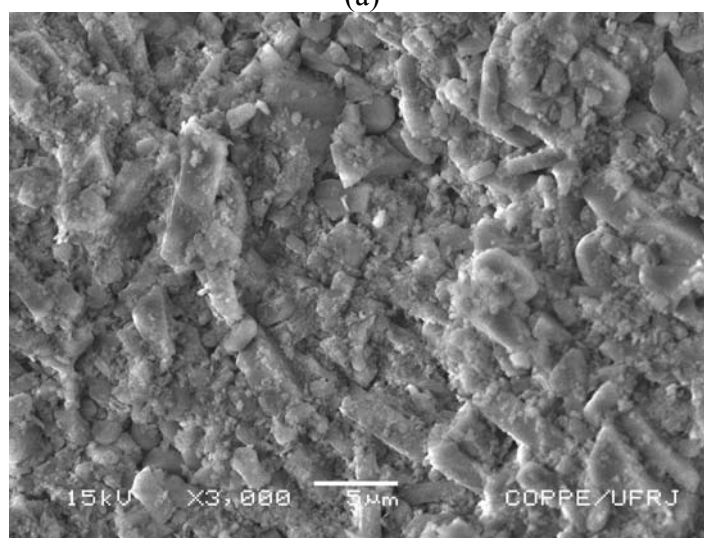
Figura 28– Micrografias representativas de barra de alumina do Grupo C', sinterizada parcialmente (consoante instruções do fabricante) e a 1120°C pelo programa de infiltração do vidro de lantânio do grupo III. Em (a) aumento de 1000 vezes; em (b) aumento de 3000 vezes.

(d) Barras de alumina do grupo D e D'

A Figura 29 apresenta micrografias da superfície de fratura de uma barra de alumina parcialmente sinterizada do grupo D (sinterizada durante 2 horas, segundo o programa especificado no gráfico 1), que são características de sinterização neste tempo e temperatura de sinterização (como nas Figuras 23, 25 e 27).



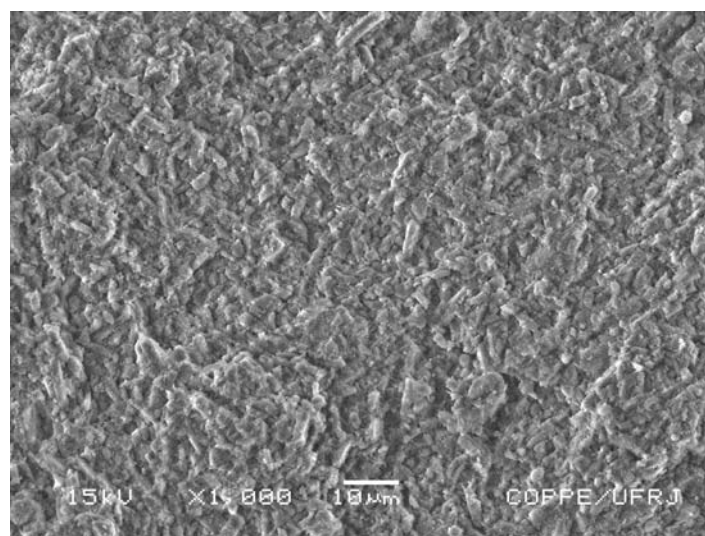
(a)



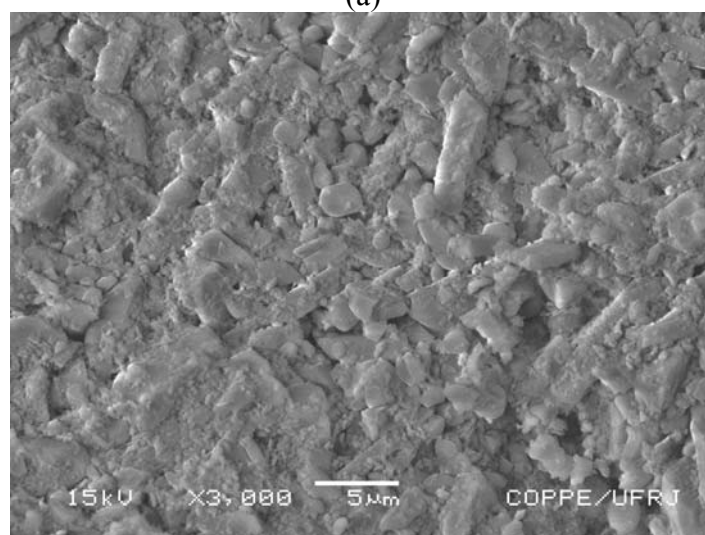
(b)

Figura 29 -Micrografias representativas de barra de alumina do Grupo D, sinterizada parcialmente consoante instruções do fabricante. Em (a) aumento de 1000 vezes; em (b) aumento de 3000 vezes.

A Figura 30 micrografias da superfície de fratura do grupo D' (alumina parcialmente sinterizada a 1120°C pelo programa de sinterização para a técnica de colagem por barbotina e a 1130°C pelo programa de infiltração do vidro de lantânio do grupo IV), observando-se uma evolução notável do arredondamento dos grãos e diminuição dos poros, quando comparado com aquele da monoqueima (Figura 29). Porque agora a segunda queima foi feita numa temperatura (1130°C) superior àquela da primeira queima (1120°C). O que forneceu potencial impulsionador da sinterização (maior energia de difusão), restringindo a porosidade apenas a poros maiores, já que os poros menores coalesceram-se em decorrência da maior energia livre disponível.



(a)



(b)

Figura 30- Micrografias representativas de barra de alumina do Grupo D', sinterizada parcialmente consoante instruções do fabricante e a 1130°C pelo programa de infiltração do vidro de lantânio do grupo IV. Em (a) aumento de 1000 vezes; em (b) aumento de 3000 vezes.

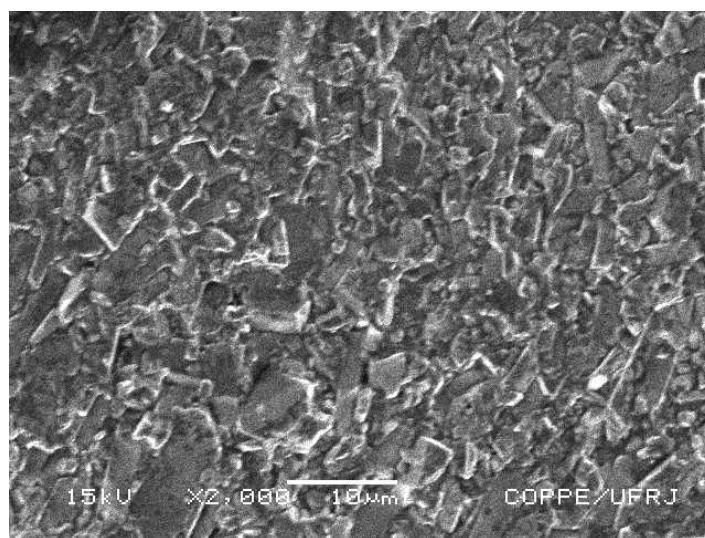
Quer isto dizer que a resistência flexural deveria ter crescido em relação à monoqueima? A resposta, de certo modo, seria sim, mas não completamente. Por quê? Porque é preciso seccionar transversalmente e especularmente a amostra para examinar passo a passo a evolução destes processos de arredondamento, uma vez que a análise micrográfica, aqui feita, é superficial e incompleta (uma seção 4mm x 1,4mm contém pelo menos 25 campos de 40µm por 30 µm, quando observado com ampliação de

3000x; portanto, a micrografia da Figura 27 representa apenas 1 entre 25 campos possíveis ao longo da seção reta da amostra. É possível sustentar que estes outros 24 campos são rigorosamente iguais? A resposta a esta pergunta demanda investigação numa continuação futura do presente estudo.

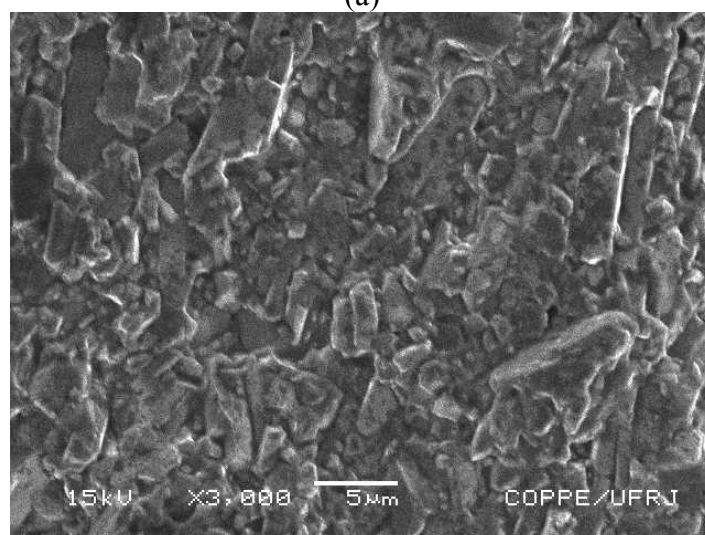
4.2.5 Análise Microestrutural das Barras de Alumina Parcialmente Sinterizadas a 1120°C e infiltrada com vidro de lantânio durante 6 horas.

(a) Barras do Grupo I, Infiltradas a 1100°C

As Figuras 31 e 32 apresentam micrografias da superfície de fratura de barras de alumina do Grupo I, infiltradas com vidro de lantânio a 1100°C durante 6 horas, podendo-se observar que, comparadas com as micrografias correspondentes no estado apenas sinterizado, como nas figuras 23, 25, 27 e 29, houve um substancial preenchimento dos poros com o vidro de lantânio. Porém não é possível afirmar, veementemente, se as Figuras 31 (b) e 32 representam os outros 24 campos da seção transversal da mesma amostra. Além disso, uma avaliação completamente quantitativa deveria ser feita lixando e polindo a seção reta da amostra a fim de determinar precisamente a fração da área da seção ocupada efetivamente pela fase vítrea (a complementar pelos cristais de alumina); isto ficará para um estudo posterior de continuação desta linha de pesquisa (de preferência aproveitando os mesmos corpos de prova do presente estudo).



(a)



(b)

Figura 31– Micrografias (via elétrons secundários) representativas de barra de alumina do grupo I (sinterizada durante 2 horas a 1120°C e infiltrada pelo vidro de lantânio a 1100°C durante 6 horas). Em (a) aumento de 2000 vezes; em (b) aumento de 3000 vezes.

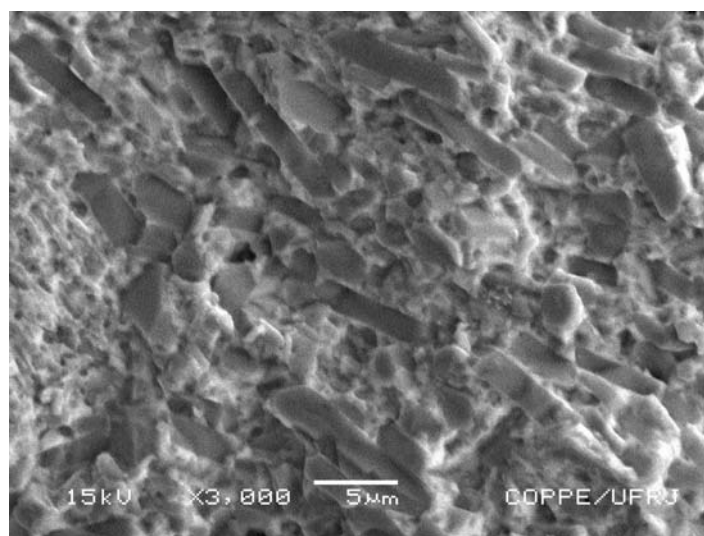


Figura 32– Micrografia (via elétrons retroespalhados) representativa de barra de alumina do grupo I (sinterizada durante 2 horas a 1120°C e infiltrada pelo vidro de lantânio a 1100°C durante 6 horas). Onde as áreas mais escuras correspondem à alumina e as áreas mais claras correspondem ao vidro de lantânio.

No gráfico apresentado na figura 33 pode-se observar, por meio da análise de EDS, que o compósito de alumina/vidro In-Ceram[®] Alumina é composto, basicamente, de oxigênio, alumínio, silício e lantânio.

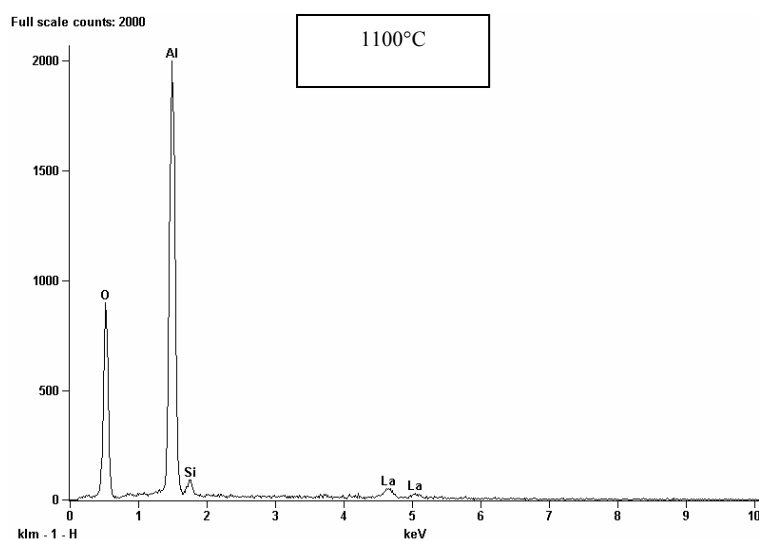
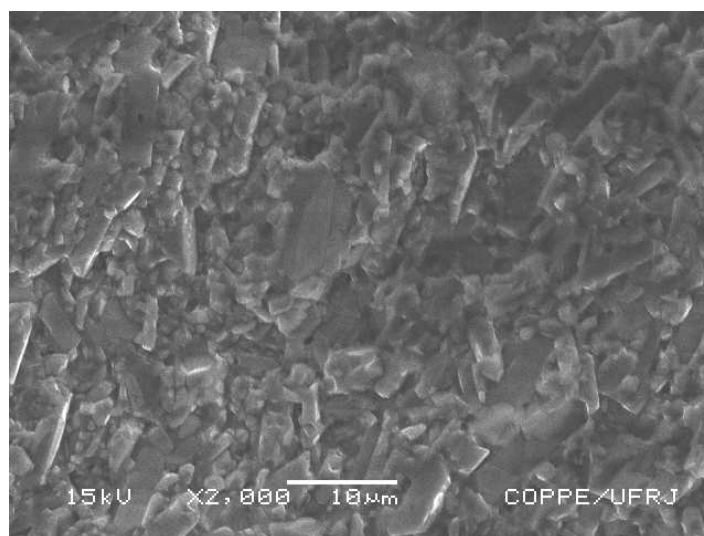


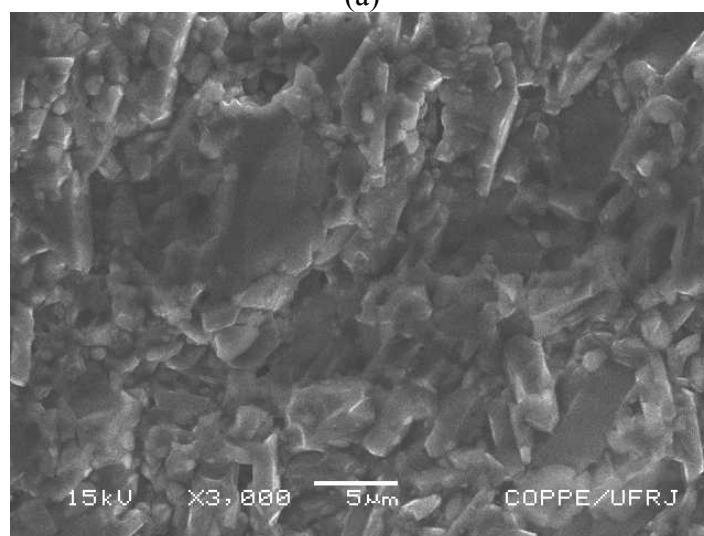
Figura 33- EDS do compósito de alumina/vidro In-Ceram[®] Alumina do Grupo I.

(b) Barras do Grupo II, Infiltradas a 1110°C

As Figuras 34 e 35 apresentam micrografias da superfície de fratura de barra de alumina do Grupo II sinterizada a 1120°C durante 2 horas e infiltrada pelo vidro de lantânio a 1110°C durante 6 horas, podendo-se observar que, comparadas com as micrografias correspondentes no estado apenas sinterizado, como nas figuras 23, 25, 27 e 29, houve um substancial preenchimento dos poros com o vidro de lantânio; cabem as mesmas observações já feitas anteriormente em (a).



(a)



(b)

Figura 34— Micrografias (via elétrons secundários) representativas de barra de alumina do grupo II (sinterizada durante 2 horas a 1120°C e infiltrada pelo vidro de lantânio a 1110°C durante 6 horas). Em (a) aumento de 2000 vezes; em (b) aumento de 3000 vezes.

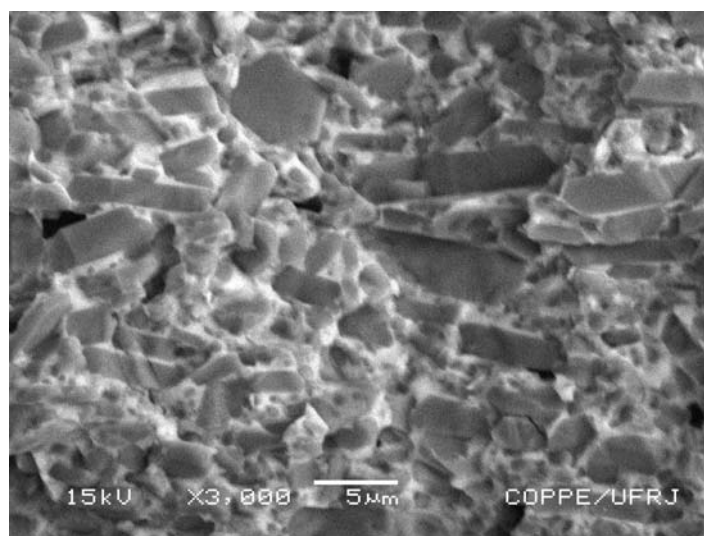


Figura 35– Micrografia (via elétrons retroespalhados) representativa de barra de alumina do grupo II (sinterizada durante 2 horas a 1120°C e infiltrada pelo vidro de lantânio a 1110°C durante 6 horas). Onde as áreas mais escuras correspondem à alumina e as áreas mais claras correspondem ao vidro de lantânio.

No gráfico apresentado na figura 36 pode-se observar, por meio da análise de EDS, que o compósito de alumina/vidro In-Ceram[®] Alumina é composto, basicamente, de oxigênio, alumínio, silício e lantânio.

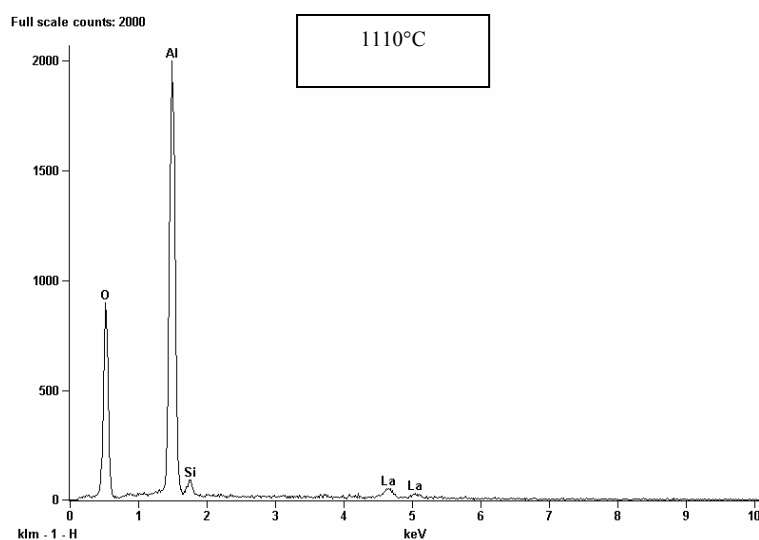
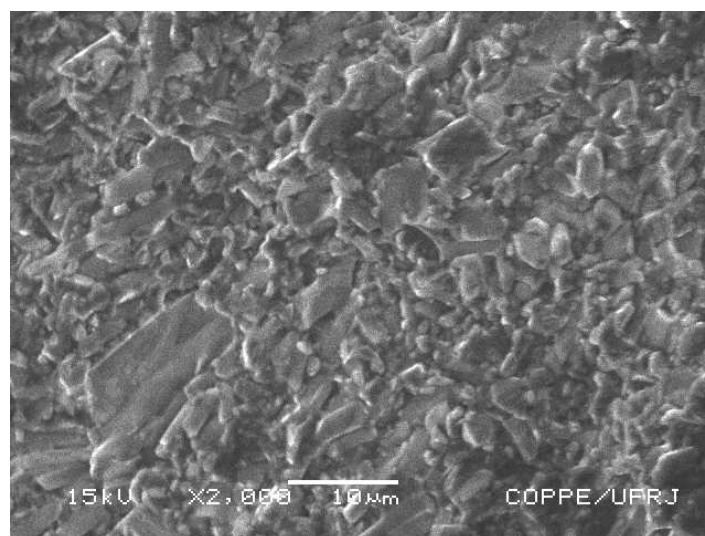


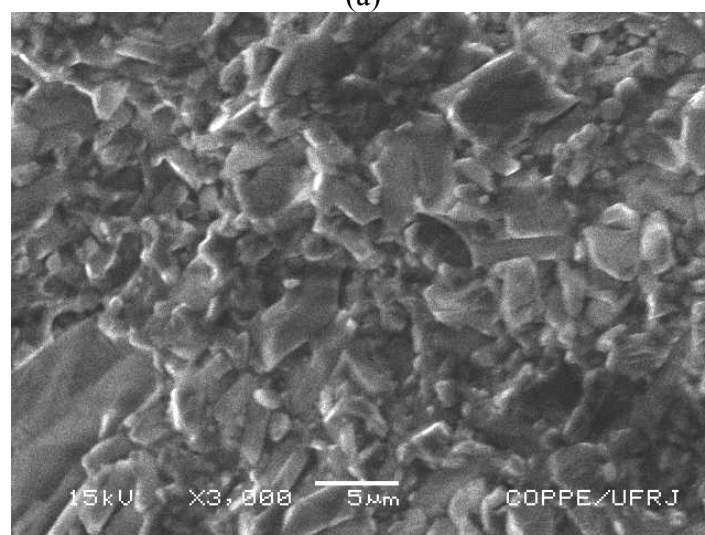
Figura 36- EDS do compósito de alumina/vidro In-Ceram[®] Alumina do Grupo II.

(c) Barras do Grupo III, Infiltradas a 1120°C

As Figura 37 e 38 apresentam micrografias da superfície de fratura de barra de alumina do Grupo III sinterizada a 1120°C durante 2 horas e infiltrada pelo vidro de lantânio a 1120°C durante 6 horas, podendo-se observar que, comparadas com as micrografias correspondentes no estado apenas sinterizado, como nas figuras 23, 25, 27 e 29 houve um substancial preenchimento dos poros com o vidro de lantânio; cabem as mesmas observações já feitas anteriormente em **(a)**.



(a)



(b)

Figura 37– Micrografias (via elétrons secundários) representativas de barra de alumina do grupo III (sinterizada durante 2 horas a 1120°C e infiltrada pelo vidro de lantânio a 1120°C durante 6 horas). Em (a) aumento de 2000 vezes; em (b) aumento de 3000 vezes.

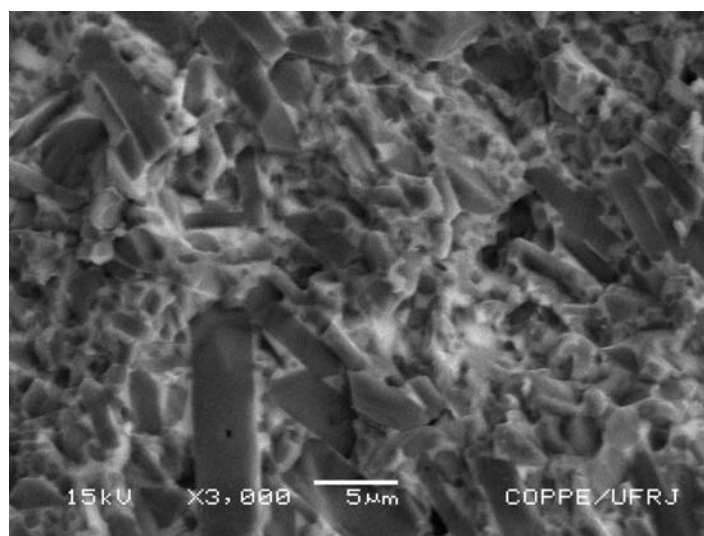


Figura 38– Micrografia (via elétrons retroespalhados) representativa de barra de alumina do grupo III (sinterizada durante 2 horas a 1120°C e infiltrada pelo vidro de lantânio a 1120°C durante 6 horas). Onde as áreas mais escuras correspondem à alumina e as áreas mais claras correspondem ao vidro de lantânio.

No gráfico apresentado na figura 39 pode-se observar, por meio da análise de EDS, que o composto de alumina/vidro In-Ceram[®] Alumina é composto, basicamente, de oxigênio, alumínio, silício e lantânio.

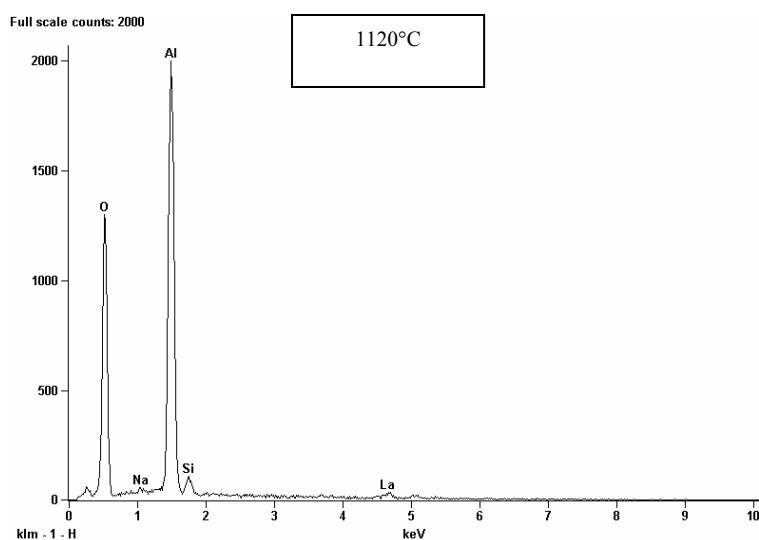
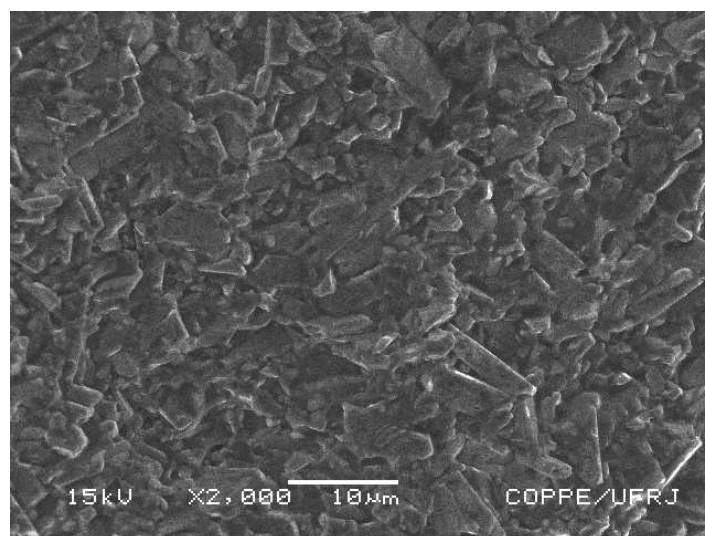


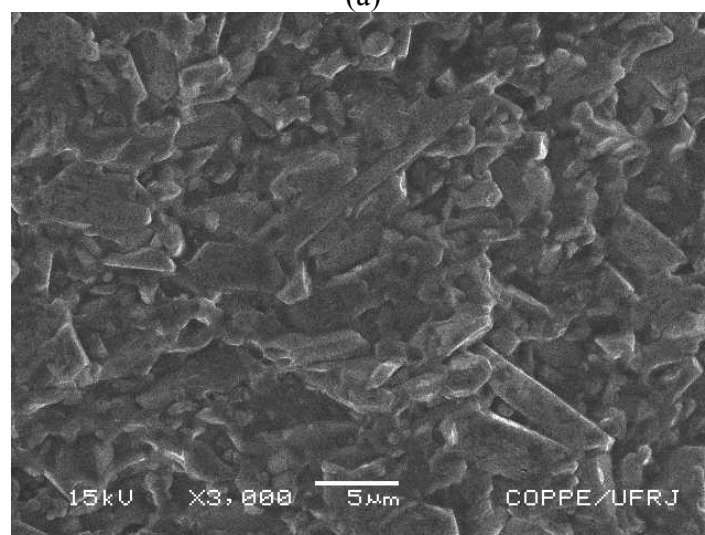
Figura 39- EDS do composto de alumina/vidro In-Ceram[®] Alumina do Grupo III.

(d) Barras do Grupo IV, Infiltradas a 1130°C.

As Figuras 40 e 41 apresentam micrografias da superfície de fratura de barra de alumina do Grupo IV sinterizada a 1120°C durante 2 horas e infiltrada pelo vidro de lantânio a 1130°C durante 6 horas, podendo-se observar que, comparadas com as micrografias correspondentes no estado apenas sinterizado, como nas figuras 23, 25, 27 e 29, houve um substancial preenchimento dos poros com o vidro de lantânio; cabem as mesmas observações já feitas anteriormente em **(a)**. Cabe, também, observar que as micrografias da Figura 40 se assemelham mais às micrografias da figura 30 do que aquelas das figuras 23 e, também, que há ainda diferenças entre estas duas citadas micrografias mais semelhantes entre si (favor comparar as Figuras 40(a) e 40(b) com as figuras 30(a) e 30(b)). A competição entre infiltração e sinterização concomitantes é a causa das referidas diferenças.



(a)



(b)

Figura 40– Micrografias (via elétrons secundários) representativas de barra de alumina do grupo IV (sinterizada durante 2 horas a 1120°C e infiltrada pelo vidro de lantânio a 1130°C durante 6 horas). Em (a) aumento de 2000 vezes; em (b) aumento de 3000 vezes.

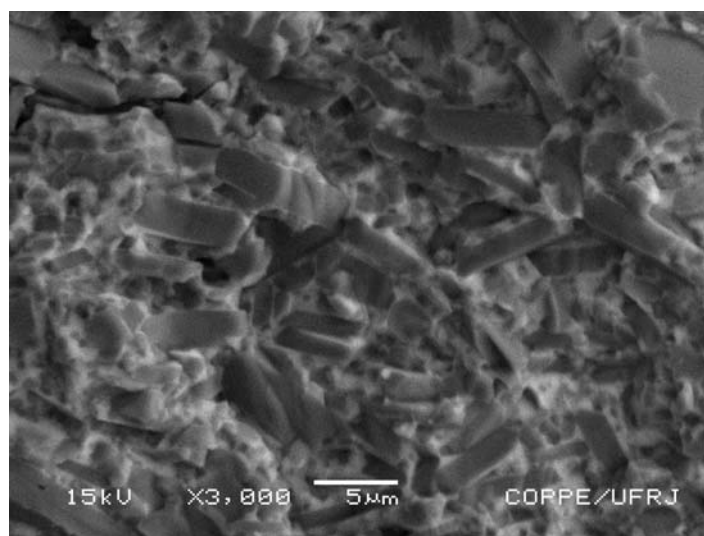


Figura 41– Micrografia (via elétrons retroespalhados) representativa de barra de alumina do grupo IV (sinterizada durante 2 horas a 1120°C e infiltrada pelo vidro de lantânio a 1130°C durante 6 horas). Onde as áreas mais escuras correspondem à alumina e as áreas mais claras correspondem ao vidro de lantânio.

No gráfico apresentado na figura 42 pode-se observar, por meio da análise de EDS, que o compósito de alumina/vidro In-Ceram[®] Alumina é composto, basicamente, de oxigênio, alumínio, silício e lantânio.

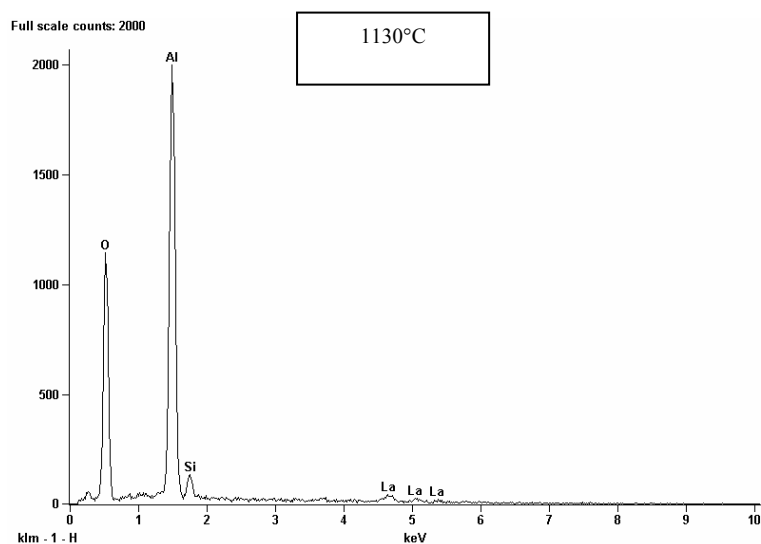
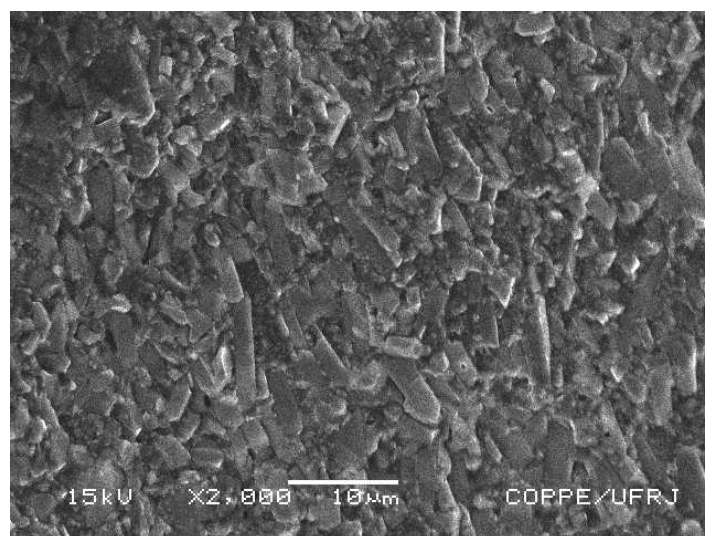


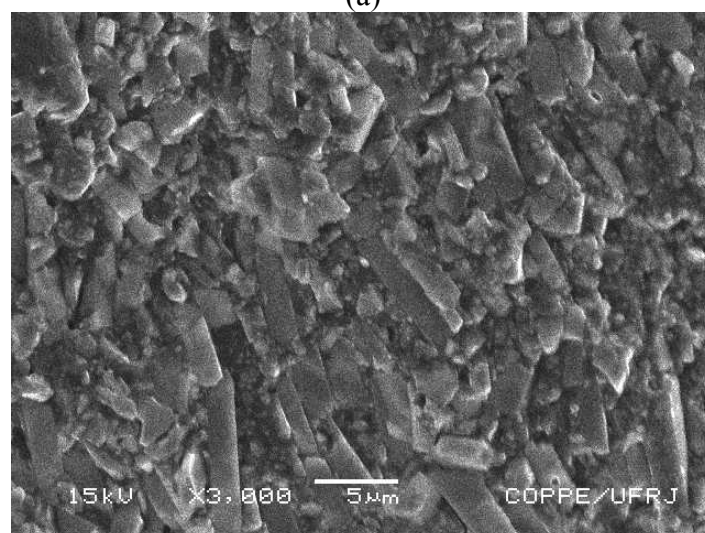
Figura 42- EDS do compósito de alumina/vidro In-Ceram[®] Alumina do grupo IV.

4.2.6 Análise Microestrutural das Barras de Alumina Parcialmente Sinterizadas a 1120°C e infiltrada com vidro de lantânio durante 2 horas a 1110°C .

As Figuras 43 e 44 apresentam micrografias da superfície de fratura de barra de alumina do Grupo V sinterizada a 1120°C durante 2 horas e infiltrada pelo vidro de lantânio a 1110°C durante 2 horas, podendo-se observar que, comparadas com as micrografias correspondentes no estado apenas sinterizado, como nas Figuras 23, 25, 27 e 29, houve um substancial preenchimento dos poros com o vidro de lantânio; cabem as mesmas observações já feitas anteriormente em (a).



(a)



(b)

Figura 43– Micrografias (via elétrons secundários) representativas de barra de alumina do grupo V (sinterizada durante 2 horas a 1120°C e infiltrada pelo vidro de lantânio a 1110°C durante 2 horas). Em (a) aumento de 2000 vezes; em (b) aumento de 3000 vezes.

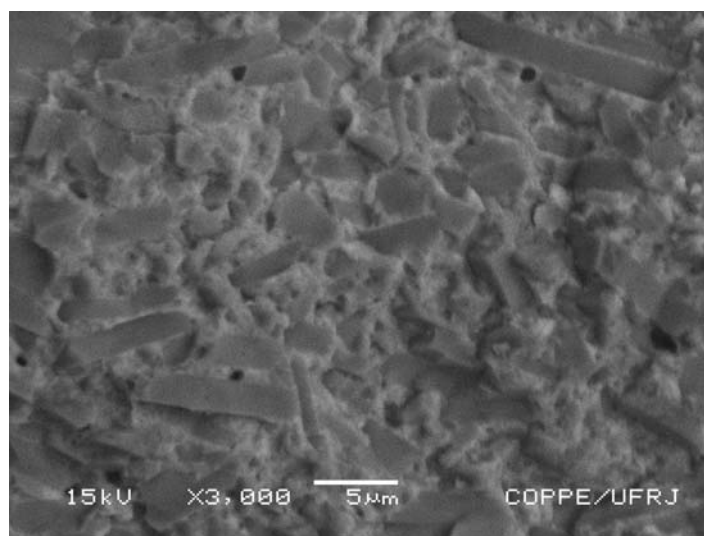


Figura 44– Micrografia (via elétrons retroespalhados) representativa de barra de alumina do grupo V (sinterizada durante 2 horas a 1120°C e infiltrada pelo vidro de lantânio a 1110°C durante 2 horas). Onde as áreas mais escuras correspondem à alumina e as áreas mais claras correspondem ao vidro de lantânio.

No gráfico apresentado na figura 45 pode-se observar, por meio da análise de EDS, que o compósito de alumina/vidro In-Ceram[®] Alumina é composto, basicamente, de oxigênio, alumínio, silício e lantânio.

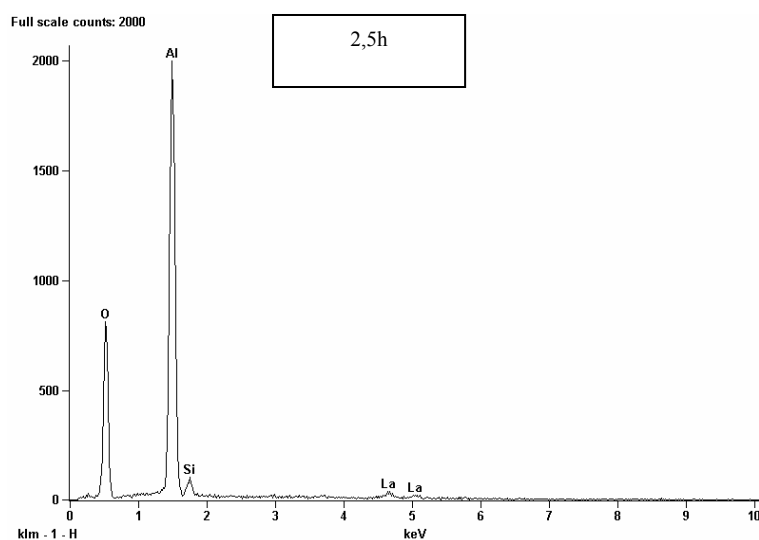


Figura 45- EDS do compósito de alumina/vidro In-Ceram[®] Alumina do Grupo V.

5 CONCLUSÕES

(a) Pequenas diferenças em temperaturas (ao redor de 1110°C) de infiltração do vidro de lantânio em cerâmicas porosas de alumina parcialmente sinterizada a 1120°C durante 2 horas não alteram significativamente a resistência à flexão por 3 pontos de barras de Vita In-Ceram[®] Alumina, o que é um fato confortável para o protesista, para quem pequenos descontroles de forno não implicarão em perdas de seus trabalhos protéticos;

(b) Grandes variações de tempo de infiltração (mudança de 2 para 6 horas de infiltração) produzem diferenças estatisticamente significativas na resistência à flexão por 3 pontos em barras de Vita In-Ceram[®] Alumina pré-sinterizadas a 1120°C durante 2 horas e infiltradas com vidro de lantânio a 1110°C;

(c) Menores tempos de infiltração dão margem a menor reprodutibilidade do processo de infiltração, isto é, quanto maior o tempo de infiltração tanto mais completo será o processo de infiltração;

(d) A etapa de infiltração de barras de alumina (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha) continuará impulsionando o avanço da sinterização da infra-estrutura cerâmica, no sentido da definição de contornos de grãos mais arredondados e de poros igualmente mais arredondados (ao lado da diminuição do volume de poros);

(e) As análises micrográficas forneceram subsídios importantes para a compreensão da evolução da resistência à flexão de barras de Vita In-Ceram[®] Alumina pré-sinterizadas a 1120°C durante 2 horas e infiltradas com vidro de lantânio ao redor de 1110°C durante os tempos recomendados pelo fabricante (2 h para próteses unitárias e 6 h para pânticos).

6 SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS

Aproveitando as mesmas 50 amostras produzidas e utilizadas no presente estudo, ou outras equivalentes, aprofundar as análises microestruturais mediante lixamento e polimento especular de toda a seção reta de todas as amostras para:

(a) efetuar uma ceramografia quantitativa da porosidade e do tamanho de grão em cada um dos 25 campos (de 40 μ m por 30 μ m cada) a fim de determinar melhor o mecanismo de sinterização e distribuição de tamanhos de poros em amostras de Vita In-Ceram[®] Alumina no seu estado parcialmente sinterizado a várias temperaturas e tempos;

(b) efetuar uma ceramografia quantitativa da porosidade e do tamanho de grão em cada um dos 25 campos (de 40 μ m por 30 μ m cada) a fim de determinar melhor o mecanismo de sinterização e distribuição de tamanhos de poros em amostras de Vita In-Ceram[®] Alumina no seu estado parcialmente sinterizado de biqueima a várias temperaturas e tempos;

(c) efetuar uma ceramografia quantitativa de fração de área ocupada por grãos de alumina, fase vítrea e porosidade remanescente em cada um dos 25 campos (de 40 μ m por 30 μ m cada) a fim de determinar melhor o mecanismo de infiltração de vidro de lantânio e de fortalecimento da infraestrutura cerâmica em amostras de Vita In-Ceram[®] Alumina no seu estado parcialmente sinterizado a várias temperaturas e tempos, e subsequentemente infiltrado com vidro de lantânio ao redor de 1110°C durante variados tempos;

(d) Repetir os estudos dos itens (a), (b) e (c) para algumas outras espessuras da infraestrutura de alumina parcialmente sinterizada e infiltrada com vidro de lantânio (por exemplo: 1,8 e 2,4 mm, além de 1,4mm do presente estudo).

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] MC LAREN, E.A., WHITE, S.N. “Survival of In-Ceram Crowns in a Private Practice: a Prospective Clinical Trial”, *The Journal of Prosthetic Dentistry* v. 83, n. 2, pp. 216-22, Feb., 2000.
- [2] SEN, D., *et al.* “Shear Bond Strength of Resin Luting Cement to Glass-Infiltrated Porous Aluminum Oxide Cores”, *The Journal of Prosthetic Dentistry* v. 83, n. 2, pp. 210-15, Feb., 2000.
- [3] CALLISTER, W.D. JR., *Materials Science and Engineering: An Introduction*. 5 ed. New York, John Wiley & Sons, Inc., 2000.
- [4] ANUSAVICE, K.J., *Materiais Dentários*. 11ed. Rio de Janeiro, Guanabara Koogan S.A., 2005.
- [5] ROMERO-SERRANO, A., GOMEZ-YAÑEZ, C., HALLEN-LOPEZ, M., ARAUJO-OSORIO, J. “Thermodynamic Modeling of Alkali Metal Oxide-Silica Binary Melts”, *Journal of the American Ceramic Society* vol. 88, n. 1, pp. 141-145, 2005.
- [6] PIDDOCK, V., QUALTROUGH, A.J.E. “Dental Ceramics – an update”, *Journal of Dentistry* v. 18, n. 5, pp. 227-35, 1990.
- [7] APHOLT, W., BINDL, A., LÜTHY, H., MÖRMANN, W.H. “Flexural Strength of Cerec 2 Machined and Jointed InCeram-Alumina and InCeram-Zirconia Bars”, *Dental Materials* v.17, n.3, pp. 260-267, May, 2001.
- [8] XIAO-PING, L. *et al.* “Strength and Fracture Toughness of MgO-modified Glass Infiltrated Alumina for CAD/CAM”, *Dental Materials* v.18, pp. 216-20, 2002.

- [9] WOOD, D.J., *et al.* “Preliminary Investigation of a Novel Retentive System for Hydrofluoric and Etch-Resistant Dental Ceramics”, *The Journal of Prosthetic Dentistry* v. 78, n. 3, pp. 275-80, Sep., 1997.
- [10] DE MIRANDA, C.C. “Sistema In-Ceram Alumina”, *Revista Brasileira de Prótese Clínica e Laboratorial*, ano1, n. 2, 1999.
- [11] ANUSAVICE, K.J., *Phillips’ Science of Dental Materials*. 10 ed. Philadelphia, W.B. Saunders Company, 1996.
- [12] WILDGNOOSE, G.D., JOHNSON, A., WINSTANLEY, R.B. “Glass/ Ceramic/ Refractory Techniques, their Development and Introduction into Dentistry: A historical review”, *The Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 91, n. 2, pp. 136-43, 2004.
- [13] SHILLINGBURG, H.T., HOBO, S., WHITSETT, L.D., JACOBI, R., BRACKETT, S.E. *Fundamentos de Prótese Fixa*. 3 ed. São Paulo, Quintessence Editora Ltda., 1998.
- [14] RIZKALLA, A.S., JONES, D.W. “Mechanical Properties of Commercial High Strength Ceramic Core Materials”, *Dental Materials*, v. 20, n. 3, pp. 207-12, 2004.
- [15] NETTO, N.G., BURGER, R.C., *Inlay e Onlay Metálica e Estética*. São Paulo, Livraria Editora Santos, 1988.
- [16] BOTTINO, M.A., *Estética em Reabilitação Oral Metal Free*. 1ed. São Paulo-SP, Editora Arte Médica, 2002.
- [17] MCLEAN, J.W. “Evolution of Dental Ceramics in the Twentieth Century”, *The Journal of the Prosthetic Dentistry* vol. 85, n. 1, pp.61-66, Jan., 2001.
- [18] LEE, D.Y., KIM, D.J., KIM, B-Y., SONG Y-S. “Effect of Alumina Particle Size and distribution on infiltration rate and Fracture Toughness of Alumina-glass

Composites Prepared by Melt Infiltration”, *Materials Science and Engineering A341*, pp. 98-105, 2003.

[19] RAIGRODSKI, A., J. “Contemporary Materials and Technologies for All-Ceramic Fixed Partial Dentures: A Review of the Literature”, *The Journal of the Prosthetic Dentistry* vol. 92, pp. 557-562, 2004.

[20] CRAIG, R.G., POWERS, J.M., *Materiais Dentários Restauradores*. 11^a ed. São Paulo-SP, Livraria Editora Santos, 2004.

[21] X.-P. LUO, N. SILIKAS, M.ALLAF, N.H.F. WILSON, D.C. WATTS. “ AFM and SEM Study of the Effects of Etching on IPS-Empress 2TM Dental Ceramic”, *Surface Science* vol. 491, pp. 388-394, 2001.

[22] RAIGRODSKI, A., J., CHICHE, G.J. “The Safety and Efficacy of Anterior Ceramic Fixed Partial Dentures: a Review of the Literature”, *The Journal of Prosthetic Dentistry* vol. 86, n. 5, pp. 520-525, 2001.

[23] KERN, M., THOMPSON, V.P. “Sandblastig and Silica Coating of a Glass Infiltrated Alumina Ceramic: Volume Loss, Morphology, and Changes in the Surface Composition”, *The Journal of Prosthetic Dentistry* v. 71, n. 5, pp. 453-61, May, 1994.

[24] KERN, M., THONPSON, V.P. “Bonding to Glass Infiltrated Alumina Ceramics: Adhesive Methods and their Durability”, *The Journal of Prosthetic Dentistry* v. 73, pp. 240-9, Mar., 1995.

[25] MADANI, M., *et al.* “Effects of Surface Treatments on Shear Bond Strengths Between a Resin Cement and Alumina Core”, *The Journal of Prosthetic Dentistry* v. 83, n. 6, pp. 644-7, June, 2000.

[26] KAWACHI, E.Y. *et al.* “Biocerâmicas: Tendências e Perspectivas de uma Área Interdisciplinar”, *Química Nova* vol. 23, n. 4, pp. 518-22, 2000.

- [27] GUAZZATO, M., et al. "Strength, Fracture Toughness and Microstructure of a Selection of All-ceramic Materials. Part I. Pressable and Alumina Glass-Infiltrated Ceramics", *Dental Materials* v. 20, pp. 441-8, 2003.
- [28] JONES, D.W. "Brief Overview of Dental Ceramics", *J. Canadian Dentistry Association* vol. 64, pp. 648-50, 1998.
- [29] TYSZBLAT, M. "Process for the Preparation of a Dental Prosthesis by Slight Solid Phase Fritting of a Metal Oxide Based Infrastructure", *United States Patent* n° 4,772,436, USA, September 20, 1988.
- [30] TYSZBLAT, M. "Process for the Preparation of a Dental Prosthesis and the Prosthesis Produced by said Process", *United States Patent* n° 5,250, 352, USA, October 5, 1993.
- [31] SCHNEIDER, S.J., *Engineered Materials Handbook*. vol. 4, USA, ASM International, 1991.
- [32] TSETSEKOU, A., AGRAFIOTIS, C., MILIAS, A. "Optimization of the Rheological Properties of Alumina Slurries for Ceramic Processing Applications. Part I: Slip Casting", *Journal of European Ceramic Society* vol.21, pp. 363-373, 2001.
- [33] TAKAO, Y., HOTTA, T., NAITO, M., SHINOHARA, N., OKUMIYA, M., UEMATSU K. "Microstructure of Alumina Compact Body Made by Slip Casting", *Journal of European Ceramic Society* vol.22, pp. 397-401, 2002.
- [34] LEE, S. -J., KRIVEN, W. M. "Shrinkage-Free, Alumina-Glass Dental Composites via Aluminum Oxidation", *Journal of the American Ceramic Society* vol. 80, n° 8, pp. 2141-47, 1997.
- [35] TSENG, W.J., WU, C.H. "Sedimentation Rheology and Particle-Packing Structure of Aqueous Al₂O₃ Suspensions", *Ceramics International* vol. 29, pp. 821-828, 2003.

- [36] BOIS, L. et al. "Aqueous Alteration of Lanthanum Alumino-Silicate Glasses", *Journal of Non-Crystalline Solids* vol. 276, pp. 181-94, 2000.
- [37] GAVARINI, S. et al. "Behaviour of Lanthanide Aluminosilicate Glass in Water: Preliminary Results", *Nuclear Instruments and methods in Physics Research B* vol. 181, pp. 413-18, 2001.
- [38] BOIS, L. et al. "Dissolution of Lanthanide Alumino-Silicate Oxynitrite Glasses", *Journal of Nuclear Materials* vol. 277, pp. 57-66, 2000.
- [39] BOIS, L. et al. "Aqueous Corrosion of Lanthanum Aluminosilicate Glasses: Influence of Inorganic Anions", *Journal of Nuclear Materials* vol. 300, pp. 141-50, 2002.
- [40] KARABULUT, M.; METWALLI, E.; BROW, R.K. "Structure and Properties of Lanthanum-Aluminum-Phosphate Glasses", *Journal of Non-Crystalline Solids* vol. 283, pp. 211-19, 2001.
- [41] ZHU, Q., WITH, G., DORTMANS, L.J.M.G., FEENSTRA, F. "Near-Net-Shape Fabrication of Alumina Glass Composites", *Journal of European Ceramic Society* vol. 25, pp. 633-638, 2005.
- [42] GUO, R., GUO, D., CHEN, Y., YANG, Z., YUAN, Q. "In Situ Formation of $\text{LaAl}_{11}\text{O}_{18}$ Rodlike Particles in ZTA Ceramics and Effect on the Mechanical Properties", *Ceramics International* vol. 28, 699-704, 2002.
- [43] MILLEDING, P., HARALDSSON, C. e KARLSSON, S. "Ion Leaching from Dental Ceramics during Static in vitro Corrosion Testing", *J. Biomed. Mater. Research* vol. 61, pp. 541-550, 2002.

- [44] BORGES, G.A. *et al.* “Effect of Etching and Air Bone Particle Abrasion on the Microstructure of Different Dental Ceramics”, *The Journal of Prosthetic Dentistry* v.89, n. 5, pp. 479-88, 2003.
- [45] CHAI, J., TAKAHASHI, Y., SULAIMAN, F., CHONG, K.H., LAUTENSCHLAGER, E.P. “Probability of Fracture of All-Ceramic Crowns”, *International Journal of Prosthodontics* vol. 13, n. 5, pp. 420-424, Sept.-Oct, 2000.
- [46] MILLEDING, P., WENNERBERG, A., ALAEDDIN, S., KARLSSON, S., SIMON, E. “Surface Corrosion of Dental Ceramics in Vitro”, *Biomaterials* vol. 20, n. 8, pp. 733-746, Apr., 1999.
- [47] SILVA, R.C., BICA, M.V. R., OGASAWARA, T. “Contribuição Termodinâmica sobre a Estabilidade Aquosa da Fase Vítreia de uma Cerâmica Dental Infiltrada com Vidro”, *Programa e Livro de Resumos do III COLAQB*, pp. 230, Campinas, 27 a 30 de julho de 2004.
- [48] LOHBAUER, U., PETSCHERT, A, GREIL, P. “Lifetime Prediction of CAD/CAM Dental Ceramics”, *Journal of Biomedical Materials Research* vol. 63, n. 6, pp. 780-785, Dec., 2002.
- [49] JUNG Y.G., PETERSON I.M., PAJARES A., LAWN B.R., “Contact Damage Resistance and Strength Degradation of Glass-Infiltrated Alumina and Spinel Ceramics”, *J. Dent. Res.* vol. 78, n. 3, pp. 804-14, Mar., 1999.
- [50] ISO 6872:1995(E). *Dental Ceramic International Standard*
- [51] ASTM Designation: C 1161-90
- [52] SULLIVAN, J.D., LAUZON, P.H. “Experimental Probability Estimators for Weibull Plots” *Journal of Materials Science Letters* vol. 5, pp. 1245-1247, 1986.

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

APÊNDICE A

Tabela 7- Resultados de resistência à flexão uniaxial a 3 pontos das amostras do grupo I.

Resistência flexural ==> $S=(3PL)/(2bd^2)$

L = 1,20E-02

Grupo I	Força (N)	b (m)	d (m)	Flexão (Pa)	Flexão (MPa)	n	Pf	$\ln(-\ln(1/(1-Pf)))$	Ln MOR	m(lnMOR)	$(-\ln(-\ln(1/(1-Pf))+m(\lnMOR)))/m$	$s_0=\text{inv}(\ln(-\ln(1/(1-Pf))+m(\lnMOR)))/m$
1	194,47	4,00E-03	1,40E-03	446487244,90	446,49	1	0,061	-2,7660	6,101	57,27	6,40	599,49
2	204,04	4,00E-03	1,40E-03	468459183,67	468,46	2	0,159	-1,7567	6,149	57,72	6,34	564,87
3	211,9	4,00E-03	1,40E-03	486505102,04	486,51	3	0,256	-1,2179	6,187	58,08	6,32	553,91
4	224,21	4,00E-03	1,40E-03	514767857,14	514,77	4	0,354	-0,8291	6,244	58,61	6,33	562,31
5	253,26	4,00E-03	1,40E-03	581464285,71	581,46	5	0,451	-0,5107	6,366	59,75	6,42	613,98
6	260,78	4,00E-03	1,40E-03	598729591,84	598,73	6	0,549	-0,2284	6,395	60,03	6,42	613,48
7	274,11	4,00E-03	1,40E-03	629334183,67	629,33	7	0,646	0,04	6,445	60,49	6,44	626,75
8	280,94	4,00E-03	1,40E-03	645015306,12	645,02	8	0,744	0,3091	6,469	60,73	6,44	624,12
9	312,39	4,00E-03	1,40E-03	717221938,78	717,22	9	0,841	0,6107	6,575	61,72	6,51	672,04
10	313,41	4,00E-03	1,40E-03	719563775,51	719,56	10	0,939	1,0286	6,579	61,75	6,47	644,88
média	252,95			MOR _{medio}	580,75			média	6,35		S _{0 médio} =	607,58
				desvio padrão	99,21							

APÊNDICE B

Tabela 8- Resultados de resistência à flexão uniaxial a 3 pontos das amostras do grupo II.

Resistência flexural ==> $S=(3PL)/(2bd^2)$

L = 1,20E-02

Grupo 2	Força (N)	b (m)	d (m)	Flexão (Pa)	Flexão (MPa)	n	Pf	$\ln(-\ln(1/(1-Pf)))$	Ln Mor	m(lnMOR)	$(-\ln(-\ln(1/(1-Pf))+m(\lnMOR)))/m$	$s_0=\text{inv}(\ln(-\ln(-\ln(1/(1-Pf))+m(\lnMOR)))/m)$
9	212,24	4,00E-03	1,40E-03	487285714,29	487,29	1	0,061	-2,7660	6,189	41,23	6,60	738,08
10	215,66	4,00E-03	1,40E-03	495137755,10	495,14	2	0,159	-1,7567	6,205	41,34	6,47	644,54
1	237,88	4,00E-03	1,40E-03	546153061,22	546,15	3	0,256	-1,2179	6,303	41,99	6,49	655,71
4	254,28	4,00E-03	1,40E-03	583806122,45	583,81	4	0,354	-0,8291	6,370	42,43	6,49	661,18
5	272,4	4,00E-03	1,40E-03	625408163,27	625,41	5	0,451	-0,5107	6,438	42,89	6,52	675,24
6	274,79	4,00E-03	1,40E-03	630895408,16	630,90	6	0,549	-0,2284	6,447	42,95	6,48	652,90
2	281,28	4,00E-03	1,40E-03	645795918,37	645,80	7	0,646	0,0387	6,470	43,11	6,46	642,06
7	283,68	4,00E-03	1,40E-03	651306122,45	651,31	8	0,744	0,3091	6,479	43,16	6,43	621,78
8	299,06	4,00E-03	1,40E-03	686617346,94	686,62	9	0,841	0,6107	6,532	43,51	6,44	626,47
3	305,89	4,00E-03	1,40E-03	702298469,39	702,30	10	0,939	1,0286	6,554	43,66	6,40	601,82

média 263,72

MOR_{medio}

605,47

média 6,40

S_{0 medio} =

651,98

desvio padrão

75,17

APÊNDICE C

Tabela 9- Resultados de resistência à flexão uniaxial a 3 pontos das amostras do grupo III.

Resistência flexural ==> $S=(3PL)/(2bd^2)$

$$L = 1,20E-02$$

Grupo 3	Força (N)	b (m)	d (m)	Flexão (Pa)	Flexão (MPa)	n	Pf	lnln(1/(1-Pf))	Ln Mor	m(lnMOR)	(-lnln(1/1-Pf)+m(lnMOR))/m	$s_0 = \text{inv}(\ln(-\ln(1/1-Pf)+m(\lnMOR)))/m$	
5	209,51	4,00E-03	1,40E-03	481017857,14	481,02	1	0,061	-2,7660	6,176	72,59	6,41	608,65	
10	212,24	4,00E-03	1,40E-03	487285714,29	487,29	2	0,159	-1,7567	6,189	72,74	6,34	565,84	
7	213,61	4,00E-03	1,40E-03	490431122,45	490,43	3	0,256	-1,2179	6,195	72,81	6,30	543,98	
2	223,86	4,00E-03	1,40E-03	513964285,71	513,96	4	0,354	-0,8291	6,242	73,36	6,31	551,53	
3	244,03	4,00E-03	1,40E-03	560272959,18	560,27	5	0,451	-0,5107	6,328	74,38	6,37	585,16	
4	248,13	4,00E-03	1,40E-03	569686224,49	569,69	6	0,549	-0,2284	6,345	74,57	6,36	580,87	
9	269,32	4,00E-03	1,40E-03	618336734,69	618,34	7	0,646	0,0387	6,427	75,54	6,42	616,31	
8	283,68	4,00E-03	1,40E-03	651306122,45	651,31	8	0,744	0,3091	6,479	76,15	6,45	634,40	
6	288,80	4,00E-03	1,40E-03	663061224,49	663,06	9	0,841	0,6107	6,497	76,36	6,44	629,49	
1	330,16	4,00E-03	1,40E-03	758020408,16	758,02	10	0,939	1,0286	6,631	77,93	6,54	694,50	
média		252,33		MOR _{medio}	579,34				média	6,35		S _{0 medio} =	601,07
				desvio padrão	92,14								

APÊNDICE D

Tabela 10- Resultados de resistência à flexão uniaxial a 3 pontos das amostras do grupo IV.

Resistência flexural ==> $S=(3PL)/(2bd^2)$

L = 1,20E-02

Grupo 4	Força (N)	b (m)	d (m)	Flexão (Pa)	Flexão (MPa)	n	Pf	$\ln(-\ln(1/(1-Pf)))$	Ln Mor	m(lnMOR)	$(-\ln(-\ln(1/(1-Pf))+m(\lnMOR)))/m$	$\sigma_0 = \text{inv}(\ln(-\ln(-\ln(1/(1-Pf))+m(\lnMOR)))/m)$	
3	125,43	4,00E-03	1,40E-03	287977040,82	287,98	1	0,061	-2,7660	5,663	37,73	6,08	436,19	
2	213,27	4,00E-03	1,40E-03	489650510,20	489,65	2	0,159	-1,7567	6,194	41,26	6,46	637,39	
10	213,61	4,00E-03	1,40E-03	490431122,45	490,43	3	0,256	-1,2179	6,195	41,27	6,38	588,81	
4	236,51	4,00E-03	1,40E-03	543007653,06	543,01	4	0,354	-0,8291	6,297	41,95	6,42	614,98	
5	271,37	4,00E-03	1,40E-03	623043367,35	623,04	5	0,451	-0,5107	6,435	42,87	6,51	672,69	
9	279,92	4,00E-03	1,40E-03	642673469,39	642,67	6	0,549	-0,2284	6,466	43,07	6,50	665,09	
7	296,32	4,00E-03	1,40E-03	680326530,61	680,33	7	0,646	0,0387	6,523	43,45	6,52	676,39	
1	297,35	4,00E-03	1,40E-03	682691326,53	682,69	8	0,744	0,3091	6,526	43,48	6,48	651,74	
6	314,09	4,00E-03	1,40E-03	721125000,00	721,13	9	0,841	0,6107	6,581	43,84	6,49	657,96	
8	323,66	4,00E-03	1,40E-03	743096938,78	743,10	10	0,939	1,0286	6,611	44,04	6,46	636,78	
média		257,15		MOR _{medio}	590,40			média	6,35			σ_0 médio =	623,80
				desvio padrão	139,31								

APÊNDICE E

Tabela 11- Resultados de resistência à flexão uniaxial a 3 pontos das amostras do grupo V.

Resistência flexural ==> $S=(3PL)/(2bd^2)$

L = 1,20E-02

Grupo 5	Força (N)	b (m)	d (m)	Flexão (Pa)	Flexão (MPa)	n	Pf	$\ln\ln(1/(1-Pf))$	Ln Mor	m(lnMOR)	$(-\ln\ln(1/1-Pf)+m(\lnMOR))/m$	$s_0=\text{inv}(\ln(-\ln\ln(1/1-Pf)+m(\lnMOR))/m)$
8	70,06	4,00E-03	1,40E-03	160852040,82	160,85	1	0,061	-2,7660	5,080	33,85	5,50	243,64
9	87,84	4,00E-03	1,40E-03	201673469,39	201,67	2	0,159	-1,7567	5,307	35,35	5,57	262,52
10	104,24	4,00E-03	1,40E-03	239326530,61	239,33	3	0,256	-1,2179	5,478	36,49	5,66	287,33
3	123,04	4,00E-03	1,40E-03	282489795,92	282,49	4	0,354	-0,8291	5,644	37,60	5,77	319,93
4	194,81	4,00E-03	1,40E-03	447267857,14	447,27	5	0,451	-0,5107	6,103	40,66	6,18	482,91
2	203,7	4,00E-03	1,40E-03	467678571,43	467,68	6	0,549	-0,2284	6,148	40,96	6,18	483,99
7	216	4,00E-03	1,40E-03	495918367,35	495,92	7	0,646	0,0387	6,206	41,35	6,20	493,05
5	223,18	4,00E-03	1,40E-03	512403061,22	512,40	8	0,744	0,3091	6,239	41,56	6,19	489,17
1	281,28	4,00E-03	1,40E-03	645795918,37	645,80	9	0,841	0,6107	6,470	43,11	6,38	589,23
6	282,31	4,00E-03	1,40E-03	648160714,29	648,16	10	0,939	1,0286	6,474	43,13	6,32	555,42
média		178,65		MOR _{medio}	410,16			média	5,91		So médio =	420,72
				desvio padrão	178,19							