



UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS**



**SINTERIZAÇÃO DE ALUMINA E ALUMINA/ZIRCÔNIA EM FORNO
CONVENCIONAL E FORNO MICRO-ONDAS**

Maria Zilda Albuquerque Araújo Maia

Campina Grande- PB

Fevereiro / 2014

UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**SINTERIZAÇÃO DE ALUMINA E ALUMINA/ZIRCÔNIA EM FORNO
CONVENCIONAL E FORNO MICRO-ONDAS**

Maria Zilda Albuquerque Araújo Maia

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação
em Ciência e Engenharia de Materiais como
requisito parcial à obtenção do título de DOUTORA
EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS.

Orientadores: Prof. Dr^a Lisiane Navarro de Lima Santana
Prof. Dr. Romualdo Menezes Rodrigues

Campina Grande - PB

Fevereiro / 2014

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL DA UFCG

M217s Maia, Maria Zilda Albuquerque Araújo.
Sinterização de alumina e alumina/zircônia em forno convencional e forno micro-ondas / Maria Zilda Albuquerque Araújo Maia. – Campina Grande, 2014.
73 f. : il.

Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia, 2014.

"Orientação: Prof. Dra. Lisiane Navarro de Lima Santana, Prof. Dr. Romualdo Menezes Rodrigues".

Referências.

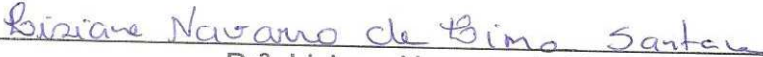
1. Alumina. 2. Zircônia. 3. Cerâmica Dentária 4. Sinterização.
I. Santana, Lisiane Navarro de Lima. II. Rodrigues, Romualdo Menezes.
III. Título

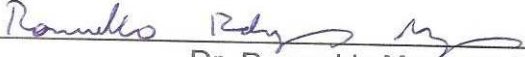
CDU 666.762.11 (043)


**SINTERIZAÇÃO DE ALUMINA E ALUMINÁ/ZIRCÔNIA EM FORNO
CONVENCIONAL E MICRO-ONDAS.**

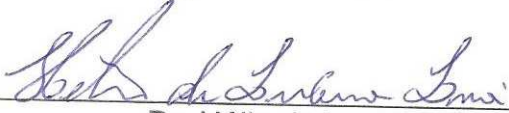
Maria Zilda Albuquerque Araújo Maia

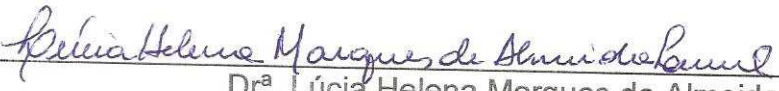
Tese Aprovada em 27/02/2014 pela banca examinadora constituída dos seguintes membros:

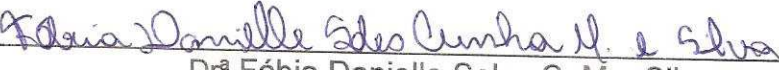

Dr.^a. Lisiane Navarro de Lima Santana
(Orientadora)
UAEMa/UFCG


Dr. Romualdo Menezes Rodrigues
(Orientador)
UAZMa/UFCG


Dr. Gelmires de Araújo Neves
(Examinador Interno)
UAEMa/UFCG


Dr. Hélio de Lucena Lira
(Examinador Interno)
UAEMa/UFCG


Dr.^a. Lúcia Helena Marques de Almeida Lima
(Examinadora Externa)
UEPB


Dr.^a Fábica Danielle Sales C. M e Silva
(Examinadora Externa)
ETS/CCS/UFPB

DEDICATÓRIA

A Deus, por tudo.

Ao meu marido José Maia, aos meus filhos José Neto, Ana Marly e Maria Rosa e a netinha ,mais uma bênção que Deus nos presenteou, Lila Maria.

Vocês são minha maior fonte de inspiração e motivação.

Aos meus pais, e à toda minha família pelo apoio em todos os momentos.

A vocês todo meu amor e agradecimento.

AGRADECIMENTOS

A DEUS, meu Tudo, por mais uma conquista.

À minha orientadora, Lisiane, por sua sábia orientação, pela constante atenção, estímulo, suporte, incentivo e apoio demonstrados ao longo do mestrado e doutorado, que me deram forças para enfrentar e continuar a vencer cada etapa desta longa jornada. Agradeço a Deus pela grande amiga e orientadora que é.

Ao meu orientador, Romualdo, pela grande contribuição nas orientações nesta nova técnica de sinterização das cerâmicas, e pela sua compreensão diante de nós dentistas, oriundas de outra área. Obrigada pela confiança depositada, e pelos ensinamentos. Foi fantástico conhecer esta nova possibilidade de tratamento térmico para as nossas restaurações protéticas.

Ao meu marido José Maia e meus três filhos Neto, Ana Marly e Maria Rosa, que sem suas contribuições valiosas e fundamentais, eu não conseguiria chegar ao final desta batalha.

Ao coordenador do Programa de Pós-graduação na pessoa do Professor Dr. Gelmires de Araújo Neves.

A todos os professores do Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais, que com seus ensinamentos contribuíram para ampliar meus conhecimentos no grande universo de microestrutura dos materiais.

Aos pesquisadores Aparecida, Walmir, Wherllyson, Josileido e Renato, que com muita prestabilidade foram extremamente importantes e essenciais nas etapas laboratoriais.

Às amigas dentistas Alcione, Leninha, Linalda, Nadja, e tantas outras que compartilharam estes novos conhecimentos nesta Interface Ciência dos Materiais – Odontologia.

Ao Laboratório DENTAFIX, de prótese dentária, na pessoa do protético Oriel Wanderley e de sua filha Ygia, que foram fundamentais para sinterização das amostras no forno convencional.

Aos Laboratórios de Caracterização dos Materiais, LCM da UFCG, e Tecnologia dos materiais, LTM, com o apoio do Professor Romualdo.

Ao Laboratório Lammea do Departamento de Mecânica, na pessoa do Professor João Batista, por toda ajuda e dedicação nos ensaios mecânicos.

Ao Professor Dr. Anderson Gomes, Professor do Departamento de Física da UFPE, que em nome da pesquisa, sem restrições, abriu cordialmente as portas dos laboratórios daquela instituição.

A Lynaldo, (in memorian), meu tio, grande exemplo de maior estímulo ao desenvolvimento das pesquisas, especialmente na Paraíba.

À Irmã Porto (in memorian), grande amiga mãe e demais irmãs da Casa do Menino pelas orações e solidariedade.

À Márcia e Violeta, secretárias do programa de pós-graduação, pela prestabilidade e atendimento.

Às minhas secretárias Fabiana, Ivanilda e Eliana, pela ajuda no cuidado da minha vida familiar e consultório, durante esta etapa.

A Todos que contribuíram direta e indiretamente para a realização desta conquista.

SINTERIZAÇÃO DE ALUMINA E ALUMINA/ZIRCÔNIA EM FORNO CONVENCIONAL E FORNO MICRO-ONDAS

RESUMO

Este trabalho objetiva estabelecer o protocolo de energia de micro-ondas necessária para a sinterização de alumina e do compósito alumina/zircônia infiltrados com pasta de vidro de lantânio, com infraestrutura adequada quanto à porosidade, infiltração vítrea e propriedades mecânicas comparadas a do forno convencional. As amostras foram confeccionadas pelo método de colagem, e em seguida divididas em grupos de dez de acordo o método de queima e infiltração vítrea. Para o micro-ondas, utilizou-se potência de 1,4kW e 1,6kW, com tempos de 10, 15 e 20 minutos para a queima do corpo cerâmico poroso, e tempos de 20 e 30 minutos de irradiação para o processo de infiltração do vidro de lantânio. As amostras sinterizadas foram submetidas à análise das propriedades físico-mecânicas, como porosidade e densidade aparentes, resistência à flexão e microdureza Vickers, comparativamente as amostras sinterizadas em forno convencional. A caracterização microestrutural foi realizada por microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura com EDS. O protocolo de primeira queima em micro-ondas com potência 1,4 kW/20min proporcionou microestrutura similar ao forno convencional. Os resultados quantitativos do processo de infiltração vítrea das amostras de alumina mostrou que o protocolo de 1,6kW por 30 minutos em micro-ondas é tão efetivo quanto a infiltração em forno convencional nas mesmas condições metodológicas. Para o compósito alumina/zircônia, o maior tempo mostrou melhores resultados, no entanto o protocolo testado não foi suficiente para promover microestrutura resistente. Conclui-se que a energia de micro-ondas tem alto potencial para substituir o forno elétrico no processamento de cerâmicas odontológicas, com redução do tempo laboratorial e com a manutenção das propriedades físicas.

Palavras chave: alumina; zircônia; cerâmica dentária, energia de micro-ondas; sinterização.

ABSTRACT

This work aims on establishing an energy microwave protocol that is needed on the Alumina and Alumina/Zirconia syntherization infiltrated with Lantanio glass and with a structure that is adequate in porosity, glass infiltration and mechanical properties when compared to a conventional oven. The samples were glass prepared by slip-casting, and then divided into groups according to the method of curing and glass infiltration. For the microwave oven, the power used was 1,4KW and 1,6KW and times of 10, 15 and 20 minutes for curing, and 20 and 30 minutes for the infiltration process. The samples were subjected to the determination of physico-mechanical properties: porosity, density, flexural strength and Vickers hardness. Microstructural characterization was performed by optical microscopy and scanning electron microscopy with EDS. Regarding burning in the microwave, samples that were submitted to a power of 1,4kW and a period of 20 minutes showed microstructure similar to conventional oven. Quantitative results of infiltration process showed that alumina samples subjected to glass infiltration in the microwave oven (1,6kW and 30 minutes) is similar to those sintered in a conventional oven. For Alumina/Zirconia composite, time was a positively influence, although was not sufficient to prepare a resistant microstructure. It can be concluded that the microwave energy is promising in the dental ceramics process, as it significantly reduces the sintering time keeping physical properties.

Key words: alumina; zirconia; dental ceramics; microwave energy; curing.

SUMÁRIO

DEDICATÓRIA	I
AGRADECIMENTOS	II
RESUMO	IV
ABSTRACT	V
SUMÁRIO	VI
SÍMBOLOS E ABREVIACIONES	IX
LISTA DE TABELAS	X
LISTA DE FIGURAS	XII
1 INTRODUÇÃO	01
2 OBJETIVO GERAL	03
2.1 Objetivos Específicos.....	03
3 REVISÃO DA LITERATURA	04
3.1 Cerâmicas Odontológicas.....	04
3.2 Biocerâmicas e aplicação na Odontologia	10
3.2.1 Cerâmicas odontológicas na cavidade oral.....	11
3.3 Processamento cerâmico e micro-ondas.....	13
3.3.1 Sinterização das cerâmicas odontológicas em micro-ondas	17
3.4 Pesquisas de cerâmicas sinterizadas em micro-ondas.....	19
4 MATERIAIS E MÉTODOS	23
4.1 Materiais	23
4.2 Métodos	24
4.2.1 Ensaio de caracterização das matérias-primas.....	24
4.2.2 Preparação das amostras.....	24
4.2.2.1 Preparação da barbotina da alumina(Al).....	25

4.2.2.2	Preparação da barbotina do compósito alumina/zircônia(Al/Zr).....	26
4.2.3	Conformação das amostras.....	26
4.2.4	Processo de queima em Forno Convencional.....	27
4.2.4.1	Processo de queima da alumina em forno convencional.....	28
4.2.4.2	Processo de queima do compósito alumina/ zircônia em forno convencional.....	29
4.2.4.3	Processo de queima em Forno Micro-ondas.....	29
4.2.5	Infiltração do vidro na alumina.....	31
4.2.6	Tratamento térmico para infiltração do vidro.....	31
4.2.6.1	Infiltração do vidro na alumina em forno convencional.....	32
4.2.6.2	Infiltração do vidro em forno convencional do alumina/zircônia	32
4.2.6.3	Infiltração do vidro na alumina e no compósito alumina/zircônia em forno de micro-ondas.....	32
4.3	Caracterizações físicas e mecânicas.....	33
4.3.1	Porosidade e densidade após primeira e segunda queima.....	33
4.3.2	Ensaio Mecânicos.....	34
4.3.2.1	Resistência à flexão.....	34
4.3.2.2	Microdureza.....	34
4.3.3	Caracterização Macroestrutural.....	35
4.3.4	Caracterização Microestrutural.....	36
4.4	Análise Estatística.....	36
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	37
5.1	Caracterizações das matérias primas.....	37
5.1.1	Difração de Raios X.....	37

5.1.2 Distribuição granulométrica.....	39
5.2 Caracterizações Protocolos Preliminares.....	42
5.2.1 Características Físico-mecânicas.....	42
5.2.2 Características microestruturais (MEV/EDS).....	44
5.3 Caracterizações após Infiltração Vítrea.....	48
5.3.1 Caracterização Físico-mecânica.....	48
5.3.2 Caracterização Macroestrutural.....	53
5.3.3 Caracterização Microestrutural.....	59
6 CONCLUSÃO.....	65
7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	66
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	67

Símbolos e Abreviações

Al - Alumina

Al Zr - Alumina zircônia

CAD-CAM - Computer Assisted Design-Computer Assisted Machining

CEREC - Computer Assited Design Manufaturing

CETENE - Centro de Tecnologias Estratégicas do Nordeste

D₅₀ e D₁₆ – Diâmetro em 50 e 16 de massa acumulada

EDS - Espectrômetro de Dispersão de Energia

FC - Forno convencional

FMO - Forno micro-ondas

In-Ceram - Cerâmica Infiltrada

ISO - International Organization for Standardization

L - Comprimento médio da diagonal da impressão (mm)

LaMMEA - Laboratório Multidisciplinar de Materiais e Estruturas ativas

LCM- Laboratório de Caracterização de Materiais

LTD- Low temperature degradation

LTM - Laboratório de Tecnologia de Materiais

MHH - microwave hybrid heating

Pi – Peso imerso

PPFs – Próteses Parciais Fixas

Ps - Peso Seco

Pu - Peso Úmido

PVC - Polivinilsiloxano

VITA - Companhia alemã patente do In Ceram

Y-TZP - Cerâmica à base de zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítria

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Propriedades físico-mecânicas do esmalte dentário e cerâmicos odontológicos. Adaptada de Della Bonna (2009).....	12
Tabela 2: Distribuição amostras de alumina para teste de primeira queima.....	29
Tabela 3: Distribuição de grupos testes sinterizados de acordo com o material (alumina e alumina/zircônia), forno de sinterização (Convencional e Micro-ondas), potência 1,4 kW e 1,6 kW e tempo de segunda queima 20/30 min.....	33
Tabela 4: Diâmetros médio das partículas para 10, 50 e 90 % de volume acumulado.....	41
Tabela 5: Resistência à flexão (MPa) e porosidade aparente(%) de amostras de alumina submetidas a protocolos de primeira e segunda queima, com infiltração em todos os lados, em forno micro-ondas e forno convencional.....	42
Tabela 6: Porosidade aparente da amostra de alumina antes e após infiltração vítrea, redução percentual da porosidade (%), e densidade após infiltração vítrea g/cm ³	48
Tabela 7: Porosidade aparente do compósito alumina/zircônia antes e após infiltração vítrea, redução percentual da porosidade (%), e densidade após infiltração vítrea g/cm ³	49
Tabela 8: Resistência à flexão de amostras de alumina infiltradas com vidro em apenas um lado, em forno convencional e forno micro-ondas com potencia 1,4kW e 1,6kW por 20 e 30 minutos.....	50

Tabela 9: Resistência à flexão de amostras do compósito alumina/zircônia infiltradas com vidro em apenas um lado, em forno convencional e forno micro-ondas por 20 e 30 minutos.....52

Tabela 10: Espessura e microdureza da camada vítrea linear, das amostras de alumina após infiltração vítrea, sinterizadas em forno convencional e em forno micro-ondas.....55

Tabela 11: Microdureza das amostras do compósito alumina/zircônia após infiltração vítrea e espessura de camada vítrea linear, medidas realizadas em três pontos para cada amostra.....58

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Classificação do Sistema In-Ceram (BOTTINO et al., 2006).....	07
Figura 2: Esquema ilustrativo do espectro eletromagnético (Fonte: HowStuff Works, 2001).....	14
Figura 3: Diferentes interações das Micro-ondas com os materiais (MENEZES, SOUTO e KIMINAMI, 2007a).....	16
Figura 4: Etapas de preparação das barbotinas: (a) alumina e (b) alumina/zircônia.	24
Figura 5: Processo de homogeneização da barbotina no ultrassom.....	25
Figura 6: (a) Molde bi-partido encaixado; (b) Molde separado para remoção das amostras.....	26
Figura 7: Barbotina acondicionada no molde sobre gesso para conformação das amostras.....	27
Figura 8: Fluxograma das etapas de sinterização de 1ª e 2ª queima, em fornos convencional.....	28
Figura 9: Amostras posicionadas no susceptor.....	30
Figura 10: Amostras prontas para sinterização dentro da manta.....	30
Figura 11: Balança analítica com aparato para pesagem em peso imerso (Pi), comparativamente peso seco (Ps) e peso úmido (Pu).....	34
Figura 12: Amostras embutidas em resina acrílica em corte transversal e metade longitudinal.....	35

Figura 13: Macrografia da superfície da secção transversal.....	36
Figura 14: Difratoograma da alumina.....	37
Figura 15: Difratoograma do compósito alumina/zircônia.....	38
Figura 16: Difratoograma do vidro de lantânio.....	38
Figura 17: Distribuição granulométrica da alumina.....	39
Figura 18: Distribuição granulométrica do compósito alumina/zircônia.....	40
Figura 19: Distribuição granulométrica do vidro de Lantânio.....	41
Figura 20: Micrografia eletrônica da amostra de alumina submetida à segunda queima com potência de 1,4kw durante 10 minutos.....	44
Figura 21: Dados de EDS da amostra de alumina submetida à segunda queima com potência de 1,4kw durante 10 minutos.....	45
Figura 22: Micrografia eletrônica de amostra de alumina submetida à segunda queima com potência de 1,4kw durante 20 minutos.....	45
Figura 23: Dados de EDS de amostra de alumina submetida à segunda queima com potência de 1,4kw durante 20 minutos em micro-ondas.....	46
Figura 24: Micrografia eletrônica de uma amostra de alumina submetida aos tratamentos térmicos em forno convencional.....	47
Figura 25: Dados de EDS da amostra de alumina submetida a tratamentos. térmicos em forno convencional.....	47
Figura 26: Secção transversal das amostras de alumina submetidas a 1,4 kW, com 20 e 30 minutos de aquecimento durante infiltração vítrea.....	53

Figura 27: Secção transversal das amostras de alumina submetidas a 1,6 kW, com 20 e 30 min durante infiltração vítrea.....	54
Figura 28: Secção transversal da amostra de alumina submetida a protocolo de forno convencional durante infiltração vítrea.....	55
Figura 29: Secção transversal das amostras do compósito alumina/zircônia submetidas a 1,4 kW, com 20 e 30 minutos de aquecimento durante infiltração vítrea.....	56
Figura 30: Secção transversal das amostras do compósito alumina/zircônia submetidas a 1,6 kW, com 20 e 30 minutos de aquecimento durante infiltração vítrea.....	57
Figura 31: Secção transversal da amostra do compósito alumina/zircônia submetida a protocolo de forno convencional durante infiltração vítrea.....	58
Figura 32: Micrografias da superfície, região sem vidro, das amostras obtidas com alumina, submetidas a tratamento térmico em fornos convencional(a) e de micro-ondas 1,6 kW /20min (b) e 1,6 kW /30min (c).....	60
Figura 33: Micrografias da superfície, região sem vidro, das amostras obtidas com o compósito alumina/zircônia, submetidas a tratamento térmico em fornos convencional(a) e de micro-ondas 1,6 kW /30min (b).....	61 e 62
Figura 34: Micrografias da superfície (região sem vidro (a) e com vidro (b)) das amostras obtidas com o compósito alumina/zircônia, submetidas a tratamento térmico em forno de micro-ondas (1,6 kW/30min).....	63
Figura 35: Micrografias da superfície (região sem vidro (a) e com vidro (b)) das amostras obtidas com o compósito alumina/zircônia, submetidas a tratamento térmico em forno convencional.....	64

1. INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de materiais odontológicos estéticos, resistentes e duráveis tem avançado significativamente nas últimas décadas. Nesse conceito, os materiais cerâmicos puros, como coroas protéticas livres de metal, vêm sendo introduzidos com maior amplitude, visto a biocompatibilidade e estética favorável. O interesse pelas cerâmicas com infraestrutura de coroas metal-free na odontologia baseia-se no seu baixo peso, propriedades óticas notáveis, altos valores de dureza, inércia química e características tribológicas incomparáveis.

No entanto, uma das dificuldades para aplicação das cerâmicas estruturais de uma maneira geral é a friabilidade, fator inerente ao próprio material cerâmico. Dessa forma, o desenvolvimento das pesquisas vem buscando produzir cerâmicas resistentes e tenazes, que ofereçam estética soberana e desempenho confiável nas aplicações odontológicas, diminuindo a susceptibilidade à propagação de trincas em meio úmido e sob carregamento (DENRY, HOLLOWAY, 2010). Uma das alternativas, consiste na otimização das etapas de processamento cerâmico (OLIVEIRA, 2002). O processo de queima atualmente é comumente realizado pelo método convencional de sinterização em forno elétrico à vácuo, com elevado gasto de tempo e energia elétrica.

A utilização de tecnologia de micro-ondas como uma fonte não convencional de energia vem atraindo interesses como uma alternativa para os processamentos térmicos convencionais (MENEZES et al., 2007a; THOMAZINI et al., 2011). Na área odontológica, a energia de micro-ondas tem sido usada em diversos procedimentos, tais como polimerização de resinas acrílicas, desinfecção ou esterilização de instrumentos e próteses odontológicas.

Para sinterização de cerâmicas, a energia de micro-ondas, promove maior homogeneidade estrutural e menor tamanho médio de grão, em comparação com a sinterização em forno resistivo, além de apresentar como vantagem a redução do tempo, possibilidade de altas taxas de aquecimento e a economia de energia (CHENG et.al., 2002; THOSTENSON, CHOU, 1999; YU et al., 2008).

Outras vantagens surgem ao se considerar também o "efeito micro-ondas", ou seja, o efeito não-térmico provocado pelo campo eletromagnético, que possibilita a redução de temperaturas de processamento, a intensificação de taxas de reação

e/ou cinéticas de reação, aceleração das taxas de densificação, e a obtenção de altas densidades em processos de sinterização, comparativamente ao processo de queima convencional (SUTTON, 1989; FLIFLET et al., 2000).

A redução de tempo e energia proporcionada pela sinterização de cerâmicas em forno micro-ondas oferece um resultado satisfatório para a logística laboratorial, visto o amplo uso de cerâmicas de infraestrutura, como Vitro-Ceram Alumina e In-Ceram Zircônia, em coroas odontológicas livres de metal. Outro ponto relevante seria a possibilidade do protesista realizar pequenos acréscimos cerâmicos e glazes finais em seu próprio consultório, diminuindo o número de retornos das peças protéticas aos laboratórios protéticos.

O fascinante processamento da cerâmica é ainda tão desafiador e interessante como foi na época de Duchateau(1774), de Chemant(1774), Land(1903). Na busca de aperfeiçoar o tratamento térmico da cerâmica odontológica, bem como investigar técnicas não convencionais que possibilitem a melhora das propriedades físico-mecânica das cerâmicas. Desta forma, objetivou-se testar diferentes protocolos de tempo e energia de micro-ondas na sinterização de substratos de Vitro-Ceram Alumina e do In-Ceram Zircônia infiltrados com pasta de vidro de lantânio.

2.OBJETIVO GERAL

2.1 OBJETIVO GERAL

Analisar a influência do processo de sinterização em forno micro-ondas e convencional sobre a microestrutura da alumina e alumina/zircônia, e comparar com as propriedades mecânicas obtidas na sinterização em forno convencional.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- ✓ Sinterizar substratos porosos de alumina e alumina/zircônia, através da energia de micro-ondas;
- ✓ Caracterizar os grãos da alumina e alumina/zircônia;
- ✓ Avaliar a influência das micro-ondas na porosidade e densidade das amostras sinterizadas;
- ✓ Fazer análise estatística para avaliar melhor tempo de sinterização e infiltração do vidro através das micro-ondas;
- ✓ Avaliar a influência das micro-ondas na penetração da fase vítrea no substrato poroso, através dos protocolos teste de sinterização;
- ✓ Avaliar mecânica e microestruturalmente as amostras sinterizadas em forno convencional e forno micro-ondas;
- ✓ Comparar a sinterização e a infiltração do vidro á base de lantânio em micro-ondas e em forno convencional;

3. REVISÃO DA LITERATURA

3.1 Cerâmicas odontológicas

A cerâmica odontológica de cobertura também conhecida como porcelana dentária tem a capacidade de reproduzir a textura, a profundidade de cor e a translucidez dos dentes, por isso é conhecida por ser um material de aparência semelhante ao dente natural, devido a estas excelentes propriedades ópticas, resistência química e estabilidade de cor. É um dos materiais dentários mais estáveis, apresenta superfície lisa e brilhante, é resistente à adesão de pigmentos exógenos, ao mesmo tempo em que permite transmissão e reflexão regular e difusa (KINA, et al., 2005).

A China dominava a tecnologia da arte em cerâmica desde o século X, a qual apresentava estrutura interna firme e cor muito branca, muito utilizada para louça de mesa. A confecção da porcelana era um segredo protegido pelos chineses que produziam a cerâmica a partir de três componentes básicos: caulim (argila chinesa), sílica (quartzo) e feldspato (mistura de silicatos de alumínio, potássio e sódio), de aparência branca, translúcida devido a finas espessuras de 2 a 3 mm. Apenas em 1712, os europeus tiveram acesso ao processamento cerâmico dos chineses, através de um missionário jesuíta, que enviou para a França duas cartas com amostras e instruções detalhadas da fabricação da porcelana chinesa. Uma vez desvendado o mistério, em apenas alguns anos, os europeus desenvolveram uma porcelana fina e translúcida, em todas as formas e cores, comparável à porcelana chinesa revelando em seguida seu potencial para odontologia. A arte de confeccionar peças cerâmicas demanda até hoje muita técnica, habilidade e persistência (DELLA BONA, 2009),

Apesar de o desejo e a história da substituição de dentes ausentes tenham começado há quase três mil anos, as cerâmicas só foram utilizadas em odontologia por volta de 1774, quando o farmacêutico Alex Duchateau, observando utensílios de cerâmica, verificou que eram duradouros e resistentes a abrasão e manchamentos. E por ser usuário de prótese total, insatisfeito com a estética, odor, e sabor dos dentes de marfins, resolveu substituí-los por dentes de cerâmica, com o auxílio do dentista Nicholas Dubois de Chemant (KINA, 2005).

As primeiras coroas de cerâmica pura datam do início do século XX, quando Charles Henry Land, em 1903, introduziu uma das formas mais estéticas para reconstrução dentária, através das famosas coroas de jaqueta cerâmica (porcelain-jacket crown). Estas coroas de jaqueta passaram a ser utilizadas desde que foram patenteadas e desenvolvida a técnica da folha de platina, ou seja, em união com a porcelana feldspática, uma fina estrutura de platina promovendo uma estética superior à das executadas com as resinas disponíveis (metil-metacrilato) (FERNANDES NETO ; SINAMOTO JUNIOR, 2006). As coroas de jaqueta eram indicadas apenas para dentes anteriores, e visando ampliar o uso da cerâmica odontológica, Brecker em 1956, lançou o uso das cerâmicas odontológicas em ligas de ouro, procedimento este comercialmente disponível apenas após a patente de Weinstein e colaboradores (1962). Essas restaurações metalo-cerâmicas combinavam a estética das cerâmicas com a ductilidade e resistência do ouro. Em 1958, Vines e colaboradores (apud) produziram cerâmicas a vácuo, com um grau de porosidade muito baixo (DELLA BONA, 2009).

Continuaram as pesquisas na década de 60 por novas ligas com metais não nobres, que oferecessem resistência e união satisfatórias à porcelana. Estas próteses metalo-cerâmicas são próteses bastante utilizadas até hoje por atenderem aos princípios funcionais e estéticos, porém os materiais metálicos liberam íons que reagem com o tecido, e podem causar reações alérgicas, como ardência na boca, descoloração e inflamação gengival, vermelhidão na língua e no palato e lesões brancas. Nesta mesma década, foi adicionado leucita na formulação da porcelana, visando aumentar o coeficiente de expansão térmica e possibilitar sua fusão com certas ligas áureas para confecção de coroas totais e próteses parciais fixas (PPFs) com maior resistência (FERNANDES NETO; SINAMOTO JUNIOR, 2006).

Em 1965, McLean e Hughes desenvolveram a primeira cerâmica odontológica alumínica reforçada pelo aumento da fase cristalina. A composição é semelhante à da cerâmica feldspática, porém com a incorporação de 40% de alumina à fase vítrea, o que resultou num aumento da resistência à flexão de 120 a 140 MPa, significando duas vezes mais que a cerâmica feldspática convencional que apresenta em média 70 MPa. As porcelanas alumínicas resultaram então, em uma significativa melhora na resistência das mesmas, sendo comprovado cientificamente que a cerâmica à base de alumina de alta pureza é uma excelente forma de reforçar as cerâmicas odontológicas (DELLA BONA et al., 2008). Em 1968, Macculloch foi o

primeiro a reconhecer o potencial das cerâmicas fundidas para a utilização na odontologia e entrou no mercado o novo tipo de cerâmica reforçada por cristais de mica tetrasílica com flúor, apresentando resistência à flexão variando entre 127 MPa e 239MPa. Seu processamento é através de injeção da cerâmica por centrifugação em um molde refratário obtido pelo método da cera perdida.

Com a introdução da grande variedade de cerâmicas e de técnicas, o interesse neste campo da odontologia está crescendo rapidamente. Autores afirmaram que qualquer aperfeiçoamento significativo no campo das cerâmicas, seria possível apenas por meio de modificações na composição e técnicas. Dessa forma, a composição, o comportamento mecânico e as propriedades físicas das mesmas devem ser cada dia mais estudados. E assim, ao longo dos anos, a cerâmica odontológica se tornou um dos materiais mais pesquisados e mais desenvolvidos dentro da ciência e tecnologia dos materiais dentários (JONES ; WILSON,1975).

Considerando a incorporação do óxido de alumínio um caminho promissor, Sadoun (1998) começou a trabalhar com peças cerâmicas aluminizadas infiltradas por vidro. O sistema apresentado pela companhia Vita - Zahnfabrik, Alemanha - recebe o nome de In-Ceram. É utilizado como material de infraestrutura e combina os processos de sinterização e infiltração de um vidro, sendo nomeados pelo sistema Vita como: alumina (Al_2O_3) – In-Ceram Alumina, *spinel* (MgAl_2O_4) – In-Ceram *Spinel* e zircônia ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{ZrO}_2$) – In-Ceram Zircônia In- Ceram Al CUBES e YZ CUBES, (BOTTINO et al., 2006), como mostra a Figura 1.

IN-CERAM				
Vita In-Ceram Clássico (cerâmicas infiltradas por vidro)			Vita In-Ceram 2000 (cerâmicas densamente siterizadas)	
In-Ceram Alumina (óxido de alumínio)	In-Ceram Spinell (óxido de alumínio e magnésio)	In-Ceram Zircônia (óxidos de alumínio e zircônio)	Vita In-Ceram 2000 AL CUBES (óxido de alumínio puro)	Vita In-Ceram 2000 YZ CUBES (óxido de zircônio puro)

<p>CAD-CAM (apresentação em blocos para usinagem)</p> <p>ou</p> <p>SLIP-CASTING (aplicação da barbotina diretamente sobre troquéis)</p>	<p>Técnica de processamento</p>	<p>CAD-CAM (apresentação em blocos para usinagem)</p>
--	--	--

Figura 1: Classificação do Sistema In-Ceram (BOTTINO et al., 2006).

O sistema In-Ceram se caracteriza por ser uma infraestrutura com uma resistência flexural maior que as cerâmicas convencionais. O método de preparação do *coping* consiste no pincelamento da barbotina (“*Slip Casting*”) de óxido de alumínio sobre um modelo de gesso especial que absorve a fase líquida por capilaridade (ROMÃO JÚNIOR ; OLIVEIRA, 2007).

O sistema In-Ceram Alumina fornece resistência à flexão em média de 400 MPa. A alta resistência à flexão da alumina infiltrada por vidro de lantânio depende da união entre as partículas de óxido de alumínio e do completo molhamento da microestrutura porosa pelo infiltrado de vidro de lantânio (BOTTINO, 2002). Apresenta uma resistência à flexão quatro vezes mais alta que uma cerâmica aluminizada a 50%, muito embora, a alta concentração de alumina acarrete uma perda significativa da translucidez e qualidade óptica da cerâmica (KINA et al., 2005). A perda de translucidez está relacionada a alta percentagem de alumina (85% em volume), o que torna a infraestrutura opaca (CONCEIÇÃO, 2005).

Deste modo, uma das grandes desvantagens da alumina é sua opacidade a luz visível, limitando seu uso apenas como base para aplicação da porcelana feldspática e não como cerâmica de revestimento (McLEAN, 2001).

Já o In-Ceram® Espinélio é o mais translúcido entre os In-Ceram) e com resistência moderada (350 MPa), sendo indicado para coroas unitárias anteriores, enquanto que o In-Ceram® Zircônia, possui alta resistência (700 MPa) e baixa translucidez, com indicação para próteses parciais fixas e coroas de dentes posteriores. Nestas técnicas do In-Ceram®, um núcleo poroso de alumina, zircônia ou espinélio é parcialmente sinterizado e depois infiltrado com um vidro de lantânio de baixa viscosidade. Os compósitos à base de alumina e zircônia apresentam uma associação com ganho de tenacidade mantendo as propriedades peculiares, como

excelente resistência ao desgaste e estabilidade química. A matriz mais utilizada com precipitados de zircônia é a de alumina (KINA et al., 2005).

Chevalier (2006) evidencia que o uso da zircônia em matriz de alumina como sendo uma melhor alternativa em relação à zircônia com aditivos. Esses sistemas visam obter materiais resistentes, mas com maior tenacidade, conferida pelas características de zircônia parcialmente estabilizada.

A zircônia é uma das cerâmicas policristalinas mais interessantes da odontologia devido às propriedades mecânicas resultantes da transformação da fase tetragonal para monoclinica, que pode ser induzida pela taxa de resfriamento e/ou estresse externo, como impacto, desgaste e polimento. Esta propriedade física é chamada de dureza transformacional e essa transformação de fase exibe um aumento de volume em torno de quatro por cento, que impede a propagação da trinca, por criar uma tensão compressiva ao seu redor, o que aumenta em muito a resistência e tenacidade do material. Este fenômeno promove a criação de estresses compressivos que defletem as fendas internas, melhorando a resistência mecânica desta (DELLA BONA, 2009).

À temperatura ambiente, a zircônia apresenta três formas polimórficas em função da temperatura: fase monoclinica (na faixa de 25 a 1170°C; fase tetragonal (entre 1170 e 2370°C); e, acima de 2370°C até chegar ao ponto de fusão, a fase cúbica. Essa transformação é reversível e tem início aproximadamente a 950°C. A expansão volumétrica decorrente da transformação de fase tetragonal→monoclinica, na zircônia pura, pode ser evitada pela estabilização da fase tetragonal e/ou cúbica à temperatura ambiente. Quando estabilizada com adição de óxidos, como óxido de Ytria (Y_2O_3) ou Céria (CeO_2), a zircônia pode manter a estrutura tetragonal à temperatura ambiente e, após controle da tensão induzida pela transformação de fase, apresenta alta tenacidade e um eficiente mecanismo inibitório de propagação de trincas (DUARTE, 2009).

O aumento da tenacidade da zircônia por transformação depende dos seguintes fatores: 1- do tipo e quantidade dos óxidos estabilizadores ytria, céria, magnésia e alumina; 2- do tamanho e forma das partículas de zircônia; 3- da interação da zircônia com outras fases; 4- do processo de fabricação. Este aumento de tenacidade nas cerâmicas de zircônia pode também ser devido aos variados

mecanismos de aumento de tenacidade através de micro trincas, obstrução por contato e deflexão de trincas (ANUSAVICE, 2003).

É prudente lembrar que algumas formas da zircônia são susceptíveis a longo prazo na presença de umidade ao envelhecimento, podendo ocorrer a degradação em baixas temperaturas, e as condições de processamento da mesma podem ser um ponto crítico na LTD (Low temperature degradation) da zircônia, como também o tamanho dos grãos, a quantidade de agente estabilizador e estresses residuais (DELLA BONA, 2009).

Para as cerâmicas aluminizadas e com zircônia existem também os sistemas CAD/CAM (*Computer Assisted Design/ Computer Assisted Machining*) com *scanners* para captura de imagens sem contato e em três dimensões, que transformam o sistema em um processo preciso e confiável. Os sistemas CAD/CAM funcionam basicamente em três passos: digitalização do preparo dentário, desenho da restauração e produção da restauração (CONCEIÇÃO, 2005). O sistema Cerec InLab, primeiro utilizado no Brasil, utiliza a captura da imagem através do escaneamento óptico do preparo dentário para a partir deste, ser usinada a peça protética. Após a usinagem da infraestrutura, esta é sinterizada em um forno específico com contração de sinterização de 20 a 30%. para atingir sua maior densificação, ampliando também a indicação das restaurações totalmente cerâmicas também para a região posterior (SAILER et al., 2007).

Estes novos sistemas tentam superar as características de fragilidade e baixa tenacidade à fratura dos materiais cerâmicos que limitaram a sua utilização no passado (WAGNER; CHU, 1996; WHITE et al., 2005). Portanto, devido aos avanços significativos de cerâmicas de nova geração, tornou-se possível a execução de próteses dentárias sem a subestrutura metálica. Há uma tendência natural de substituição da subestrutura metálica por cerâmicas de maior resistência mecânica. A translucência e a opacidade obtidas por uma peça dental totalmente de cerâmica é bem próxima ao dente natural, superando a prótese metal-cerâmica (GOMES et al., 2008).

3.2 Biocerâmicas e aplicação na Odontologia

Biocompatibilidade é a palavra usada extensivamente no que diz respeito à ciência dos biomateriais, pois o fator mais importante que diferencia um biomaterial de outro material é a habilidade de coexistir com tecidos do corpo humano sem causar reações de risco, ou seja, é a habilidade de um material desempenhar uma função específica com uma resposta tecidual apropriada do organismo receptor (WILLIAMS, 2006).

Uma das definições correntes diz que “Biomateriais são materiais (sintéticos ou naturais; sólidos ou, às vezes, líquidos) utilizados em dispositivos médicos ou em contacto com sistemas biológicos” (RATNER et al., 2004) enquanto que na definição clássica biomaterial é “parte de um sistema que trata, aumenta ou substitua qualquer tecido, órgão ou função do corpo” (HELMUS, 1995; PRADO, 2005). Quanto à resposta biológica, os biomateriais podem ser bioinertes, bioativos ou biorreativos (SILVA, 2006).

Materiais bioinertes são biomateriais quimicamente estáveis, pouco suscetíveis a causar reações adversas na relação tecido-implante. Entre eles, destacam-se a alumina e a zircônia, bastante usadas em juntas sujeitas à fricção devido à alta resistência ao desgaste desses materiais, além das cerâmicas à base de carbono, que possuem propriedades similares às do osso (SILVA, 2006).

Materiais biorreativos são os que reagem com o tecido de maneira não favorável, por exemplo, metais que liberam íons – materiais dessa classe usados em ortopedia e implantodontia dominam o grupo dos biorreativos. No entanto a maioria dos metais são bioinertes. A composição química dos metais deve ser bem controlada para que não haja degradação de sua camada de óxido (a qual, fina e aderente, é essencial para a biocompatibilidade do metal), nem pioras em suas propriedades mecânicas (SILVA, 2006).

Bioativos são biomateriais em cuja superfície forma-se tecido, estabelecendo uma interface com o meio biológico capaz de suportar as cargas funcionais. Sendo assim a biocompatibilidade do material é considerada ótima se ele for capaz de formar essa interface e dar suporte às cargas que normalmente ocorrem no local da implantação (SILVA, 2006). Materiais que parecem cumprir essa função são os vidros bioativos e vitro-cerâmicas, as cerâmicas de fosfato de cálcio e compósitos desses vidros e cerâmicas com fases inertes (CAMPOS et al., 2011).

Biocerâmicas são cerâmicas usadas na medicina e odontologia para a substituição ou reconstrução de partes afetadas ou destruídas do corpo humano, estas são compatíveis porque são compostos de íons comumente encontrados no ambiente fisiológico (cálcio, potássio, magnésio e sódio) e de íons que apresentam baixa toxicidade aos tecidos do corpo (ORÉFICE et al., 2006).

3.2.1 Cerâmicas odontológicas na cavidade oral

Atualmente, a utilização de restaurações cerâmicas tem se constituído na principal opção de tratamento para reconstrução das estruturas dentárias extremamente comprometidas, em decorrência da estabilidade química, alta resistência à compressão, biocompatibilidade com os menores índices de acúmulo de cálculo dental, e a excelente estética, com a capacidade de mimetizar a estrutura dental (MIRANDA, 2005).

O ambiente oral apresenta tensão (estresse) mastigatória, água proveniente da saliva e dos túbulos dentinários, variações de temperatura e de pH (MORENA et al., 1986). Portanto, o uso das cerâmicas odontológicas ainda sofre limitação por problemas inerentes a três diferentes fatores: Em primeiro lugar, fatos inerentes ao paciente, como a oclusão, visto que, o mesmo desenvolve forças oclusais, 69 N na região anterior e 516 N na região posterior (KAMPE et al., 1987), que podem chegar a cargas compressivas de até 838N nos pacientes portadores de parafunções como o bruxismo, com risco maior de fraturas (COSME et al., 2005).

O segundo fator refere-se ao laboratório de prótese dentária com suas peculiaridades relacionadas à tecnologia de processamento das cerâmicas, como o método de estratificação da cerâmica, número de ciclos de queima, a habilidade para reprodução da anatomia dentária, e em terceiro lugar e o mais importante, as limitações apresentadas pelo comportamento mecânico e físico intrínseco inerente às cerâmicas, como: baixa resistência às tensões de tração, baixa tenacidade de fratura quando comparadas com infraestruturas metálicas, diferenças na expansão térmica entre os diversos tamanhos de partículas, e entre as camadas da estrutura, porosidades e impurezas do material, defeitos de superfície, que são considerados pontos de concentração de tensões e potenciais iniciadores de fraturas catastróficas (ANUSAVICE, 2005).

A cerâmica na odontologia é utilizada para construir dentes, coroas, pontes, facetas, inlays, onlays, overlays, pinos intra-radiculares, implantes e brackets ortodônticos, visto que apresenta propriedades como módulo de elasticidade, dureza, densidade, condutividade térmica e coeficiente de expansão térmica, muito semelhantes ao esmalte dentário, demonstrado na Tabela 1 (DELLA BONA, 2009).

Tabela 1: Propriedades físico-mecânicas do esmalte dentário e cerâmicos odontológicos. Adaptada de Della Bonna (2009)

	Densidade (g/cm ³)	Módulo de elasticidade (GPa)	Condutividade térmica (W/m ² K)	Coeficiente de expansão térmica (ppm/°C)	Dureza (GPa)
Esmalte Dentário	2,9 – 3,0	80 – 100	0,9 – 1,0	11 – 12	3 – 4
Cerâmica feldspática	2,3 – 2,6	45 – 90	0,9 – 1,0	6 – 16	5,5 – 7
Cerâmica aluminizada	3,7 – 3,8	260 – 380	8 – 35	7 – 8	7,5 – 13
Cerâmica reforçada por zircônia	4,2 – 6,0	210 – 260	1,8 – 23	7 – 11	9 – 12

No entanto, a resistência dos materiais cerâmicos é limitada pela presença e distribuição dos defeitos estruturais ou das falhas em quantidades e tamanhos críticos (MITOV et al., 2008). Sob carga, a trinca no material cerâmico pode propagar-se de um defeito e crescer lentamente de um estágio inicial, com posterior aceleração da velocidade de propagação até atingir um tamanho crítico, culminando na falha (JONES ; WILSON, 1975; JONES, 1985; DENRY ; HOLLOWAY, 2010).

O uso dos sistemas cerâmicos livres de metal já é uma prática diária na odontologia, porém, ainda é muito cedo para indicá-lo totalmente como substituto das próteses com infraestruturas metálicas, daí a necessidade a cada dia de novas pesquisas para reforçar as propriedades mecânicas (DENRY et al., 1996; ROSENBLUM ; SCHULMAN, 1997 ; ANUSAVICE, 2005).

Vê-se com a revisão acima, que atualmente existe uma grande variedade de classes cerâmicas disponíveis para distintas indicações, de acordo com seus fabricantes. Contudo, não existe um único sistema totalmente cerâmico passível de ser empregado ainda em todas as situações clínicas, visto que propriedades inerentes a microestrutura, como defeitos intrínsecos e extrínsecos, as tornam

limitantes quanto à tenacidade, sendo portanto, seletiva nas suas indicações. (KINA et.al.,2005).

Dessa forma, estudos para a otimização do processamento das cerâmicas visando minimizar os defeitos microestruturais indesejáveis e desenvolver cerâmicas com melhores propriedades ótimas são fundamentais para a melhora na qualidade do produto odontológico final.

3.3 Processamento cerâmico e micro-ondas

Os processos de fabricação de materiais cerâmicos são basicamente constituídos pelas etapas de formulação das massas, conformação, sinterização e acabamento final. Dentre estes, a conformação tem ganhado grande impulso com o aumento da compreensão dos fenômenos físico-químicos relacionados à dispersão das partículas nos meios fluidos e das técnicas de empacotamento de partículas (MARCOS et al., 2001).

Na produção comercial de cerâmicas, a colagem por barbotina é amplamente utilizada. De uma forma geral, a utilização de aditivos se faz necessária para que se alcance dispersão adequada das partículas tendo como resultado, ótimas fluidez e características de empacotamento. 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 (TSETSEKOU, AGRAFIOTIS , MILIAS, 2001).

Outro ponto crítico é a sinterização, termo usado para descrever a consolidação do produto durante a queima. Esta consolidação significa que as partículas do material cerâmico vão ser unidas propriamente numa estrutura sólida através de ligações primárias. As reações de sinterização acontecem quando a temperatura aplicada ao sistema alcança a faixa entre a metade e dois terços da temperatura de fusão do material. Esta energia é suficiente para causar difusão atômica no estado sólido e escoamento viscoso, quando uma fase líquida está presente. Na etapa de sinterização são obtidas as fases cristalinas e estabelecida a microestrutura final da cerâmica, sendo também nessa etapa que se pode obter a densificação máxima do corpo cerâmico (LA CROIX , JOÃO , NÓBREGA, 1998).

No processo convencional de confecção de peças protéticas cerâmicas, observa-se a utilização de forno elétrico a vácuo, utilizando tanto a queima rápida (como no caso do processamento de porcelanas) como ciclos de queima de longa

duração (como no caso da sinterização cristalinas ou infiltradas), o que requer grande consumo de energia e tempo laboratorial. A evolução do processamento cerâmico aconteceu em várias fases, desde a escolha da matéria prima correta à sinterização, e a partir da década de 70, o forno micro-ondas tem se mostrado uma alternativa para sinterizar materiais, inclusive cerâmicos (AGRAWAL, 1998).

As micro-ondas são radiações eletromagnéticas com comprimentos de ondas entre 0,1 a 100 cm, que estão confinadas a uma faixa de espectro que se estende de 3 a 300 GHz, porém apenas quatro delas são utilizadas hoje na indústria e na área de pesquisa científica: 915 ± 25 MHz; 2450 ± 13 MHz; 5800 ± 75 MHz e 22125 ± 125 MHz. Para uso doméstico a frequência mais utilizada para aquecimento de materiais é 2,45 GHz e na indústria é de 915 MHz (THOSTENSON ; CHOU, 1999; KEYSON et al., 2006; OGHBAEI ; MIRZAEI, 2010).

A Figura 2 ilustra o espectro eletromagnético, destacando a localização no espectro da faixa de radiações denominadas micro-ondas.

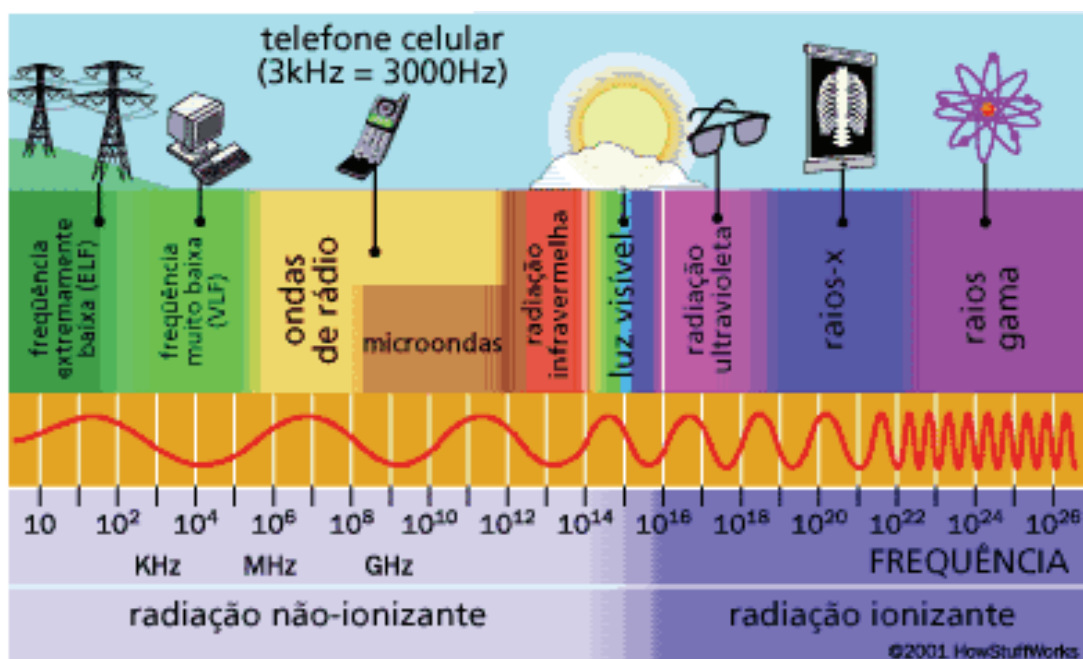


Figura 2: Esquema ilustrativo do espectro eletromagnético (Fonte: HowStuff Works, 2001).

O uso da tecnologia de micro-ondas como fonte de energia para síntese e processamento de materiais tem se mostrado muito importante para a química e outras ciências dos materiais. Nos domínios da química e das ciências dos materiais, a aplicação da tecnologia de micro-ondas tem despertado especial

interesse na síntese de compostos orgânicos e inorgânicos e no tratamento térmico de muitos materiais em escala laboratorial e industrial (NIGHTINGALE, WORNER, DUNNE, 2005).

O aquecimento por meio de micro-ondas é uma forma de processamento, que, em virtude de características particulares, possibilita ultrapassar as limitações do processo de queima rápida convencional. Essas características são oriundas dos mecanismos de geração de calor envolvidos na utilização das micro-ondas, que permitem um aquecimento volumétrico da peça, de forma rápida e mais uniforme que no caso da sinterização convencional (THOSTENSON ; CHOU, 1999; SUTTON, 1989).

Uma importante característica do processamento com micro-ondas é a absorção direta da energia pelo material aquecido diferente do aquecimento no forno convencional, onde o aquecimento acontece por convecção e condução e vai da superfície para o interior do material (MENEZES, SOUTO, KIMINAMI, 2007a). As micro-ondas transformam-se em calor no interior do material, proporcionando assim, um aquecimento volumétrico, economia de energia e diminuição no tempo de processamento (THOSTENSON ; CHOU, 1999; TSAKALOUDI; PAPAZOGLU ; ZASPALIS, 2004; MENEZES, SOUTO, KIMINAMI, 2007a).

Em virtude da energia de micro-ondas ser diretamente convertida em energia térmica pelo próprio material irradiado, há uma maior eficiência na transferência de calor, minimizando-se perdas por convecção ou condução até o material de interesse (SUTTON, 1989; AGRAWAL, 2004).

Em relação às cerâmicas, o forno de micro-ondas está a cada dia se destacando em várias aplicações como: síntese, secagem, calcinação e sinterização, isto devido às melhorias proporcionadas como a redução de energia, menor tempo de processamento e maior densidade da microestrutura (WU, 2002).

Um aparelho de micro-ondas típico consiste dos seguintes componentes básicos: *magnetron*, guia de ondas e cavidade ressonante das micro-ondas. As micro-ondas são produzidas por uma *magnetron*, que converte a energia elétrica em micro ondas, através da diferença de potencial cátodo- ânodo, que são propagadas através do guia de ondas e inseridas diretamente dentro da cavidade do forno onde são distribuídas em diferentes direções (KINGSTON ; JASSIE, 1988).

As micro-ondas obedecem às leis da ótica e podem ser transmitidas, absorvidas ou refletidas dependendo do material e com relação à forma de interação

com as micro-ondas, existem três tipos de materiais: transparentes, opacos e absorventes (SUTTON, 1989). Estes são discutidos em tópicos e esquematizados na Figura 3.

- 1- Transparentes às micro-ondas são os que permitem a total passagem das ondas através de si, sem perdas significativas de energia. Um exemplo dessa categoria de materiais é a alumina, em temperatura ambiente. (MENEZES, SOUTO, KIMINAMI, 2007a);
- 2- Opacos são os materiais que refletem as ondas eletromagnéticas, como os metais;
- 3- Mistos são os materiais, que absorvem as micro-ondas a depender das propriedades dielétricas do material. Este tipo de interação é observado em materiais compósitos ou multi-fase em que uma das fases é um material de alta perda, enquanto o outro é um material de baixa perda dielétrica.

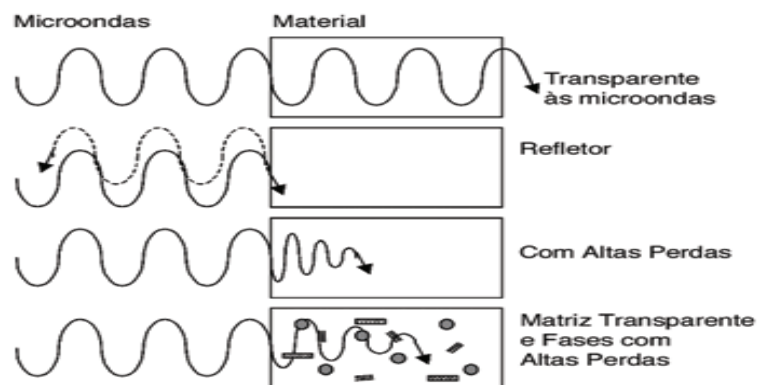


Figura 3: Diferentes interações das Micro-ondas com os materiais (MENEZES, SOUTO, KIMINAMI, 2007a).

Esta última classificação pode ser dividida em dois tipos. O primeiro refere-se a materiais com altas perdas dielétricas, que contêm uma ou mais fases, que por sua vez têm uma interação eficiente com as micro-ondas, apresentando um rápido aquecimento. A segunda classificação refere-se aos materiais de absorção mista, onde a matriz é isolante com baixas perdas, e as fases (fase dispersa) são formadas de material com alta perda dielétrica.

Quando as micro-ondas penetram e se propagam através de um material dielétrico, o campo elétrico interno, gerado dentro do volume afetado, induz ao movimento translacional das cargas livres e ligadas, como íons ou elétrons, e à

rotação de cargas complexas, como os dipolos. A resistência a esses movimentos induzidos, devido à inércia elástica e forças de atrito, causa perdas e atenua o campo elétrico. Como consequência dessas perdas, ocorre o aquecimento do material, (CLARK ; SUTTON, 1996).

3.3.1 Sinterização das cerâmicas odontológicas em micro-ondas

Buscando sinterizar materiais cerâmicos pelo aquecimento direto com micro-ondas, alguns problemas fundamentais são geralmente encontrados, dentre os quais se ressalta a característica de pequena absorção de micro-ondas por muitas cerâmicas em baixas temperaturas, o que torna o aquecimento inicial muito difícil (MENEZES, SOUTO , KIMINAMI, 2007a). Além deste, podem ocorrer instabilidades térmicas, o que pode levar ao fenômeno de "*thermal runaway*", que provoca um aquecimento indiscriminado do material, com a formação de pontos de superaquecimento ("hot spots"), fusão em regiões específicas ou em todo material, tensões devido aos gradientes de temperatura no material, e não apenas aspectos positivos, como o aquecimento com taxas elevadas. Isto ocorre para uma variedade de materiais cerâmicos, incluindo, Al_2O_3 , SiO_2 , Fe_2O_3 , ZrO_2 , ZnO , etc. (SPOTZ et al., 1995).

Um outro problema, não menos importante, refere-se à dificuldade de se estabelecer a temperatura exata no micro-ondas para cada processo, visto que o gradiente térmico característico do processo de aquecimento volumétrico pode levar a severas heterogeneidades de temperatura dentro do material (BROSNAN et al., 2003).

Para contornar estes problemas, desenvolveu-se o aquecimento híbrido (do inglês "*microwave hybrid heating – MHH*"), também conhecido como sinterização híbrida ou assistida com micro-ondas, que é usado para processar materiais que são transparentes à energia de micro-ondas em baixas temperaturas, que pode ser realizado tanto com o auxílio de um sistema convencional de aquecimento, como resistência ou queimadores de gás, como com a utilização de materiais com altas perdas dielétricas em baixas temperaturas, denominados susceptores. Este sistema de aquecimento irá aquecer a amostra mais rapidamente em baixas temperaturas e em altas temperaturas irá suavizar o perfil de temperatura no interior do corpo cerâmico (MENEZES, SOUTO , KIMINAMI, 2007b).

O uso de susceptores que queimam ou se decompõem durante o processo pode gerar gradientes invertidos de temperatura acentuados na amostra e induzir a formação de heterogeneidades microestruturais, dessa forma, esse tipo de susceptor serve apenas para aquecer a amostra até determinada temperatura, a partir da qual ela possa absorver eficientemente as micro-ondas. Os susceptores permanentes não queimam em altas temperaturas, permanecendo "intactos" durante todo o processo de queima. O carbeto de silício, por possuir elevada resistência química ao ataque de uma grande quantidade de gases e fluidos, possuir elevadas perdas dielétricas e elevada estabilidade estrutural em altas temperaturas é o material mais utilizado como susceptor (WU, 2002).

O aquecimento híbrido possibilita, também, uma distribuição de temperatura uniforme no corpo cerâmico, durante sua sinterização em altas temperaturas, visto que em altas temperaturas passam a existir duas fontes de aquecimento para a peça: o aquecimento volumétrico por meio das micro-ondas e o calor fornecido (radiação de infravermelho e correntes de convecção, ou condução) pelo susceptor, obtendo-se uma distribuição mais uniforme de temperatura, a qual reduz as tensões térmicas do processo de sinterização, bem como produz uma microestrutura mais uniforme, (MOSMAN et al., 2003).

Além do aquecimento volumétrico, há outra característica que sugere que a sinterização por micro-ondas se diferencia significativamente da convencional, que é a intensificação das taxas de densificação. Na maioria dos trabalhos abordando processamento com a utilização de micro-ondas, os autores reportam algum tipo de aceleração no processo. A aceleração comumente manifesta-se através da redução no tempo e/ou temperatura de sinterização, comparativamente ao processamento convencional, ou com maiores taxas de reação e/ou cinéticas de reações significativamente diferentes das observadas no processamento convencional (AGRAWAL, 1998; TRAVITZKY et al., 2000).

3.4 Pesquisas de cerâmicas sinterizadas em Micro-ondas

Travitzky et al., (2000), estudaram as propriedades estruturais do compósito Y-TZP:20 wt.% Al_2O_3 , segundo o processo de sinterização através das micro-ondas e sinterização convencional com variações de temperatura de 1200°C a 1500°C e

observaram uma diferença considerável no comportamento de densificação.. O compósito atingiu na sinterização por micro-ondas, uma densidade teórica de 97% ao chegar a 1200°C, enquanto que no forno convencional só apresentou densidade teórica de 95 % ao atingir 1500°C. A média da densidade teórica das amostras sinterizadas em micro-ondas a 1500°C foi de 99%, o que resultou numa resistência à flexão de 990 Mpa, devido a esta maior densidade, enquanto nas amostras sinterizadas em forno convencional apresentaram 820Mpa. A tenacidade à fratura e dureza Vickers foram também superiores, quando comparados às convencionalmente sinterizadas.

Cheng et al., (2002), compararam a sinterização da alumina policristalina transparente com adição de partículas finas de MgO, em forno convencional e em forno de micro-ondas. A obtenção da alumina transparente com densificação completa através das micro-ondas foi alcançada em menor tempo e temperatura de sinterização. Verificou-se também que o aquecimento por micro-ondas pode aumentar substancialmente a taxa de conversão da alumina policristalina a uma única safira cristalina.

Menezes et al., (2007), aplicaram a tecnologia de micro-ondas para a sinterização rápida híbrida de porcelana para louça sanitária, porcelana dental e porcelana elétrica, utilizando ciclos de aquecimento inferior a 60 minutos. Ao avaliar comparativamente as estruturas sinterizadas em forno micro-ondas e forno convencional, observaram módulo de ruptura de louças sanitárias e porcelanas elétricas semelhante, e módulo de ruptura dos corpos de porcelana dentária ainda maior quando comparado às amostras sinterizadas em forno convencionais. Demonstrado que a sinterização rápida híbrida com controle do super aquecimento evitou o estresse das microestruturas mantendo e até melhorando o módulo de ruptura.

Nesse contexto, Menezes e Kiminami (2008) avaliaram a queima rápida híbrida dos nanocompósitos de In-Ceram Zircônia com o intuito de suprimir o crescimento de grãos através das micro-ondas em 2,45 GHz, utilizando material suscepto. Os resultados obtidos indicaram que o aquecimento híbrido por microondas é um método potencialmente muito bom para fabricar nanocompósitos de alumina-zircônia com microestruturas uniformes apesar do ciclo curto de sinterização e por suprimir o crescimento de grãos em nanocompósitos cerâmicos.

Chinelatto et al., (2006), ao caracterizarem e compararem microestruturas de cerâmicas de alumina sinterizadas em forno convencional e por micro-ondas, prensadas com pó comercial, verificaram que as sinterizações da alumina comercial realizadas em fornos de micro-ondas promoveram a densificação do material num tempo muito mais curto, fornecendo uma microestrutura com grãos refinados. Isso pode ter sido causado pela alta taxa de aquecimento que favorece o processo de sinterização por difusão de contorno, e devido a transferência direta da energia das micro-ondas para as amostras, acelerando o processo de densificação.

Binner et al., (2008), compararam a sinterização de zircônia parcialmente estabilizada com 3%mol de ítrio usando forno convencional e sinterização híbrida em micro-ondas, observando que em micro-ondas houve, em média, tamanho menor dos grãos, e foi possível empregar uma taxa de aquecimento maior (20°C/min), sem que o estresse térmico provocasse trincas. Na sinterização convencional, a taxa de aquecimento foi limitada a 7°C/min. Sob taxas maiores observou-se trincas nos corpos de prova, como resultado da diferença de expansão térmica entre a superfície e o centro dos corpos, devido à baixa condutividade térmica da zircônia.

Sujith et al., (2009), examinaram o comportamento das amostras de alumina e zircônia sinterizados através das micro-ondas que apresentaram 99% de densidade teórica, em menos de 1 hora de tempo de ciclo total, densidade esta, com condições semelhantes à sinterização convencional.

Dentre as alterações estruturais discutidas na sinterização em forno-micro-ondas, pesquisas observaram que, como o tempo de sinterização através das micro-ondas é menor, o tempo para o crescimento do grão é diminuído, o que favorece a formação de grãos menores com microestrutura mais uniforme e conseqüentemente maior resistência mecânica (SUJITH, 2009).

Ainda mais recentemente pesquisados, são os efeitos da vitrificação de cerâmicas odontológicas de revestimento feldspático através da tecnologia de micro-ondas. Ao testar três diferentes porcelanas quanto a vitrificação realizada em forno convencional e micro-ondas, Soni Prasad et al., (2009), verificaram resistência à flexão similar entre as porcelanas quando comparadas ao processo térmico de vitrificação e ressaltou ainda que analisando a rugosidade superficial obtida, a superfície de glaze sinterizada em micro-ondas apresentou melhor polimento, menos irregularidades.

Almazdi et al. (2012), compararam as propriedades mecânicas e físicas de amostras de blocos de zircônia odontológica estabilizada com itria, sinterizadas em forno convencional e forno de micro-ondas, utilizando para ambos os fornos a temperatura de 1.500°C. Foi observado que a resistência à flexão não apresentou diferença significativa, a retração de queima para ambas as técnicas foi de 24,6% em todas as dimensões. Na análise das microestruturas por MEV, não foi observado nenhuma diferença visível na forma dos grãos e poros. Concluíram que, sob as condições deste estudo, as micro-ondas podem ser utilizadas para sinterização da zircônia odontológica, e como as micro-ondas proporcionam uniformidade de aquecimento, permitindo utilização de taxas de aquecimento mais elevadas, pode aumentar a produtividade e economizar energia.

O aumento da densidade final obtido na sinterização por micro-ondas também foi observado na pesquisa de Charmond, Carry e Bouvard (2010), que compararam a sinterização direta e híbrida com micro-ondas e a convencional. Nos experimentos de sinterização híbrida por micro-ondas proporcionaram espécimes homogêneas com densidade maior, mas, uma microestrutura similar quando comparado a espécimes sinterizados convencionalmente à mesma temperatura. Foi observado também que o tamanho do grão foi dependente da temperatura máxima de sinterização, independentemente do modo de aquecimento.

Kim et al., 2014, compararam as propriedades mecânicas de soldas preceramics para ligas de fundição Au-Pd, usadas em odontologia, em forno micro-ondas e forno convencional. Um total de 18 barras de Au-Pd foram confeccionadas, onde seis amostras foram cortadas e soldadas com preceramics em forno micro-ondas, seis em forno convencional e seis não foram cortadas. A resistência à flexão do grupo não cortado foi a mais elevada, 745 MPa, seguida pelo grupo de micro-ondas com 420 MPa e o grupo do forno convencional com 348 MPa. Não houve diferença significativa na resistência à flexão entre os grupos de micro-ondas e forno convencional. Os autores concluíram que o método de solda preceramic pode ser uma forma alternativa para unir ligas em forno de micro-ondas, quando o forno convencional for contra indicado.

Pós-estequiométricos de hidroxiapatita foram conformados pelo método slip casting após a precipitação de fosfato de amônia e de solução de nitrato de cálcio. Em seguida foram sinterizados através das micro-ondas, e obtidos pós com tamanhos de grãos de 75 e 177 nm, por calcinação a 800°C e 900°C. Um estudo

paramétrico permitiu determinar o baixo consumo de energia e menores tempos de tratamento térmico. As propriedades mecânicas resultantes destas amostras foram significativamente mais elevadas que as encontradas na literatura em qualquer processo de sinterização. Os valores encontrados para o módulo de Young (E), de dureza(H) e resistência à compressão foram 148,5GPa , 9,6GPa e 531,3MPa respectivamente. Os autores concluíram que o baixo consumo de energia, o tempo mais curto de tratamento térmico e propriedades mecânicas melhoradas poderão abrir um caminho promissor para o uso da sinterização em forno micro-ondas de pós de Hidroxiapatita (THUAULT et. al., 2014).

Marinis et al. (2013), em busca de reduzir o tempo de sinterização da zircônia, muito utilizada em subestruturas de próteses dentárias, que requer cerca de 8 a 10 horas de sinterização em forno convencional, estabeleceu um protocolo teste de 2 horas de sinterização em micro-ondas. Após sinterizados, os corpos de prova foram armazenados em saliva artificial por 10 dias, e a tenacidade a fratura foi determinada por teste de flexão de 4 pontos. Os resultados demonstraram que não houve diferença estatisticamente significativa entre as amostras de zircônia sinterizadas em micro-ondas ou forno convencional.

O desenvolvimento de cerâmicas odontológicas tem avançado nas últimas décadas, impulsionadas pela demanda em relação à aparência. A ausência dos dentes é um problema que afeta um bom número de pessoas e sua solução através da substituição prptética dos mesmos constitui um grande desafio , uma vez que o desejo do paciente é que esta prótese se integre com a dentição natural a tal ponto que não tenha aparência de prótese.

Embora limitadas por sua fragilidade e risco de fratura, a estética excelente, a biocompatibilidade das cerâmicas, têm uma longa história de uso na odontologia. Conjuntamente, muitos estudos foram e continuam sendo feitos no sentido de aperfeiçoar oas técnicas de processamento cerâmico existentes e também na direção de se investigar técnicas não convencionais, que possibilitem a fabricação de cerâmicas com menores quantidades e tamanhos de defeitos estruturais aliados a maiores homogeneidade física e química.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Materiais

Para o desenvolvimento deste trabalho, foram utilizados dois kits para confecção de próteses odontológicas: um de alumina odontológica da empresa Angelus® - denominado Vitro-Ceram Alumina e outro constituído de um compósito alumina com zircônia dispersa da empresa VITA®, denominado In-Ceram zircônia, compostos por:

Alumina odontológica da empresa Angelus® - Vitro-Ceram Alumina;

- Óxido de alumínio;
- Aditivo Angelus® – composição: água destilada, polímero e estabilizante de pH.
- Líquido de mesclar Angelus® – composição: água destilada, plastificantes e ligante.
- Vidro para infiltração Angelus® - óxidos (silício, alumínio, bório, titânio, lantânio, cério, cálcio) e pigmentos.

In-Ceram zircônia da empresa VITA®

- Óxido de alumínio e óxido de zircônia.
- Líquido de mesclar In-Ceram Zircônia (composição não discriminada pelo fabricante).
- Aditivo In-Ceram Zircônia (composição não discriminada pelo fabricante).
- Vidro para infiltração - óxidos (silício, alumínio, boro, titânio, lantânio, cério, cálcio) e pigmentos.

4.2 Métodos

4.2.1 Ensaio de caracterização das matérias-primas

Os pós dos kits da Vitro-Ceram Alumina da empresa Angelus, e do In-Ceram zircônia da empresa VITA® foram caracterizados quanto à análise mineralógica e granulométrica. A análise mineralógica foi realizada por difração de raios – X (Shimadzu XRD6000) com radiação de $\text{CuK}\alpha$; com intervalo angular de 2θ : 15-80°, velocidade de varredura de 2° por minuto. A análise granulométrica foi realizada por difração a Laser em analisador de partículas (CILAS – 1064).

4.2.2 Preparação das amostras

O processamento das amostras iniciou com a preparação da barbotina, que foi realizado de acordo com as normas estabelecidas pelas empresas Angelus® e VITA In-Ceram® Zircônia. Para facilitar a descrição dos grupos ao longo do texto, as substâncias testes foram denominadas respectivamente alumina e compósito alumina/zircônia. Os fluxogramas da Figura 4 mostram os esquemas de preparo das barbotinas, descritos detalhadamente nos tópicos seguintes.

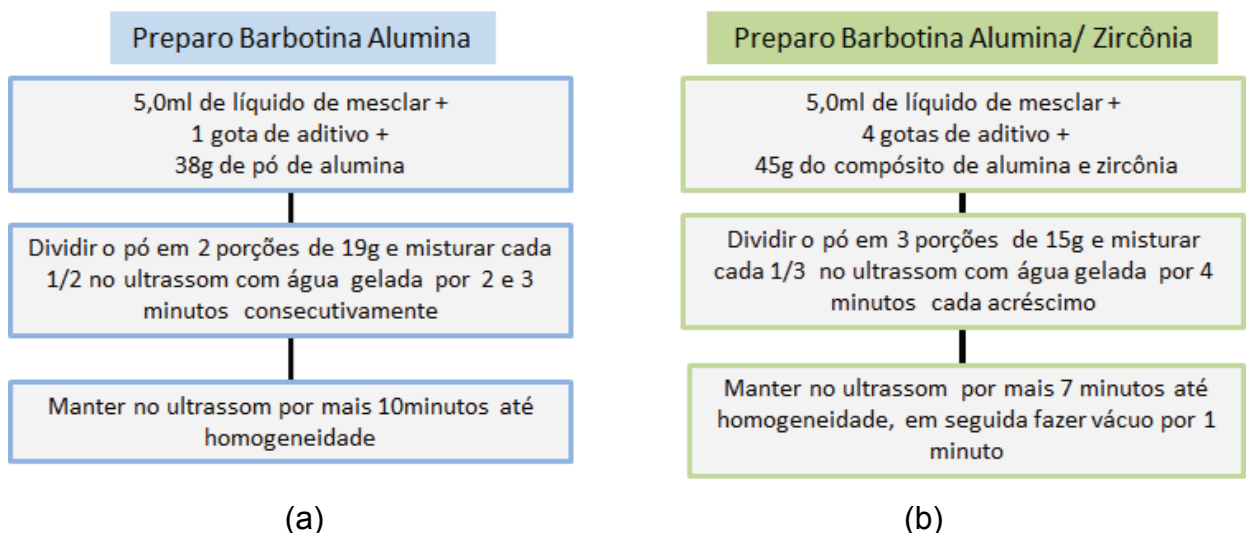


Figura 4: Etapas de preparação das barbotinas: (a) alumina e (b) compósito alumina/zircônia.

4.2.2.1 Preparação da barbotina da alumina (Al)

O conteúdo do sachê que contém 38 gramas do pó de alumina foi fracionado em duas porções de 19 gramas. O fracionamento possibilita melhor qualidade de homogeneização da barbotina.

Em seguida, em um béquer de vidro imerso em água e gelo no ultrassom, colocou-se 5,0 ml do líquido de mesclar e uma gota do aditivo dispersante, e adicionou-se aos poucos o pó de alumina fracionado que provém do sachê com 38 gramas.

A mistura dos líquidos foi iniciada com o béquer dentro do ultrassom sempre com gelo (VITASONIC II, für In-Ceram- Alemanha, Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen Alemanha). O gelo no ultrassom teve a finalidade de manter a temperatura da água constante em zero, para que as propriedades reológicas das barbotinas não se alterem e para homogeneização perfeita, o pó foi adicionado aos poucos e manipulado, segundo esquema abaixo:

- a) a primeira metade foi adicionada nos primeiros dois minutos;
- b) a segunda em mais três minutos, sempre mexendo com a espátula também de vidro;
- c) passados os primeiros 5 minutos, a homogeneização da barbotina foi feita ainda no aparelho de ultrassom por mais dez minutos, Figura 5.



Figura 5: Processo de homogeneização da barbotina no ultrassom

O procedimento citado anteriormente proporcionou uma dispersão de partículas ideal para alcançar a obtenção de barbotinas com consistência viscosa

satisfatória para o processo de conformação por colagem. As barbotinas obtidas foram divididas em três porções iguais e armazenadas em congelador.

4.2.2.2 Preparação da barbotina compósito alumina/zircônia (Al/Zr)

Colocou-se num béquer de vidro 1 (uma) ampola de 5,0 ml do líquido de mesclar VITA In-Ceram® Zircônia e 4 gotas do aditivo VITA In-Ceram® Zircônia. Acrescentou-se aos poucos 45 gramas do pó VITA In-ceram® Zircônia fracionado em três porções de 15 gramas, misturando por 4 minutos cada acréscimo em um béquer imerso no ultrassom com água gelada. O béquer foi mantido no ultrassom por mais 7 minutos até que a mistura ficasse totalmente homogênea e por fim aplicou-se vácuo por 1 minuto na mistura.

4.2.3 Conformação das amostras

Após a obtenção das barbotinas de alumina e compósito alumina/zircônia, foi iniciado o processo de conformação das amostras, padronizando 10 amostras para cada protocolo. Foi confeccionado molde de aço inoxidável com formato retangular, bi-partido, contendo 5 matrizes, com as seguintes dimensões: 20mm de comprimento, 4mm de largura e 2mm de altura de acordo com a norma ISO 6872, apresentado nas Figuras 6 (a) e (b).



(a)



(b)

Figura 6: (a) Molde bi-partido encaixado; (b) Molde separado para remoção das amostras.

Também foi confeccionada uma base de gesso especial tipo IV (Durone – Dentsply – Argentina), preparada a partir de uma suspensão contendo 50g de gesso para 9,5ml de água destilada. Essa base dá suporte e auxilia na secagem e absorção da água da barbotina, mostrado na Figura 7.

Inicialmente os moldes de alumínio foram lubrificados com vaselina e colocados sobre uma base de gesso. A barbotina foi vertida e com o auxílio de um pincel foi espalhada sobre o conjunto (molde/suporte). Após o preenchimento do molde, este foi levado para processo de secagem na estufa com temperatura de 100 °C para retirar o excesso de umidade, e posteriormente extração das amostras.



Figura 7: Barbotina acondicionada no molde sobre gesso para conformação de corpo de prova.

4.2.4 Processo de Queima em Forno Convencional

Após o processo de secagem as amostras foram divididas em grupos para o tratamento térmico, o qual foi realizado em forno convencional (FC) e em forno de micro-ondas (MO). As amostras de alumina e do compósito alumina/zircônia foram submetidas a dois ciclos de aquecimento no forno convencional (FC), de acordo com o recomendado pelos respectivos fabricantes.

As amostras foram submetidos a dois ciclos de aquecimento, no primeiro se deu a retirada dos aditivos orgânicos para a produção de compactos com a porosidade adequada, para então no segundo ciclo queima se realizar o processo de infiltração do vidro.

Os fluxogramas apresentados na Figura 8 mostram as etapas dos processos de queima em forno convencional realizadas neste estudo.

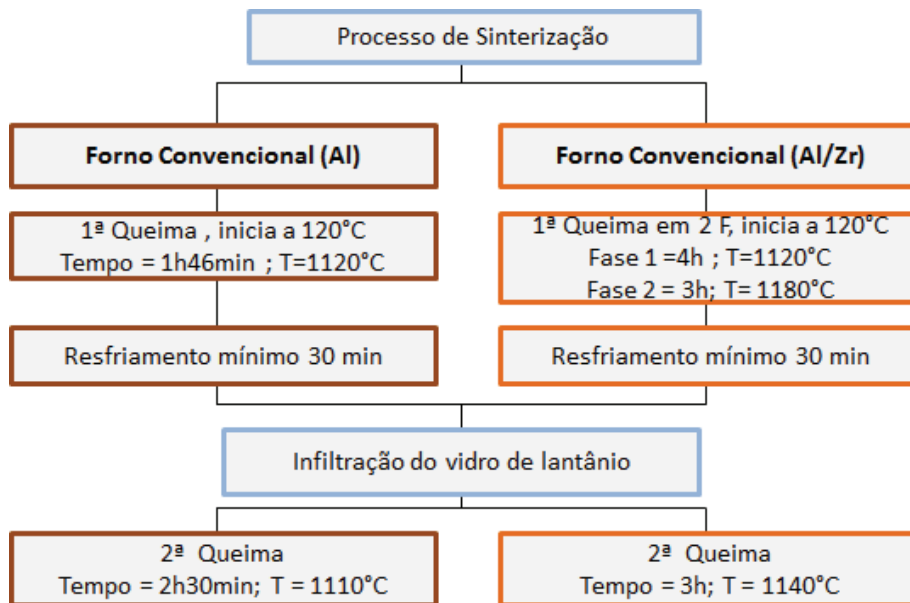


Figura 8: Fluxograma das etapas de sinterização alumina e compósito alumina/zircônia de 1ª e 2ª queima, em forno convencional, de acordo com recomendações do fabricante.

4.2.4.1 Processo de queima da Alumina em Forno Convencional

As amostras confeccionadas com alumina foram submetidas ao tratamento térmico em forno convencional elétrico a vácuo, de acordo com as recomendações do fabricante, as quais estão descritas abaixo.

- 1 – Iniciou-se o processo a uma temperatura de 120° C, permanecendo nesta por 6 minutos;
- 2 - O aumento da temperatura até 1120°C, ocorreu em 40min, com taxa de aquecimento de 25°C/min;
- 3 - O material foi mantido nesta temperatura por 1 hora;
- 4 - O tempo total de queima foi de 1 hora e 46 minutos;
- 5 - O resfriamento aconteceu dentro do forno até 400°C por um período de 30 minutos.

4.2.4.2 Processo de queima do compósito alumina/zircônia em Forno Convencional

O compósito alumina/zircônia apresenta um processo de queima mais longo que o grupo alumina, sendo necessário aplicar dois processos de queima, seguindo a recomendação pelo fabricante, conforme etapas descritas abaixo.

- 1 - O processo iniciou a 120°C e em 40 min atingiu a temperatura de 1120°C, com taxa média de aquecimento de 25°C/min, permanecendo por mais 4 horas;
- 2 – Aguardou-se o resfriamento dentro do forno até 400°C, a seguir abriu-se o forno até que fosse atingida a temperatura ambiente;
- 3 – A segunda fase iniciou-se a uma temperatura de 120°C e atingiu a temperatura 1180°C, permanecendo nesta por 3 horas;
- 4 – Aguardou-se novamente o resfriamento dentro do forno até atingir a temperatura de 400°C.

4.2.4.3 Processo de queima em Forno Micro-ondas

Para definir os parâmetros da primeira queima para o tratamento térmico em forno micro-ondas, testes pilotos foram realizados. O forno de micro-ondas de uso doméstico foi adaptado com dois magnetrons para uso em laboratório (LTM -UFCEG), o mesmo tem potência total de 1800 kW, 2,45GHz, porém foi utilizado com potência teste de 80%, que equivale a 1,4 kW, variando-se o tempo de 10, 15 e 20 minutos. Os grupos testes foram nominados Al 10, Al 15 e Al 20, de acordo com o tempo, conforme distribuído na Tabela 2.

Tabela 2: Distribuição amostras de alumina para teste de primeira queima.

Protocolo primeira queima		
Grupos	Potencia (kW)	Tempo (minutos)
Al 10	1,4	10
Al 15	1,4	15
Al 20	1,4	20

As amostras foram posicionadas sobre barras de alumina dentro do susceptor, para então serem sinterizadas (Figura 9), e o conjunto amostras/susceptor foi introduzido no forno de micro-ondas acondicionado em manta de fibra isolante (Figura 10).



Figura 9: Amostras posicionadas no susceptor;



Figura 10: Amostras prontas para sinterização dentro da manta.

Após a retirada do forno as amostras foram resfriadas até a temperatura ambiente. Como protocolo para evitar umidade nas amostras, as mesmas foram inseridas em estufa a uma temperatura constante de 110°C até o próximo processo, para infiltração vítrea.

Com base nos resultados dispostos no item 5.2, o protocolo inicial de primeira queima de sinterização de ambos os sistemas de alumina e alumina/zircônia em micro-ondas foi estabelecido com 1,4 kW e tempo de 20 minutos.

4.2.5 Infiltração do vidro na alumina

Para a infiltração vítrea, preparou-se uma pasta misturando água destilada com o vidro de Lantânio na proporção de uma gota de pipeta para 0,1g do pó de vidro. A pasta foi preparada com 0,5g de pó de vidro, suficiente para pincelar toda a amostra. Uma camada desta pasta vítrea foi pincelada sobre as amostras numa espessura de 1 a 2 mm em todas as suas faces como protocolo inicial.

Num segundo protocolo, buscando investigar a infiltração vítrea em forno micro-ondas, foi aplicado o vidro em apenas uma das faces, com o objetivo de avaliar se o tempo, temperatura e menor quantidade de vidro, seriam suficientes para o mesmo grau de infiltração das amostras com aplicação do vidro em ambos os lados. Metodologia esta, correspondente à confecção do coping para coroas metal-free, no qual o vidro deve ser aplicado apenas na superfície externa para preservar a adaptação protética interna, então foi preconizado que a pasta vítrea fosse pincelada apenas em uma das faces da amostra, com quantidade de vidro (0,3g) para cada amostra.

4.2.6 Tratamento térmico para infiltração do vidro

Após a aplicação da pasta vítrea, as amostras foram submetidas ao tratamento térmico para infiltração do vidro. No forno convencional foi realizada segundo metodologia do fabricante, e no forno micro-ondas, as amostras foram posicionadas no conjunto suscepter e manta, e a infiltração foi realizada segundo protocolos testes para avaliar a melhor combinação de potência e tempo de sinterização.

4.2.6.1 Infiltração do vidro na Alumina em forno convencional

A amostra foi colocada num suporte refratário para queima sem contatos com outras estruturas. No caso da alumina, o ciclo de aquecimento iniciou a 120°C e o material permaneceu nesta temperatura por 6 minutos. O ciclo teve continuidade por 1 hora e cinquenta minutos até atingir 1110°C, com taxa de aquecimento de 9°C/minuto, mantendo-se nesta temperatura por 40 minutos, num total de 2 horas e 30 minutos, e o resfriamento foi realizado no próprio forno até atingir a temperatura de 400°C.

O processo total de sinterização e infiltração foi realizado durante aproximadamente 4 horas e 15 minutos.

4.2.6.2 Infiltração do vidro no compósito alumina/zircônia em forno convencional

O processo foi iniciado a 200°C e aquecido até atingir a temperatura de 1140°C, permanecendo durante 50 minutos. O resfriamento também foi realizado dentro do forno até 400°C. O processo de infiltração foi realizado durante aproximadamente 3 horas, portanto, as etapas de queima e infiltração totalizaram aproximadamente 10 horas.

4.2.6.3 Infiltração do vidro na alumina e no compósito alumina/zircônia em forno de micro-ondas

No protocolo de sinterização de segunda queima, as amostras foram também incluídas no conjunto suscepter e manta, foram estabelecidas potência e tempo necessários para a infiltração vítrea nos compostos de alumina e de compósito alumina/zircônia.

Através de combinações de potência e de tempo foram testados 4 protocolos de tratamento térmico para infiltração do vidro, com variações de potência 1,4kW e 1,6kW, combinados com os tempos 20 e 30 minutos, analisando 10 amostras por protocolo teste.

A Tabela 3 mostra de forma resumida os tratamentos térmicos (queima e infiltração) realizados em forno convencional e de micro-ondas, para os compostos de alumina e alumina/zircônia.

Tabela 3: Distribuição de grupos testes sinterizados de acordo com o material (alumina e composto alumina/zircônia), forno de sinterização (Convencional e Micro-ondas), potência 1,4 kW e 1,6 kW e tempo de segunda queima 20/30 min.

Grupos (n=10)	Tipo de Forno	Primeira queima		Infiltração	
		Potencia/ Temperatura	Tempo	Potencia/ Temperatura	Tempo
Al 1,4/20	MO	1,4 kW	20 min	1,4 kW	20 min
Al 1,4/30					30 min
Al 1,6/20				1,6 kW	20 min
Al 1,6/30					30 min
Al FC	FC	1120 °C	1h46 min	1110 °C	2h30m
Al/Zr 1,4/20	MO	1,4 kW	20 min	1,4 kW	20 min
Al/Zr 1,4/30					30 min
Al/Zr 1,6/20				1,6 kW	20 min
Al/Zr 1,6/30					30 min
Al/Zr FC	FC	1120/1180 °C	7 h (2fases)	1140 °C	3 h

4.3 Caracterizações físicas e mecânicas

4.3.1 Porosidade e densidade aparente após primeira e segunda queima

A porosidade e a densidade aparente das amostras sinterizadas, são fundamentais para avaliar a estrutura quanto à penetração da fase vítrea, os mesmos foram avaliadas após a primeira queima e a segunda queima pós infiltração, segundo o princípio de Archimedes.

A pesagem foi realizada em balança analítica (Shymadzu – Modelo Ay 220), com aparatos que permitem mensurar os valores do peso seco, peso úmido e peso imerso, como demonstrado na Figura 11. Para obter os valores da massa seca foi necessário fazer um tratamento térmico prévio nas amostras colocando-as em estufa

na temperatura de 100 °C por um período mínimo de uma hora para em seguida realizar a pesagem e repeti-la até obter peso constante..



Figura 11: Balança analítica com aparato para pesagem em peso imerso (P_i), comparativamente peso seco (P_s) e peso úmido (P_u).

Após esta primeira aferição de peso seco (P_s), as amostras ficaram submersas em água durante 24 horas e em seguida foi determinado o peso úmido (P_u) e o peso imerso (P_i) das amostras.

Para calcular a porosidade aparente (Porosidade AP) e a densidade aparente (Densidade AP) foram utilizadas as seguintes fórmulas:

$$\text{Porosidade AP} = \frac{(P_u - P_s)}{(P_u - P_i)} \quad (\%)$$

$$\text{Densidade AP} = \frac{P_s}{(P_u - P_i)} \quad (\text{g/cm}^3)$$

4.3.2 Ensaio Mecânicos

4.3.2.1 Resistência à flexão

Após o processo de sinterização para a infiltração vítrea, as amostras foram submetidas ao ensaio de resistência à flexão em três pontos, através da máquina Universal de Ensaio, marca EMIC–Linha DL10.000, do Laboratório de Caracterização dos Materiais, da UFCG. O posicionamento da amostra em dois apoios foi de acordo com a norma ISO 6872, com espaçamento de 12 mm para cerâmicas dentais e a velocidade do ensaio foi de 0,5 mm/min e célula de 200 kgf.

4.3.2.2 Microdureza

Algumas amostras fraturadas foram planificadas transversalmente com disco diamantado e micromotor elétrico, e em seguida, embutidas em cano PVC e resina acrílica para propiciar o polimento em politriz giratória com lixas d'água de granulação 420, 600 e 1200, conforme Figura 12, com parâmetros, segundo escala Vickers, em 500 gf por 10 segundos.

A superfície externa de excesso vítreo, bem como a não infiltrada, não foram analisadas qualitativamente quanto à microdureza.

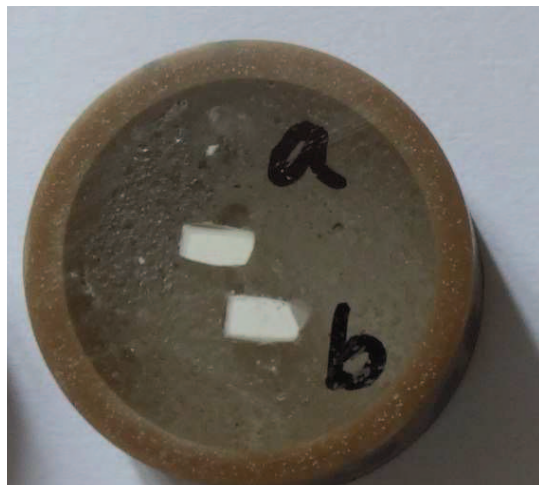


Figura 12: Amostras embutidas em resina acrílica em corte transversal e metade longitudinal.

4.3.3 Caracterização macroestrutural

A análise morfológica da macroestrutura foi realizada nas seções transversais de amostras infiltradas em apenas um lado, previamente lixadas para avaliar quantitativamente a penetração vítrea do vidro de Lantânio infiltrado na microestrutura.

Através da lupa estereoscópica (Carl Zeiss), modelo Stemi DV4, acoplada a câmera, disponível no Laboratório de Optoeletrônica e Fotônica da UFPE. A imagem capturada com luz refletida, campo claro, zoom de 2x e magnificação de 20x, permitiu caracterizar através da refletividade óptica superficial, áreas de alumina infiltrada e área de alumina pura sem infiltração vítrea, como ilustrado na Figura 13.



Figura 13: Macrografia da superfície da secção transversal.

As amostras foram mensuradas com paquímetro em tamanho real no sentido da altura da área infiltrada. Através do software ImageJ, o tamanho real foi utilizado para escalonar a imagem e foi mensurada a penetração vítrea em três pontos de cada secção.

4.3.4 Caracterização Microestrutural

Foram analisadas amostras sinterizadas em forno convencional e micro-ondas sem infiltração vítrea, e as amostras com infiltração vítrea em forno convencional e no melhor protocolo de forno micro-ondas. As amostras foram polidas, metalizadas com ouro e analisadas por MEV (microscópio eletrônico de varredura) associado ao EDS (Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios X), fabricado pela JEOL Modelo-636, pertencente ao Laboratório de Física da UFPE, e através do MEV da marca SHIMADZU, modelo SSX-550 do Laboratório de Caracterização de Materiais da UFCG.

4.4. Análise Estatística

Os valores foram analisados pelo teste de variância (ANOVA multifatorial) com intervalo de confiança 95%, e o teste de Tukey para identificar entre quais grupos encontram-se as diferenças estatísticas. Através do teste Mann-Whitney, foi realizada comparação dois a dois entre as médias de diferentes protocolos.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Caracterização das matérias primas

5.1.1 Difração de Raios X

A Figura 14 apresenta o difratograma da alumina. Pode-se detectar apenas picos característicos da alumina alfa. A alumina alfa ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) é a mais estável, é quimicamente muito mais resistente do que as aluminas de transição.

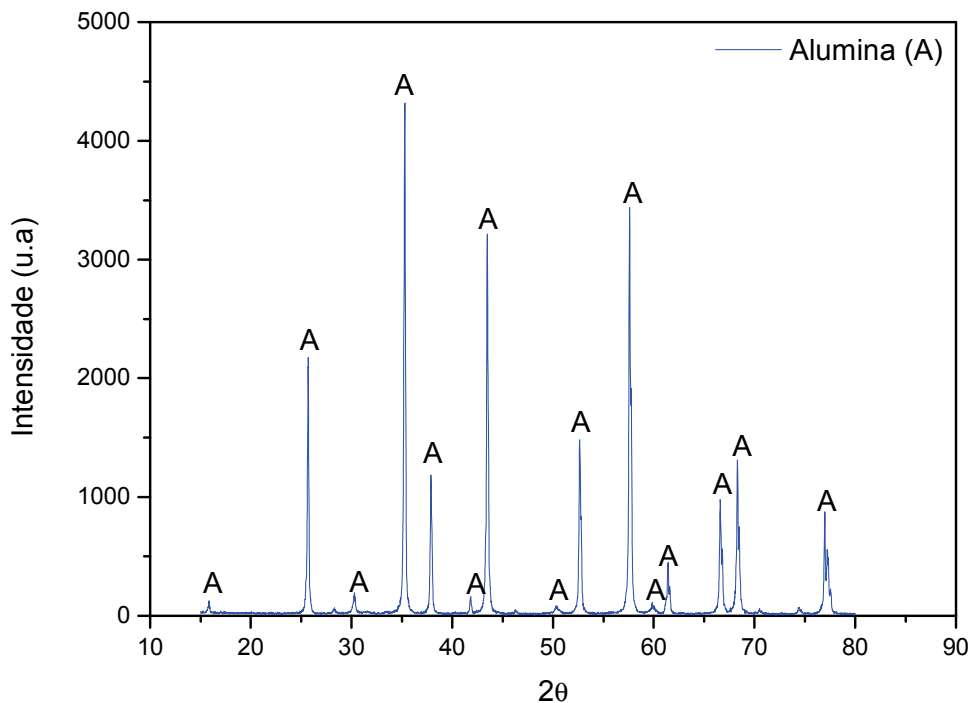


Figura 14: Difratograma da alumina.

A Figura 15 apresenta o difratograma do compósito alumina/zircônia. Pode-se observar a presença de picos característicos da alumina e da zircônia monoclinica e tetragonal. A intensidade dos picos sugere que a amostra contém mais zircônia com fase cristalina tetragonal.

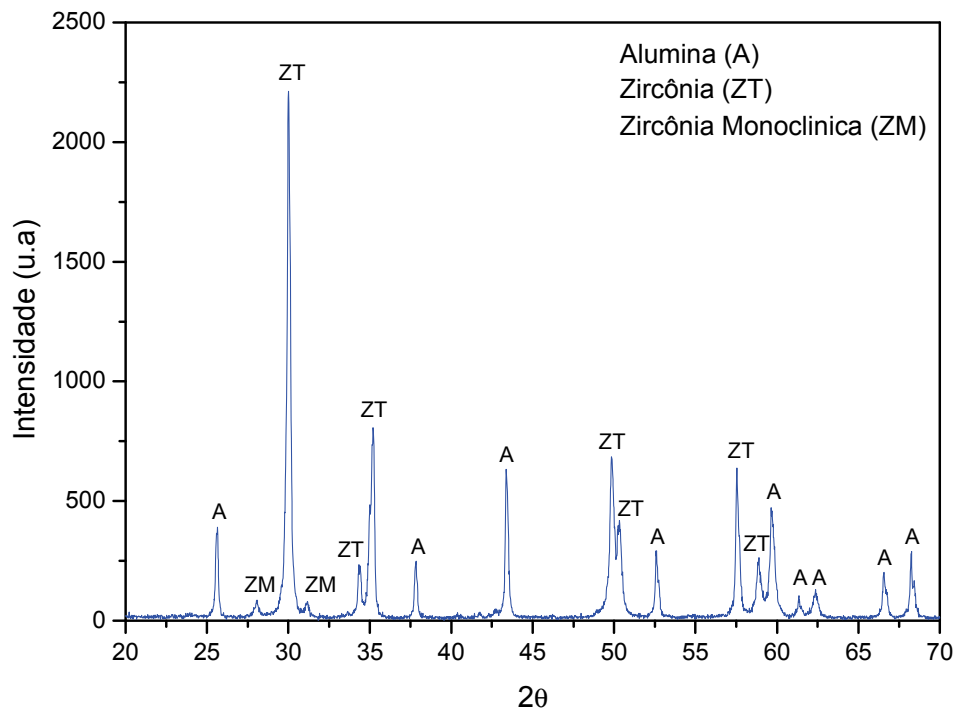


Figura 15: Difratoograma do compósito alumina/zircônia.

A Figura 16 apresenta o difratograma do vidro de lantânio. Observa-se a presença de bandas (na faixa de 2θ entre 20° e 35° , assim como, entre 40° e 50°), as quais são características de materiais amorfos. As bandas do vidro de lantânio da Vitro Ceram observadas são compatíveis com as encontradas em trabalho realizado por DIEGO et al., 2007.

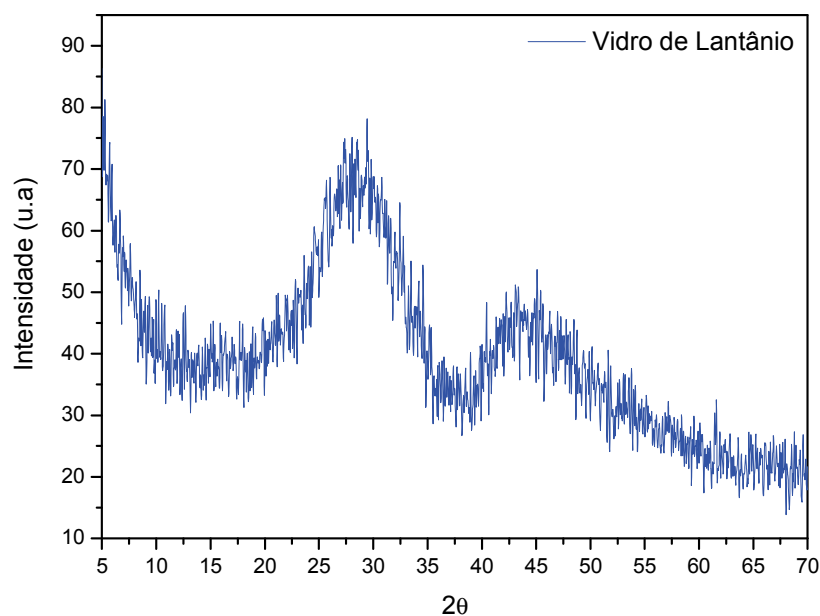


Figura 16: Difratoograma do vidro de lantânio.

5.1.2 Distribuição granulométrica

Na distribuição granulométrica da alumina, apresentada na Figura 17, observa-se distribuição trimodal, pois existem frações de partículas concentradas em faixas de dimensões distintas, sendo este um parâmetro positivo para um melhor empacotamento. Na cerâmica odontológica este fator é de grande importância com relação à taxa de infiltração do vidro, assim como, sobre a resistência e tenacidade à fratura. (LEE et al., 2003).

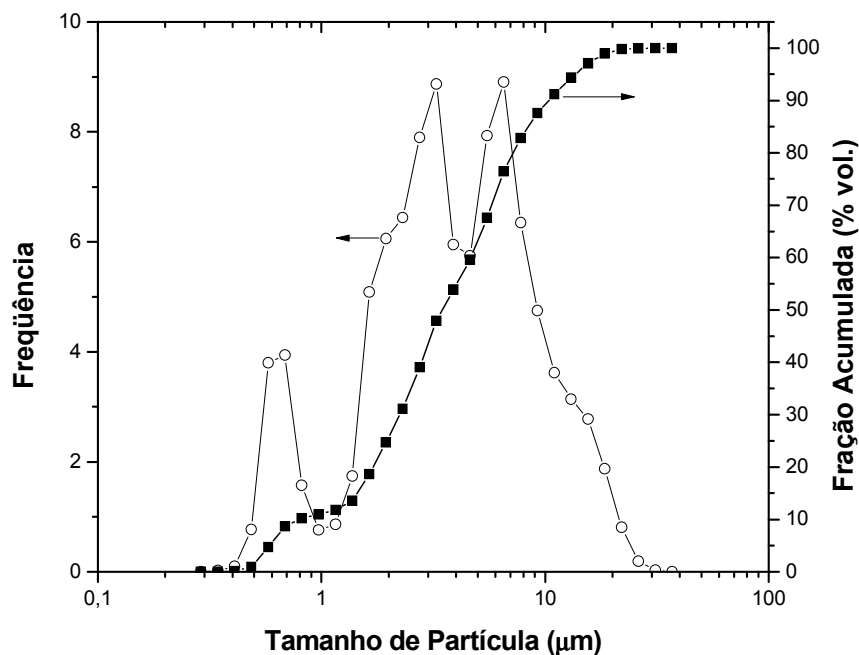


Figura 17: Distribuição granulométrica da alumina.

Embora uma maior tenacidade à fratura possa ser alcançada pelo aumento do tamanho de partícula do pó de alumina, o mesmo artifício pode também reduzir a resistência do material, o que provavelmente pode ser devido ao tamanho de contorno de grão e à interação da ponta da trinca com uma segunda fase. Portanto, alguns autores mostram que melhores propriedades mecânicas para compósitos contendo alumina/vidro foram alcançados pela distribuição de partícula uniforme, com tamanho médio de 2,85 (LEE et al., 2003). No nosso trabalho, o tamanho médio das partículas do compósito alumina/zircônia usado foi o que mais se aproximou com o valor médio de 2,49, enquanto que a alumina apresentou tamanho médio de 4,85, confirmando as melhores propriedades mecânicas do compósito quando da

aplicação do vidro em apenas um lado da amostra, conforme demonstrado nas tabelas 8 e 9.

A distribuição granulométrica do compósito alumina/zircônia, Figura 18, apresenta comportamento bimodal, no entanto, para uma determinada faixa de tamanho foi observado uma ausência de partículas de tamanho intermediário, prevalecendo a presença de partículas pequenas e grandes. Isto indica que o material pode ter sido produzido através da combinação de dois materiais com distribuições granulométricas distintas e estreitas da alumina e zircônia. O tamanho das partículas de zircônia comercial são sub-micrométricos, pressupõem-se a partir deste fato, que a moda observada em dimensões inferiores a $1\mu\text{m}$ está relacionada às partículas de zircônia e a outra, com concentração em torno de $4\mu\text{m}$, está associada às partículas de alumina.

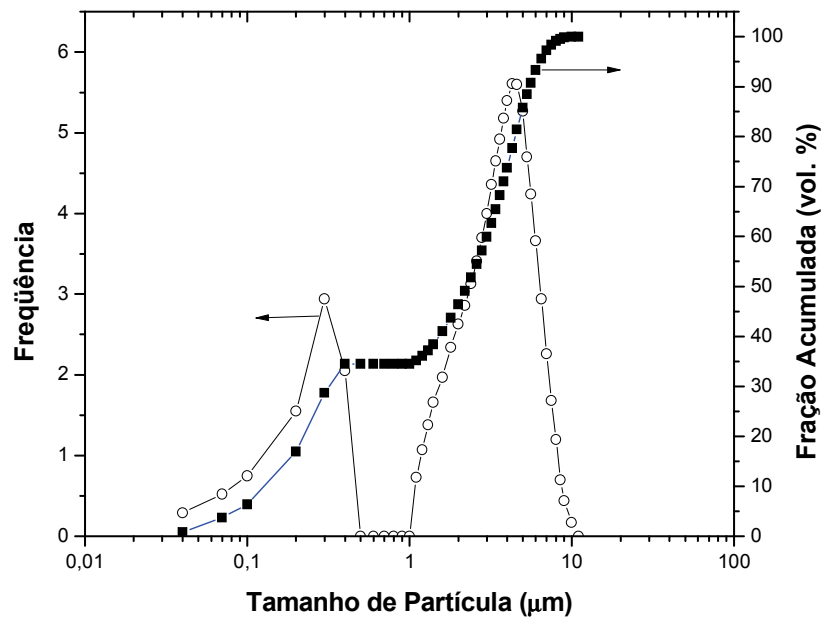


Figura 18: Distribuição granulométrica do compósito alumina/zircônia.

A Tabela 4 apresenta os valores dos diâmetros médios para 10, 50 e 90 % de volume acumulado. A alumina apresenta faixa de tamanho de partículas superior ao compósito alumina/zircônia e uma distribuição mais heterogênea e larga. Ponto importante, visto que o formato e a distribuição do tamanho das partículas atuam sobre o empacotamento, aumentando a superfície de contato, permitem maior aproximação com outras partículas, reduzem a probabilidade de defeitos e

conseqüentemente, melhoram as propriedades do material (HORNBERGER, VOLLMAN, THIEL, 1999).

Tabela 4: Diâmetros médio das partículas para 10, 50 e 90 % de volume acumulado.

Amostra	Médio (μm)	D ₁₀ (μm)	D ₅₀ (μm)	D ₉₀ (μm)
Alumina	4,8	0,79	3,45	10,36
Alumina/zircônia	2,49	0,13	2,26	5,50
Vidro de lantânio	62,55	5,39	50,84	135,76

Na distribuição granulométrica do vidro de lantânio, Figura 19, observa-se uma larga distribuição, contendo partículas com dimensões inferiores a 1 μm e partículas com dimensões próximas a 300 μm . Verifica-se uma concentração de partículas com dimensões em torno de 80 μm .

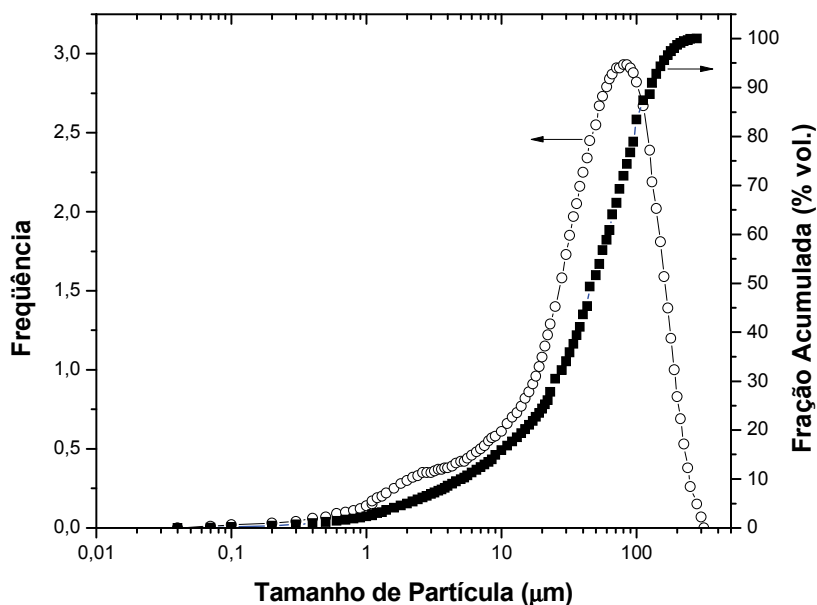


Figura 19: Distribuição granulométrica do vidro de Lantânio.

Alguns pesquisadores (DIEGO et al., 2007) tem ressaltado que, os vidros de infiltração apresentam partículas variando de 1 a 200 μm e que esta ampla

distribuição de tamanho de partículas dificulta a infiltração do vidro através da cerâmica pré-sinterizadas porosas. Esta característica também tem influência sobre um maior tempo de infiltração do vidro.

5.2 Caracterizações Protocolos Preliminares

5.2.1 Características físico-mecânicas

A Tabela 5 contempla um resumo dos resultados obtidos nos protocolos iniciais para definição de potência e tempo a serem aplicados na primeira e segunda queima. Com os resultados de resistência à flexão em três pontos e porosidade aparente das amostras de alumina submetidas à primeira queima em forno de micro-ondas, potência de 1,4kW durante 10, 15 e 20 minutos e em forno convencional ($T=1120^{\circ}\text{C}$), foram estabelecidos protocolos da infiltração vítrea na segunda queima com potência de 1,4kW por 10 e 20 minutos, conforme descrito na Tabela 5.

Tabela 5: Resistência à flexão (MPa) e porosidade aparente(%) de amostras de alumina submetidas a protocolos de primeira e segunda queima, com infiltração em todos os lados, em forno micro-ondas e forno convencional.

Primeira Queima			Infiltração vítrea		
Grupo	Resistência à Flexão (MPa)	Porosidade Aparente (%)	Grupo	Resistência à Flexão (MPa)	Porosidade Aparente (%)
Al 1,4/10	$3,3 \pm 0,8^a$	---	---	---	---
Al 1,4/15	$10,4 \pm 1,1^b$	---	---	---	---
Al 1,4/20	$44,3 \pm 5,2^c$	$20,8 \pm 0,5^e$	Al 1,4/10	$58,87 \pm 16,2^f$	---
			Al 1,4/20	$326,30 \pm 62,3^g$	$0,2 \pm 0,02$
Al F Conv	$34,1 \pm 3,4^d$	$21,3 \pm 0,6^e$	Al F Conv	$262,98 \pm 43,4^h$	$0,3 \pm 0,01$
Valor de P*	<0,001*	<0,001*		<0,001**	

*Teste Mann-Whitney: comparação dois a dois entre as médias de diferentes protocolos de primeira queima, diferentes letras sobrescritas representa diferença estatística.**Teste ANOVA: comparação entre médias dos protocolos de segunda queima.

Observa-se que, para a primeira queima em forno de micro-ondas, com o aumento do tempo houve uma melhora da resistência mecânica, estatisticamente significativa. Os valores de resistência a flexão observados para as amostras sem infiltração, apesar de baixos, estão de acordo com o esperado, pois se trata de uma estrutura porosa e, que poros são concentradores de tensão e reduzem a resistência mecânica, que será melhorada posteriormente após a infiltração do vidro (BOTINO,2006). No entanto, as amostras submetidas aos protocolos de 1,4kW por 10 e 15 minutos foram excluídas visto que a amostra deve apresentar resistência mecânica suficiente para ser submetida ao manuseio e as etapas posteriores de processamento.

Dessa forma, o protocolo de primeira queima de 1,4kW por 20 minutos foi escolhido, visto maior proximidade com os valores obtidos em forno convencional a 1120°C, alcançando-se porosidade similar, apesar de estatisticamente menor no forno micro-ondas. Provavelmente, o aquecimento volumétrico proporcionou uma intensificação das ligações, redução de área de superfície, e maior densificação (MENEZES, SOUTO, KIMINAMI, 2007b).

Após segunda queima, o valor encontrado para resistência à flexão nas amostras infiltradas durante 10 minutos foi de 58,87 MPa, comparando estes valores com os de resistência à flexão das amostras antes da infiltração, verificou-se um aumento de apenas 1,4 vezes. Provavelmente não foi atingindo uma temperatura suficiente para favorecer a fusão e infiltração do vidro.

Com o aumento do tempo para 20 minutos, a resistência mecânica atingiu valores na faixa 326,30 MPa, dentro do especificado pela norma (ISO 6872 de 300-600MPa), e porosidade mínima de 0,3%, com pasta vítrea aplicada em todos os lados do corpo de prova. O resultado foi ainda melhor que às amostras do forno convencional, conforme Tabela 5, sendo um indicativo que a temperatura e o tempo foram suficientes para infiltração do vidro.

5.2.2 Características micro-estruturais (MEV/EDS)

As micrografias referentes às amostras da segunda queima com aplicação da pasta vítrea de todos os lados, submetidas aos protocolos de potência de 1,4 kW por 10 e 20 minutos em forno micro-ondas e forno convencional, justificaram através da morfologia, as diferenças previamente observadas nas caracterizações físico-mecânicas apresentadas.

As Figuras 20 e 21 mostram a micrografia eletrônica e análise do espectro de fluorescência de raios X, EDS, da amostra de Vitro–Ceram Alumina submetida aos dois tratamentos (1ª queima e 2ª queima- infiltração) térmicos em forno micro-ondas, potência 1,4kW durante 10 minutos. A análise microestrutural confirmou que o vidro não fundiu, podendo-se observar a presença de partículas dispersas através da matriz de alumina, e presença apenas do pico do Alumínio (Al), na análise com EDS, pois na área analisada o vidro que não foi infiltrado, provavelmente foi removido no preparo e polimento da amostra.

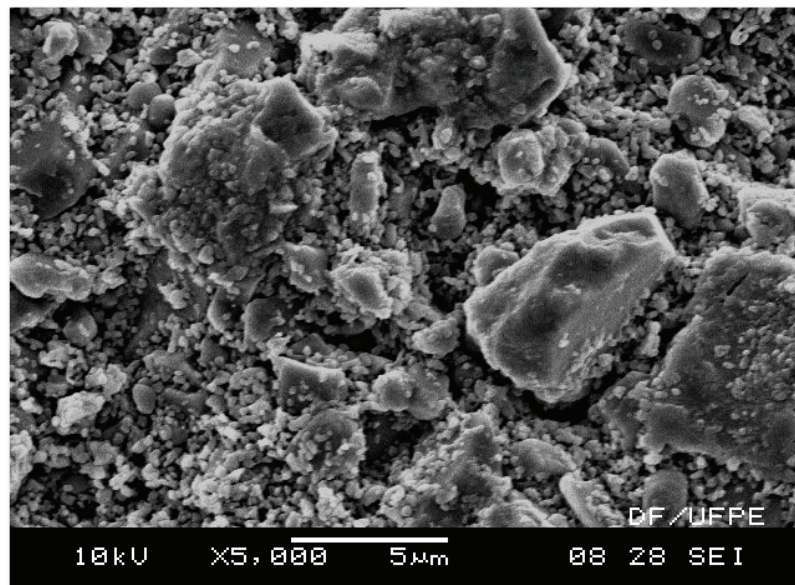


Figura 20: Micrografia eletrônica da amostra de alumina submetida à segunda queima com potência de 1,4kW durante 10 minutos.

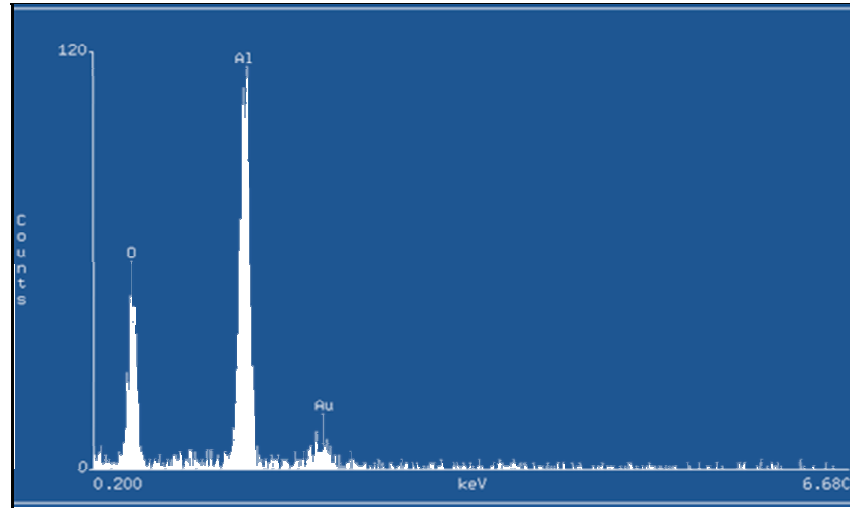


Figura 21: EDS da amostra de alumina submetida à segunda queima com potência de 1,4kW durante 10 minutos.

As Figuras 22 e 23 mostram a micrografia e análise de EDS da amostra de alumina submetida aos dois tratamentos (1ª queima e 2ª queima com infiltração) térmicos em forno micro-ondas com potência 1,4 kW durante 20 minutos. Pode-se observar a presença de uma fase contínua relacionado à fase vítrea ,com presença de grãos relacionados aos grãos de alumina, aspecto este diferente do apresentado para o tempo de 10 minutos de tratamento térmico.

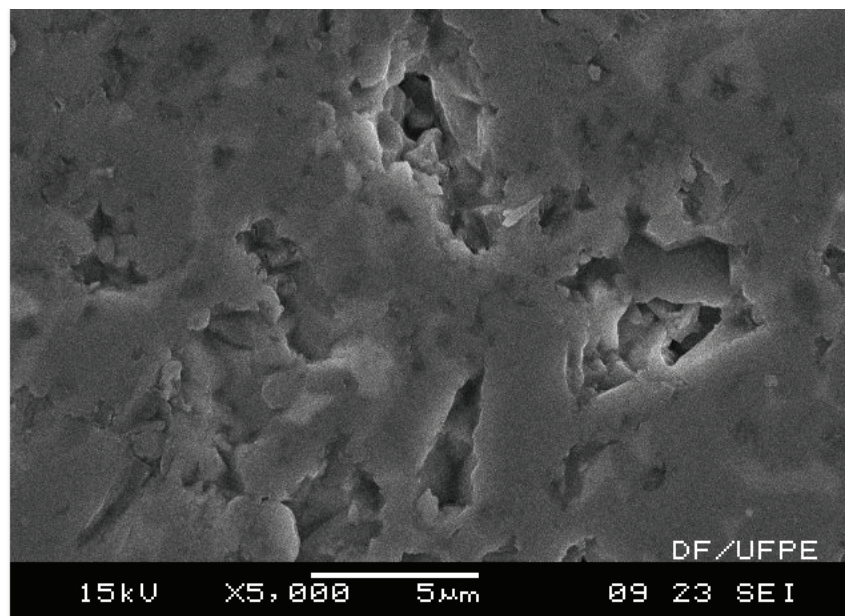


Figura 22: Micrografia eletrônica de amostra de alumina submetida à segunda queima com potência de 1,4kw durante 20 minutos.

Foi apresentado previamente, que com o aumento do tempo, uma maior temperatura deve ter sido alcançada, a qual favoreceu a formação da fase líquida do vidro que se difundiu sobre o substrato de alumina, preenchendo os poros. A morfologia foi confirmada pelo espectro de EDS que além do pico de Alumínio (Al) (associado à alumina), há também pico referente ao Lantânio e ao Silício, caracterizando a presença de fase vítrea (contendo silício e lantânio).

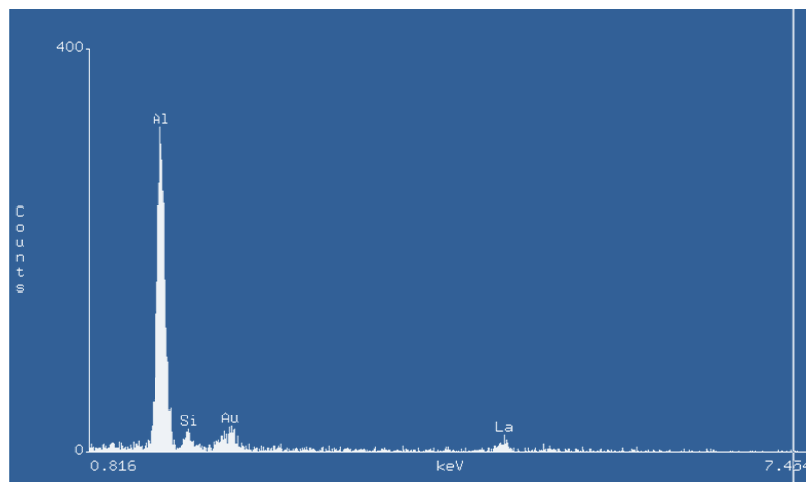


Figura 23: EDS de amostra de alumina submetida à segunda queima com potência de 1,4kw durante 20 minutos em micro-ondas.

As Figuras 24 e 25 apresentam a micrografia e análise EDS, respectivamente, da amostra de alumina submetida aos dois tratamentos térmicos (1ª e 2ª queima) em forno convencional, com microestrutura morfológica muito semelhante a apresentada na amostra de alumina de micro-ondas para o tempo de 20 minutos (Figura 24), além da confirmação da presença de picos de alumina, de lantânio e silício, através do espectro de EDS (Figura 25).

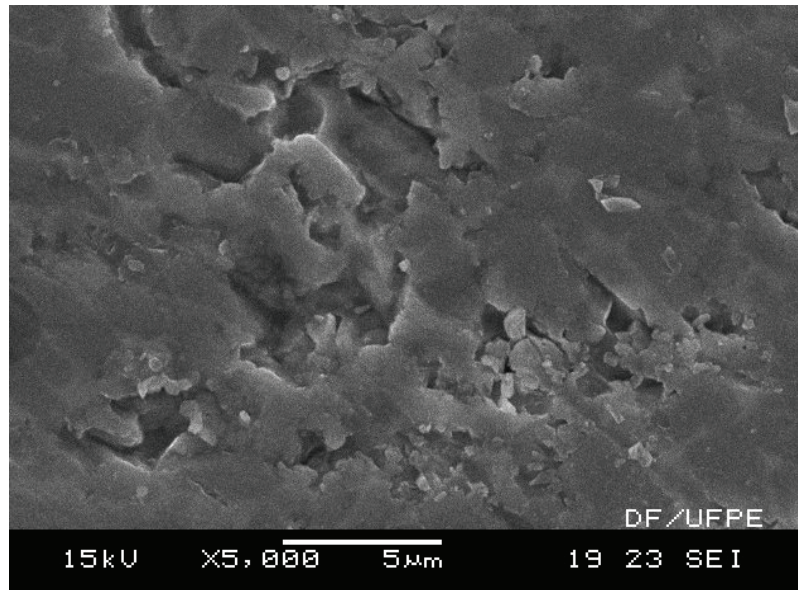


Figura 24: Micrografia eletrônica de uma amostra de Vitro- Ceram Alumina submetida aos tratamentos térmicos em forno convencional

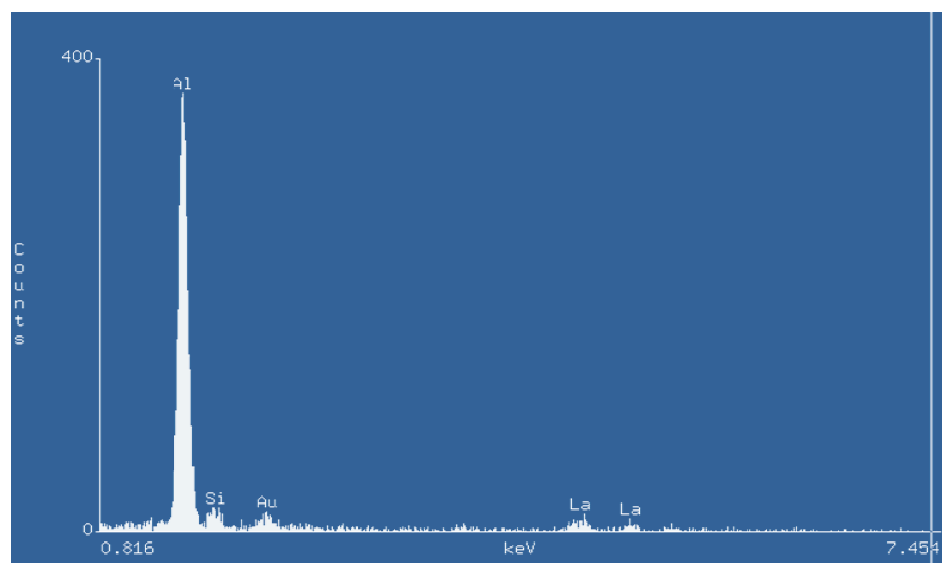


Figura 25: EDS da amostra de alumina submetida a tratamentos térmicos em forno convencional.

5.3 Caracterizações após Infiltração Vítrea

5.3.1 Caracterização físico-mecânica

Com base no protocolo de primeira queima estabelecido em 1,4kW por 20 minutos que proporcionou porosidade adequada para infiltração de vidro na segunda queima, confirmada pelos valores de resistência à flexão, porosidade reduzida e morfologia, foi estabelecida nova metodologia de aplicação da pasta vítrea, que permitiu correlacionar a quantidade de infiltração vítrea de acordo com o protocolo de potência e tempo, como será descrito neste tópico. Importante ainda ressaltar, que os protocolos estabelecidos para a alumina foram também aplicados para o compósito alumina/zircônia.

Através do cálculo da porosidade aparente antes e após infiltração vítrea aplicada em única face da amostra, foi possível demonstrar a redução da porosidade nos diferentes protocolos de tratamento térmico de segunda queima (1,4 kW – 20 min; 1,4 kW – 30 min; 1,6 kW – 20 min; 1,6 kW – 30 min), segundo descrito na Tabela 6.

Tabela 6: Porosidade aparente da amostra de alumina antes e após infiltração vítrea, redução percentual da porosidade (%), e densidade após infiltração vítrea g/cm³.

Grupos para infiltração	Porosidade sem vidro (%)	Porosidade com vidro infiltrado (%)	Redução da porosidade (%)	Densidade com vidro (g/cm³)
Al 1,4/20		15,6 ± 0,1 ^a	24,1%	3,2 ± 0,2
Al 1,4/30	Média	13,5 ± 0,1 ^b	34,3%	3,6 ± 0,1
Al 1,6/20	21,0 ± 0,5	11,6 ± 1,5 ^c	43,3%	3,5 ± 0,3
Al 1,6/30		8,5 ± 1,5 ^d	58,6%	3,6 ± 0,3
Al F Convencional	21,6 ± 0,4	9,0 ± 0,7 ^d	59,8%	3,7 ± 0,2
Valor de p	<0,001**	<0,001**		

**Teste ANOVA na média entre os grupos; Teste Tukey descrito entre letras sobrescritas.

Quanto à porosidade aparente após infiltração vítrea, observou-se uma diminuição significativa, visto que, em todos os protocolos parte dos poros foi infiltrada pelo vidro durante a segunda queima. A redução da porosidade em torno de 59%, tanto para o forno convencional como para o micro-ondas, no grupo de potência 1,6kW e 30 minutos, confirma a infiltração do vidro de forma similar, também estatisticamente significativa. Segundo Diego et.al., 2007, o menor coeficiente de expansão térmica do vidro, em relação às matrizes da alumina e compósito em torno de 10%, promove um campo de compressão em torno do contorno de grão, sendo por este mecanismo que a estrutura porosa de cerâmica infiltrada aumenta sua resistência mecânica.

A Tabela 7 apresenta os valores de porosidade e densidade aparente antes e após a infiltração vítrea do compósito alumina/zircônia, bem como a redução da porosidade com o tratamento térmico em forno convencional e em forno de micro-ondas, segundo os diferentes protocolos.

Tabela 7: Porosidade aparente do compósito alumina/zircônia antes e após infiltração vítrea, redução percentual da porosidade (%), e densidade após infiltração vítrea g/cm³.

Grupos para infiltração	Porosidade sem vidro 1^aqueima (%)	Porosidade com vidro Infiltrado (%)	Redução da porosidade (%)	Densidade com vidro (g/cm³)
Al Zr 1,4/20	24,1± 0,9**	21,0 ± 0,6 ^a	12,9%	3,2 ± 0,2
Al Zr 1,4/30		15,8 ± 1,1 ^b	34,6%	3,6 ± 0,1
Al Zr 1,6/20		18,6 ± 1,7 ^c	22,9%	3,5 ± 0,3
Al Zr 1,6/30		13,8 ± 0,8 ^d	42,8%	3,6 ± 0,3
Al Zr Convencional	24,1± 0,5	9,1 ± 1,3 ^e	62,2%	3,7 ± 0,2
Valor de p	,943*	<0,001*		

* Teste ANOVA na média entre os grupos; Teste Tukey descrito entre letras sobrescritas.

Os valores da porosidade do compósito alumina/zircônia após o primeiro tratamento térmico, em forno convencional e em micro-ondas, também estavam dentro da faixa adequada para a segunda queima de infiltração, com porosidade aparente em torno de 24,1, estabelecendo-se o protocolo de primeira queima de 1,4 kW por 20min. A porosidade com infiltração do vidro apresentou variação estatística de acordo com o protocolo de potencia e energia, no entanto nenhum dos grupos alcançou a redução de porosidade obtida através do forno convencional. Este resultado demonstra que o protocolo aparentemente satisfatório para a amostra de alumina não foi suficiente para permitir adequada penetração vítrea na estrutura do compósito alumina/zircônia.

Os valores de densidade encontrados nas amostras de alumina e de amostras do compósito alumina/zircônia sinterizadas em forno micro-ondas foram compatíveis entre os obtidos no forno convencional, e também similares aos encontrados por Della Bonna (2009), que são de 3,7 a 3,8 g/cm³ para as cerâmicas de alumina infiltradas, e 4,2g/cm³ para o compósito alumina/zircônia, valores próximos à densidade do esmalte dentário, que é de 2,9 a 3,0 g/cm³.

Após a obtenção dos valores de porosidade e densidade aparente das amostras infiltradas, potências de 1,4kW e 1,6 kW com tempos de 20 e 30 minutos em forno de micro-ondas e em forno convencional, e pasta vítrea aplicada em apenas um lado do corpo de prova, os valores de resistência à flexão confirmou a infiltração parcial dos poros existentes na microestrutura, conforme resultados da Tabela 8.

Tabela 8: Resistência à flexão de amostras de alumina infiltradas com vidro em apenas um lado, em forno convencional e forno micro-ondas com potencia 1,4kW e 1,6kW por 20 e 30 minutos.

Segunda queima	Média de Resistência à Flexão (MPa)	Redução da porosidade (%)
Al 1,4/20	25,76 ± 1,8 ^c	24,1%
Al 1,4/30	77,43 ± 4,6 ^b	34,3%
Al 1,6/20	133,35 ± 8,1 ^a	43,3%
Al 1,6/30	105,25 ± 6,9 ^{ab}	58,6%
Al F Convencional	112,84 ± 7,2 ^{ab}	59,8%
Valor de p	<0,001*	

* Teste ANOVA na média entre os grupos; Teste Tukey descrito entre letras sobrescritas.

Pode-se observar que os valores apresentados pelas amostras submetidas a tratamento térmico em forno de micro-ondas, aplicando a menor potência de 1,4 kW com tempos de 20 e 30min, foi inferior ao alcançado para as amostras tratadas em forno convencional. No entanto, com o aumento do tempo, e principalmente da potência para 1,6kW nos mesmos protocolos de tempo, os valores obtidos foram satisfatórios, o que sugere que a temperatura alcançada com o aumento da potência permitiu maior fundição e difusão do vidro entre os poros, compatíveis estatisticamente com os valores obtidos no protocolo do forno convencional.

A diferença das médias da resistência mecânica apresentados nas Tabelas 5 e 8, infiltração nos dois lados e em apenas um lado, respectivamente, é decorrente da metodologia de aplicação da pasta vítrea. Levando-se em conta os parâmetros metodológicos para comparação de resultados, os valores mais baixos de resistência à flexão no protocolo de potência 1,6 kW e tempo 30 minutos são iguais estatisticamente ao forno convencional. Ressaltando ainda, que a faixa estabelecida para cerâmicas utilizadas em prótese odontológica na região anterior, segundo a Norma ISO 6872, consiste nos seguintes valores mínimos de resistência à flexão: 100MPa para infraestrutura cerâmica, 55MPa para cerâmica de corpo (dentina) e 50MPa para cerâmica de cobertura (esmalte).

Verificou-se que o protocolo de potência 1,6kW e tempo 30 min, apresentou estrutura final com propriedades físico-mecânicas similares em relação às mesmas amostras sinterizadas em forno convencional, enfatizando ainda a redução do tempo de sinterização gasto em 80%, de 4h16 min para 50min, e redução do consumo de energia em 78,8%, de 5,9kWh para 1,26kWh, fatores estes que nos levam a sugerir este protocolo, como um provável substituto da sinterização convencional nestas mesmas condições de sinterização .

Quanto ao compósito alumina/zircônia, submetido ao mesmo protocolo de potência e tempo no forno micro-ondas, e em forno convencional segundo recomendações do fabricante, os valores de resistência à flexão e redução da porosidade das amostras infiltradas, com pasta vítrea aplicada em apenas um lado do corpo de prova, estão apresentados na Tabela 9.

Tabela 9: Resistência à flexão de amostras do compósito alumina/zircônia infiltradas com vidro em apenas um lado, em forno convencional e forno micro-ondas por 20 e 30 minutos.

Tempo de segunda queima	Média de Resistência à Flexão (MPa)	Redução da porosidade (%)
Al Zr 1,4/20	18,09 ± 2,3 ^c	12,9%
Al Zr 1,4/30	93,94 ± 5,6 ^b	34,6%
Al Zr 1,6/20	42,86 ± 3,4 ^c	22,9%
Al Zr 1,6/30	114,26 ± 7,4 ^b	42,8%
Al Zr F convencional	140,6 ± 9,8 ^a	66,3%
Valor de p	<0,001*	

* Teste ANOVA na média entre os grupos; Teste Tukey descrito entre letras sobrescritas.

Conforme demonstrado no resultado estatístico, a variação da potência não apresentou influência na resistência a flexão, visto que, ao aumentar a potência e manter o tempo de 20 ou 30 minutos, não foi verificada diferença estatística. O maior tempo de sinterização proporcionou melhores resultados de resistência à flexão, confirmado pelo teste Tukey. Apesar das diferenças estatísticas, o protocolo de 1,6kW por 30 minutos, apresentou porosidade e resistência a flexão mais próximas das estruturas sinterizadas em forno convencional, provavelmente devido ao longo tempo de sinterização exigido pela zircônia, em torno de 10h em forno elétrico.

Ao aplicar o teste de correlação de Pearson de forma geral, nos resultados de porosidade com vidro e resistência a flexão, foi observada alta correlação, visto que com a diminuição da porosidade, há o aumento significativo da resistência a flexão, tanto nas amostras de alumina, como no compósito alumina/zircônia.

5.3.2 Caracterização Macroestrutural

Através da análise da secção transversal polida das amostras de alumina infiltradas através da pasta vítrea aplicada apenas em uma das faces, foi possível diferenciar uma região infiltrada com vidro e uma região de substrato não infiltrado,

visto que a superfície da alumina vitrificada apresenta um brilho reflexivo característico.

A mensuração da penetração do vidro pode ser observada na secção transversal das amostras de alumina infiltradas em forno micro-ondas com potência de 1,4kW e tempos de 20 e 30 minutos, apresentadas na Figura 26, com espessura da camada vítrea, em torno de 0,37 e 0,35 mm, respectivamente.

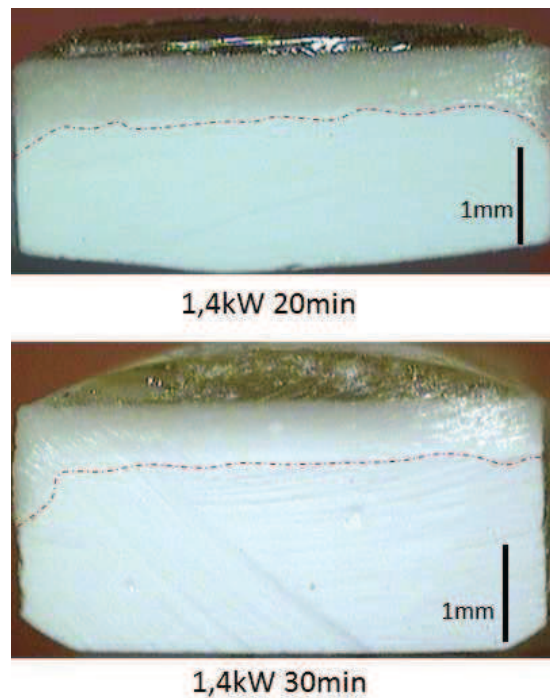


Figura 26: Secção transversal das amostras de alumina submetidas a 1,4 kW, com 20 e 30 minutos de aquecimento durante infiltração vítrea.

A menor infiltração vítrea pode estar relacionada com a maior viscosidade da fase líquida, devido ao grande tamanho médio das partículas do vidro, de como uma consequência da temperatura insuficiente para as condições ideais do processo de infiltração. Na região mais superficial observa-se o excesso da camada vítrea, em tonalidade amarelada, consequência comum neste tipo de processamento.

A Figura 27 apresenta a secção transversal das amostras de alumina submetidas a 1,6 kW, com 20 e 30 minutos em forno de micro-ondas, durante infiltração vítrea. As amostras submetidas à potência de 1,6 kW e 20min apresentaram uma camada de vidro distribuída de forma mais uniforme sobre a superfície do substrato de alumina, com penetração média de 0,7mm, o dobro

apresentado pelos grupos 1,4 kW com 20 e 30 minutos. O resultado aparentemente confirma a necessidade da aplicação de uma maior potência para se alcançar temperaturas mais altas.

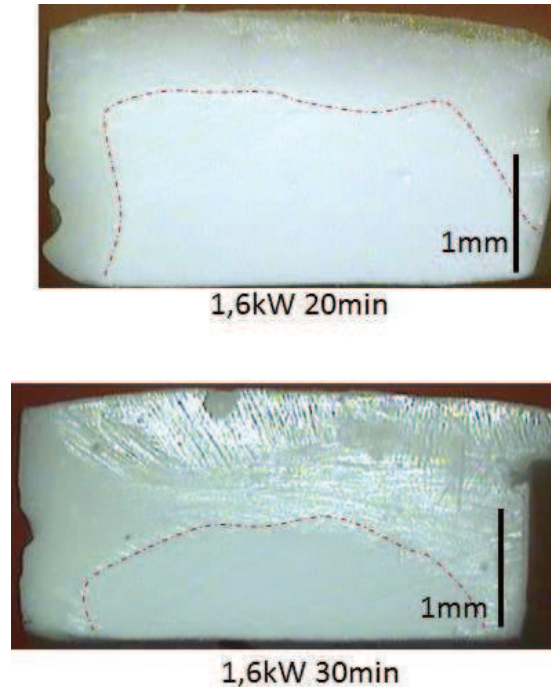


Figura 27: Secção transversal das amostras de alumina submetidas a 1,6 kW, com 20 e 30 min durante infiltração vítrea.

Aumentando-se o tempo de 20 para 30 minutos, na potência de 1,6kW, observou-se infiltração superior a 1mm, similar a observada na secção transversal de uma amostra de alumina submetida à infiltração em forno convencional, como demonstrado na Figura 28.

A mensuração da infiltração vítrea nas amostras submetidas ao protocolo de 1,6kW por 20 e 30 minutos sugere que a temperatura alcançada, reduziu a viscosidade da fase líquida do vidro, facilitando sua infiltração, obtendo-se valores que condizem com a infiltração convencional recomendada para coroas metal-free, que apresentam a espessura de 0,5 mm nas paredes proximais e 0,7 a 1 mm na parede oclusal (DIEGO et al., 2007).

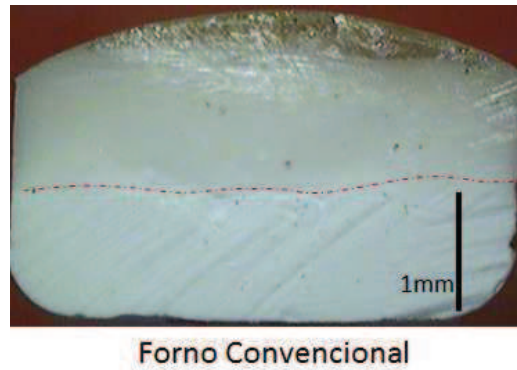


Figura 28: Secção transversal da amostra de alumina submetida a protocolo de forno convencional durante infiltração vítrea.

A superfície polida observada opticamente foi quantitativamente analisada quanto à microdureza, confirmando que a região com brilho característica representava uma área de infiltração vítrea na amostra. A Tabela 10 apresenta os valores da espessura de camada vítrea mensurada e a microdureza quantitativa nessas áreas. Pode-se observar que os valores de microdureza das amostras submetidas a tratamento térmico em micro-ondas foram aproximados.

Tabela 10: Espessura e microdureza da camada vítrea linear, das amostras de alumina após infiltração vítrea, sinterizadas em forno convencional e em forno micro-ondas.

Grupos	Espessura da camada vítrea (mm)	Microdureza Média (HV)
Al 1,4/20	0,31 ± 0,07	983,4 ± 75,2
Al 1,4/30	0,36 ± 0,03	1013,8 ± 45,2
Al 1,6/20	0,69 ± 0,12	1017,8 ± 103,9
Al 1,6/30	1,22 ± 0,27	1030,1 ± 79,5
Al F convencional	1,03 ± 0,05	1168,9 ± 159,8

Na etapa de infiltração, a maior viscosidade da fase vítrea, proporciona melhor espalhamento na superfície sólida, preenchimento dos poros e o líquido atua como um ligante para as partículas cerâmicas, reduzindo a quantidade de defeitos. Os valores alcançados foram próximos aos obtidos em trabalho realizado por

Figueiredo Filho (2012), que foram de 1135MPa para a cerâmica infiltrada Alglass e 1210MPa para o In-Ceram alumina.

A mensuração da espessura da camada vítrea na secção transversal das amostras do compósito alumina/zircônia infiltradas em forno micro-ondas demonstraram que a potência de 1,4kW associada ao tempo de 20 minutos não promoveu penetração vítrea mensurável, em algumas amostras percebendo-se um máximo de 0,03mm, como demonstrado na Figura 29. Diferente do observado no mesmo protocolo para a amostra de alumina (Figura 26) que apresentou penetração em torno de 0,37mm.

Ao aumentar o tempo de sinterização de 20 para 30 minutos, na potência de 1,4kW, observou-se um aumento de penetração dez vezes maior, em torno de 0,34 mm, similar a penetração obtida nos corpos de prova de alumina no mesmo protocolo (Figura 29).

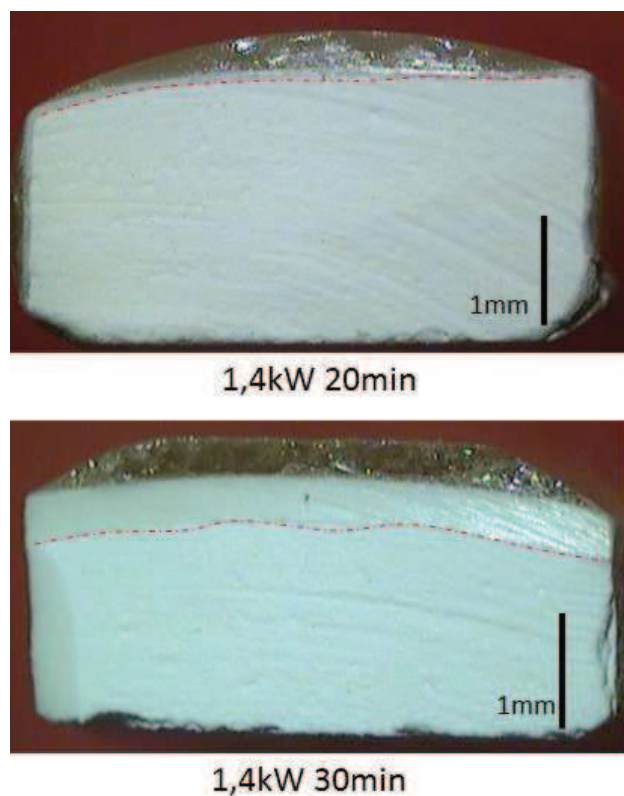


Figura 29: Secção transversal das amostras do compósito alumina/zircônia submetidas a 1,4 kW, com 20 e 30 minutos de aquecimento durante infiltração vítrea.

As amostras submetidas à potência de 1,6 kW e 20min apresentaram penetração média de 0,13mm, bem inferior ao resultado obtido pelo grupo 1,4 kW com 30 minutos. O resultado aparentemente confirma a necessidade do maior

tempo para se alcançar temperaturas mais altas para o compósito alumina/zircônia, característica confirmada estatisticamente através dos valores de resistência a flexão.

Aumentando-se o tempo de 20 para 30 minutos, com a potência de 1,6 kW, observou-se infiltração em torno de 0,44 mm, o que comprova a importância do maior tempo para infiltração da pasta vítrea no substrato do compósito alumina/zircônia, observado na Figura 30.

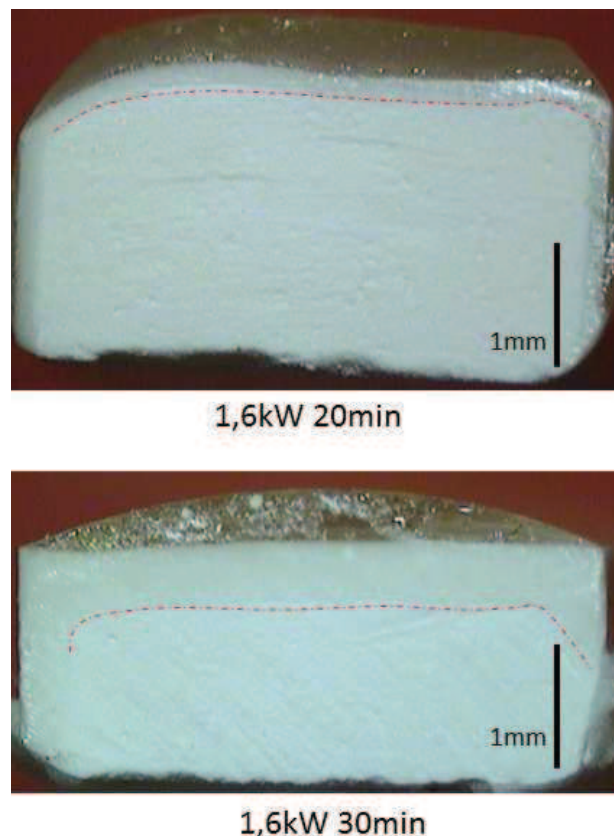


Figura 30: Secção transversal das amostras do compósito alumina/zircônia submetidas a 1,6 kW, com 20 e 30 minutos de aquecimento durante infiltração vítrea.

Comparando a espessura da camada de infiltração do vidro em forno convencional, observa-se que o protocolo de 1,6kW/30min não foi suficiente para proporcionar uma infiltração do vidro no compósito alumina/zircônia similar ao forno convencional, que apresentou penetração em torno de 1,0mm, como observado na Figura 31. Essa diferença mensurada também foi observada no teste estatístico de resistência a flexão.

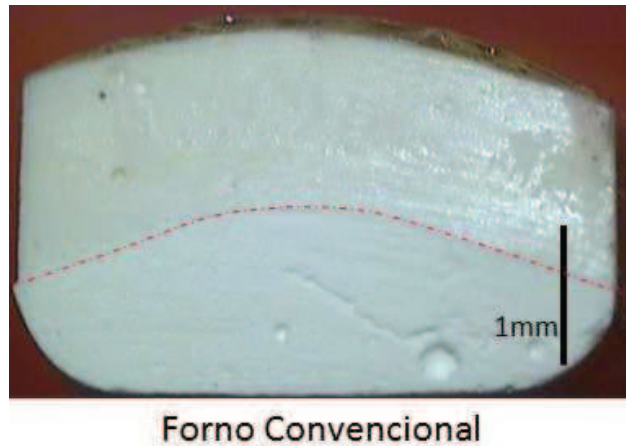


Figura 31: Secção transversal da amostra do compósito alumina/zircônia submetida a protocolo de forno convencional durante infiltração vítrea.

A Tabela 11 apresenta os valores da espessura de camada vítrea mensurada e da microdureza qualitativa nessas áreas. Pode-se observar que os valores de microdureza das amostras submetidas a tratamento térmico em micro-ondas foram próximos, com valor médio de 960HV.

Tabela 11: Microdureza das amostras do compósito alumina/zircônia após infiltração vítrea e espessura de camada vítrea linear, medidas realizadas em três pontos para cada amostra.

Grupos	Espessura da camada vítrea (mm)	Microdureza Média (HV)
Al Zr F Convencional	1,21 ± 0,05	1025,5 ± 47,3
Al Zr 1,4/20	0,06 ± 0,009	---
Al Zr 1,4/30	0,35 ± 0,04	947,2 ± 52,2
Al Zr 1,6/20	0,13 ± 0,02	970,6 ± 80,1
Al Zr 1,6/30	0,42 ± 0,05	950,8 ± 86,9

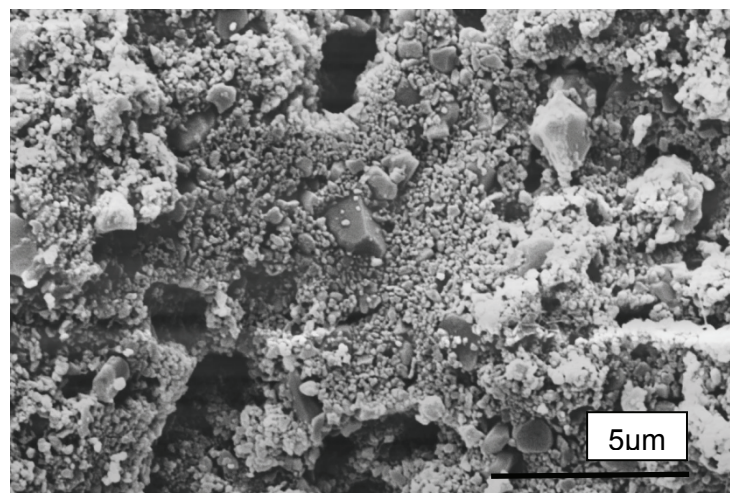
Os valores inferiores de infiltração e resistência a flexão obtidos para o compósito alumina/zircônia, podem estar relacionados a presença de poros com menores dimensões ou uma distribuição de tamanho de poros mais estreita no

corpo sinterizado. Poros menores irão requerer maior tempo para a infiltração do vidro em virtude da necessidade da total fusão das partículas e diminuição da sua viscosidade até o ponto de poder ser atraída e penetrar em toda a estrutura por capilaridade aos poros pequenos. Já um material com poros maiores terá o fluxo de vidro (viscoso) facilitado no seu interior, não requerendo tempos tão longos para a infiltração com micro-ondas. Deve-se destacar que o ciclo de queima convencional para infiltração com compósito alumina/zircônia é muito longo, o que pode minimizar o efeito de presença de poros com menores dimensões, observando-se comportamento de infiltração semelhante em sistemas com poros “grandes” e com poros “pequenos”.

5.3.3 Caracterização Microestrutural

Com base no resultado positivo da caracterização macroscópica e mecânica, amostras submetidas aos protocolos de tratamento térmico de 1,6kW por 20 e 30 minutos em forno micro-ondas, bem como amostras do forno convencional, foram metalizadas para análise detalhada por eletrão secundário da microestrutura na região não infiltrada.

A Figura 32 apresenta as micrografias da superfície na região não infiltrada por vidro, das amostras de alumina, submetidas a tratamento térmico em fornos convencional (a) e de micro-ondas 1,6kW/20min (b) 1,6kW/30min (c).



(a)

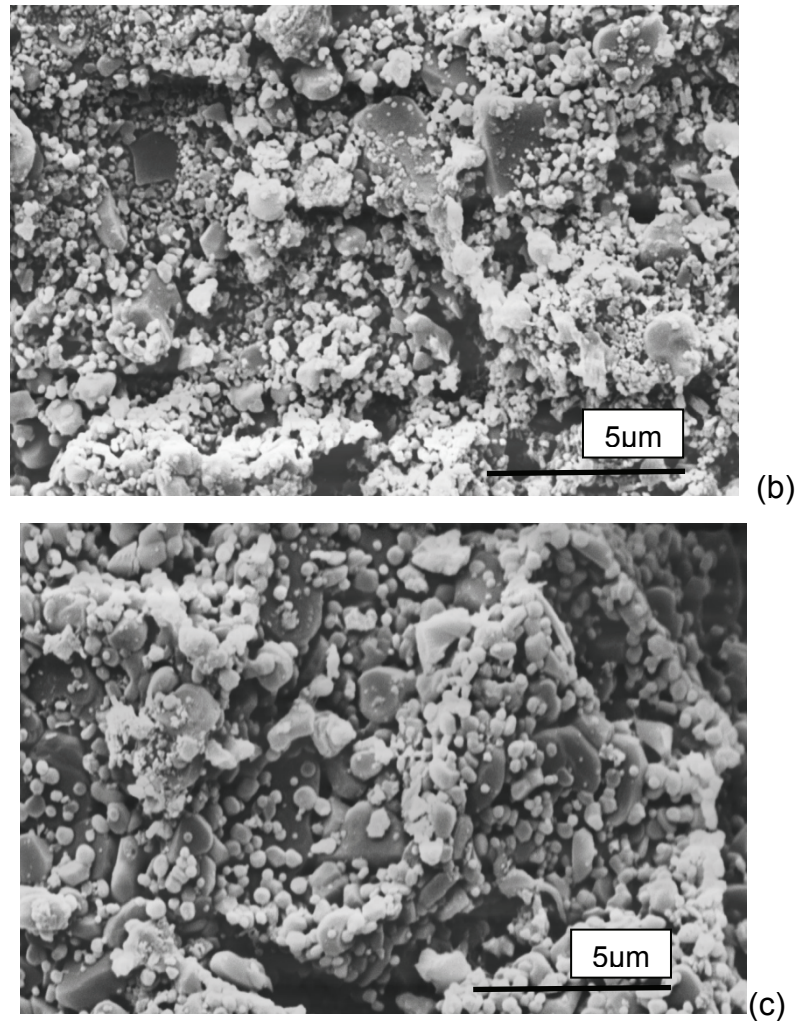


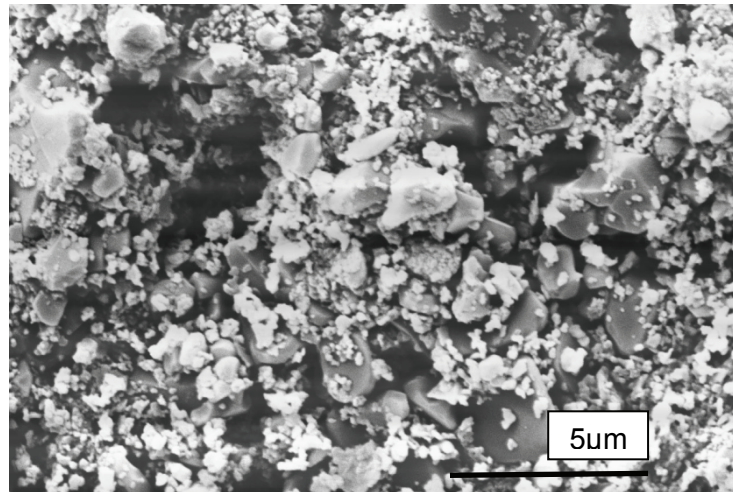
Figura 32: Micrografias da superfície, região sem vidro, das amostras obtidas com alumina, submetidas a tratamento térmico em fornos convencional(a) e de micro-ondas 1,6 kW /20min (b) e 1,6 kW /30min (c).

Pode-se observar que as microestruturas das amostras sinterizadas em forno convencional apresentam grãos de alumina com tamanhos bastante heterogêneos e nas micrografias das amostras sinterizadas em micro-ondas primeira queima (1,4kW/20min) e segunda queima (1,6 kW /20min e 30min), apresentam grãos de alumina com aspecto similar, entretanto, aumentando o tempo de 2^a queima, observa-se uma microestrutura mais homogênea ainda, com grãos de tamanho médio maior e morfologia mais uniforme. Esses aspectos microestruturais podem ter favorecido aos melhores resultados de propriedades mecânicas das amostras .

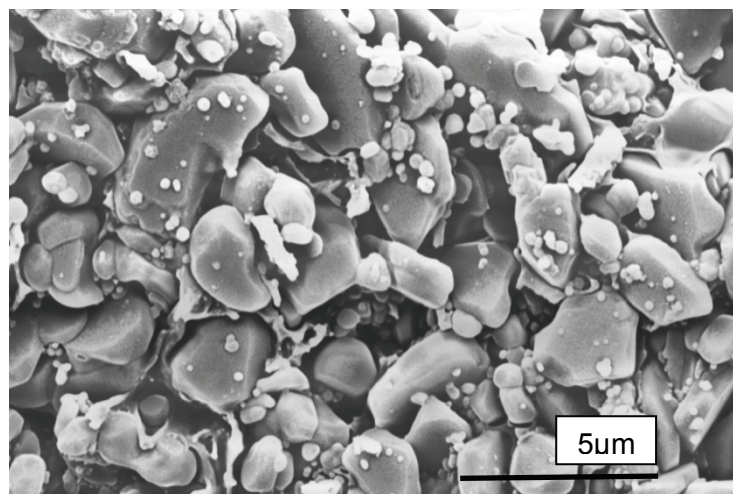
A presença de grãos de tamanho mais uniforme pode ter sido favorecida pela sinterização híbrida em micro-ondas, que proporciona uma estrutura mais

homogênea, devido ao aquecimento volumétrico, fator observado também em pesquisas realizadas por CHARMOND, CARRY E BOUVARD (2010).

Da mesma forma, amostras do compósito alumina/zircônia, submetidas a tratamento térmico em fornos convencionais (a) e de micro-ondas -1,6 kW /30min (b), foram analisadas na região sem vidro, como observado na Figura 33.



(a)



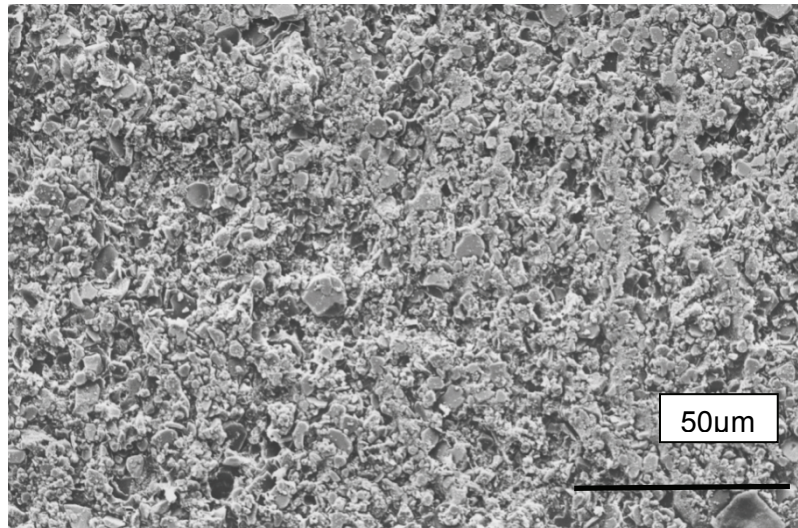
(b)

Figura 33: Micrografias da superfície, região sem vidro, das amostras obtidas com o compósito alumina/zircônia, submetidas a tratamento térmico em fornos convencionais(a) e de micro-ondas 1,6 kW /30min (b).

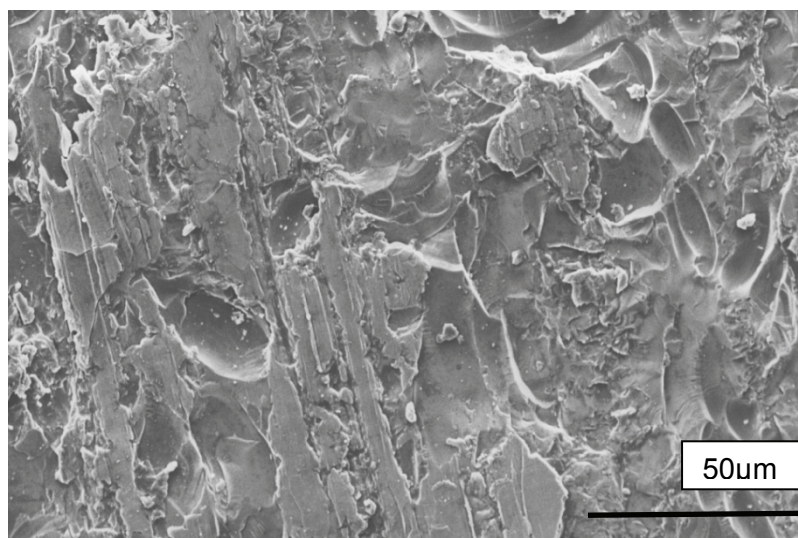
Nas micrografias do compósito alumina/zircônia é possível observar na amostra sinterizada a presença de agregado de alumina e de zircônia. Os maiores

aglomerados, provavelmente relacionados a alumina têm tamanhos heterogêneos e os menores (zircônia) são mais uniformes e estão homogeneamente distribuídos na estrutura. Na amostra sinterizada em forno de micro-ondas com potência 1,6 kW por 30min, observa-se a presença de aglomerados grandes e pequenos, característicos de uma distribuição bimodal, como foi observado ainda na caracterização dos pós antes da sinterização.

Nas amostras do compósito alumina/zircônia, as micrografias da superfície, região sem vidro (a) e com vidro (b), submetida a tratamento térmico em forno de micro-ondas (1,6 kW/30min), foram observadas comparativamente, verificando-se maior homogeneidade na região infiltrada, provavelmente relacionado a presença de fase vítrea no seio da estrutura de grãos de alumina e zircônia (Figura 34).



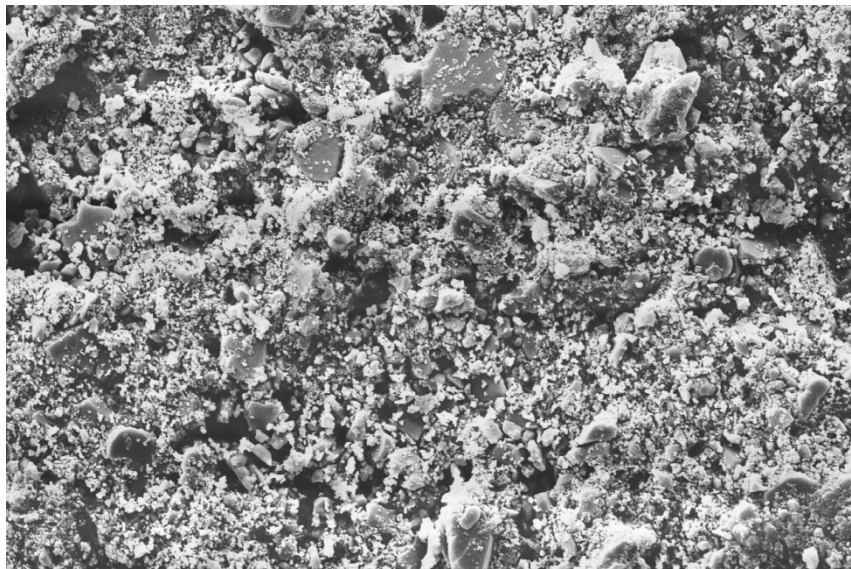
(a)



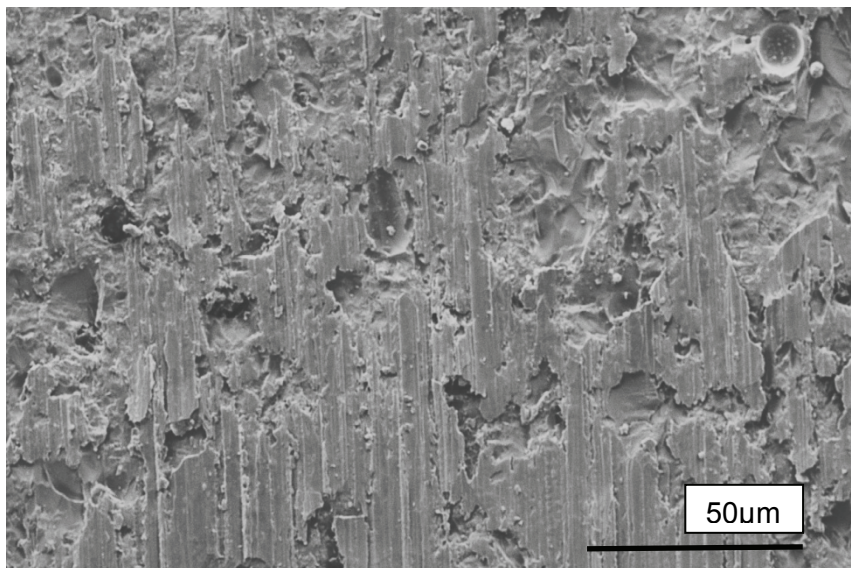
(b)

Figura 34: Micrografias da superfície (região sem vidro (a) e com vidro (b) das amostras obtidas com o sistema alumina/zircônia, submetidas a tratamento térmico em forno de micro-ondas (1,6 kW/30min).

Ao compararmos a estrutura microestrutural das amostras sinterizadas em forno de micro-ondas Figuras 34a e 34b, com as amostras sinterizadas em forno convencional Figuras 35a e 35b. Pode-se observar aspectos muito semelhantes aos verificados para as amostras tratadas em forno de micro-ondas, sendo este um resultado importante, pois os tratamentos térmicos foram reduzidos em 8 horas, o que favorece ao menor consumo de energia.



(a)



(b)

Figura 35: Micrografias da superfície (região sem vidro (a) e com vidro (b)) das amostras obtidas com o sistema alumina/zircônia, submetidas a tratamento térmico em forno convencional.

6 CONCLUSÃO

Com base nos resultados, pode-se concluir que:

- ✓ A caracterização granulométrica dos pós demonstrou partículas de alumina com diâmetro médio superior ao compósito alumina/zircônia, além de distribuição granulométrica trimodal e bimodal, respectivamente.
- ✓ A sinterização utilizando energia de micro-ondas possibilita em curtos ciclos de queima obter corpos cerâmicos com porosidade aparente adequada para o processo de infiltração com pasta vítrea.
- ✓ Os resultados demonstraram que a diminuição da porosidade aparente após infiltração vítrea tem correlação com o aumento da resistência a flexão, também verificado nas amostras com infiltração de todos os lados.
- ✓ No tratamento térmico em micro-ondas a variação do tempo foi determinante para a infiltração do vidro no substrato do compósito alumina/zircônia, e insuficiente, visto que não foram obtidas amostras com propriedades similares as produzidas em forno convencional.
- ✓ As amostras de alumina sinterizadas com protocolo de 1,6kW por 30 minutos com energia de micro-ondas apresentaram valores de resistência a flexão e porosidade semelhantes às amostras sinterizadas em forno convencional, estabelecendo-se assim uma sugestão de protocolo para Vitro-Ceram Alumina.

Portanto, a partir das conclusões supracitadas, pode-se verificar que a energia de micro-ondas é promissora no processamento de materiais cerâmicos, reduzindo de forma significativa o tempo de queima, e com os resultados alcançados neste trabalho, comprovou-se a viabilidade também no tratamento térmico de cerâmicas odontológicas de infraestrutura infiltradas.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Diante das conclusões obtidas no estudo da infiltração do vidro através das micro-ondas nos corpos porosos de Vitro-Ceram Alumina e do sistema In-Ceram Zircônia, sugere-se:

- 1 - Avaliar tamanhos de poros e conexão entre eles, através de caracterizações por MEV e porosimetria através do mercúrio, nas amostras porosas.
- 2 - Promover menor tamanho médio das partículas do vidro de Lantânio, a fim de reduzir o tempo e a temperatura necessária para fusão do vidro e consequente penetração e preenchimento dos poros.
- 3 - Reproduzir o protocolo 1,6kW 30min de infiltração vítrea em amostras de Vitro-Ceram Alumina, aplicando-se vidro em todos os lados, a fim de obter propriedades mecânicas ideais.
- 4 - Aumentar o tempo de sinterização de amostras do In-Ceram Zircônia, buscando um tempo suficiente para alcançar penetração do vidro na estrutura.
- 5 – Fazer teste de escorrimento do vidro, como se faz para vidrados, Forno convencional/ Forno micro-ondas, para se determinar o tempo ideal em forno de micro-ondas ,que seja compatível com o forno convencional.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGRAWAL, D. K. Microwave processing of ceramics. *Current Opinion on Sol. Annual Reviews Materials Science.*, v. 5, n. 5, p. 480-485, 1998.

AGRAWAL, D., CHENG, J., PEELAMEDU, R., ROY, R. Microwave processing of ceramics and metallic materials: developments at Penn State, In: **Current Advances in Materials and Processes**, v. 17, n.4, p. 670, 2004.

ALMAZDI, A. A.; KHAJAH H.M.; MONACO, E. A. JR.; KIM, HYEONGIL. Applying microwave technology to sintering dental zirconia. *Journal of Prosthetic Dentistry.*; v 108: p.304-309, 2012.

ANUSAVICE, K. J. *Phillips' Science of Dental Materials*. Editora Elsevier Health Sciences, 11ª Edição, 2003.

ANUSAVICE, K. J. **Materiais Dentários**. Editora Guanabara Koogan 12ª Edição, cap. 26, 2005.

BINNER, J., K. ANNAPOORANI. Dense nanostructured zirconia by two stage conventional/hybrid microwave sintering. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 28, p. 973-977, 2008.

BOTTINO, M.A. **Estética em Reabilitação Oral Metal Free**. São Paulo: Artes Médicas, p. 496, 2002.

BOTTINO, M. A.; FARIA, R.; BUSO, L. Sistema In-Ceram na Atualidade. In: DIB, L. L.; SADDY, M. S. (coord.) **Atualização Clínica em Odontologia**. São Paulo: Artes Médicas, v. 3, cap. 18, 2006.

BROSNAN, K.H., MESSING, G.L., AGRAWAL, D.K. Microwave sintering of alumina at 2.45 GHz. **Journal of the American Ceramic Society.**, v.86, p.1307-1312, 2003.

CAMPOS, SD de; CAMPOS, E Ade; FAVRETO, WAJ; CARNEIRO, LB; PAZINATTO, J. Estudo da bioatividade de materiais constituídos por Na₂O-CaO-P₂O₅-SiO₂: Influência da adição dos óxidos de zircônio e de titânio. **Orbital, the Eletronic Journal of Chemistry** –www.orbital.ufms.br - v. 3, n. 4, out./dez. 2011.

CHARMOND, S., CARRY, C.P., BOUVARD, D. Densification and microstructure evolution of Y-Tetragonal Zirconia Polycrystal powder during direct and hybrid microwave sintering in a single-mode cavity. **European Ceramic Society**, v. 30, n. 6, p. 21-1211, 2010.

CHENG, K.H., CHAI, J., TAKAHASHI, Y., WOSNIA, K.W. Flexural strength of In-ceram alumina and In-Ceram Zirconia core materials INT. **Journal Prosthodontics**. v.15, n.2, p.8-183, 2002.

CHEVALIER, J. What future for zirconia as a biomaterial? **Biomaterials**. p 535-543, 2006.

CHINELATTO, A.S.A., PALLONE, E., TROMBINE, V., TOMASI, R. Influence of the heating curve control on sintering of the ultra fine alumina powders obtained by high-energy milling. In: Proceedings of Fourth International Latin American Conference on Powder Technology, Guaruja, Brazil, p. 451–459. 2003.

CLARK, E.C., SUTTON, W. H. Microwave processing of materials. **Annual Review Materials Science**, v. 26, p. 299 – 331, 1996.

CONCEIÇÃO, E.N. **Restaurações Estéticas: compósitos, cerâmicas e implantes**. 1° ed. São Paulo: Ed. Artmed. Cap. 8, p. 198-217, 2005.

COSME, D.C., BALDISSEROTTO, S.M., CANABARRO, S.A., SHINKAI, R.S. Bruxism and voluntary maximal bite force in young dentate adults. **Journal of Prosthetic Dentistry**. V.18, n.4, 2005.

DELLA BONA, A, MECHOLSKY JR, J J., BARRETT, A A, GRIGGS, J A. Characterization of glass-infiltrated alumina-based ceramics. *Academia de Materiais Dentários*, 2008.

DELLA BONA, A. **Adesão às Cerâmicas: Evidências Científicas para o uso Clínico**. São Paulo: Artes Médicas, Cap.1 - p5-15, Cap.3 - p46-71, 2009.

DENRY, I.L., MACKERT, J.R., HOLLOWAY, J.A., ROSENTIEL, S.F. Effect of cubicleucite Stabilization on the flexural strength of feldspatic dental porcelain. **Journal of Dental Research**. v. 75, n.12, p-35; 1996.

DENRY, I.L., HOLLOWAY, J. Ceramics for dental applications: a review. **Materials**. v.13, p. 68-351, 2010.

DIEGO, A.A., SANTOS, C., LANDIM, K.T., BOTTINO, M.A., ELIAS, C.N. Efeito do tratamento térmico pós-infiltração nas propriedades de Cerâmicas dentárias do sistema InCeram. **51º Congresso Brasileiro de Cerâmica**. Jun 2007.

DUARTE, D. G. **Síntese e processamento de compósitos à base de alumina e zircônia com infiltração de fase vítrea para aplicações odontológicas** (Dissertação). Instituto de pesquisas energéticas e nucleares, São Paulo, 2009.

FERNANDES NETO, A. J. e SIMAMOTO JUNIOR P. C., **Cerâmica Odontológica**. Disponível em <http://www.fo.ufu.br/downloads/PorOdo.pdf>, Acesso em: 12 de agosto de 2009.

FIGUEIREDO FILHO, B P de. Análise da resistência flexural e microdureza de dois sistemas de cerâmica aluminizada infiltrada por vidro. **Revista brasileira de odontologia**, Rio de Janeiro, v. 69, n. 2, p. 148-53, jul./dez. 2012.

FLIFLET, A.W., BRUCE, R. W., FISCHER, R. P., LEWIS, D., KURIHARA, L. K., BENDER, B. A., CHOW, G. M., RAYNE, R. J. A study of millimeter-wave sintering of fine-grained alumina compacts. **Transactions on Plasma Science**. v. 28, p. 3-924, 2000.

GOMES, E.A., ASSUNÇÃO, W.G.; ROCHA, E.P., SANTOS, P.H. Cerâmicas odontológicas: O estado atual. **Cerâmica**, v. 54, p. 319-325, 2008.

HELMUS, M N, TWEDEN, K. Materials Selection, In: **Encyclopedic Handbook of Biomaterials and Bioengineering**, Part A, v. 1, p. 27-59, 1995.

HORNBERGER, H., VOLLMAN, M., THIEL, N. Vita In-Ceram Zirconia. Vita Zahnfabrick Scientific Information Paper. **Implantes**. 1^o ed. São Paulo: Ed. Artmed; 1999.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, Dental Ceramic ISO Standard, 6872. Geneva: ISO, 1985.

JONES, D.W., WILSON, H.J. Some properties of dental ceramics. **Journal of Oral Rehabilitation**., v. 2, p. 379-396, 1975.

JONES, D.W. Development of dental ceramics: an historical perspective. **Dental Clinics of North America**., v. 29, p. 621-644, 1985.

KAMPE, T.; G. E. CARLSSON, H. HANNERZ, T. HARALDSON. Three-year longitudinal study of mandibular dysfunction in Young adults with intact and restored dentitions. **Acta Odontologica Scandinavica**. v. 45(1), p.25-30; 1987.

KEYSON, D., LONGO E., VASCONCELOS, J. S., VARELA, J.A., ÉBER, S., DERMADEROSIAN, A. Síntese e processamento de cerâmicas em forno de micro-ondas doméstico. **Cerâmica**. p. 52-50-56, 2006.

KIM HYEONGIL, SONI PRASAD, ROBERT DUNFORD AND EDWARD A., Strength properties of preceramic brazed joints of a gold-palladium alloy with a microwave-assisted oven and gas/oxygen torch technique, **Journal Prosthetic Dental** ,p.1-7, 2014.

KINA, S. et al. Laminados Cerâmicos. In: MIYASHITA, E.; FONSECA, A.S. **Odontologia estética: o estado da arte**. 1^a ed. São Paulo: Artes Médicas, p.181-202, 2005.

KINGSTON, H. M., JASSIE, L. B. Introduction to microwave sample preparation theory and practice. Washington: ACS, **Professional Reference Book**, Washington, 1988.

LA CROIX, S.P., JOÃO, M., NÓBREGA, M.C. **Prensagem uniaxial de cerâmica dental**. Artigo resumido da Tese de Mestrado (COPPE-UFRJ), p. 22. 1998.

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

- MACCULOCH, W. T. Advances in dental ceramics. **British Dental Journal.**; v. 124. N. 8, p. 361-365, 1968.
- MARCOS, P.J.B., CASTRO, R.H.R., GOUVÊA D. Estudos de Suspensões de Zircônia e Magnésia em Etanol. **Cerâmica**, v.47, n.304, 2001.
- MARINIS, A., AQUILINO, STEVEN A, LUND, PS., GRATTON, DG., STANFORD, C M., DIAZ-ARNOLD, A M., QIAN, F. Fracture toughness of yt tria-stabilized zirconia sintered in conventional and microwaves ovens. **Journal of Prosthetic Dentistry.**,v. 109, p.165-171, 2013.
- MARTINS, L.M et al. Comportamento biomecânico das cerâmicas odontológicas: revisão. **Cerâmica**. São Paulo, v. 56, n. 338, June 2010.
- MCLEAN, J.W., HUGHES, T.H. The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides. **British Dental Journal**. v.119, n. 6, p.251-67, 1965.
- MCLEAN, J.W., Odont D. Evolution of dental ceramics in twentieth century. **Journal of Prosthetic Dentistry**. v.85, p. 61-6, 2001.
- MENEZES, R.R.; SOUTO, P.M.; KIMINAMI, R.H.G.A. Microwave sintering of ceramics. Part I: Fundamental aspects. **Cerâmica**, v. 53, p. 1-10, 2007a.
- MENEZES, R.R., SOUTO, P.M., KIMINAMI, R. H. G. A. Microwave sintering of ceramics. Part III: Sintering of zirconia, mullite and alumina. **Cerâmica**, v. 53, p. 218-226, 2007b.
- MENEZES, R.R.; KIMINAMI, R.H.G.A. Microwave sintering of alumina–zircônia nanocomposites. **Journal of Material Processing Technology**. v.203, p. 513–517, 2008.
- MIRANDA, C.C. - Coroas metalo-cerâmicas x Ceramo-cerâmicas. **Anais**. IN: 16^o CONCLAVE INTERNACIONAL DE CAMPINAS. ISSN 1678-1899. n. 115 - Março/Abril, 2005.
- MITOV, G.; LOHBAUER, M. A., RABBO, A. PETSCHERT, P.POSPIECH. Investigations of subcritical crack propagation of the Empress 2 all-ceramic system. **Dentistry Material.**, v. 2, p. 267, 2008.
- MORENA, R.; BEAUDREAU, G. M, LOCKWOOD, P. E., EVANS, A. L., FAIRHURST, C.W. Fatigue of dental ceramics in a simulated oral environment. **Journal of Dental Research**, v.7, p. 996, 1986.
- MOSMAN, J., VOS, B., ZHANG, Y., POELSA, E., BLIEK, A. Impregnated carbon as a susceptor material for low loss oxides in dielectric heating. **Journal of Material Science**. v.38, p. 173, 2003.

NIGHTINGALE S. A., WORNER H. K., DUNNE D. P. Microstructural Development during the Microwave Sintering of Ytria—Zirconia Ceramics. **Journal of the American Ceramic Society**, v.80, p.394, 2005.

OGHBAEI, M., MIRZAEI, O. Microwave versus conventional sintering: A review of fundamentals, advantages and Applications. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 494, p. 175-189, 2010.

OLIVEIRA, L. Efeito do Processamento nas Propriedades Mecânicas da por Zircônia Parcialmente Estabilizada. **Dissertação de Mestrado**, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2002.

ORÉFICE, R. L.; PEREIRA, M. M.; MANSUR, H. S. **Biomateriais: fundamentos e aplicações**. Rio de Janeiro: Cultura Médica, 2006.

PRADO DA SILVA, M.H. Apostila de biomateriais. **Biomateriais**. Fórum de Biotecnologia Biomateriais. Rio de Janeiro, Brasil. 2005.

RATNER, B D, HOFFMAN, A S, SCHOEN, F J, LEMONS, J E. Biomaterials Science: An Introduction to Materials in Medicine. 2. Ed. Boston: Elsevier, 2004.

ROMÃO JUNIOR, W.; OLIVEIRA, F. R. Sistemas cerâmicos reforçados e suas indicações. **ConScientiae Saúde**, São Paulo, v. 6, n. 1, p. 117-125, 2007.

ROSENBLUM, M.A., SCHULMAN A. A Review of All-Ceramic Restorations. **Journal of American Dental Association**. v.128, p.297-307, 1997.

SADOON, M. All-Ceramics Bridges With Slip Casting Technique. In: **7th International Symposium On Ceramics**. Paris, 1988.

SAILER, I.; PJETURSSON, B. E.; ZWAHLEN, M.; HAMMERLE C. H. A systematic review of the survival and complication rates of all-ceramic and metal-ceramic reconstructions after an observation period of at least 3 years. Part II: Fixed dental prostheses. **Clinical Oral Implants Research**, v.18, supl 3, p. 86-96, 2007.

SILVA, MHPda. Apostila de biomateriais. 2006. Disponível em <<http://www.ebah.com.br/content/ABAAAfOo4AF/apostila-biomateriais>>.

SONI PRASAD, BDS; MONACO, EA; HYEONGIL, K; DAVIS, E L.; BREWER, J D. Comparison of porcelain surface and flexural strength obtained by microwave and conventional oven glazing. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, 2009.

SPOTZ, M.S.; SKAMSER, D.J.; JOHNSON, D.L. Thermal Stability of Ceramic Materials in Microwave Heating. **Journal of the American Ceramic Society**, v.4, n. 78, p.1041-1048, 1995.

SUTTON, W. H. Microwave processing of ceramic materials. **Journal of the American Ceramic Society Bull.**, v. 68, n. 2, p. 376-386, 1989.

SUJITH A.V., AMAR KUMAR, N., SHARAN, N. Microwave sintering of zirconia And alumina. **International Journal of Recent Trends in Engineering.**, v. 1, n. 3, May 2009.

THOMAZINI, D; GELFUSO, M.V.; CHINELLATO,A.S.; CHINELLATO,A.L.; SANSON,F.K.; NETO, F.T. Alumina ceramics obtained by chemical synthesis using conventional and microwave sintering. **Cerâmica**, v.57, p.45-49, 2011.

THOSTENSON, E. T., CHOU, T.W. Microwave Processing: Fundamentals and Applications. **Composites Part A**, v.30, n.9, p. 1055-1071, 1999.

THUAULT. A., SAVARY. E., HORNEZ. J.C., MOREAU. G., DESCAMPS.M., MARINEL.S., LERICHE, A., Improvement of the hydroxyapatite mechanical properties by direct microwave sintering in single mode cavity;-) **Journal of the European Ceramic Society** v 34, 1865–1871, 2014

TSAKALOUDI, V.; PAPAZOGLU, E.; ZASPALIS, V.T. Microwave firing of MnZn-ferrites. **Materials Science and Engineering B-advanced Functional Solid-state Materials**. v.106, n.3, p. 289-294, 2004.

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

TRAVITZKY, N.A, GOLDSTEIN, A., AVSIAN, O., SINGURINDI, A. Microwave sintering and mechanical properties of Y-TZP: 20 wt. % Al₂O₃ composites. **Materials Science and Engineering.**, v. 286, Issue 2, p. 225–229, 2000.

WAGNER, W.C., CHU, T.M. Biaxial flexural strength and indentation fracture toughness of three new dental core ceramics. **Journal Prosthetic Dental**, v. 76, p.140-4, 1996.

WILLIAMS D.F., ATALA A. The specifications for biomaterials in regenerative medicine. **National Material**, in press, 2006.

WU, X. Experimental and theoretical study of microwave heating of thermal runaway materials. Virginia: **Polytechnic Institute and State University**, 2002.

XIE, Z. GUI, L. LI, X. HUANG, Y. HUANG. Microwave processing and properties of ceramics with different dielectric loss. **Journal of the European Ceramic Society**. v. 19, Issue 3, p. 381–387, 1999.

YU, H., LIU, H., LUO, D., CAO, M. Microwave synthesis of high dielectric Constant CaCu₃Ti₄O₁₂. **Journal Material Proces. Technology.**, v.208, p.145-148, 2008.