



Marcio Santana

Estudo e Caracterização de Compósitos Cerâmicos Submicrométricos de Alumina-Zircônia para Aplicações em Pilares Cerâmicos

30/2015

Campinas,
2015.



Marcio Santana

Estudo e Caracterização de Compósitos Cerâmicos Submicrométricos de Alumina-Zircônia para Aplicações em Pilares Cerâmicos

Dissertação apresentada ao Curso de Mestrado da Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade Estadual de Campinas, como requisito para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica. Área de Concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Orientador: Prof^a Dr^a Cecília Amélia de Carvalho Zavaglia

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE À VERSÃO
FINAL DA DISSERTAÇÃO DEFENDIDA PELO(A)
ALUNO MÁRCIO SANTANA, E ORIENTADA PELA
PROF ^a DR ^a CECÍLIA AMÉLIA DE CARVALHO ZAVAGLIA

ASSINATURA DO(A) ORIENTADOR(A)

Campinas
2015

Ficha catalográfica
Universidade Estadual de Campinas
Biblioteca da Área de Engenharia e Arquitetura
Elizangela Aparecida dos Santos Souza - CRB 8/8098

	Santana, Marcio, 1970-
Sa59e	Estudo e caracterização de compósitos cerâmicos submicroestruturados de
	alumina-zircônia para aplicação em pilares dentários / Marcio Santana. –
	Campinas, SP : [s.n.], 2015.
	Orientador: Cecilia Amélia de Carvalho Zavaglia.
	Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de
	Engenharia Mecânica.
	1. Biomateriais. 2. Alumina. 3. Compósito. 4. Zircônia. I. Zavaglia, Cecilia
	Amélia de Carvalho, 1954-. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de
	Engenharia Mecânica. III. Título.

Informações para Biblioteca Digital

Título em outro idioma: Study and characterization of sub-microstructured ceramics composites of alumina-zirconia for application in dental abutments

Palavras-chave em inglês:

Biomaterials

Alumina

Composite

Zirconia

Área de concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Titulação: Mestre em Engenharia Mecânica

Banca examinadora:

Cecilia Amélia de Carvalho Zavaglia [Orientador]

Vanessa Petrilli Bavaresco

Eliana Cristina da Silva Rigo

Data de defesa: 25-02-2015

Programa de Pós-Graduação: Engenharia Mecânica

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
COMISSÃO DE PÓS GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE MATERIAIS E PROCESSOS DE
FABRICAÇÃO**

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO ACADÊMICO

**Estudo e Caracterização de Compósitos Cerâmicos
Submicrométricos de Alumina-Zircônia para
Aplicações em Pilares Cerâmicos**

Autor: Marcio Santana

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Cecília Amélia de Carvalho Zavaglia

A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo aprovou esta Dissertação:



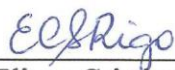
Prof^a.Dr^a.Cecília Amélia de Carvalho Zavaglia, **Orientadora**

FEM/ UNICAMP



Profa. Dra. Vanessa Petrilli Bavaresco

Cotuca/ UNICAMP



Profa. Dra. Eliana Cristina da Silva Rigo

USP/ Pirassununga

Campinas, 25 de fevereiro de 2015

Dedico às pessoas mais importantes da minha vida, meus filhos Vinnícius e Inácio, meus pais Edite e Gileno e minha mulher Aridan.

Agradecimentos

À Deus, meu protetor, guia e incentivador.

À minha orientadora Prof^a. Dr^a. Cecília Amélia de Carvalho Zavaglia pela orientação, atenção e paciência que necessitaram durante o desenvolvimento do deste trabalho.

Ao Fabiano Almeida Costa pela ajuda e paciência nos trabalhos e experimentos.

Ao Felipe Zavaglia pelo apoio e ajuda no trabalho.

Ao Egont Schenkel pela ajuda prestada.

Ao pessoal do laboratório Eduardo, João Pollis, Almiro, José Luis e Claudenete por todo apoio dado.

Aos professores da FEM que contribuíram cada um ao seu modo para o meu trabalho

Ao professor Itamar Ferreira pela ajuda e apoio dados.

Ao Prof^o. Dr. Carlos Alberto Fortulan pela ajuda na realização de alguns experimentos.

À Coordenação de Pós Graduação pela atenção e ajuda na questões relacionadas aos procedimentos.

E à minha família, por toda ajuda e compreensão nestes momentos em precisamos de apoio para conquistar novos desafios.

*“Cada um pensa em mudar a humanidade, mas
ninguém pensa em mudar a si mesmo.”*

Tolstoi

Estudo e Caracterização de Compósitos Cerâmicos Submicrométricos de Alumina-Zircônia para Aplicações em Pilares Cerâmicos

Resumo

Neste trabalho foram pesquisados as cerâmicas óxido de alumínio e óxido de zircônio na forma de compósito para aplicação em próteses odontológicas mais especificamente como pilar de fixação (Abutment). A alumina, em sua fase alfa, é uma cerâmica que apresenta excelentes propriedades mecânicas e é biocompatível, porém tem como restrição a sua baixa tenacidade à fratura o que a impede de ser utilizada com mais regularidade em aplicações estruturais. O óxido de zircônio também possui excelentes propriedades mecânicas, maior tenacidade à fratura das cerâmicas avançadas e é biocompatível, entretanto apresenta uma restrição à sua aplicação em meios fisiológicos abaixo de 300° C quando o material se degrada, inicia um processo de propagação de trinca e se rompe depois de um determinado período. O compósito alumina-zircônia apresenta melhores propriedades mecânicas e maior tenacidade à fratura para aplicação estrutural, portanto melhores condições de ser aplicado em uma prótese dentária. Foram estudadas e caracterizadas 3 composições (30, 40, 50% em vol. de zircônia na matriz de alumina) deste compósito sub-microestruturado. Foram realizados ensaios para avaliar as propriedades de cada composição e sua morfologia no intuito de analisar qual a composição é a mais adequada para a construção de um pilar de fixação. Os resultados apontados indicam uma melhora nas propriedades mecânicas do compósito com 30% de zircônia quando comparado à alumina e a zircônia puras. Os resultados para o compósito de 30% de zircônia de dureza foi de 14,73 GPa, de tenacidade a fratura foi 8,64 MPa.m^{1/2} e de compressão diametral foi de 252,41 MPa.

Palavras Chave: Biocerâmicas, Biomateriais, Alumina, Zircônia, Pilar.

Abstract

The present work was researched the alumina oxide and zirconia oxide ceramic in the form of composite for application in dental prostheses specifically abutment. Alumina in its Alpha stage is a ceramic that presents excellent mechanical properties and is biocompatible, however your low fracture toughness has the restriction which prevents it from being used more regularly in structural applications. The zirconia oxide also has excellent mechanical properties, is biocompatible and has higher fracture toughness than Alumina, although presents hidrothermal degradation in physiological environment below 300° C that causes cracks and breakage after a period of time. The alumina-zirconia composite have better mechanical properties and fracture toughness higher for structural application, so better able to apply in a dental prosthesis. Were studied and characterized three compositions (30, 40 50% vol. Zirconia Alumina in the matrix) of this sub-microstructured composite through tests to evaluate the properties, exam in SEM Microscopy of each composition and compare the final results to selected a best composition to construction of a dental abutment. The results presented so far indicates an improvement in the mechanical properties of the composite with 30% of zirconia when compared to other compositions and pure alumina and zirconia. The results for the 30% zirconia composite for micro-hardness was 14,73 GPa, fracture toughness was 8,64 MPa.m^{1/2} and testing for diametral compression for 252,41 MPa.

Keywords: Bioceramics, Biomaterials, Alumina, Zirconia, Abutment.

Lista de Figuras

Figura 1-Exemplos de aplicação de biomateriais	7
Figura 2 - Representação esquemática de um moinho de bolasA) Jarro de Moagem; B) Meio de moagem (esferas); C) Rolos; D) Motor; E) Correia; F) Polia.....	11
Figura 3 - Prensagem uniaxial de pós cerâmicos.	15
Figura 4 - Efeito da pressão de conformação na densificação e retração volumétrica do BeO	16
Figura 5 - Variação da pressão de prensagem aplicada nas regiões do molde provocada pela fricção entre as partículas e entre estas e as paredes do molde	16
Figura 6 - Ilustração esquemática do corte seccional do vaso de pressão com o molde preenchido.....	18
Figura 7 - Funcionamento de uma prensa isostática.	19
Figura 8 - Esquema representativo da sinterização de pós compactados: (a) pó inicial, (b) coalescência de grãos, (c) Interface de grãos e fechamento da porosidade	20
Figura 9 - (a) Sinterização em estado sólido; (b) Sinterização em fase Líquida	21
Figura 10 - Representações esquemáticas dos três estágios de sinterização e a consequente retração linear durante as etapas de sinterização.	22
Figura 11 - Esquema representativo de partículas durante os estágios de sinterização: (A) Pó Inicial, (B) Primeiro Estágio, (C) Estágio Intermediário e (D) Estágio Final.	22
Figura 12 - Zircônia cúbica (a), Zircônia tetragonal (b) e Zircônia monoclinica (c)	26
Figura 13 - Diagrama de equilíbrio de fases do sistema $ZrO_2-Y_2O_3$	27
Figura 14 - Mecanismo de aumento de tenacidade por transformação de fase de partículas de zircônia tetragonal metaestável para monoclinica.	29
Figura 15- Interação entre a superfície de uma partícula de zircônia tetragonal e a ponta da trinca e a consequente transformação para a fase monoclinica.....	29
Figura 16 - - Transformação de fase por tensão da trinca.	30
Figura 17 - Desenvolvimento de tensões superficiais originadas da transformação de partículas tetragonais metaestáveis para monoclinicas na cerâmica de zircônia.....	30
Figura 18 - Diagrama do processo de envelhecimento da zircônia.	32
Figura 19 - Estrutura atômica da alfa-alumina ou coríndon.....	33

Figura 20 - Prótese de Quadril com a cabeça de Fêmur de cerâmica de alumina em destaque.	34
Figura 21-Pilares de Zircônia: Inciso, Pré-molar e pilar de teste (da esquerda para direita).....	41
Figura 22 - Pilares customizáveis.	42
Figura 23 - Fluxo de Processamento do Material até sua Caracterização e Ensaio48	48
Figura 24 - Moinho de Bolas49	49
Figura 25 - Evaporadora e Microscópio utilizados neste trabalho (a) Evaporadora marca BALZERS, mod. SCD-004 e (b) Microscópio Eletrônico de Varredura LEICA mod. EVO MA15.....	53
Figura 26 - Resultado da análise do tamanho de partículas de alumina não processada	57
Figura 27 - Resultado da análise do tamanho de partículas de alumina processada	58
Figura 28 - Resultado da análise do tamanho de partículas de zircônia não processada	59
Figura 29 - Resultados das análises do tamanho de partículas de zircônia processada	59
Figura 30 - Difração de Raio-X da alumina	61
Figura 31- Difração de raio-X da zircônia	61
Figura 32- Difração com sobreposição da alumina e dos compostos de 40 e 50% de zircônia.....	62
Figura 33 - Difração com sobreposição da zircônia e do compósito com 30% de zircônia.	62
Figura 34 - Microestruturas da alumina.....	63
Figura 35 - Microestrutura zircônia	64
Figura 36 - Microestrutura do compósito alumina-zircônia com 30% de zircônia.	64
Figura 37 - Microestrutura do compósito alumina-zircônia com 40% de zircônia.	65
Figura 38 - Microestrutura do compósito alumina-zircônia com 50% de zircônia.	65
Figura 39 - Indentação de um corpo de prova pelo método Vickers.....	68

Lista de Tabelas

TABELA 1 - Os biomateriais e suas utilizações, características, vantagens e desvantagens. FONTE: Adaptado de PARK, 1980	5
TABELA 2 - Propriedades típicas de cerâmicas de ZrO_2 estabilizadas com Y_2O_3 (MORAES, 2004)	31
TABELA 3 - Propriedades da Alumina.....	35
TABELA 4 - Resultados dos ensaios de pilares de zircônia e titânio.....	46
TABELA 5 - Resultados das análises do tamanho de partículas de alumina não processada e processada	58
TABELA 6 - Resultado da análise do tamanho de partículas de zircônia não processada e processada	60
TABELA 7 - Tamanho médio das grãos.....	66
TABELA 8-Resultados de Microdureza da Alumina, Zircônia e dos compósitos com 30, 40, 50% de zircônia em volume.....	67
TABELA 9 - Resultados de tenacidade à fratura da alumina, zircônia e dos compósitos com 30, 40, 50% de zircônia em volume.	69
TABELA 10 - Resultados de Compressão Diametral de Flexão da Alumina, Zircônia e dos compósitos com 30, 40, 50% de zircônia em volume	71

Lista de Abreviaturas e Siglas

Letras Latinas

°C	-	graus Celsius
g	-	gramas
GPa	-	Giga Pascal
min	-	minutos
mm	-	milímetros
µm	-	micrômetro
MPa	-	mega Pascal
nm	-	nanômetro
ppm	-	partes por milhão

Abreviaturas e Siglas

Al ₂ O ₃	Óxido de Alumínio (Alumina)
Y ₂ O ₃	Óxido de Ítrio
ZrO ₂	Óxido de Zircônia(Zircônia)
MgO	Óxido de Magnésio
Mg Cl ₂ .6H ₂ O	Cloreto de Magnésio Hexahidratado
ASTM	American Society for Testing and Materials
E	Módulo de Elasticidade [MPa]
HIP	Prensagem isostática à quente
HV	Microdureza Vickers [GPa]
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
PABA	Ácido4-aminobenzóico
K _{IC}	Tenacidade à Fratura [MPa.m ^{1/2}]

Sumário

1 - Introdução	1
1.1 - Objetivos do Trabalho	3
1.1.1 - Objetivo Geral	3
1.1.2 - Objetivos Específicos.....	3
2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	4
2.1 – Biomateriais.....	4
2.2 - Cerâmicas	7
2.3 - Processamento.....	9
2.3.1 - Pós.....	10
2.3.2 Misturas.....	11
2.3.3 - Secagem	12
2.3.4 Prensagem.....	14
2.3.5 Sinterização.....	19
2.4 - Biocerâmicas	23
2.5 - Zircônia.....	25
2.6 - Alumina	32
2.7 - Compósitos a base de alumina e zircônia	36
2.8 –Pilar Cerâmico	39
3- Materiais e métodos	47
3.1-Procedimento experimental.	47
3.1.1 - Cominuição dos pós	49
3.1.3 - Análise de difração de raio-X	50
3.1.4 – Mistura e homogeneização	51
3.1.5 - Conformação uniaxial e isostática	51
3.1.6 – Sinterização dos corpos de prova.....	52
3.2 – Análise microestrutural	52
3.3 - Ensaio mecânicos.....	54
3.3.1- Microdureza Vickers	54

3.3.2 - Tenacidade à fratura	55
3.3.3 - Ensaio de resistência a compressão diametral	55
4. - RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	57
4.1 - Caracterização dos materiais	57
4.1.1 - Tamanho das partículas.	57
4.1.2 - Difração de raio-X.....	60
4.1.3 - Microscopia eletrônica de varredura.....	63
4.2 - Ensaio Mecânicos - Microdureza, Compressão Diametral e Tenacidade à Fratura	66
4.2.1 - Microdureza	66
4.2.2 - Tenacidade à Fratura	68
4.2.3 - Compressão Diametral.....	70
5 – CONCLUSÕES	73
Sugestões para trabalhos futuros.....	74
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	75

1 - Introdução

Atualmente, segundo os dados da Organização Mundial da Saúde, em 120 países com uma população, de aproximadamente, em 2009, a média global era de 68 anos, um bom indicador de saúde, já no Brasil, a expectativa média de vida ao nascer é de 74 anos de idade. Contudo, não se trata só do número de anos vividos, mas sim da qualidade de vida desses anos. A expectativa média de vida com saúde decresce para os 67 anos nos homens e 72 nas mulheres fonte:http://www.who.int/gho/publications/world_health_statistics/2014/en/index.html, acessado em 15 de setembro de 2014.

Com o avanço da medicina, uma maior preocupação com a alimentação e com o conforto gerado pela vida moderna, teve como consequência um aumento populacional de idosos e, conseqüentemente, das doenças relacionadas à velhice. Dentre os diversos males, há os que afetam a estrutura óssea, a osteoporose e a perda de massa óssea e, por isso, têm sido intensamente estudados devido a seus efeitos devastadores na qualidade de vida das pessoas.

Os problemas de estrutura óssea não podem ser associados apenas a pessoas com idade mais avançada, pois eles podem atingir também outros indivíduos em sua idade mais produtiva, em decorrência de acidentes, notadamente os automobilísticos e os de trabalho.

Contudo, para que se possam alcançar os objetivos e até incrementar a expectativa média de vida com saúde, devemos lembrar que o homem tem procurado restaurar funções do corpo humano, danificadas por trauma ou doença.

Há muito tempo, o homem tem sido guiado por estudos clínicos e experimentais efetuados e pesquisadores procuram desenvolver novos materiais e técnicas apropriadas para o estabelecimento de porções ósseas perdidas por ocasião de alguma patologia ou traumatismos diversos, tendo como finalidade a recomposição mais próxima possível da ideal para anatomia e a função da região acometida.

Os materiais utilizados na substituição de ossos e órgãos enquadram-se em uma classe denominada de biomateriais (HENCH, 1993 e WILLIAMS, 1987) e devem apresentar propriedades físicas e biológicas compatíveis com os tecidos vivos hospedeiros, de modo a estimular uma resposta adequada dos mesmos. Tais propriedades caracterizam a biocompatibilidade(WILLIAMS, 1987).

Biomateriais são materiais de origem biológica ou sintética utilizados para confecção de implantes, aparelhos ou sistemas que estarão em contato com sistemas biológicos e tecidos vivos com objetivo de reparar perdas teciduais e restaurar funções comprometidas por processos degenerativos ou traumatismos (HENCH, 2006).

Os materiais utilizados pelos biomateriais podem ser de polímeros, cerâmicos, metais quando sintéticos ou peles, ossos ou órgãos quando biológicos. Eles são aplicados em ortopedia, odontologia e outras situações onde há necessidade substituição, reparação de tecidos, órgãos.

Este trabalho pretende estudar e caracterizar os compósitos de alumina-zircônia sub-microestruturados, aplicado à área odontológica, mais precisamente aos implantes odontológicos com foco exclusivo em pilar dentário (Abutment). Estes materiais vêm sendo aplicados na confecção de pilares cerâmicos, sendo que a alumina tem um histórico mais prolongado, no entanto, ao se utilizar estes materiais em forma de compósito conseguiu-se melhorar atingir objetivos que isoladamente não se conseguiria, tais como aumento da tenacidade à fratura e a diminuição da degradação do material em meios fisiológicos.

A alpha-alumina ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) é um material cerâmico muito utilizado em engenharia, devido as suas excelentes propriedades térmicas, químicas, mecânicas e elétricas, porém a sua utilização como material estrutural é limitada pela sua fragilidade medida pela sua tenacidade à fratura.

Alguns estudos (MANICONE, et al, 2007) sobre a cerâmica de zircônia, analisaram as propriedades básicas e aplicação clínica, afirmando que o óxido de zircônio (ZrO_2) é um material cerâmico com propriedades mecânicas satisfatórias para a fabricação de dispositivos médicos. A zircônia estabilizada com óxido do ítrio (Y_2O_3) tem as melhores propriedades para aplicações ortopédicas, na fabricação de próteses de quadril e na odontologia, na confecção de núcleos, para próteses parciais fixas, assim como para os implantes dentários. Para os autores, as propriedades mecânicas das próteses de ZrO_2 mostraram-se superiores às outras restaurações *metal free*, com avaliações clínicas de mais de 3 anos, que indicam uma boa taxa de sucesso. Esses autores indicaram os implantes de zircônia como uma nova proposta alternativa ao titânio, pelas boas propriedades biológicas e mecânicas, sugerindo a necessidade de mais estudos clínicos para validar a sua candidatura.

1.1 - Objetivos do Trabalho

1.1.1 - Objetivo Geral

Determinação de um material adequado para a fabricação de um pilar cerâmico (abutment) utilizando compósitos cerâmicos *sub-microestruturados* de alumina e zircônia.

1.1.2 - Objetivos Específicos

- Redução do pó sub-microestruturados (a partir de pós comerciais microestruturados);
- Mistura e preparação das composições dos componentes (30, 40 e 50%) para comparação com os materiais monolíticos de alumina e zircônia.
- Caracterização dos corpos de prova através de análises de microestrutura na microscopia eletrônica de varredura (MEV), análise de composição através de difratograma de raios x, além dos ensaios de microdureza Vickers, compressão diametral e tenacidade à fratura para a escolha da composição mais adequada para fabricação de um pilar cerâmico.

2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 – Biomateriais

A utilização dos biomateriais já é conhecida do homem há muitos séculos, há registros de próteses ortopédicas que datam de 3000 anos atrás e implantes dentários que datam 2000 a.C, porém a evolução de sua utilização só ocorreu depois de um grande avanço na pesquisa em engenharia dos materiais.(RAMAKRISHNA, et al., 2001)

A evolução dos biomateriais é relativamente recente. No entanto, é possível dividi-la em quatro gerações: i)primeira geração de biomateriais- implantes ósseos (primeira articulação artificial do quadril desenvolvida em 1961); ii) segunda geração de biomateriais - dispositivos bioativos(iniciou-se nos anos 70); iii)terceira geração de biomateriais - compósitos e nanocompósitos (desde os anos 90); iv)quarta geração de biomateriais - engenharia de tecidos (até a atualidade).(NAVARRO, 2008; MURUGAN, 2004)

Os biomateriais são definidos como uma ou mais substâncias de origem natural ou sintética que tem como objetivo reparar, tratar, aumentar ou substituir qualquer tecido, órgão ou função do corpo durante um período indeterminado (WILLIAMS 1987).

Hench, (HENCH, 2006), também definiu como “substâncias que são toleradas de forma transitória ou permanente pelos tecidos que constituem os órgãos dos seres vivos e que em contato com sistemas biológicos tem o objetivo de reparar perdas teciduais, restaurar funções comprometidas por processos degenerativos ou por traumatismos”.

Um biomaterial deve possuir características que atendam a seu objetivo de reparar, substituir órgãos ou tecidos biológicos, mesmo que não possua a mesma eficácia, mas que possa atenuar os efeitos da ausência do órgão ou tecido reparado ou substituído. Neste caso eles devem possuir propriedades que o tornam biocompatível e biofuncional.

A biocompatibilidade é definida como a capacidade do material de desempenhar sua função com a resposta apropriada do tecido ou organismo do hospedeiro (RATNER, 1996), é também a capacidade de um material ou composição de ter uma resposta favorável numa

aplicação específica, com o mínimo de reações alérgicas, inflamatórias ou tóxicas, quando em contato com os tecidos vivos ou fluidos orgânicos (CAO, 1996).

Para que sejam considerados biocompatíveis devem obedecer a um grande número de parâmetros, porém é essencial para a implementação *in-vivo* dos biomateriais que seja biocompatível, de modo a minimizar quaisquer possíveis reações de rejeição. É válido salientar que a esterilidade de um biomaterial é importante, desejada e essencial para a sua aplicação.

A habilidade de um implante em desempenhar rapidamente e com êxito a função da parte que será substituída no corpo humano é um conceito associado à biofuncionalidade que também se preocupa com a degradação química dos materiais problema que pode diminuir a eficiência do implante (VASCONCELOS, et al, 2005).

Os biomateriais são classificados quanto a sua origem que pode ser sintética ou biológica. Os biomateriais de origem biológica são derivados de animais ou vegetais. Os biomateriais sintéticos podem ser divididos em quatro classes: metais, polímeros, cerâmicos e compósitos (VASCONCELOS, 2005).

A tabela 1 apresenta a classe de material sua composição química, vantagens e desvantagens e sua aplicação.

TABELA 1 - Os biomateriais e suas utilizações, características, vantagens e desvantagens.

FONTE: Adaptado de PARK, 1980

Materiais	Utilização	Características	Vantagens	Desvantagens
Polímeros	Válv. Cardíacas, Cateteres, Implantes oculares.	Biodegradáveis e reabsorvíveis	Plasticidade e resiliência	Se deforma com o uso
Materiais Biológicos	Complementos de tecidos moles, reposição de membranas.	Excelente relação na recuperação e auto-reconstrução do órgão	Recuperação funcional de tecidos e órgãos	Disponibilidade
Cerâmicas	Implantes Estruturais e recobrimentos.	Boa reposição e adesão óssea	Boa resistência em esforços de compressão	Material frágil
Compósitos	Componentes dentários e ortopédicos.	Propriedades mecânicas	Boa resistências a esforços e baixo peso	Dificuldade de processamento
Metais e Ligas	Articulações, pinos e parafusos.	Condutividade elétrica	Boa resistência mecânica	Elevada densidade e baixa resistência à corrosão

Os biomateriais podem ser classificados quanto a sua resposta à toxicidade do material em meio biológico, e esta classificação são biotoleráveis, bioinertes, bioativos e reabsorvíveis. (VALLET-REGI,1997).

Os biotoleráveis são considerados materiais apenas tolerados pelo organismo que são, portanto, isolados dos tecidos adjacentes por meio da formação de camada envoltória de tecido fibroso. Isso ocorre conforme o material libera compostos químicos, íons e sofre corrosão e influencia na espessura da camada do tecido fibroso formada, ou seja, quanto maior a camada menor a tolerabilidade dos tecidos ao material. Os materiais biotoleráveis são praticamente todos os polímeros sintéticos como também a grande maioria dos metais. Um material biotolerável induz uma resposta mínima do organismo receptor.

Os materiais bioinertes são tolerados pelo organismo, porém a resposta do organismo é considerada praticamente inexistente, pois o organismo não chega a isolar o material e também quase não há a formação de tecido envoltório fibroso. Este material quase não libera nenhum tipo de componente. Os materiais bioinertes mais utilizados são alumina, zircônia, titânio, ligas de titânio e carbono.

Deve-se ressaltar também que não existem materiais totalmente inertes, há sempre uma resposta dos tecidos a qualquer corpo estranho quando inserido no corpo humano. Porém se houver alterações de algumas propriedades desses materiais é possível minimizar ou controlar a resposta do tecido.

Os materiais bioativos são materiais onde ocorrem ligações de natureza química entre material e tecido ósseo (osseointegração). O material se liga aos tecidos ósseos devido à similaridade química entre estes materiais e a parte mineral óssea, o que permite a osteocondução por meio do recobrimento por células ósseas. Os principais materiais desta classe são os vidros e vitrocerâmicas à base de fosfatos de cálcio, a hidroxiapatita e os compostos de fosfato de cálcio.

Os materiais reabsorvíveis são materiais que após um período de tempo implantado em um organismo tende a ser degradados, absorvidos ou fagocitados pelo organismo. Neste caso são materiais extremamente interessantes em aplicações clínicas em função de ser desnecessária nova intervenção cirúrgica para a retirada do material de implante. Os principais exemplos desses materiais são o fosfato tricálcico (TCP) e o poli(ácido láctico).

Os biomateriais também possuem outra classificação que os divide em materiais biomédicos que considera todos os biomateriais de origem artificial e biológicos que considera todos os biomateriais de origem animal.(VALLET-REGÍ, et. al., 1997).

Os biomateriais podem ser aplicados em articulações de joelho, em próteses e implantes dentários, como materiais base para enxertos de pele, como prótese femoral, etc..., conforme pode ser visto na Figura 1.



Figura 1-Exemplos de aplicação de biomateriais

2.2 - Cerâmicas

Utilizada há cerca de 25000 anos, a cerâmica foi um dos primeiros materiais que o homem utilizou para o seu desenvolvimento antes de dominar as técnicas mais recentes como os metais, por exemplo.

A cerâmica pode ser utilizada como material básico em outras indústrias, em acabamentos em construções, na indústria automobilística, além de aplicação eletrônica e também em áreas da saúde. (KINGERY, 1976).

Devido as suas propriedades químicas, térmicas, elétricas, mecânicas e estruturais que são consideradas críticas em muitas situações, a cerâmica vem sendo incorporada a vários componentes, tais como placas refratárias em fornos, isolantes térmicos, isolantes elétricos, próteses para aplicação biomédicas, etc...

A cerâmica pode ser definida como material inorgânico e não metálicos, unidos em essência por ligações interatômicas iônicas e covalentes ou com as ligações coexistindo num mesmo composto. Sua composição química pode variar de um simples compostos até uma mistura de muitas e complexas fases unidas (SMITH, 2008).

São classificadas conforme sua classe química em óxidos, carbetos, nitretos, sulfetos, fluoretos, etc(ASKELAND, 2008)

As características e propriedades das cerâmicas são associados as diferenças em suas ligações. Desta forma, são materiais que apresentam resistência mecânica elevada, estabilidade química, alta temperatura de fusão e são fragilidade. São os mecanismos de ligação dominante de caráter forte e direcional que fazem com que necessitem elevadas temperaturas para o seu rompimento dificultando o deslocamento entre os átomos vizinhos e, portanto reduzindo sua capacidade de deformação plástica de forma drástica (OHRING, 1992).

O que pode explicar o fato da pouca deformação plástica e a elevada dureza em altas temperaturas são as estruturas cristalinas destes materiais que apresentam pouca simetria se comparada, por exemplo, aos metais mesmo com a elevação da temperatura próxima ao ponto de fusão do material não ativa mais do que três planos de deslizamento de discordâncias (MARINESCU et al, 1998).

A tenacidade à fratura nas cerâmicas, que é definida como a energia mecânica necessária para iniciar e propagar uma trinca até a ocorrência de sua ruptura, é considerada uma propriedade mecânica muito importante para aplicação estrutural, no entanto, os valores de tenacidade à fratura das cerâmicas, de um modo geral, são baixos se comparados aos metais. (SUNDH e SJÖGREN, 2005)

Também se pode classificar as cerâmicas em tradicionais, fabricadas a partir de matérias primas naturais e as cerâmicas avançadas que utiliza materiais mais refinados ou sintéticos e podem possuir microestrutura com melhor otimização das propriedades mecânicas (WATCHMAN et al., 2009), utilizadas e desenvolvidas durante os últimos 100 anos (CARTER & NORTON, 2007)

Guazzato, (GUAZZATO, 2005), afirma que as cerâmicas apresentam defeitos devido ao processamento utilizado tanto na obtenção do pó quanto na fase de sinterização e que estes influenciam nas propriedades mecânicas da cerâmica.

Entre os fatores que podem influenciar as propriedades mecânicas das cerâmicos podemos citar os de caráter químico que está relacionado a pureza química do material, pois estes podem conter impurezas, chamadas inclusões, que podem melhorar ou piorar as propriedades do material e os gradientes que estão relacionados a homogeneidade do pó (SMITH, 1998). Há também os de caráter físico que diz respeito ao tamanho e a forma dos grãos no processamento

após a sinterização o que pode ocasionar também a redução da resistência mecânica do material desde que o tamanho do grão seja grande ou há muita diferença entre o tamanho dos grãos o que gera tensões e microtrincas. Já uma granulometria mais refinada possibilita maior densificação e além da homogeneidade de tamanhos aumentando a resistência mecânica do material (EVANS, 1985), é importante ressaltar que a uniformidade de tamanhos dos grãos também atua como inibidor de crescimento de grãos.

As cerâmicas apresentam as partículas angulares e aciculares (em forma de agulhas) que tornam o empacotamento do corpo a verde mais difícil e prejudicam a sua densificação.

Além disso, podemos citar alguns problemas que também dificultam a densificação da cerâmica e prejudicam suas propriedades mecânicas que são o excesso de poros, os aglomerados e os agregados que podem ser explicados da seguinte forma (GROOT-ZEVERT, 1990; RHODES, 1981):

- Poros: Tem origem no tipo de empacotamento das partículas do pó durante a etapa de conformação da cerâmica e prejudica a densidade do material.
- Aglomerados: Representando um conjunto de partículas unidas fracamente por forças de Van der Waals são fáceis de serem destruídos durante a prensagem. Porém, há situações de processamento cerâmico em que há dificuldade para desagregar estes grupos e eles acabam tendo comportamento muito parecido com o agregado.
- Agregados: Formados por partículas parcialmente sinterizadas, difíceis de serem destruídas na compactação, os agregados exigem maior tempo ou temperatura de sinterização o que pode diminuir a resistência mecânica da cerâmica devido ao crescimento dos grãos, pois essa ação se deve a minimização da diferença de densidade.

2.3 - Processamento

O processamento de materiais cerâmicos tem muita influência nas propriedades e características finais do material, é neste momento que a formação da microestrutura com suas fases e defeitos cristalinos vão determinar como o material irá se comportar diante das solicitações que lhe for imposta. (PADILHA, 1998).

Os processos de conformação que foram utilizados neste trabalho são o de prensagem uniaxial que é um método simples, de baixo custo e alta produtividade, porém restrito a peças de geometria simples e o de prensagem isostática que consiste na aplicação do princípio de Pascal, no qual o corpo a ser comprimido é imerso em um fluido e submetido à pressão.

Após a conformação dos materiais, a próxima etapa é sua sinterização dos materiais é o processo pelo qual as pequenas partículas de um material se ligam entre si por meio de difusão no estado sólido (SMITH, 1998).

Os processos de secagem, conformação e sinterização de materiais cerâmicos serão explicados de forma mais sucinta, inclusive com a influência de cada processo para atingir melhores propriedades mecânicas.

Lembrando que para obter um material com boas propriedades físicas, químicas e mecânicas é importante que a cerâmica possua uma maior densificação e granulometria mais refinada e para que isso ocorra o processamento tem de ser adequado para permitir que o material atinja o seu objetivo.

2.3.1 - Pós

As partículas podem ser definidas como um conjunto de grãos que possuem orientações e posições distintas entre si. A alta pureza, com partículas de menor tamanho médio são características importantes na obtenção de corpos compactados. Para obtenção de corpos com alta densidade relativa é importante que o tamanho médio das partículas seja menor fazendo com que a área superficial seja maior, refletindo em uma maior energia associada ao sistema e menor temperatura de sinterização para o processo. (REED, 1995)

Os pós devem possuir homogeneidade de tamanho de partículas para evitar o crescimento excessivo de grãos, pois é importante ressaltar que a manutenção de grãos com tamanho pequeno melhora a resistência mecânica, porém tendem a formar aglomerados que sinterizam mais rápido que as outras partículas impedindo uma melhor densidade da cerâmica pós-queima.

A moagem dos pós promove a fragmentação de possíveis agregados e aglomerados, além de reduzir o tamanho médio das partículas e modificar a sua forma e distribuição (KINGERY,

1976; REED, 1995).

2.3.2 Misturas

Considerado como a forma mais simples de homogeneizar pós cerâmicos, a mistura mecânica dos pós é realizada simultaneamente com moagem dos pós e considerada uma etapa crítica do processamento cerâmico, pois dependendo do tamanho, forma das partículas e aglomerados e/ou agregados presentes nos pós iniciais, haverá um maior ou menor grau de homogeneidade química e física. Consiste basicamente, em misturar os pós das matérias-primas em um moinho de bolas e/ou cilindros, em quantidades adequadas.

O processo, chamado de cominuição, é necessário para homogeneizar e reduzir o tamanho de partículas cerâmicas, além de distribuir os componentes de um compósito. Quando é realizada a úmido, esta mistura é quimicamente mais homogênea, pois facilita a destruição dos agregados (fortemente ligados) e dos aglomerados (fracamente ligados). (REED, 1995)

Um moinho de bolas universal, representado na figura 2, é um equipamento rotativo que por meio de um recipiente contendo pós e esferas, trabalha através da sucessão de colisões dessas esferas com o pó causando a quebra constante de partículas ocasionando a redução das partículas desse pó. O moinho também é bastante utilizado para homogeneização de misturas. A homogeneidade no tamanho das esferas torna o processo mais eficaz (DE PAULA et al, 2014)

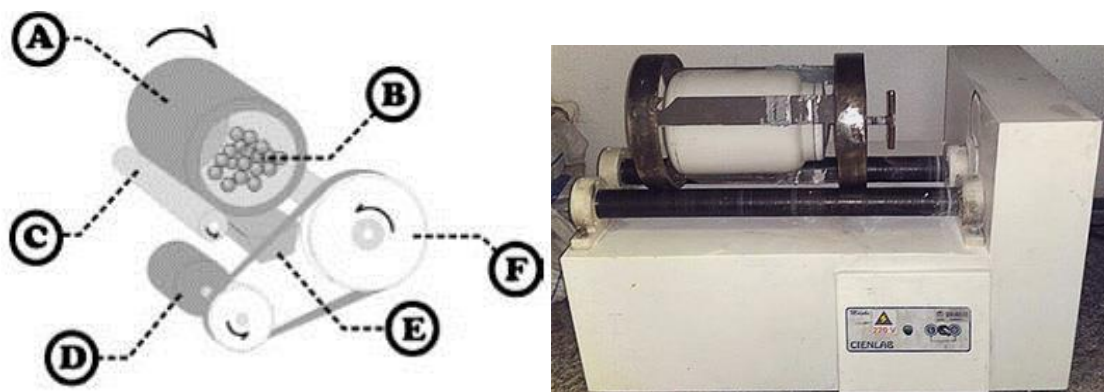


Figura 2 - Representação esquemática de um moinho de bolas A) Jarro de Moagem; B) Meio de moagem (esferas); C) Rolos; D) Motor; E) Correia; F) Polia – FONTE: DE PAULA et al, 2014

Quando se realiza um processo de redução de partículas há sempre a questão do aumento da energia superficial da partícula que aumenta a formação de aglomerados prejudicando a densificação do pó em um processo de compressão e sinterização. Neste caso, durante o processo de cominuição são acrescentados aditivos que possuem a função de diminuir alguns dos defeitos que aparecem durante os processos. Podemos listar os seguintes aditivos (CAMARGO, 1993):

- Os dispersantes que diminuem a energia de atração das partículas, através da interação repulsiva entre as partículas por mecanismos esféricos ou eletrostáticos;
- Os lubrificantes que tem a função de melhorar o empacotamento durante o processo de compactação;
- Os ligantes que promovem a resistência a verde e plasticidade para diminuir a tendência a fissuras durante a conformação;
- Os plastificantes rompem as ligações e o alinhamento moleculares aumentando a flexibilidade do material.

O processo de secagem do pó após a mistura é considerado importante, pois remove os líquidos do interior de um material, por meio de transporte e evaporação deixando o material preparado e de forma adequada para a conformação.

2.3.3 - Secagem

O processo de secagem visa promover a remoção de líquido do interior de um material, sendo considerada uma etapa importante antes do processo de sinterização. Durante o processo de secagem ocorrem tensões produzidas pelo diferencial de contração do material, além da pressão exercida pelo gás que causam defeitos no produto final e por esta razão o processo deve ser controlado cuidadosamente (REED, 1995).

É o transporte de energia térmica para o interior do material que dá origem aos mecanismos de secagem. A evaporação faz com que o líquido seja transportado pelos vazios por entre os poros para a superfície. Há uma diferença de pressão entre a superfície e o interior do material cerâmico, sendo que o líquido é transportado através de fluxos capilares, difusão química e difusão térmica (KINGERY, 1976). Esta remoção ocasiona uma redução da distância

inter-partículas que com este movimento permite a ocorrência da primeira contração do produto cerâmico.

A secagem de maneira convencional ao ar, em $\sim 100^{\circ}\text{C}$, pode ser considerada um processo crítico, pois alguns materiais tendem a formar agregados grandes, devido à polimerização dos aditivos e aos efeitos de capilaridade (NONO, 1990).

Outro processo de secagem é de precipitação por atomização (spray drying) que consiste em uma suspensão, com as partículas precipitadas, que é atomizada e injetada contra um jato de ar quente, fornecendo aglomerados esféricos. O tamanho destes pode ser controlado, porém pode ocorrer certa segregação do soluto durante o processo, e assim, uma diminuição da homogeneidade da mistura (NONO, 1990).

Há também a secagem por liofilização dos hidróxidos precipitados basicamente essa técnica consiste na retirada de água, na forma de gelo, por sublimação das soluções de sais que contenham os cátions metálicos desejados. Neste processo há a vantagem de permitir uma diminuição na temperatura de sinterização, devido à obtenção de pós altamente homogêneos, tanto química quanto fisicamente (NONO, 1990).

Para melhorar o processamento e propriedade do pó para compactação, utilizam-se aditivos que para ser removido do corpo cerâmico compactado sem trincas ou distorções pode-se usar de técnicas como evaporação, extração por solvente e extração capilar. Para eliminação de orgânicos residuais utiliza-se decomposição e reações de oxidação que são reações que ocorrem na temperatura maior do que a de evaporação, isto é, acima de 600°C , e resultam em fases gasosas como H_2O , CO e CO_2 . Neste caso, para permitir que o gás possa difundir-se para fora dos poros compactados, a temperatura deve ser reduzida lentamente sem criar pressão suficiente para causar trincas (REED, 1995). É importante também ressaltar que para a secagem das cerâmicas sem defeitos, a variação de volume deve possuir uma correlação com a contração linear, isto é, ter um comportamento isotrópico para que não cause empenamentos no produto final, além do período de secagem não ser curto, pois não será uniforme. (REED, 1995; KINGERY, 1976).

2.3.4 Prensagem

A prensagem de pós cerâmicos é um processo no qual se dá sua forma. Para tanto, a cerâmica onde podemos utilizar várias técnicas de compactação dos pós, de acordo com a cerâmica sinterizada que se deseja. A compactação por prensagem é um processo muito utilizado e econômico. A prensagem consiste na compactação do pó em um molde, originando um corpo no formato desejado e com resistência suficiente para o manuseio. É necessário que a compactação seja criteriosa, para minimizar os gradientes de densidade, devido às próprias características do processo e ao estado de aglomeração dos pós.

Para reduzir a porosidade residual do pó, as partículas do pó devem ficar tão próximas quanto possível. Deve-se tomar cuidado com a aplicação da pressão exercida no processo, pois pressões altas de compactação podem introduzir defeitos na microestrutura, como falhas de empacotamento de partículas (regiões mais densas e regiões menos densas), já pressões muito baixas fazem com que o corpo cerâmico não atinja a densidade a verde prevista.

2.3.4.1 - Uniaxial

A prensagem uniaxial é largamente empregada na fabricação de cerâmicas eletrônicas e magnéticas especiais, tijolos refratários, ladrilhos, cerâmicas técnicas de um modo geral, bem como uma variedade de produtos de geometria simples (CALLISTER, 2002; KINGERY, 1976).

O processo de prensagem uniaxial consiste na aplicação de uma pressão unidirecional sobre o pó, podendo ser ainda bidirecional em dois sentidos que pode estar seco ou levemente umedecido em uma matriz metálica sob uma pressão suficiente para que se obtenha uma peça resistente e densa, ele é análogo à metalurgia do pó. O processo pode ter o grau de compactação melhorado e a porção de vazio reduzida se for utilizado partículas finas misturadas na proporção adequada.

O pó é colocado na matriz com um punção inferior e logo após o punção superior é introduzido pela parte superior da cavidade da matriz para o início da compactação quando é

aplicada pressão adequada de compactação, após a prensagem o punção inferior se desloca retirando a peça já compactada. Conforme ilustra a figura 3 sobre o processo.

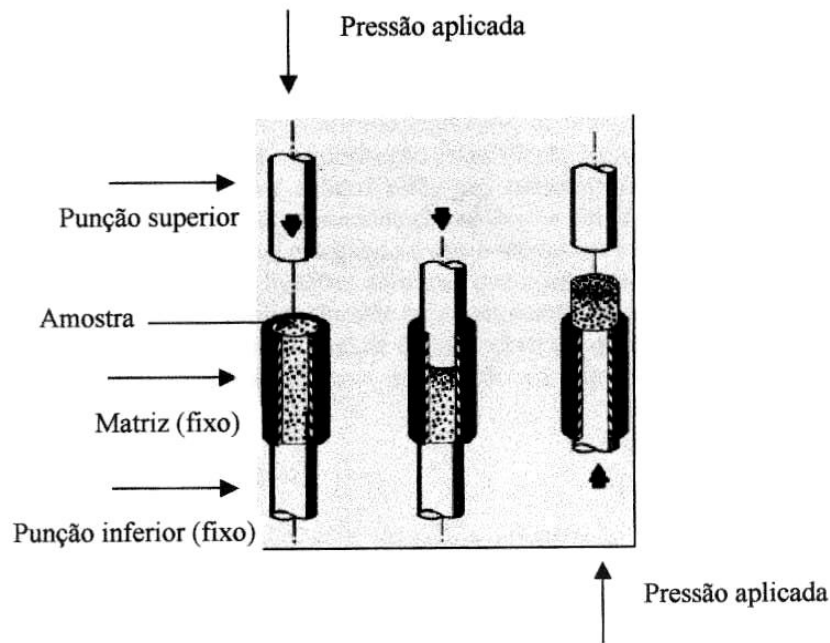


Figura 3 - Prensagem uniaxial de pós cerâmicos. FONTE: KINGERY, 1976

Existe um limite de 10.000 psi conforme demonstrado na figura 4a partir do qual um acréscimo na pressão exercerá pouco ou nenhum efeito sobre a compactação do pó, porém uma melhora no empacotamento e compactação do pó irá aumentar a resistência mecânica do corpo verde reduzindo a retração de queima para se atingir uma mesma densificação tornando o controle do processo de queima mais simples, evitando problemas de deformação e outros defeitos.

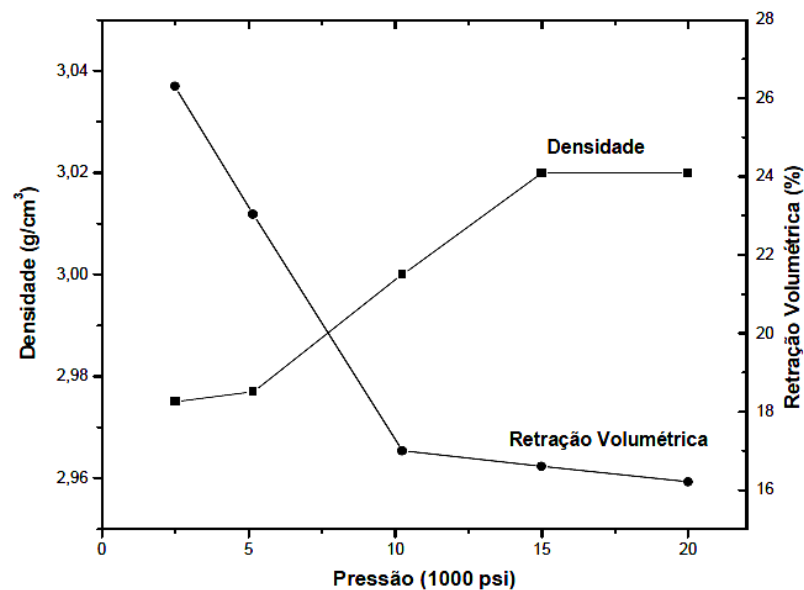


Figura 4 - Efeito da pressão de conformação na densificação e retração volumétrica do BeO

FONTE: KINGERY, 1976

O comprimento x diâmetro dos corpos a serem conformados com pressão uniforme é uma das limitações do processo, pois a variação da pressão pode estar relacionada ao preenchimento irregular da matriz complexa ou do atrito de uma matriz profunda, conforme ilustra a figura 5 quando a variação na pressão aumenta com o aumento na relação comprimento x diâmetro e como ocorrem diferenças substanciais na pressão quando essa relação é muito maior que um.

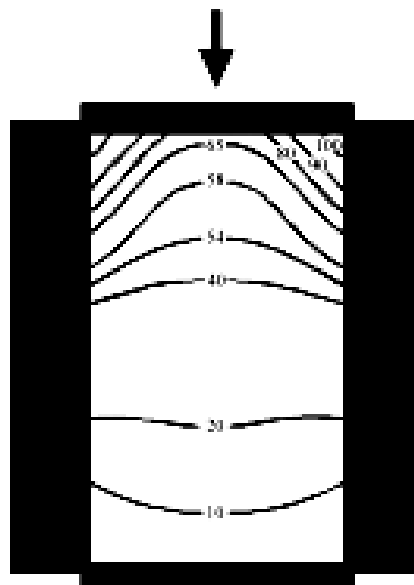


Figura 5 - Variação da pressão de prensagem aplicada nas regiões do molde provocada pela fricção entre as partículas e entre estas e as paredes do molde

Quando utilizamos matrizes com dupla ação dos pistões de compressão, aplicando a pressão uniaxial em dois sentidos, a compactação produz um compacto com melhor distribuição de densidade, pois são aplicadas pressões iguais na parte superior e inferior da matriz diminuindo os gradientes de densidade durante a compactação.

Como não ocorre deformação plástica das partículas nas cerâmicas durante a compactação (KINGERY, 1976). O uso de lubrificantes contribui para seu rearranjo durante prensagem, por meio de um melhor deslizamento das partículas, além de reduzir o atrito do material com as paredes do molde, contribuindo para a remoção da peça no molde reduzindo riscos de falhas e fraturas nas peças. Isso proporciona uma microestrutura mais uniforme, contribuindo para a diminuição do tamanho de poros. (ALBERO, 2000; TSENG et al, 1999)

2.3.4.2 - Isostática

A prensagem isostática é um processo de conformação e compactação de pós utilizado há cerca de um século e é baseado na pressurização hidráulica em alta pressão que age simultaneamente em todas as direções resultando em peças com alto nível de uniformidade de compactação. Esta também é aplicada como processo coadjuvante na compactação de peças previamente conformadas por outras técnicas. O efeito isostático da conformação pode ser diminuído em função das variações nos projetos de prensas, peças e moldes.

O princípio do processo consiste na compressão hidráulica em todas as direções de um molde flexível que pode ser elastomérico e cuja cavidade é preenchida com pós e deve ser posteriormente selada (estanque). A Figura 8 ilustra um corte seccional do vaso com o molde preenchido. Pressões na ordem de 70 a 500 MPa são praticadas(FORTULAN, 2014).

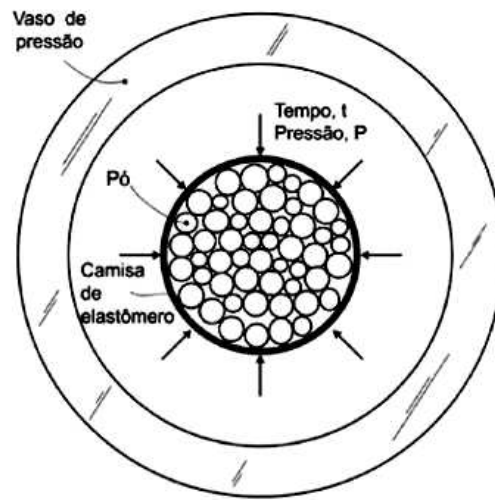


Figura 6 - Ilustração esquemática do corte seccional do vaso de pressão com o molde preenchido.

FONTE: FORTULAN, 2014

A prensagem isostática é uma técnica de conformação que visa um compacto de alta uniformidade, nessa técnica pode-se realizar a conformação de duas formas: i) corpo pré-compactado e ii) prensagem direta do pó em moldes especiais.

Em casos em que se utiliza um corpo pré-compactado, o pó deve ser conformado anteriormente com a finalidade de conferir a forma da peça, com resistência mecânica adequada ao manuseio do compacto para, logo após, ser compactado e colocado em um invólucro de borracha especial e prensado isostaticamente com a pressão de compactação final. Esta compactação ocorre dentro de um vaso de pressão onde o material a ser compactado é encapsulado e fica imerso em um fluido durante o processo. Como a pressão é distribuída uniformemente por toda a superfície do compacto, o gradiente de pressão é quase que totalmente eliminado, resultando numa alta densidade e homogeneidade do corpo cerâmico (PIORINO, 1990). A figura 7 pode ilustrar melhor como é o processo de funcionamento de uma prensa isostática.

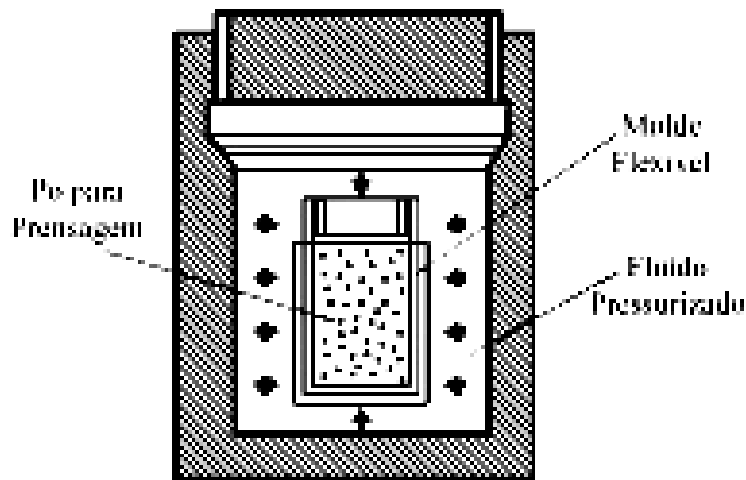


Figura 7 - Funcionamento de uma prensa isostática. FONTE: FORTULAN, 2014

Já os corpos cerâmicos com formas mais complexas podem ser obtidos com o uso de outras técnicas de conformação como slip casting, tape casting, extrusão, injeção, porém se a sinterização for realizada via estado sólido resultam em corpos cerâmicos porosos e em muitos casos deformados. Para evitar, nestes casos, a deformação e porosidade das peças cerâmicas é necessário que sejam sinterizadas via fase líquida (por prensagem ou por infiltração de fase vítrea em cerâmicas sinterizadas com poros interconectantes), para se obter um alto grau de densificação (BRAGA, 1999; CESAR, 2002)

2.3.5 Sinterização

A sinterização é o processo pelo qual as pequenas partículas de um material se ligam entre si por meio de difusão no estado sólido (SMITH, 1998).

A difusão é a migração paulatina dos átomos de um ponto a outro da rede quando duas condições são satisfeitas: a existência de um sítio adjacente vazio e energia suficiente do átomo para quebrar as ligações com átomos vizinhos, causando, desta maneira, distorção na rede durante o deslocamento (CALLISTER, 2002).

É um processo que ocorre através da redução da energia livre da superfície do compactado pela ligação das interfaces das partículas vizinhas, promovendo a modificação das interfaces gás/sólido, para interfaces sólido/sólido de energia livre inferior o que faz com que

ocorra a coalescência dos grãos, o empescoamento que leva a redução entre os contornos de grãos e a redução da porosidade, levando à densificação do material. A figura 8 mostra as etapas do processo de sinterização de cerâmicas relacionando as interfaces: gás/sólido (a), sólido/sólido (b), coalescência grãos, fechamento da porosidade e contornos de grãos (c).

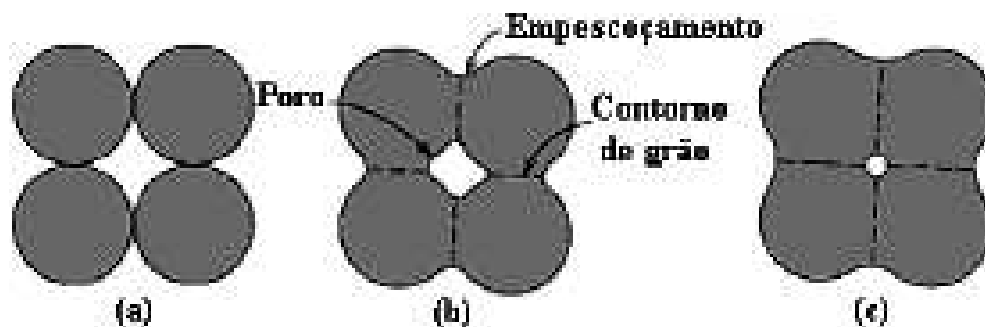


Figura 8 - Esquema representativo da sinterização de pós compactados: (a) pó inicial, (b) coalescência de grãos, (c) Interface de grãos e fechamento da porosidade FONTE CALLISTER, 2002

Alguns parâmetros devem ser levados em consideração durante a sinterização, pois são importantes para um melhor desempenho do processo, estes parâmetros são: a temperatura, o tempo de sinterização, a características das partículas, (morfologia, tamanho médio, distribuição de tamanho, empacotamento), taxa de aquecimento, composição do material e atmosfera de sinterização.

Durante o processo de queima, ou durante o aumento da temperatura, há o aumento da mobilidade atômica o que permite que as forças de tensão superficial consolidem o “corpo” do objeto e reduzam a porosidade e neste caso ocorre a retração do material. Porém, se a retração ocorrer de maneira irregular surgirá tensões, deformações e trincas (um rápido encolhimento ou contração da superfície pode gerar tensões suficientemente grandes para provocar falhas), o que torna necessário o controle de uniformidade da temperatura. Durante o processo de queima, podem ocorrer mudanças inicialmente em decorrência da decomposição ou transformações de fase em alguma das fases presentes. Com a continuidade do aquecimento, três fenômenos principais podem ocorrer: aumento do tamanho dos grãos, mudança no formato dos poros e mudança no tamanho dos mesmos, geralmente com redução da porosidade (KINGERY, 1976).

2.3.5.1 - Sinterização de material cerâmico

A sinterização de cerâmicas é um processo de união de partículas do pó compactado para a formação de uma estrutura sólida. É neste momento que ocorre a sinterização com a formação dos contornos de grão e o crescimento dos pescoços de união interpartículas. Isto se dá normalmente por processos difusionais atômicos ativados termicamente com temperaturas abaixo do ponto de fusão para o preenchimento da região de contato das partículas (poros) (VAN DE GRAAF et al., 1985). Nesta etapa as fases cristalinas e a microestrutura da cerâmica final são obtidas e é também quando ocorre a diminuição da porosidade e aumento a máxima densificação da cerâmica (CUTLER et al., 1992).

Para a realização da sinterização de cerâmicas utilizam-se fornos convencionais com dispositivos que melhorem a queima de forma uniforme e que possibilitem o controle de atmosfera necessário (BERTZ, 2000).

Importante ressaltar que a sinterização pode ocorrer com ou sem a presença de fase líquida. O primeiro caso é chamado de sinterização em fase líquida, onde a composição e a atmosfera de sinterização possibilitam a formação de líquido durante o processo.

Na ausência de fase líquida, o processo é chamado de sinterização em estado sólido (BARSOUM, 1997). A Figura 9 ilustra ambos os tipos



Figura 9 - (a) Sinterização em estado sólido; (b) Sinterização em fase Líquida FONTE: BARSOUM, 1997

Na sinterização no estado sólido, a temperatura ideal de sinterização é da ordem de $2/3$ a $3/4$ da temperatura de fusão do material (GERMAN, 1996) e pode ser dividida em três estágios (CHIANG et al., 1999; RING, et al, 1996) (Figura 10):

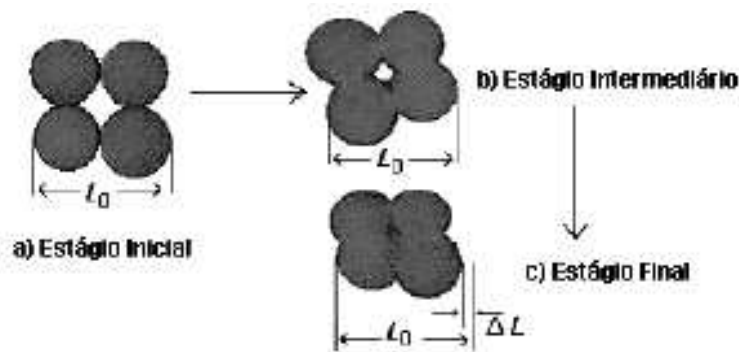


Figura 10 - Representações esquemáticas dos três estágios de sinterização e a consequente retração linear durante as etapas de sinterização. Imagem extraída e modificada de RING, et al., 1996.

a) Estágio inicial: caracterizado pela formação de contatos entre as partículas do pó compactado pela ativação dos mecanismos de transporte de massa promovendo a formação e o crescimento de conexões (“pescoços”) até o ponto onde eles começam a interferir entre si. Neste estágio há uma redução da área superficial de poros e aumento da interface entre as partículas.

b) Estágio intermediário: caracterizado pela densificação do compacto e pelo decréscimo dos diâmetros dos poros interligados. A intercomunicação entre os poros praticamente desaparece.

c) Estágio final: caracterizado pela eliminação gradual dos poros residuais.

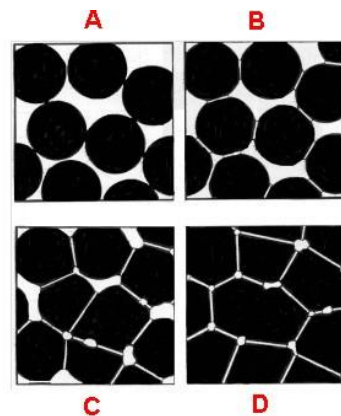


Figura 11 - Esquema representativo de partículas durante os estágios de sinterização: (A) Pó Inicial, (B) Primeiro Estágio, (C) Estágio Intermediário e (D) Estágio Final. FONTE: (REED, 1995)

As mudanças que ocorrem no material cerâmico na pré-síntese são a secagem, decomposição dos ligantes orgânicos e vaporização da água quimicamente combinada. A

densificação do produto cerâmico durante a sinterização ocorre através dos mecanismos de transporte de massa.

Os principais mecanismos de difusão, que causam contração, são difusão de contorno dos grãos e difusão de rede, sendo que o mecanismo de difusão ao longo do contorno dos grãos produz o crescimento do pescoço entre as partículas, reduzindo o tamanho dos vazios e deslocando-os para regiões côncavas do granulado, já o mecanismo de difusão de rede transporta os vazios para a superfície, com um concomitante escoamento de átomos em direção oposta.

O efeito combinado destes dois mecanismos de difusão vai provocar a contração dos interstícios, promovendo um empacotamento mais denso e uniforme do material cerâmico sinterizado. (KINGERY, 1976).

2.4 - Biocerâmicas

As biocerâmicas são conhecidas desde o século 19, quando houve relatos do uso de gesso como substituto dos ossos, porém foi entre as décadas de 60 e 70 é que se intensificou a utilização e os estudos de mais materiais cerâmicos que possibilitassem o uso como biomaterial e que tivessem propriedades mecânicas mais próximas aos órgãos que irão substituir.

Biocerâmicas são cerâmicas especiais usadas na Medicina e Odontologia para a substituição ou reconstrução de partes afetadas ou destruídas do sistema esquelético. Podem ser classificadas em reabsorvíveis (fosfato tri-cálcio), bioativas (biovidros, biovitro-cerâmicas e hidroxiapatita) e bioinertes (carbono, alumina sinterizada e zircônia estabilizada com ítria) (KUNES. et al., 2000).

As biocerâmicas são empregadas na forma densa e porosa. Em cerâmicas inertes e densas não há adesão do tecido de forma física, química ou biológica o que poderá ocasionar o fracasso do implante, pois não haverá a sua fixação ao órgão e poderá ficar solto no organismo e desprender-se. Porém, ao utilizar um material inerte e poroso as chances de adesão deverão ser superiores, pois haverá o aumento da área superficial para a adesão do tecido, e conseqüentemente, aumento da resistência ao movimento e redução dos riscos de fracasso do implante (HENCH, 1993). Há, no entanto, a limitação da utilização de cerâmicas porosas em

aplicações estruturais devido a sua baixa resistência mecânica, pois os materiais porosos tem como aplicação principal a regeneração de tecidos (PILLIAR, 2001).

A alumina densa α -Al₂O₃ foi a primeira cerâmica considerada inerte a ser utilizada e difundida devido a sua biocompatibilidade e elevada resistência mecânica, este material vem sendo muito estudado e utilizado até os dias de hoje por apresentar estas características em implantes dentários e próteses ortopédicas substitutos de ossos ou parte deles que são submetidos a elevados esforços durante sua atividade funcional. (DUCHEYNE, 1984; HULBERT, 1987)

As biocerâmicas podem ser classificadas de acordo com sua composição química, que são monolíticas que significa ser biocerâmica constituída por uma única composição química e compósitos que são constituídos por dois ou mais constituintes químicos distintos dentro de uma matriz cerâmica.

As biocerâmicas são classificadas também em "alta densidade", que apresentam após a sinterização uma densidade próxima da teórica. Estas são utilizadas em aplicações estruturais e, "baixa densidade", que apresentam uma microporosidade elevada e são utilizadas em engenharia de tecidos e para estimular o crescimento ósseo.

Há, também, a classificação conforme a resposta a seu hospedeiro que segundo Hench, (HENCH, 2003), pode ser:

- Bioativo que é o material que promove a interação tecido ósseo e implante com uma ligação forte estável, ou seja, permite a união química de ambos e é utilizado para estimular o crescimento do tecido ósseo e para enchimento de cavidades. As cerâmicas desse grupo são hidroxiapatita, biovidros e vitro-cerâmica contendo a fase apatita.
- Bioinertes são materiais que são tolerados pelo organismo onde quase não há uma reação de rejeição ao implante, ou seja, são materiais que possuem estabilidade química não reagem química e biologicamente com o organismo onde foi implantado. Os principais materiais utilizados são: alumina, zircônia estabilizada e algumas formas de carbono;
- Biorreabsorvíveis são as biocerâmicas que se degradam gradativamente após certo período de tempo em contato com os tecidos ósseos e acabam sendo absorvidas pelo organismo que as substitui pelos tecidos adjacentes. As biocerâmicas mais utilizadas são a hidroxiapatita deficiente de cálcio (Hap), o fosfato tricálcico α e β e

as composições bifásicas HA/TCP- β . Por não suportarem cargas mecânicas elevadas inibe a sua utilização em solicitações mecânicas elevadas (CAMARGO, 2010; KAWACHI, 2000).

A vida útil sob tensão atuante de um biocerâmico é o seu maior limitador em uso como biomaterial, pois ele pode se manifestar através de fadiga ou uma lenta propagação de trincas e pode ocasionar o fracasso da aplicação como implante, porém há materiais como a zircônia que possuem boa tenacidade à fratura e possibilita um bom desempenho como biomaterial em implantes (HENCH, 1993).

Com o objetivo de melhorar as propriedades mecânicas e atenuar os efeitos mais deletérios em uma aplicação como biomaterial o surgimento dos compósitos biocerâmicos tem apresentado valores superiores de propriedades mecânicas em relação a aplicações com cerâmicas monolíticas, pois são reforçadas através da adição de dois ou mais compostos e estes demonstram que pode se melhorar e aumentar a resistência à flexão, à torção e diminuir o módulo de elasticidade. Compósito de alumina-zircônia que são materiais inertes é utilizado através da variação de suas concentrações com a finalidade de encontrar a melhor característica entre as suas propriedades com, por exemplo, a obtenção de alta resistência mecânica, alta tenacidade à fratura e elevada dureza. (COUTO, 2011; BURELLI, 1988; BARBIERI, 2011).

2.5 - Zircônia

Cerâmica com grande número de aplicações em áreas que vão desde da indústria até sua utilização como biomaterial. A zircônia vem sendo pesquisada desde a metade do século 20 e atualmente, devido a grande demanda de pesquisas, o conhecimento se tornou bastante substancial sobre as suas propriedades e aplicações. (PICONI, 1999)

A zircônia é um material proveniente da zirconita e da badeleita, sendo que a zirconita é o minério mais abundante da crosta terrestre e a badeleita é um minério que é uma zircônia quase pura (STEVENS, 1984), porém a ocorrência deste minério é bem menor.

A zircônia pura é polimórfica na pressão ambiente, passando por transformações de fases até seu ponto de fusão, apresentando-se em três fases cristalinas cujas temperaturas de transformação ocorrem da seguinte forma(Figura 12):

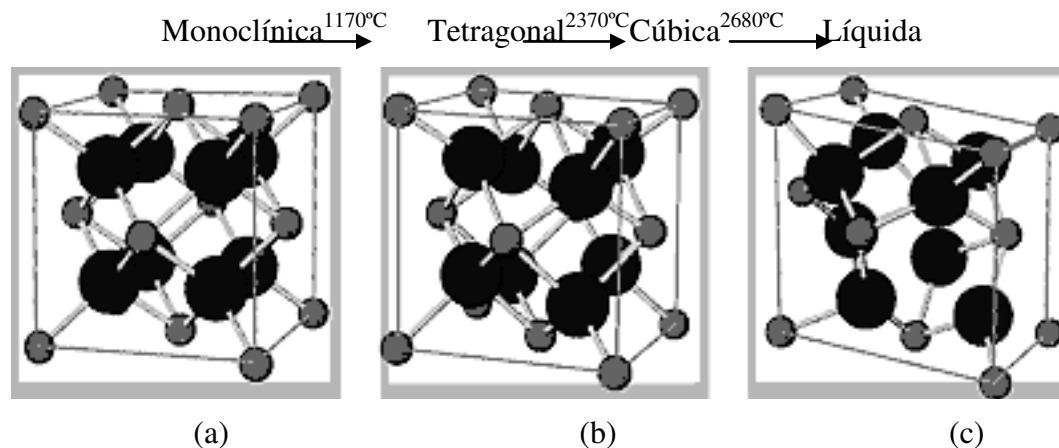


Figura 12 - Zircônia cúbica (a), Zircônia tetragonal (b) e Zircônia monoclinica (c) FONTE:

<http://www.keramverband.de/pic/bild12.gif>, (acessada em 22/11/2013)

Na fase monoclinica a zircônia é muito frágil e não possibilita uma aplicação estrutural, porém depois que Garvie em 1975 (GARVIE,1975), observou que ao adicionar um aditivo intersticial, com características químicas como composição e homogeneidade do material, controle da forma e do crescimento de grão e uma maior densificação da cerâmica. Neste caso, a zircônia apresentou valores de resistência mecânica e tenacidade à fratura muito semelhantes aos metais em temperatura ambiente o que aumentou as possibilidades de uso desse material.

A adição a zircônia de óxidos de magnésio, cálcio, cério e ítrio, permitiu a retenção de fases cúbicas e/ou tetragonais à temperatura ambiente. No entanto, a fase tetragonal metaestável, e sua consequente transformação para a fase monoclinica, é considerado um dos mecanismos de aumento da tenacidade à fratura da cerâmica à base de zircônia, tornando-a assim, um grande potencial para a aplicações estruturais (PICONI, 1999).

Além disso, os estudos e pesquisas utilizando zircônia tem procurado aperfeiçoar as técnicas de processamento cerâmico para a obtenção de pós adequados para a fabricação de cerâmicas que possuam menores quantidades e tamanhos de defeitos estruturais aliados a maiores homogeneidades física e química.

O óxido de zircônia é bom isolante térmico e elétrico, tem baixo coeficiente de dilatação térmica (alta estabilidade dimensional), pois possui dureza Vickers por volta de 1400 HV e acomodações microestruturais estáveis devido à força de suas ligações, possui alta resistência à

abrasão, devido a alta energia necessária para se retirar um elétron de um material cerâmico, é resistente à oxidação e tem elevada dureza que ocorre por causa das forças de ligações químicas que por serem iônicas deixam o material inerte à mistura espontânea com outros materiais impedindo que os íons se separem facilmente, tornando o material mais resistente. (RICHERSON, 1992)

Na figura 13, o diagrama de fases da zircônia dopada com óxido de Ítria (Y_2O_3) demonstra que a fase tetragonal é metaestável e a partir de um aumento na concentração de dopantes a quantidade desta fase diminui e a estrutura da cerâmica de zircônia tende a se transformar na fase cúbica (NORMAN, 1986).

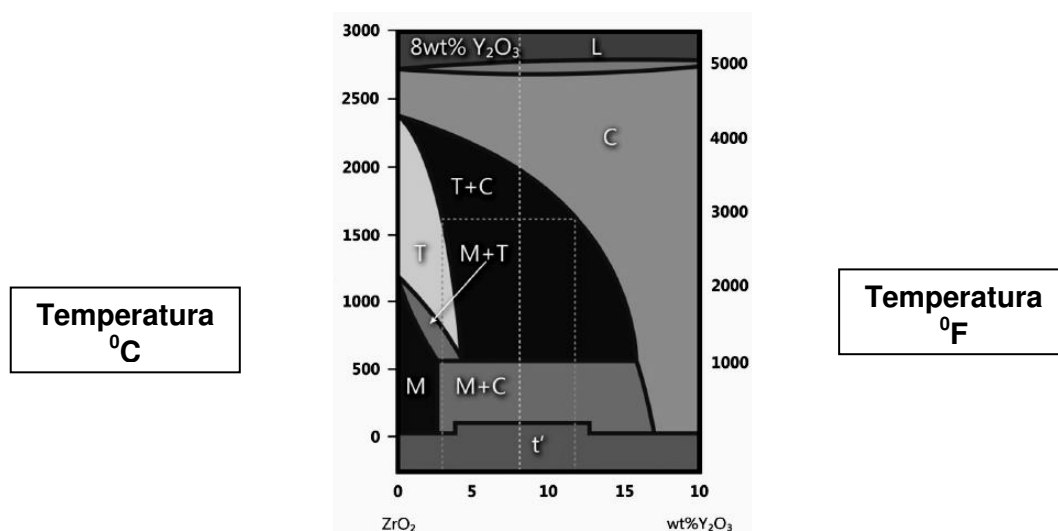


Figura 13 - Diagrama de equilíbrio de fases do sistema ZrO_2 - Y_2O_3 . FONTE: Adaptado de KURTZ, 2014.

A zircônia dopada por óxido de Ítria (Y_2O_3) apresenta duas categorias: a zircônia parcialmente estabilizada (PSZ – *Partially Stabilized Zirconia*), que contém aditivos estabilizantes suficientes que permitem a formação de precipitados de zircônia tetragonal em uma matriz cúbica, possuindo quantidades maiores que 4 % em mol de Y_2O_3 ; e a zircônia tetragonal policristalina (TZP - *Tetragonal Zirconia Polycrystalline*), com quantidade próxima de 100 % da fase cristalina tetragonal na temperatura ambiente e quantidades de Y_2O_3 em torno de 3 % em mol (LUO e STEVENS, 1999 e MONTANARO, 1996).

O objetivo principal, neste caso, é ter um material que permita um maior poder de absorção e dissipação da energia mecânica aplicada que resultará em uma maior resistência à fratura e a fadiga.

O processo de aumento da tenacidade à fratura das cerâmicas de zircônia ocorre com a retenção da fase tetragonal metaestável, e sua consequente transformação para a fase monoclinica. Como já foi descrito, é semelhante à transformação martensítica e pode estar relacionada a algumas evidências: a quantidade de fase transformada varia de acordo com a mudança de temperatura; a fase tetragonal de alta temperatura não pode ser estabilizada na temperatura ambiente através da súbita redução da temperatura; a transição ocorre com uma velocidade próxima à velocidade de propagação do som nos sólidos, em temperaturas próximas a 1170°C (STEVENS, 1984).

Essa transformação produz uma expansão volumétrica que pode variar de 3 a 5% provocando tensões internas na microestrutura criando microtrincas ao redor da partícula transformada fazendo com que o material cerâmico fique muito frágil. Porém em cerâmicas aditivadas ou dopadas as tensões internas que se originam, absorvem energias de tensões externas aplicadas e melhoram as propriedades mecânicas, especialmente a tenacidade à fratura. (STEVENS, 1984).

Outro ponto importante é que essa transformação, além de produzir a expansão volumétrica de 3 % a 5 %, também produz uma deformação cisalhante (1 % a 7 %) que resultam em uma deformação compressiva na matriz. Estas tensões comprimem a trinca e atuam como uma barreira energética para o crescimento da mesma. Como esses fenômenos ocorrem associados à trinca em propagação, um trabalho extra é requerido para propagar a trinca através da microestrutura cerâmica, o que se traduz em um aumento da tenacidade e da resistência mecânica (NIIHARA, 1983). Este mecanismo de tenacificação está ilustrado na Figura 14.

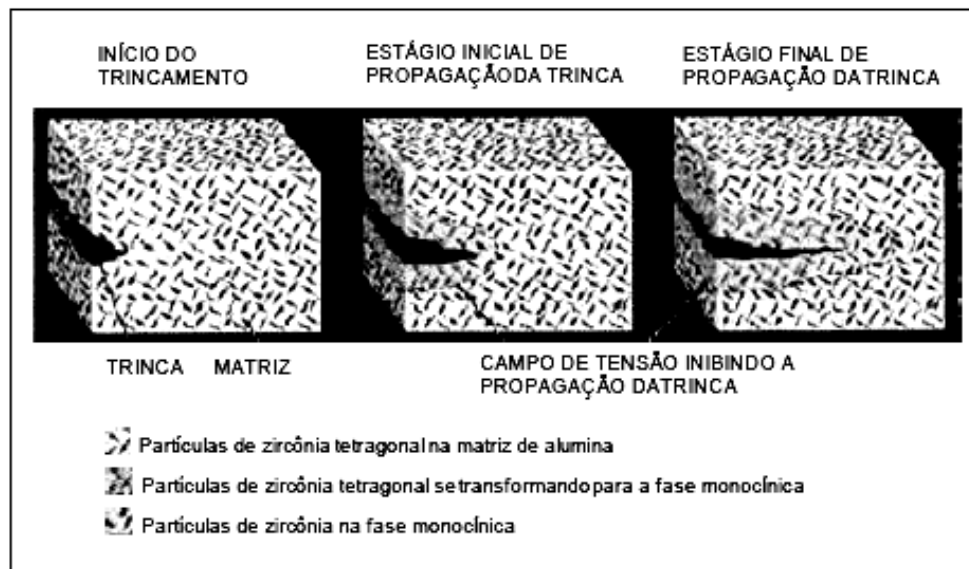


Figura 14 - Mecanismo de aumento de tenacidade por transformação de fase de partículas de zircônia tetragonal metaestável para monoclínica. FONTE: (NONO,1990; STEVENS, 1986).

Os mecanismos de tenacificação associado à transformação tetragonal – monoclínica podem ser listados da seguinte forma, conforme Evans (EVANS, 1985):

Microtrincamento: Com o aumento de volume ocorrido durante a transformação são geradas tensões tangenciais ao redor da partícula transformada, que induz ao aparecimento de microtrincas esta se propaga até encontrar a partícula da fase monoclínica, depois é desviada e torna-se ramificada. Conforme pode ser visto na figura 15:

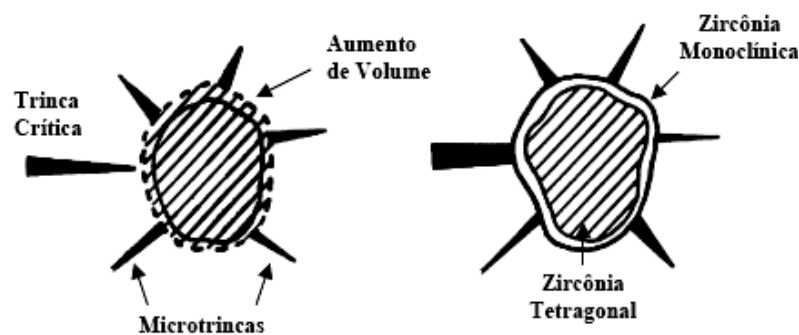


Figura 15- Interação entre a superfície de uma partícula de zircônia tetragonal e a ponta da trinca e a conseqüente transformação para a fase monoclínica. FONTE:NONO, 1990 e STEVENS, 1986.

Transformação de fase induzida por tensão: Quando uma trinca se propaga sob tensão, e gera um campo de tensões ao seu redor, especialmente na ponta, o resultado é que pode ocorrer a transformação martensítica (fase tetragonal-monoclínica), criando um estado de compressão na

matriz. Neste caso, há a necessidade que ocorra uma energia extra para a propagação da trinca no material(Figura 16). Este fato tem como consequência um aumento na tenacidade da zircônia.

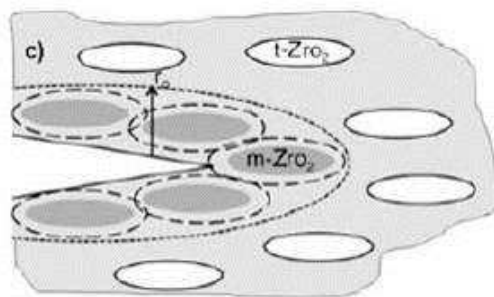


Figura 16 - - Transformação de fase por tensão da trinca. FONTE:SILVA, 2014

Tensão de compressão na superfície da cerâmica: São tensões que se desenvolvem devido a transformação de partículas de zircônia tetragonal para monoclinica na superfície. Elas podem ser induzidas através de tratamentos mecânicos superficiais, como retífica e polimento, onde são desenvolvidas tensões de compressão na superfície da cerâmica, resultando no aumento da tenacidade à fratura e a resistência mecânica na superfície(Figura 17). Estas tensões compressivas são geradas a uma profundidade entre 10 a 100 μ m e é considerado um processo muito importante, visto que os defeitos superficiais são mais nocivos do que os defeitos internos no corpo do material (STEVENS, 1984).

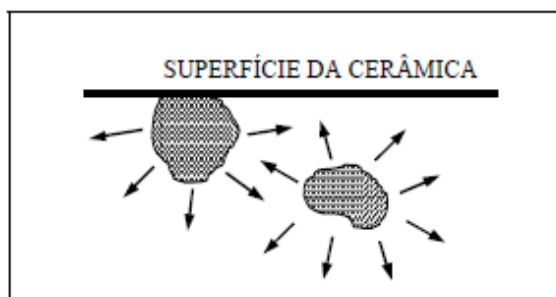


Figura 17 - Desenvolvimento de tensões superficiais originadas da transformação de partículas tetragonais metaestáveis para monoclinicas na cerâmica de zircônia. FONTE: (EVANS, 1995)

Em função das suas propriedades físicas, mecânicas e composição química, a zircônia tetragonal (ZrO_2) é um material cerâmico amplamente divulgado e muito utilizado na atualidade, sendo que é utilizado em várias áreas tais como: indústria química, nuclear, aeroespacial e medicina. Essa diversificação da zircônia deve-se principalmente a sua alta tenacidade e resistência mecânica, baixa relação peso/resistência mecânica e boa resistência à corrosão em diversos meios agressivos.

As cerâmicas de zircônia estabilizadas com óxido de ítrio (Y_2O_3), também chamadas de Y-TZP, são muito utilizadas como biomateriais, pois, além de serem inertes, apresentam boa biocompatibilidade, pois em vários testes não apresentaram reações adversas em testes in vivo (células ou tecidos vivos) e também em testes de solubilidade química (ISO 6872:95 Dental Ceramics) onde os resultados forma satisfatórios.

No caso dos implantes dentários cerâmicos, a zircônia possui uma série de vantagens em relação aos metálicos, quando usado em próteses implanto-suportadas pelo fato de se destacar pela sua estética, biocompatibilidade, elevada dureza e alta estabilidade química.

Manicone e colaboradores (MANICONE, et al,2007) explicaram que o sistema estomatognático tem como função a mastigação e que as próteses dentárias devem possuir resistência mecânica à compressão, dureza e tenacidade à fratura, bem como resistência à fadiga, para suportar os esforços originários do processo de mastigação. Estes esforços incidem sobre as estruturas com direção e intensidade, e variam de acordo com a capacidade muscular do indivíduo, região do elemento dentário, anatomia dentária, condições locais, alimentação e hábitos do paciente (NAERT, 2005).

TABELA 2 - Propriedades típicas de cerâmicas de ZrO_2 estabilizadas com Y_2O_3 (MORAES, 2004)

Massa Específica (g/cm^3)	6,0~6,1	Resist.à flexão(MPa)	800 - 1000
Condutividade Térmica ($W.mK^{-1}$)	2,0~2,2	Dureza - HV (MPa)	13
Coef. Exp. Térmica ($10^{-6}.^{\circ}C^{-1}$)	10,1~11	Tenacidade - K_{IC} ($MPa.m^{1/2}$)	9-10
Resistência ao choque Térmico	350	Coeficiente de Poisson	0,23
Módulo de Elasticidade	200~210	Módulo de Weibull - m	12
Resistência à Compressão (MPa)	2000~2500		

Um dos problemas que a zircônia pode apresentar é o envelhecimento ou degradação das suas propriedades mecânicas que ocorre em meios aquosos ou em vapor d'água na faixa de temperatura 200~300°C. Este fenômeno reduz a resistência, a tenacidade à fratura e pode ser

explicado pela transformação da fase tetragonal para monoclínica com micro e macrotrincas na superfície do material progredindo para o seu interior (PICONI, 1999).

Este fenômeno pode ser atenuado se houver redução de tamanho de grão ou aumento de óxido estabilizante, além da formação de compósitos com alumina.

Chevalier e colaboradores (CHEVALIER, et al, 1999) descreveram o envelhecimento caracterizada pela lenta transformação da fase tetragonal para fase monoclínica em um ponto onde se desenvolve uma deformação por cisalhamento. Iniciando por um grão em contato com água ou vapor d'água, seu mecanismo é o da corrosão sob tensão (Figura 18). Esta corrosão aumenta a rugosidade da superfície e provoca o aparecimento de microtrincas. Até 2001 isso era desconsiderado pelos fabricantes da cerâmica (CHEVALIER, 2006; WANG, et al, 2013).

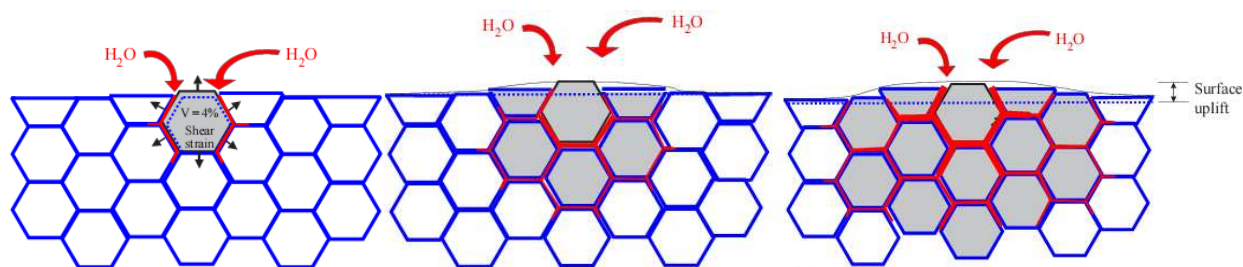
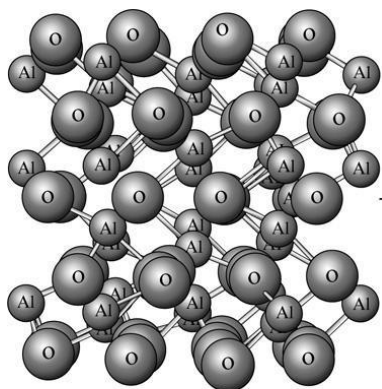


Figura 18 - Diagrama do processo de envelhecimento da zircônia. FONTE: CHEVALIER, 2006

2.6 - Alumina

A alumina ou coríndon (Al_2O_3) é um óxido encontrado na crosta terrestre como um componente de minerais aluminossilicatos como a bauxita onde sua principal forma de obtenção é pelo processo Bayer. A bauxita é classificada como mineral refratário e mineral metalúrgico (BROWN et al, 1991).

A alumina pode ser obtida através da calcinação da bauxita refratária ou através de sua dissolução em hidróxido de sódio e sua fase mais estável é a α -alumina, conforme pode ser visto na figura 19 a alumina é um cristal que apresenta a estequiometria 2:3 cátion : ânion , onde os cátions que vão para a coordenação octaedral preenchendo dois terços dos sítios disponíveis, ficando um terço dos sítios vazios na estrutura (CHIANG, 1999).



CORUNDUM: Al_2O_3

Figura 19 - Estrutura atômica da alfa-alumina ou corúndon. FONTE: SHACKELFORD, J. F. & DOREMUS, R. H., 2008

A alumina possui uma condutividade térmica relativamente alta e por isso possui boa resistência ao choque térmico e o que a torna um bom material para ser utilizado em contatos elétricos.

A alumina por si mesma não é capaz de formar vidros, mas pode tomar parte da rede de materiais vítreos. Isso é devido ao fato do átomo de alumínio ter a capacidade de formar quatro ou seis ligações coordenadas com o oxigênio e assim substituir o átomo de silício nas ligações tetraédricas da sílica (JASTREZEBSKI, 1977).

A α -alumina policristalina é considerada o material de maior aceitação para aplicação em casos que necessitam de inércia como em aplicações biomédicas, pois combina excelente resistência à corrosão, boa biocompatibilidade, alta resistência ao desgaste, alta resistência mecânica à compressão e alta rigidez (VASCONCELOS, et al, 2005). Sempre utilizando pequenas quantidades de MgO (<0,1% em massa) são utilizados como aditivo de sinterização para inibição do crescimento de grão durante a sinterização o que contribui para o aumento das propriedades mecânicas relativas à sua microestrutura (HULBERT, et al, 1987). Devido a isso, ela ainda é muito utilizada em cabeça de fêmur e próteses dentárias.

A utilização da alumina como próteses dentárias é devido não só a uma solução funcional, mas também estética, pois o material apresenta grande similaridade na aparência, textura e translucidez se comparado aos dentes naturais (MIRANDA, et al, 1999)

Um dos problemas que alumina pura sinterizada apresenta em sua microestrutura é com certeza o grande número de poros intragranulares, além de um grande crescimento anormal do grão. (FERREIRA, 2001) Estes defeitos diminuem os valores das propriedades mecânicas

diminuindo sua capacidade funcional. A adição de MgO como aditivo de sinterização que atenua os defeitos apresentados e foi descoberta por volta da década de 50 (BENISON and HARMER, 1988)

Alguns pesquisadores observaram que há mecanismos que podem explicar o efeito do MgO na alumina (COBLE, 1961) dentre eles podemos citar que a precipitação de espinélio (MgAl_2O_4) como segunda fase o que dificulta o movimento de grãos, há também o MgO que, em solução sólida onde ele se concentraria nas regiões do contorno de grão dificultando a sua mobilidade e, neste caso, os poros estariam anexados aos contornos e poderiam ser eliminados durante o processo de densificação. Já a alteração na geometria dos poros ocasionada pela relação entre a energia da superfície e a energia dos contornos. Por último, com o aumento da taxa de densificação em relação a taxa de crescimento de grão, facilitaria a mobilidade do oxigênio ao longo dos contornos de grão. Há mais uma possibilidade, observada por Heuer (HEUER, 1980) que com a adição da MgO aumentaria a taxa de difusão na superfície dos grãos da alumina aumentando a mobilidade dos poros.

Além do MgO, também destacam-se como aditivos os óxidos de níquel, de ferro, de titânio, de silício, de nióbio, de lantânio e de ítrio (HUBNER, 1984; ACCHAR, 2010; DELAYNAY et al, 1980)

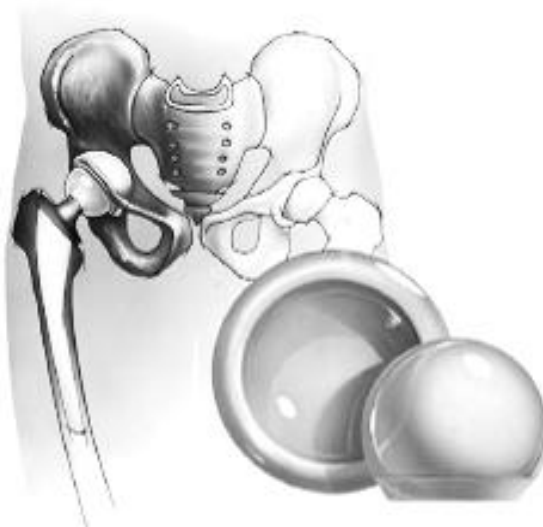


Figura 20 - Prótese de Quadril com a cabeça de Fêmur de cerâmica de alumina em destaque.

FONTE: PICONI, 2011

As propriedades da alumina são apresentadas na tabela 3, conforme dados do fabricante JOMON.

TABELA 3 - Propriedades da Alumina

Densidade	3,98 g/cm ³
Resistência à Flexão	420 MPa
Módulo de Young	380 GPa
Resistência à Compressão	3GPa
Calor específico	770 J / Kg.K
Expansão térmica	20 – 1000°C 8,5 x 10 ⁻⁶ 1/K
Condutividade térmica	33 W / m.K
Dureza Vickers	17 GPa

Tabela: Propriedades da Alumina [fonte: <http://jomon.com.br>, acesso 07/2014]

Apesar de ser líder na utilização de cerâmicas avançadas devido a seu baixo custo, versatilidade e excelente desempenho, a alumina possui como limitação em sua aplicação que é a baixa tenacidade à fratura. Em virtude dessa situação, várias pesquisas tem procurado melhorar as propriedades mecânicas, e em uma delas há inclusão de zircônia na matriz da alumina em diferentes composições com intuito de aumentar a sua tenacidade à fratura. (CHEVALIER, 2006)

Trunec (TRUNEC, 2015) observou que ao adicionar nanopartículas de zircônia(0,3% em peso) e de espinelio (0,175% em peso) em uma matriz de alumina preparada pelo processo gel-casting com compressão isostática a quente e sinterização sem pressão obteve uma maior translucidez do material. A dopagem por processamento coloidal resultou no tamanho do grão mais refinado a uma microestrutura completamente densa. A dopagem utilizando nanopartículas de espinelio e moagem com bolas de esferas de zircônia preveniu eficazmente dispersão de luz na segunda fase da dopagem e, em combinação com o processamento coloidal aplicado, resultou num tamanho de grão mais refinado na estrutura completamente densa de alumina. O processo gelcasting provou ser um método de consolidação apropriada para moldar grandes corpos transparentes.

No trabalho de Michálek (MICHÁLEK, 2014) foram estudados a utilização de 0,5, 1, 1,5, e 2% de nanotubos de carbono na dopagem de um compósito alumina-zircônia com 5% de zircônia PSZ em volume. Os materiais foram prensados à quente à 1500°C por 2 h sob pressão mecânica uniaxial de 30 MPa com a finalidade de aumentar a densidade dos compósitos, as partículas foram secadas por um processo de congelamento dos grãos que é um método para estabilizar a secagem de suspensões aquosas e obter maior homogeneidade. Os resultados de microdureza e tenacidade à fratura foram comparados com a referência de alumina pura

produzida em condições semelhantes. A incorporação do nanotubo ao compósito promoveu um aumento na tenacidade à fratura de 8% e 35%, respectivamente na alumina e alumina-zircônia em comparação com a alumina monolítica. O melhor resultado foi conseguido com a adição de 1% em volume que propiciou o valor de $7,5 \text{ MPA.m}^{1/2}$.

O estudo de Maca (MACA, 2014) investigou a influência das inclusões de 500ppm MgO (óxido de magnésio) e 250 ppm $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ (óxido de zircônio dopado com óxido de ítrio) na sinterização da alumina com grãos finos avaliando a energia de ativação através da curva mestre. O menor valor de energia de ativação exibiu a alumina não dopada com crescimento de grão descontrolado. Já a adição de MgO resultou num ligeiro aumento da energia de ativação o que resultou em uma melhora na inibição do crescimento de grão, enquanto que no Y_2O_3 e ZrO_2 houve a inibição significativa do grão e aumento da densificação, o que se refletiu nas energias mais elevadas de ativação de sinterização.

2.7 - Compósitos a base de alumina e zircônia

Os materiais cerâmicos possuem limitações para algumas aplicações, devido aos baixos valores que algumas de suas propriedades mecânicas apresentam. A possibilidade de utilizar os compósitos para aumentar, em geral, sua tenacidade à fratura. Dentre os tipos de composição, os compósitos de matriz de alumina ganharam destaque por apresentarem boas propriedades mecânicas sem alterações drásticas em sua sinterabilidade.

A alumina é a cerâmica avançada mais utilizada na indústria como material estrutural e possui como principais propriedades o elevado módulo de elasticidade, alta resistência ao desgaste e ao ataque químico e estabilidade química a elevadas temperaturas, porém, a sua baixa tenacidade à fratura e baixa resistência à flexão limitam sua gama de aplicações incentivando pesquisas na busca por melhores propriedades mecânicas.

Um compósito estudado em trabalhos recentes e que possibilitou a melhora na tenacidade à fratura e a resistência à flexão foi a adição de pequenas partes de zircônia à matriz de alumina. Alguns dos fatores que contribuem para esta melhora é a inibição do crescimento de grãos durante a sinterização, o que favorece um aumento nas propriedades mecânicas do compósito. A

presença de zircônia em alumina dificulta a densificação durante a sinterização. Quando há a combinação dos óxidos de alumínio e zircônia o material apresenta propriedades interessantes para diversas aplicações. Como exemplo, a resistência mecânica dos compósitos $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ é largamente afetada pelas fases de zircônia presentes. No caso em que ZrO_2 tetragonal é a fase de zircônia predominante em um sistema de composição alumina-zircônia, há um aumento na resistência mecânica do compósito formado (PALLONE, 1990 apud DALMASCHIO, 2008).

O conhecimento sobre a zircônia como aditivo de sinterização é algo que ocorre a muito tempo, porém o conceito de tenacificação da alumina por dispersão de partículas de zircônia é mais recente, além disto, o processo leva à formação de uma solução que promove o processo de densificação pela introdução de defeitos e é caracterizada pela presença de duas fases distintas, ao contrário de uma solução sólida. (WANG, J. & STEVENS, R., 1989).

De Aza e colaboradores (DE AZA, et al, 2002, descreveu que o compósitos de alumina e zircônia são conhecidos como ZTA ("*zircônia toughened alumina*" ou alumina tenacificada por zircônia), e consiste em uma matriz de alumina reforçada com partículas de zircônia que podem estar estabilizadas ou não e ATZ ("*alumina toughened zirconia*" ou zircônia tenacificada por alumina) é uma matriz de zircônia estabilizada reforçada com partículas de alumina.

Estudos anteriores indicaram que os resultados de tenacidade à fratura desses compósitos bifásicos habitualmente eram superiores aos materiais cerâmicos monofásicos, sendo que o compósito ZTA apresentava melhores resultados e não possuía problemas relacionados a degradação hidrotermal da zircônia, fato que ainda prevalece no compósito ATZ (MORAES, 2004).

O compósito ZTA também tem a seu favor o fato de possuir uma dureza maior, pois apresenta em sua composição maior quantidade de alumina que é um material com maior dureza que a zircônia o que resulta também em uma maior resistência à abrasão. (HEROS, R. & WILLMANN, G., 1998 apud MORAES, 2004).

Dongxu e colaboradores (DONGXU, et al, 2012), realizou um trabalho que utilizou três composições do compósito de alumina-zircônia (10, 20 e 30% em peso de zircônia) com o objetivo de comparar com a alumina, os resultados apresentados foram satisfatórios sendo que a resistência à flexão foi de 500 MPa para a alumina, 620 MPa para 10%, 980 MPa para 20% e 1000 MPa para 30% e para tenacidade à fratura os resultados são $4,9 \text{ MPa.m}^{1/2}$ para a alumina, $5,7 \text{ MPa.m}^{1/2}$ para 10%, $7,0 \text{ MPa.m}^{1/2}$ para 20% e $8,9 \text{ MPa.m}^{1/2}$ para 30% e os resultados para os

ensaios de degradação demonstraram que os compósitos obtiveram maior resistência à degradação não apresentando declínio em suas propriedades.

Kern (KERN, 2012) observou que ao utilizar um compósito de alumina e zircônia com 85% de alumina, 10% de zircônia e 5% de céria, todas as proporções em peso, o crescimento dos grãos de alumina se tornava exagerado ao aumentar a temperatura da sinterização, pois a céria tende a fazer com que os grãos cresçam de forma exagerada em altas temperaturas fazendo com que as propriedades mecânicas sejam inferiores, também observou que houve transformação de fase espontânea da zircônia o que pode ter contribuído para o resultado. A ideia, a princípio, foi produzir precipitados mais isolados e melhorar a distribuição dos grãos em partículas manométricas.

Zhang e colaboradores (ZHANG, et al, 2013), fizeram um estudo com o compósito alumina-zircônia com zircônia parcialmente estabilizada com ítria com adição de zirconato de gadolínio, hexaaluminato de lítio com lantânio e zirconato de estrôncio com uma prensagem à quente de 1550°C em matriz de grafite por 2 horas, porém os resultados desse estudo não foram significativos para propriedades mecânicas se comparados a outros compósitos.

Atualmente, alguns autores trabalharam no estudo da degradação hidrotérmica da zircônia, utilizando compósitos ATZ e têm demonstrado grande importância na redução desse fenômeno quando ensaiados em autoclaves simulando a ação dos fluídos por um determinado período, observaram que houve significativa redução da degradação da zircônia com a dopagem por alumina e lântania, pois houve a redução das transformações de fases da zircônia, indicando também que ao adicionar dopantes de baixa valência de cátions segregou o contorno de grão e trouxe bons resultados. (URIBE, 2013; NOGIWA-VALDEZ, 2013)

Para melhor dispersão dos pós Trombini (TROMBINI 2007), Silva (SILVA, 2010) e Araújo (ARAÚJO, 2012) realizaram a cominuição de forma separada os pós de alumina e de zircônia em solução alcóolica com o defloculante PABA para melhorar a dispersão de pós manométricos de zircônia na matriz, nestes trabalhos foi possível obter amostras com densidades próximas a densidade teórica, com microestruturas bem homogêneas e com tamanho de grãos semelhante ao tamanho das partículas iniciais do pó com uma temperatura de sinterização mais baixas.

Naglieri e colaboradores (NAGLIERI, et al, 2013) prepararam 4 composições do compósito alumina-zircônia com as seguintes composições 5, 10, 15 e 20% de zircônia em

volume por dois processos diferentes um por prensagem uniaxial de grânulos secados por *spray dryer* e o outro por *slip casting* também obtido por secagem em *spray dryer* e sinterizados a 1500°C por 1 hora, houve um maior adensamento das partículas e melhor distribuição no processo de *slipcast*, sendo que das composições avaliadas a que apresentou melhores resultados foi a de 10% de zircônia tanto pelo processo uniaxial quanto por *slip-cast* com densidade próxima de 99,5% (*slip cast*), valores de dureza de 1820 HV e tenacidade à fratura de 3,6 MPa.m^{1/2}.

Benavente e colaboradores (BENAVENTE, et al, 2014), preparou um nanocompósito de alumina-zircônia com as seguintes composições 5, 10 e 15% de zircônia em volume que foram sinterizadas em forno microondas com grande precisão e controle de temperaturas, os compósitos foram prensados isostaticamente a 200 MPa e sinterizados em três temperaturas diferentes que são 1200, 1300 e 1400°C com taxa de aquecimento de 200°C/min com 10 minutos em máxima temperatura. Também foi feita a sinterização por um forno convencional a temperatura de 1400°C com taxa de 10°C/min para comparação. Os resultados de densificação atingiu 97,7% com máxima temperatura e o material revelou um tamanho de grão ligeiramente menor quando comparados com o tamanho de grão conseguido por aquecimento convencional, a dureza do compósito com 10% apresentou melhor valor que foi de 20 GPa e a tenacidade à fratura teve um resultado melhor com a composição de 15% atingindo o valor de 6 MPa.m^{1/2} indicando que o processo por forno de microondas traz grandes ganhos na propriedade do material.

2.8 –Pilar Cerâmico

O sistema mastigatório humano é um exemplo típico de um sistema cinematicamente e mecanicamente indeterminado e permite movimentos com seis graus de liberdade sendo que a mandíbula ainda é capaz de se mover com quatro graus de liberdade. Todas as porções musculares juntas geram uma força resultante e torque (seis graus de liberdade) com respeito ao centro de gravidade da mandíbula inferior. (PILEICKIENE, 2004)

A biomecânica da mandíbula humana pode ser explicada por um modelo de suporte complexo, onde as forças musculares são produzidas pelos músculos da mastigação, e as forças de reação são produzidas pelas superfícies de oclusão e côndilo. Conclui-se, que as forças

musculares através de oclusão e superfícies condilares estão em um estado de equilíbrio dinâmico 3D. (PILEICKIENE, 2004)

Atualmente, utilizam-se análises biomecânicas virtuais, como o método dos elementos finitos, pois existem dificuldades em se entender o comportamento das tensões nas estruturas e não há métodos de observação em condições de testes mecânicos. (PESQUEIRA, et al., 2012; ASSUNÇÃO et al., 2009).

A implantodologia pertence ao ramo da odontologia que restaura espaços ausentes de dentes através da implantação de dentes protéticos onde a utilização de pilares intermediários é uma das soluções.

É conhecido que a perda de estruturas dentárias continua a ser um problema que afeta a saúde do sistema estomatognático, isto se deve a vários fatores que podem levar à ocorrência desse problema (GOIATO et al., 2011).

O tratamento com implantes osseointegráveis já é considerado uma das formas de reabilitação clínica. A osseointegração foi definida como o fenômeno de conexão entre o tecido ósseo e a superfície de um implante (BRÄNEMARK, 1987).

O implante osseointegrado é considerado uma solução incontestável para se repor dentes perdidos. Os sistemas de implantes dentais podem ser, segundo Steinebrunner (STEINEBRUNNER, *et al*, 2005) compostos por dois componentes: o implante (parte endóssea), colocado em uma primeira fase cirúrgica, e um pilar protético (ou *abutment*), que se conecta ao implante, após a osseointegração com a função de suporte da prótese.

Para quantificar o valor da força de mordida de um ser humano deve-se considerar dois fatores: a força dos músculos da mastigação e o sistema recíproco que controla as forças mastigatórias via pressorreceptores dos ligamentos periodontais. O sistema de regulação neuromuscular trabalha de forma a controlar a força cortante para que não exceda o limite crítico da capacidade de suporte de carga dos tecidos periodontais. Segundo dado de referência da literatura pode ser dito que o valor normal das gamas força da mordida estáticas seria de 100 a 1000 N, enquanto intervalos de forças dinâmicas ou funcionais 3,5-350 N (BRAUN, 1995). Já as medidas de força de mordida máxima entre os europeus e americanos está na gama de 600-750 N (HAGBERG, 1987) enquanto que as forças da mastigação funcionais são muito inferiores em torno de cerca de 60-100 N (WALTIMO, 1993).

O ligamento periodontal humano (PDL) permite estabilizar o dente no osso, além de fornecer nutritivo, proprioceptivo, e as funções de reparação. Ele é composto por fibras colagenosas e uma substância base gelatinosa incluindo células e tecidos neurovascular que identificam quando há excesso de carga no sistema enviando a informação a cérebro para que ele diminua a intensidade de força aplicada para não danificar os tecidos. (BERKOVITZ, 1990)

As propriedades biomecânicas do osso alveolar e ligamento periodontal influenciam significativamente a força de mordida e as capacidades de suporte de estresse da mandíbula (DAEGLING, 1992). Uma vez que o módulo de elasticidade do periodonto (cerca de 2 a 3 MPa) (MANDEL, 1994) é muito menor do que a do osso cortical mandibular (cerca de 10 a 20 GPa), a compressão máxima do ligamento periodontal deverá atingir o seu limite inferior ao do osso cortical mandibular, pois durante a aplicação da força os dentes molares podem resistir mais a compressão do que os dentes anteriores, devido às suas áreas periodontais maiores.

Os pilares intermediários ajudam a corrigir problemas de altura e angulações de implantes e distribuir tensões em decorrência de distorções na confecção das infra-estruturas (GOIATO et al, 2011), além disso, eles também tem a função de serem o ponto mais fraco da estrutura para diminuir os riscos da quebra do implante (LEWIS, 1992). Como pode ser visto na figura 21, existem pilares para diferentes posições dos dentes.



Figura 21-Pilares de Zircônia: Inciso, Pré-molar e pilar de teste (da esquerda para direita).
FONTE: ALBRECHT, 2011

Há ainda a opção de se utilizar pilares customizáveis para melhor adaptação dos implantes conforme pode ser visto na figura 22.

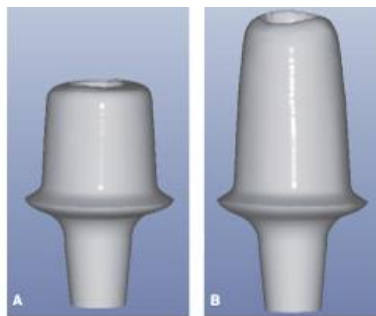


Figura 22 - Pilares customizáveis. FONTE: ROEDIGGER, 2014

Anteriormente, os problemas dos sistemas de implante eram a posição do implante, no pilar e a sua inclinação, com o passar do tempo, a preocupação de soluções mais estéticas passou a ser mais importante no tratamento restaurador. Devido a essa preocupação, a maioria dos pacientes assumiu a necessidade de possuir um sorriso harmonioso que possibilitasse o bom convívio em sociedade e uma consequente ascensão profissional.

Desde os anos 70, houve problemas em que os materiais metálicos apresentavam tais como a contaminação iônica e a preocupação estética, o que iniciou uma busca pela obtenção de novos materiais fazendo com que os pesquisadores desenvolvessem as biocerâmicas, pois os materiais se assemelhavam ao tecido ósseo, além de apresentar estabilidade química, elevada dureza e resistência ao desgaste, apesar das baixas propriedades mecânicas quando comparadas aos metais (MORAES, 2004); (AZEVEDO et al., 2007).

A alumina possui resistência mecânica elevada, alta temperatura de fusão, estabilidade química é biocompatível e bioinerte, porém possui baixa tenacidade à fratura e resistência flexural o que pode limitar sua aplicação como implante.

Há, por exemplo, um implante utilizado na Alemanha durante a década de 80 feito de óxido de alumínio (Al_2O_3), que apresentou um problema de baixa tenacidade à fratura e fraca interface implante-osso, quando comparada aos tradicionais implantes de titânio, o que deixava uma sobrevida muito reduzida e por essa razão foi retirada em pouco tempo do mercado (KOHAL et al., 2006; WENZ et al., 2008).

Atualmente, o tratamento exclusivamente com os implantes dentários em titânio tem apresentado histórico de doenças ligadas ao uso de metais e neste caso é visto de forma crítica. Para pacientes sensíveis e alérgicos às partículas de titânio, uma solução que vem sendo adotada em reconstruções estéticas são os tratamentos *metal free*, mais precisamente a utilização de

zircônia ou um compósito de alumina e zircônia que apresentaram melhores resultados (ANDREIOTELLI; WENZ; KOHAL, 2009).

A zircônia possui um dos maiores valores de tenacidade entre os materiais cerâmicos, resiste fortemente à propagação de trincas e apresenta alta resistência flexural, também é biocompatível e bioinerte, além de ter estabilidade química, mas apresenta um fenômeno chamado de envelhecimento que causa sua degradação em meios fisiológicos em temperaturas abaixo de 300° C. (PICONI e MACCAURO, 2007)

O compósito de alumina zircônia apresenta as melhores propriedades com relação aos monolíticos atenuando os problemas de degradação da zircônia e melhorando a capacidade de resistir a trincas o que não ocorre com a alumina.

Essas cerâmicas são consideradas, atualmente, as melhores opções para a confecção de próteses parciais fixas de três elementos indicadas para infra-estruturas de próteses parciais fixas *metal-free* de maior extensão (PICONI e MACCAURO, 2007).

Um implante dentário bem sucedido deve suportar forças cortantes e entregá-los com segurança para os tecidos interfaciais a longo prazo, para isso é importante estudar alguns aspectos da biomecânica da mordida como a natureza das forças de mordida sobre os implantes; como as forças cortantes são transferidas para os tecidos interfaciais; como os tecidos interfaciais irão reagir, biologicamente, a condições de estresse de transferência (BRUNSKI, 1992).

A falha média de pilares cerâmicos de alumina-zircônia apontada em estudos recentes demonstrou que apenas 1,15% dos pilares apresentam os resultados mecânicos, biológicos e estéticos de pilares de implantes anteriores não satisfatórios (BIDRA E RUNGRUANGANUNT, 2013).

Segundo alguns pesquisadores (FONTIJN-TEKAMP et al, 2000, KILIARIDIS et al, 1993) a carga de mordida fisiológicas na região anterior é de cerca de 170N.

Tiank e colaboradores (TIANK, et al, 2012) realizaram uma pesquisa sobre a possível influência do ângulo no aumento da tensão a pilares angulares, para isso realizaram ensaios para determinar se os pilares angulares podem resultar em diminuição de tensão no osso circundante de implantes dentários unitários. Foi feito uma análise de elementos finitos (FEA) em quatro modelos simplificados foram projetados para simular cenários clínicos nos quais os implantes foram colocados em uma posição axial ideal ou em uma posição inclinada. Cada implante foi emparelhado com um encosto reto ou inclinado onde foi aplicada uma carga de oclusão simulada

de 100 N ao longo do eixo vertical da mandíbula. Os resultados numéricos obtidos mostraram que os pilares angulados resultaram em uma diminuição de tensões quando os implantes não foram colocados na posição axial ideal. O estudo identificou por meio de análise de elementos finitos (FEA) que pilares angulares poderiam resultar na diminuição da tensão no osso de suporte do sistema de implante e pode dar algumas pistas para resolver o debate sobre a influência dos pilares angulares.

Um estudo de Mizutani e pesquisadores (MIZUTANI, et al,2010) avaliou a translucidez das cerâmicas restauradoras especificamente com o uso de pilares de alumina e zircônia. Neste trabalho, os corpos de prova foram confeccionados já no formato dental e com uma escala visual para a avaliação fotográfica que ajudariam no estudo onde puderam observar uma escala que marcava alta translucidez, média translucidez e baixa translucidez. Para a obtenção das imagens os corpos de prova foram submetidos à luz de alta intensidade para serem analisadas por contagem de quadrantes, sendo os mesmos calculados qualitativa e quantitativamente. O resultado do estudo apontou que a alumina apresentou maior translucidez, e ausência total de bloqueio de luz, já a zircônia apresentou resultados mais altos e equilibrados de média translucidez.

Os pilares de zircônia mostraram menor descoloração gengival indicando que os resultados estéticos para estes pilares em comparação com pilares metálicos são melhores e mais adequados. Além do mais, os pilares de zircônia possuem biocompatibilidade com os tecidos também, o que os tornam uma alternativa viável nas reabilitações protéticas em regiões onde a estética é necessária especialmente em pacientes com fenótipo gengival fino ou com sorriso gengival(GEHRKE et al. 2010; BIDRA E RUNGRUANGANUNT, 2013).

Os pilares de zircônia também podem ser utilizados em regiões posteriores, segundo estudos de Nothdurft e Pospiech (NOTHDURFT E POSPIECH,2010) e Zembic e colaboradores (ZEMBIC, et al, 2012) que realizaram testes com pilares deste material com tempos de acompanhamento em torno de 12 meses à 5 anos com coroas de cerâmica pura indicando em pesquisas clínicas que os tecidos duros e moles Peri – implantares estavam em grande parte saudável e não apresentavam nenhum processo inflamatório.

Pode-se citar, ainda, no estudo de Zembic e colaboradores (ZEMBIC, et al, 2012) que através da utilização aleatória de pilares de zircônia com coroas cerâmicas e pilares de titânio com coroas metalocerâmicas foram realizados ensaios que consideravam complicações técnicas

e/ou biológicas. Nem os pilares e nem as coroas registraram fraturas com taxa de sobrevivência de 100% para ambos. Já a sobrevivência dos implantes com pilares de zircônia foi de 88,9% e 90% para os implantes com os pilares de titânio. Houve fratura do revestimento cerâmico em três coroas metalocerâmicas suportados por pilares de titânio. Não foram encontradas diferenças significativas entre os pilares de zircônia e titânio em regiões posteriores.

Moura e colaboradores (MOURA, et al, 2007) realizaram um estudo em que pilares foram construídos em *In-Ceram* zircônia e restaurado com coroa de *In-ceram* alumina que foram utilizados para avaliação da resistência à fratura de intermediários experimentais para implantes *in-vitro* com a simulação do incisivo central superior instalado com inclinação de 135° entre os incisivos centrais superiores e inferiores em um ensaio que aplicava carga na região de cingulo até que se desse a ruptura de algum componente. Foram confeccionados sete corpos de prova sendo que ocorreu a fratura de cinco corpos de prova do implante e dois fraturaram a base do intermediário de cerâmica. A média encontrada para as forças de compressão foi de 305,6 N, o que se constatou ser superior a carga mastigatória fisiológica que é 235 N aproximadamente. (HARALDSON, 1979)

Delben e colaboradores (DELBEN, et al, 2014), apresentaram um estudo no qual avaliou a confiabilidade e falha do sistema coroa e pilar aparafusados fabricados em zircônia com anéis de retenção de Titânio que possuíam 3 conexões diferentes: Sistema Hexagonal Externa "EH", Sistema Hexagonal Interna "IH" e Sistema Cone Morse "MT" avaliando os diferentes designs de conexão entre os implantes e qual poderia ser a influencia nas falhas e na confiabilidade do sistema. Foram feitos testes de fadiga de 50.000 ciclos com cargas de 400N e 200N com análise de distribuição de probabilidade WEIBULL indicando que as falhas não foram associadas à fadiga nos grupos Sistema Hexagonal Externa "EH" ($\beta = 0,63$), Sistema Hexagonal Interna "IH" ($\beta = 0,97$) e Sistema Cone Morse "MT" ($\beta = 0,19$). Dados de confiabilidade para uma missão de 50.000 ciclos a 400 N revelaram significativas diferenças de confiabilidade de escala entre grupos Sistema Hexagonal Externa, Sistema Hexagonal Interna e Sistema Cone Morse, mas não houve diferença significativa em 200 N entre Sistema Hexagonal Externa e Sistema Hexagonal Interna, e Sistema Hexagonal Interna e Sistema Cone Morse. Os Grupos Sistema Hexagonal Externa e Sistema Hexagonal Interna exibiram falhas coesivas e adesivas de folheado. Grupo sistema Hexagonal Interna também apresentou falha adesiva na zircônia / titânio entre a inserção do pilar enquanto sistema Cone Morse mostrou fratura no pescoço pilar. O estudo mostrou que

apesar do sistema Hexagonal Externa mostrar maior confiabilidade e resistência em relação aos outros sistemas, todos os grupos relatados resistiram a cargas médias superiores às cargas dos dentes anteriores.

A força de tensão das próteses totais é de 48-62 MPa, a tensão de compressão é de 75 MPa(SCHNEIDER, 1985).Sendo assim, acredita-se que a cerâmica não pode ser fraturada sob forças mastigatórias funcionais.

Alguns autores realizaram ensaios de fratura in-vitro com pilares de zircônia e titânio para comparação entre os dois materiais sendo que o resultado revelou que os valores estão acima das cargas mastigatórias, estes resultados podem ser vistos na tabela 4, onde se observa os autores e os valores para cada material.

TABELA 4 - Resultados dos ensaios de pilares de zircônia e titânio

Autor	Zircônia	Titânio
VARUGHESE, 2012	294 N	324 N
WATERVAL, et al, 2007	305,6 N	Não realizou ensaio
APICELLA, et al, 2011	296,6 N	552,3 N

Cruz (CRUZ, 2010), observou que quando bem ajustado as forças oclusais a resistência à fratura tanto do pilar de zircônia quanto do pilar de titânio a carga incisal de 300N mesmo depois de milhões de carregamentos.

Nesse contexto, as cerâmicas de alumina e de zircônia conquistaram uma ampla utilização como alternativa às infraestruturas protéticas metálicas, devido às suas propriedades mecânicas, alta capacidade estética, estimada longevidade clínica, radiopacidade e biocompatibilidade.

3- Materiais e métodos

Os pós de alumina utilizados foram da Almatiss-USA A16SG calcinada, com diâmetro médio (d50) de partícula especificado pelo fabricante de $0,5\mu\text{m}$, densidade $3,91\text{g/cm}^3$, superfície específica mínima $7,0\text{ m}^2/\text{g}$ possuindo alguns teores de impurezas. Os pós de zircônia utilizados foram a TZ-3Y-E da TOSOH, com tamanho médio de partícula de $0,9\mu\text{m}$, densidade $6,05\text{ g/cm}^3$ e superfície específica de $16,0\text{ m}^2/\text{g}$.

Como aditivos foram utilizados o cloreto de magnésio hexahidratado na forma de solução ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ - Synth MAUSA) como inibidor de crescimento de grão utilizado em proporção de 100 ppm em relação ao volume da suspensão, conforme relatados em vários trabalhos anteriores (ARAUJO, 2012, TROMBINI, 2007, MORAES, 2004), o ácido 4-aminobenzóico, PABA (Synth MA-USA) como defloculante e o ácido oléico (Synth MA-USA) para melhorar a compactação. O material foi colocado em uma solução de álcool etílico com pureza de 99,0% para cominuição dos pós.

3.1-Procedimento experimental.

Neste trabalho foram processados as seguintes composições 70/30 60/40 e 50/50 do compósito alumina-zircônia (proporção de alumina e zircônia em volume, respectivamente). Estas proporções já foram estudadas por outros pesquisadores (ARAÚJO, 2012 SILVA, 2011; ABDULLAH, 2011, KERN, 2012; NEVAREZ, 2010) e foram escolhidas para efeito de comparação de resultados. Os pós de alumina e zircônia foram processados de forma separada e sua homogeneização e mistura foi realizada logo após para a realização das caracterizações a fim de definir qual a melhor composição para a confecção de um pilar cerâmico. A figura 23 mostra o fluxo de processos e os procedimentos para realização da pesquisa.

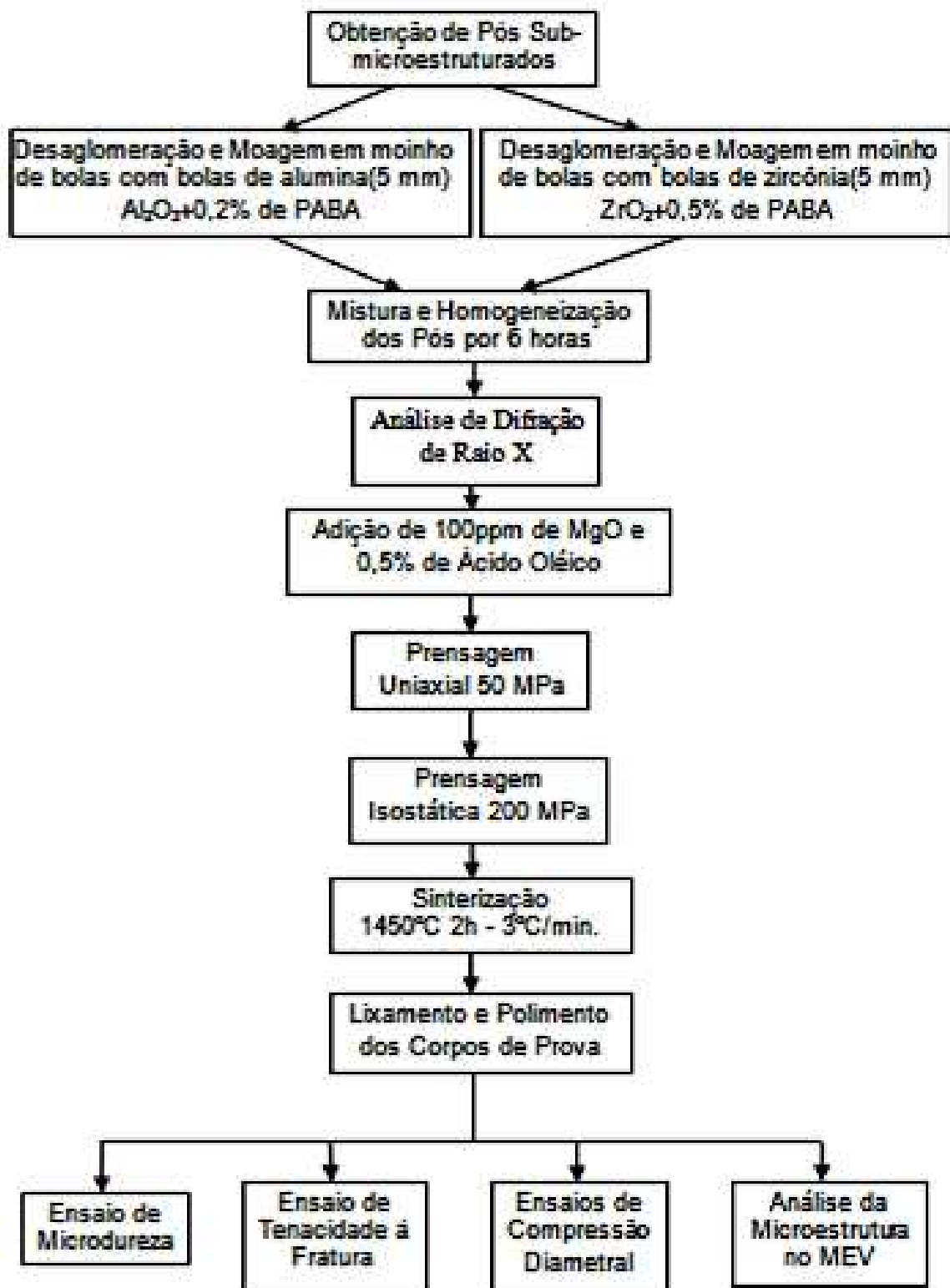


Figura 23 - Fluxo de Processamento do Material até sua Caracterização e Ensaios

3.1.1 - Cominuição dos pós

As matérias primas foram moídas em Moinho de Bolas durante 24h, separadamente, com auxílio do defloculante PABA (ácido para aminobenzoico- $C_7H_7NO_2$) (KYTAYAMA and PARK, 2004 apud ARAÚJO, 2012; ABDULLAH, 2012) na proporção de 0,2 % para alumina e 0,5% para a zircônia em álcool utilizando a moagem por bolas de alumina de 5 mm e bolas de zircônia de 5mm respectivamente. Esta moagem tem a finalidade de reduzir o tamanho das partículas.

A moagem dos pós foi realizada separadamente utilizando o moinho de bolas na proporção de 4 vezes o peso do pó de zircônia em bolas de zircônia e 5 vezes o peso do pó de alumina em bolas de alumina. Os pós cerâmicos foram colocados em frascos de polietileno de alta densidade de 60ml de capacidade juntamente com as bolas de alumina ou zircônia, respectivamente, logo após os frascos de polietileno de alta densidade foram colocados dentro de suportes de aço inox fixados no moinho.

A figura 24 mostra o moinho de Bolas utilizado para a cominuição dos pós.



Figura 24 - Moinho de Bolas

Os pós de zircônia foram desaglomerados e moídos no moinho de bolas, utilizando 0,5% do defloculante PABA em álcool com as bolas de zircônia na proporção em peso numa relação bola: pó de 5 para 1 por 6 horas.

Os pós de alumina também foram desaglomerados e moídos no moinho vibratório de bolas, utilizando 0,2% do defloculante PABA em álcool com as bolas de zircônia na proporção em peso numa relação bola: pó de 4 para 1 por 6 horas.

3.1.2 - Análise do tamanho de partículas.

A análise foi feita em um analisador de tamanho de partículas por difração à laser modelo Mastersize 2000 ver. 5.6 (Malvern Instruments). Os pós foram dispersos em álcool isopropílico. Esta análise é usada para definir a quantidade relativa de partícula presente no material e fazer a classificando de acordo com o tamanho. Esta classificação é conhecida distribuição de tamanho de partícula, DTP, ou pela sigla da expressão em inglês, PSD (*particle size distribution*). Neste procedimento são destacados os valores de d10, d50 e d90 que correspondem ao tamanho cumulativo em 10%, 50% e 90% das partículas. Desta forma d10 é o tamanho abaixo do qual são encontradas 10% das partículas. Igualmente d50 e d90 são os tamanhos abaixo dos quais são encontradas 50 e 90% das partículas respectivamente.

3.1.3 - Análise de difração de raio-X

A análise de difração de raio-X tem a finalidade de caracterizar a microestrutura de materiais cristalinos com aplicações na engenharia e ciências dos materiais, pois difrata ondas dos cristalinos permitindo que se identifique a composição dos materiais. Esta análise foi realizada para identificar a presença de Al_2O_3 na alumina e na zircônia.

Para realização desta análise foi utilizado difratômetro fabricante: RIGAKU modelo: DMAX2200, com radiação $\text{K}\alpha(\text{Cu})$, tensão de operação de 40kV, corrente de 30mA, 2θ variando de 10 a 90° com velocidade de 3°/minuto.

A análise da alumina e dos compósitos com 40 e 50% de volume de zircônia foi realizada em intervalo $2-\theta$ de 20° a 75°, com passo de 0,03° e exposição de 1s por passo e análise da

zircônia(Figura 30) e do compósito de 30% foram realizadas em intervalos semelhantes da alumina, porém com passo de 0,05° devido a análise ter sido realizada em momentos e equipamentos diferentes.

3.1.4 – Mistura e homogeneização

A mistura e homogeneização dos pós ocorreu após a secagem e a separação das bolas onde foi calculado o volume correto para cada mistura (70/30, 40/60 e 50/50 de alumina e de zircônia em proporções volumétricas, respectivamente).

Cada proporção foi colocada no moinho vibratório de bolas com bolas de zircônia em solução alcoólica numa quantidade que permitia somente cobrir as bolas de zircônia, e foram misturadas e homogeneizadas durante 22 horas no moinho e logo depois foram acrescentados 100 ppm de MgO, na forma de solução de $MgCl_2 \cdot 5H_2O$ e 0,5% de ácido oléico em relação à massa do pó (alumina e zircônia), voltando a homogeneizar por mais 2 horas.

Os materiais foram secados em estufa à 40° C, desaglomerados, pesado e dividido para a conformação dos corpos de prova.

3.1.5 - Conformação uniaxial e isostática

A conformação dos corpos de prova em formato cilíndrico (10 mm de diâmetro e 5mm de comprimento) foi realizada por prensagem uniaxial (50MPa), seguida de prensagem isostática (~200MPa).

Foram conformados 15 corpos de prova alumina pura 15 corpos de prova de zircônia pura e 15 corpos de prova de cada compósito do estudo (70/30, 40/60 e 50/50) para que se fizesse a caracterização e ensaios para comparação das propriedades dos materiais.

3.1.6 – Sinterização dos corpos de prova

Os materiais deste trabalho, obtidos após moagem em moinho vibratório de bolas foram sinterizados em forno de alta temperatura LINDBERG/Blue M – modelo BF51664PC da THERMO SCIENTIFIC. A temperatura de sinterização utilizada foi de 1450°C que é uma das mais utilizadas na sinterização de ZTA, conforme relatado por Kim e colaboradores (KIM, et al, 2010). A sequência de sinterização dos corpos foi iniciada com um aquecimento até 600°C com taxa de aquecimento de 3°C/min com patamar de 1 hora. O aquecimento prosseguiu a uma taxa de 10°/min até 1050°C, na qual o material a ser sinterizado permaneceu por 30 minutos. A elevação da temperatura prosseguiu até atingir 1450°C em uma taxa de 10°c/min e nesta permaneceu por 2h (SILVA, 2011; ARAÚJO, 2012).

Após a sinterização, as amostras foram preparadas para análise microestrutural com o embutimento dos corpos de prova em baquelite para polimento de superfície para realização de ensaios de microdureza, tenacidade à fratura e análise no microscópio eletrônica de varredura.

Os parâmetros de sinterização utilizados foram baseados em trabalhos anteriores (KIM, et al.,2010; ARAÚJO, 2012) que determinaram uma temperatura que não provocasse o crescimento do grão, pois implica em perda de propriedades.

3.2 – Análise microestrutural

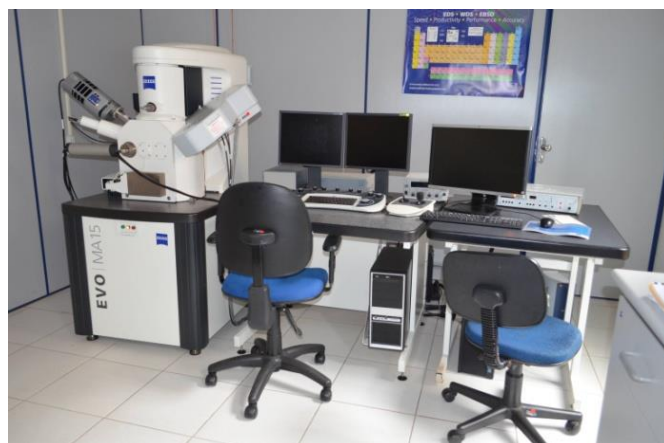
A sequência do polimento foi realizada em uma politriz modelo Aropov2V da Arotec, com panos de polimento Ultraprep 45 e 15 μ m e com pastas de diamante com diâmetro médio de partículas de 6, 3 e 1 μ m. Para a análise microestrutural foram feitos os ataques térmicos para revelar os contornos de grãos. Foram realizados a 50°C abaixo da temperatura em que as amostras foram sinterizadas, usando taxa de aquecimento de 15°C/min e mantidos por 30 minutos.

As amostras foram caracterizadas na superfície polida. Para isso foram recobertas com uma fina camada de ouro, depositada através de uma evaporadora marca BALZERS, mod. SCD-

004 e o microscópio eletrônico utilizado para análise da microestrutura foi da marca LEICA, mod. EVO MA15.



(a)



(b)

Figura 25 - Evaporadora e Microscópio utilizados neste trabalho (a) Evaporadora marca BALZERS, mod. SCD-004 e (b) Microscópio Eletrônico de Varredura LEICA mod. EVO MA15

A análise realizada pelo microscópio eletrônica de varredura (MEV) é fundamental para o estudo da topografia de sólidos e pós, devido à sua capacidade em proporcionar uma profundidade de foco bem superior aos dos microscópios ópticos, além de poder atingir resolução na ordem de nanômetros. Devido à alta resolução e grande profundidade de foco permite obter imagens tridimensionais da amostra o que se torna útil para analisar superfícies de fratura.

O funcionamento da microscopia eletrônica de varredura é baseado na focalização de um feixe de elétrons, que pode ser estático ou pode fazer uma varredura pela superfície da amostra onde os tipos de sinais produzidos quando o feixe de elétrons atinge a superfície de uma amostra incluem, para o espalhamento elástico: elétrons retro espalhados (*backscattered*); e para espalhamento inelástico: elétrons secundários, elétrons Auger, etc. Os principais responsáveis pela formação da imagem analisada são os elétrons secundários que revelam a topografia da superfície da amostra (CANEVAROLO, 2004).

3.3 - Ensaios mecânicos

Os ensaios mecânicos foram realizados para determinar, através da comparação das amostras (alumina, zircônia e os compósitos 70/30, 60/40 e 50/50 de zircônia em volume) qual material apresenta condições favoráveis de aplicação estrutural.

Foram realizados os ensaios de microdureza, tenacidade à fratura e compressão diametral, sendo que no ensaio de microdureza e no de tenacidade à fratura foram realizados 10 indentações em cada corpo de prova, porém neste caso foram usados somente 8 corpos de cada, pois os outros foram utilizados para a análise microestrutural.

3.3.1- Microdureza Vickers

A preparação dos corpos de prova foi realizada com o mesmo procedimento utilizado na Análise Microestrutural, ou seja, estes foram polidos com os panos ULTRAPREP 45 e 15 µm e com pastas de 6, 3 e 1 µm. Os ensaios de microdureza Vickers foram realizados utilizando-se um microdurômetro com indentador de diamante (ângulo de 136°) da marca Buehler.

Os resultados foram obtidos utilizando da equação 1:

$$HV = 0,0018544 \cdot \frac{P}{l^2} \quad \text{Equação 1}$$

onde:

P é carga aplicada em N

l é o valor médio das diagonais impressas (em mm)

HV é a microdureza (em GPa).

3.3.2 - Tenacidade à fratura

Assim como na microdureza e na análise microestrutural os corpos de prova foram preparados e polidos da mesma forma. A tenacidade à fratura dos corpos de prova foi determinada pela técnica de indentação pela impressão Vickers que é obtida utilizando um microdurômetro com carga de 3 Kg, por 15 segundos, carga necessária para trincar as superfícies na ponta da trinca, conforme norma ASTM C 1327-99, neste caso utiliza-se a equação(CASELLAS,2003; SILVA,2011):

$$K_{IC} = \varepsilon \cdot \left(\frac{E}{H}\right)^{\frac{1}{2}} \cdot \left(\frac{P}{C^{\frac{3}{2}}}\right) \quad \text{Equação 2}$$

onde:

K_{IC} - Tenacidade à fratura do material expressa em MPa.m^{1/2};

ε - Constante que independe do material e varia de 0,015 à 0,022, o valor utilizado é de 0,016;

E – Módulo de Elasticidade em GPa;

H – Dureza Vickers em GPa;

P – Carga Aplicada em N;

C - Comprimento Médio das Trincas, em mm.

3.3.3 - Ensaio de resistência a compressão diametral

O ensaio de resistência à tração por compressão diametral segue a norma ASTM E 384-02 que define corpos de prova de formato cilíndrico. O ensaio de compressão diametral consiste na aplicação de um carregamento de compressão em amostras cilíndricas, onde o carregamento é aplicado em planos paralelos, diametralmente opostos. Esta configuração de carga gera um plano de tensões de tração, razoavelmente uniforme no plano perpendicular ao da aplicação da carga. Para a realização do ensaio, foram utilizados dois dispositivos compostos por uma base metálica plana (mesa) e ponta ativa também plana (pistão), entre os quais se posicionou a amostra. Foi

aplicada uma força compressiva vertical ao longo do diâmetro do corpo de prova utilizando-se uma máquina de ensaio universal de marca MTS. A resistência à tração por compressão diametral foi calculada usando a equação3:

$$\sigma_t = \frac{2.P}{\pi.D.L} \quad \text{Equação 3}$$

onde:

σ = resistência à tração por compressão diametral, expressa em MPa;

P = carga máxima obtida no ensaio (KN);

D = diâmetro do corpo-de-prova (mm);

L = altura do corpo-de-prova (mm)

4. - RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 - Caracterização dos materiais

4.1.1 - Tamanho das partículas.

A distribuição dos tamanhos das partículas obtida por difração à laser foi realizada nos pós de alumina comercial não processada, alumina processada (moída), zircônia comercial não processada e zircônia processada (moída). Todos os pós foram moídos por 6h e resultaram nos valores de d10, d50 e d90 apresentados nas tabelas 4 (para alumina) e 5 (para zircônia). Foi utilizado os resultados do trabalho de Almeida (ALMEIDA, 2015) que faz parte do mesmo grupo de pesquisa e que utilizou exatamente o mesmo material e processo, porém para aplicações diferentes.

Na Figura 26, a alumina comercial A16SG não processada apresentou um perfil bimodal na distribuição do tamanho de partículas com medidas variáveis que pode estar associado à presença de aglomerados.

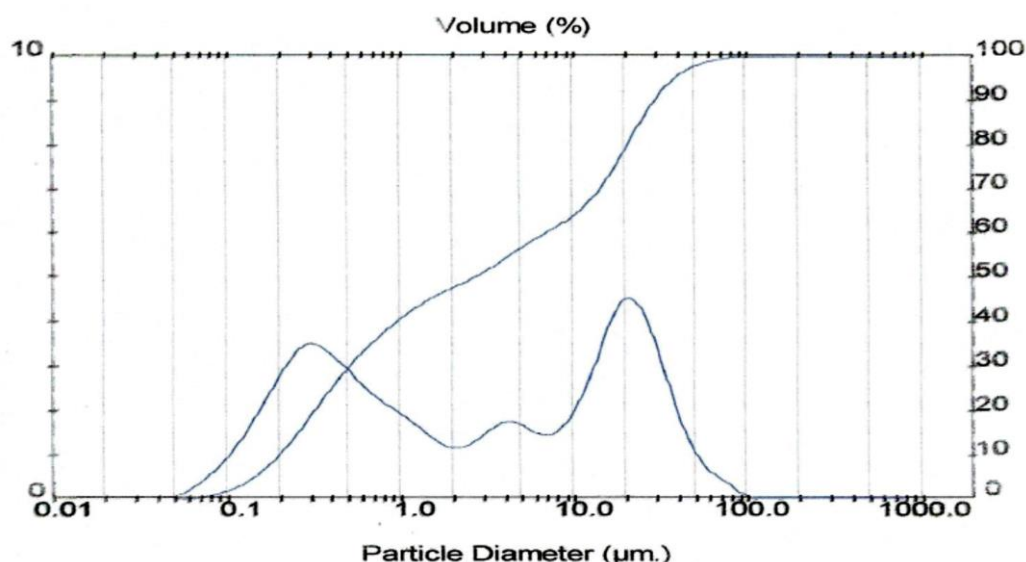


Figura 26 - Resultado da análise do tamanho de partículas de alumina não processada

Na Figura 27, a alumina A16SG processada, apresenta um perfil concentrado entre 0,1 e 1,0 μm com pico de 70% próximo de 0,3 μm , porém ao observar a tabela 4 D(v.0,9), o valor apresentado foi de 8,08 μm que é um valor superior ao especificado pelo fabricante indicando provável presença de aglomerados que não foram reduzidos durante o processo de cominuição.

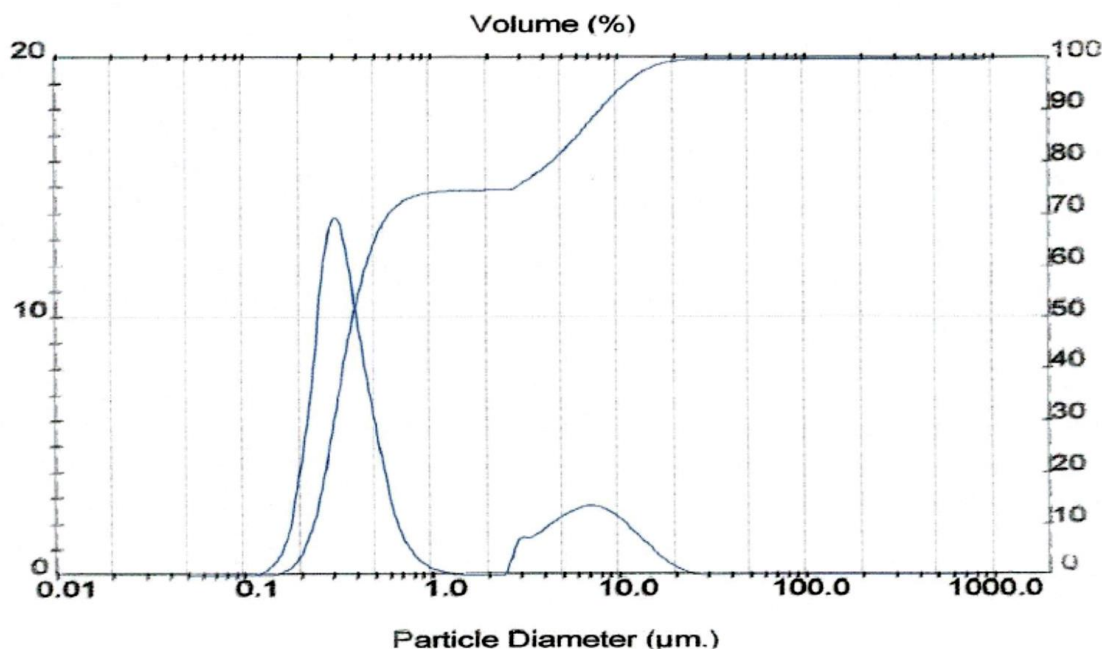


Figura 27 - Resultado da análise do tamanho de partículas de alumina processada

O tamanho de partícula informado pela Almatís para o pó de alumina calcinada A16SG foi de D(v.0,5) de 0,59 μm e D(v.0,9) de 2,8 μm . Após a análise do pó através o Master Size, os resultados foram de aproximadamente D(v.0,5) de 2,61 μm , D (v.0,9) de 29,45 μm e D(v.4,3) tamanho médio de 10,30 μm , os resultados podem ser melhor visualizados na tabela 5. Os valores iniciais apresentados pelo Master Size indicam que não se tratavam de partículas individualizadas e muito provavelmente de aglomerados, pois os valores foram superiores ao informado pelo fabricante.

TABELA 5 - Resultados das análises do tamanho de partículas de alumina não processada e processada

Volume	D(v.0,1)	D(v.0,5)	D(v.0,9)	D(v.4,3)
alumina não processada	0,30 μm	2,61 μm	29,45 μm	10,30 μm
alumina processada	0,23 μm	0,38 μm	8,08 μm	2,29 μm

A figura 28 corresponde a zircônia não processada e apresenta uma distribuição da curva do tamanho de partícula com uma concentração maior entre 10 e 100 μm , estes valores sugerem a presença de aglomerados.

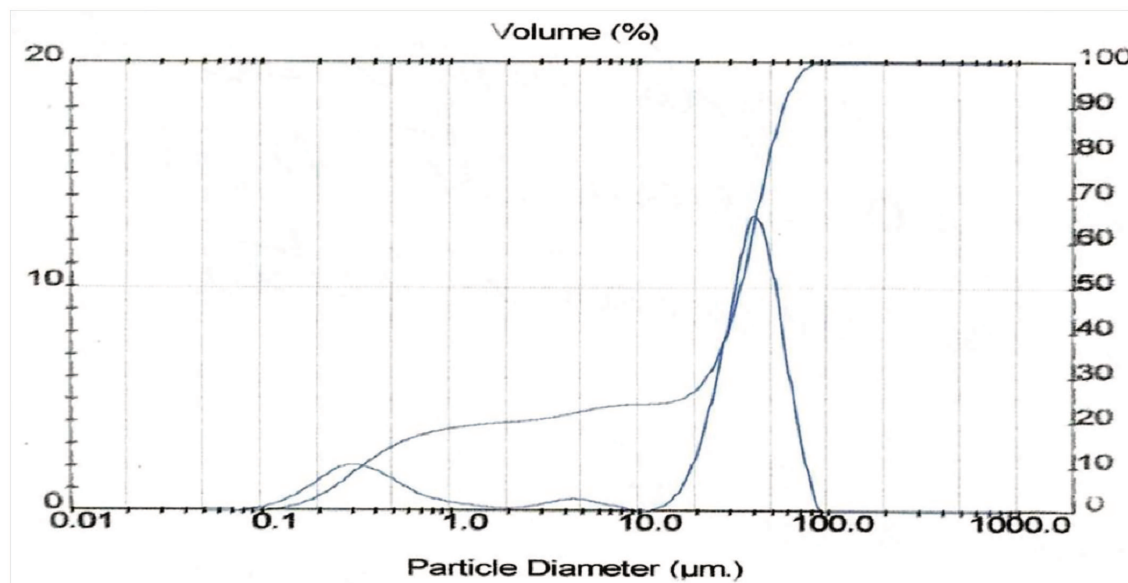


Figura 28 - Resultado da análise do tamanho de partículas de zircônia não processada

A figura 29 apresenta a zircônia Tosoh processada onde observa-se um perfil concentrado entre 0,1 e 1,1 μm com pico de 60% próximo de 0,3 μm , porém ao observar a tabela 5, $D(v.4,3)$ apresentou tamanho médio de 1,65 μm o que indica a presença de aglomerados que também não foram reduzidos durante o processo de cominuição.

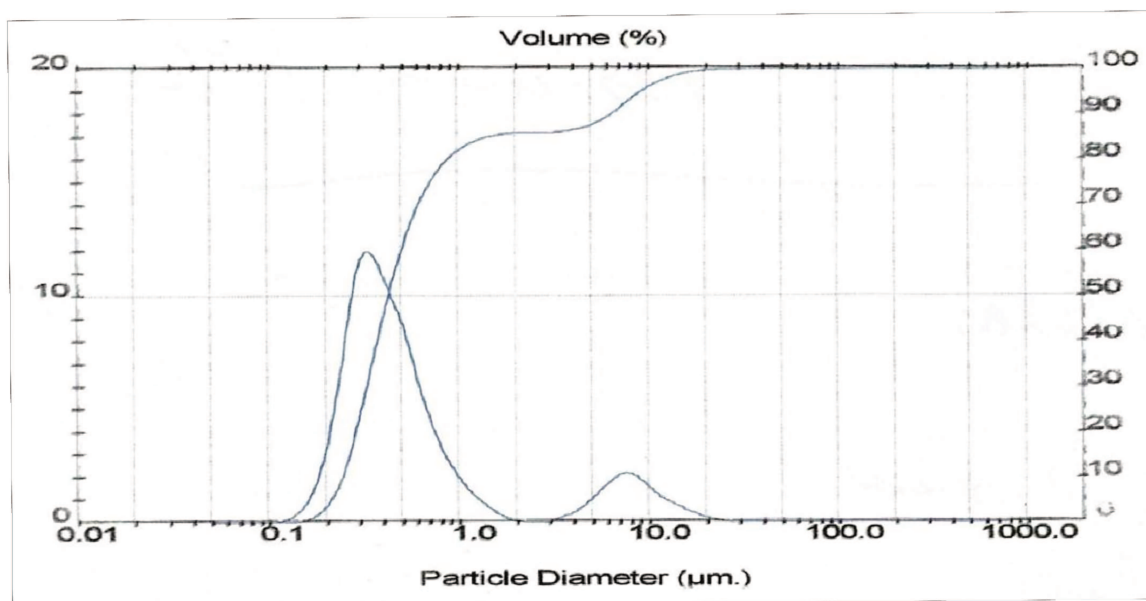


Figura 29 - Resultados das análises do tamanho de partículas de zircônia processada

Os pós de zircônia fornecido pela Tosoh, a informação indicada pelo fabricante é de que o tamanho médio da partícula seria de 0,9 μm , porém ao realizar as análises no Master Size o tamanho médio da partícula foi de 33,33 μm (D (v.4,3)), o que indica a presença de aglomerados no pó de partida, devido a distribuição ser muito superior ao valor fornecido pelo fabricante.

TABELA 6 - Resultado da análise do tamanho de partículas de zircônia não processada e processada

Volume	D(v.0,1)	D(v.0,5)	D(v.0,9)	D(v.4,3)
zircônia não processada	0,38 μm	35,97 μm	59,12 μm	33,33 μm
zircônia processada	0,24 μm	0,43 μm	6,39 μm	1,65 μm

Os pós moídos apresentaram valores D(v.0,1) menores em relação aos pós iniciais, tanto na alumina quanto na zircônia indicando que a cominuição atingiu o objetivo de redução das partículas a um tamanho submicrométrico.

4.1.2 - Difração de raio-X

Os pós de alumina e zircônia foram analisados e os resultados foram comparados com os padrões do arquivo de informações cristalográficas (CIF) que para alumina alfa e o CIF 31545 e para zircônia tetragonal o CIF 89428.

Os resultados demonstraram que os dois pós correspondem aos materiais utilizados no trabalho e que possuem o mesmo padrão cristalográfico do CIF correspondente, conforme pode ser observado nas figuras 30 e 31 que representam, respectivamente, alumina e zircônia.

As análises da alumina (Figura 30) e dos compósitos com 40 e 50% de volume de zircônia foram realizadas em momentos e equipamentos diferentes, portanto não houve condições de se sobrepor as imagens de todos os elementos juntos, no entanto, houve condições de sobrepor os materiais que possuem passos semelhantes como pode ser visto na figura 32 (alumina, compósito 40 e 50% de zircônia em volume) e na figura 33 (zircônia e compósito de 30% zircônia em volume)

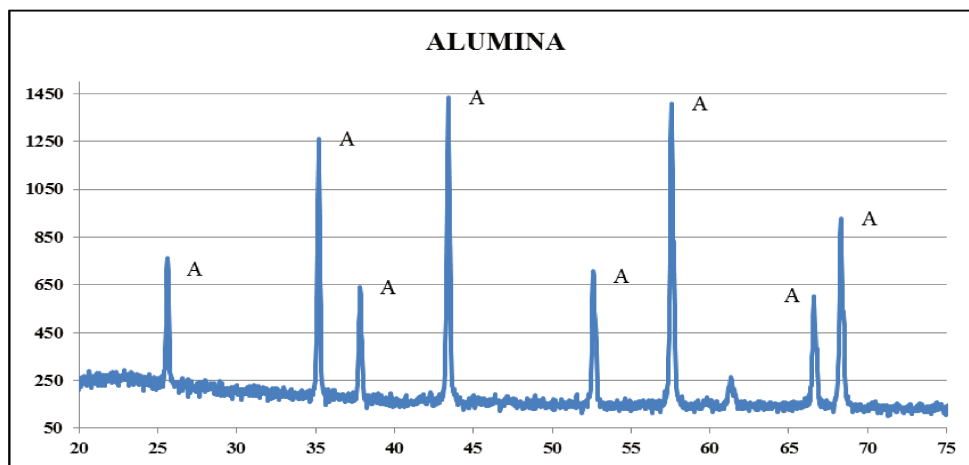


Figura 30 - Difração de Raio-X da alumina

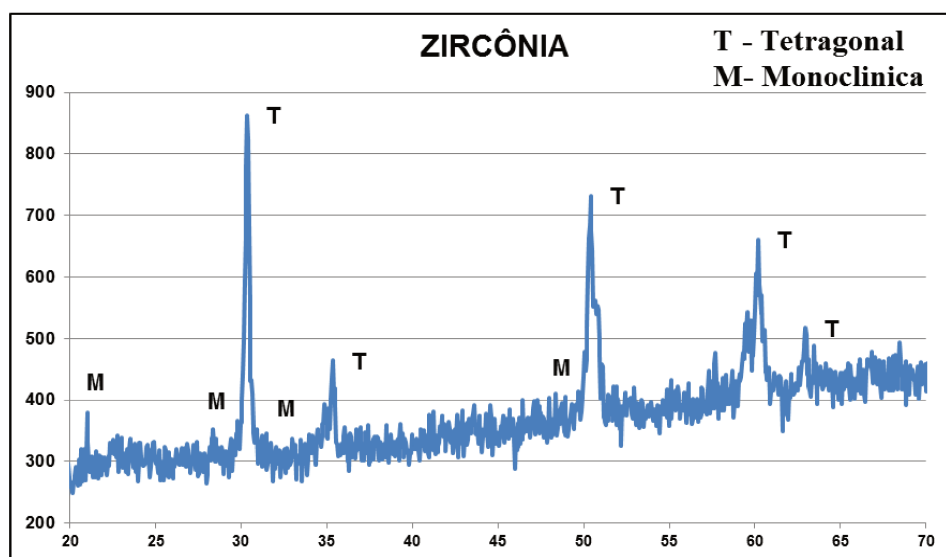


Figura 31- Difração de raio-X da zircônia

Observa-se na figura 31(Difração de raio-X da zircônia)uma inclinação do padrão de difração quando da presença da zircônia, isso ocorre devido a algum efeito de fluorescência do raio-X por conta da zircônia nessa faixa de energia no tubo de cobre. Porém, esse efeito não altera a posição dos picos.

Nestes dois casos, o difratograma comprova a constituição dos materiais de partida que são a alumina no pó de A16SG e a zircônia tetragonal e monoclinica no pó TZ-3Y-E e que não foram localizados nenhuma outra fase o que caracterizaria impureza.

Com relação às imagens da difração sobreposta dos compostos com 40 e 50% em volume da zircônia e a alumina (Figura 32)pode se observar que os picos de alumina coincidem com os picos dos compósitos sendo o que comprova a presença do material no compósito, o mesmo

ocorre se observarmos a posição dos picos da zircônia e picos coincidentes comprovando também a presença da zircônia.

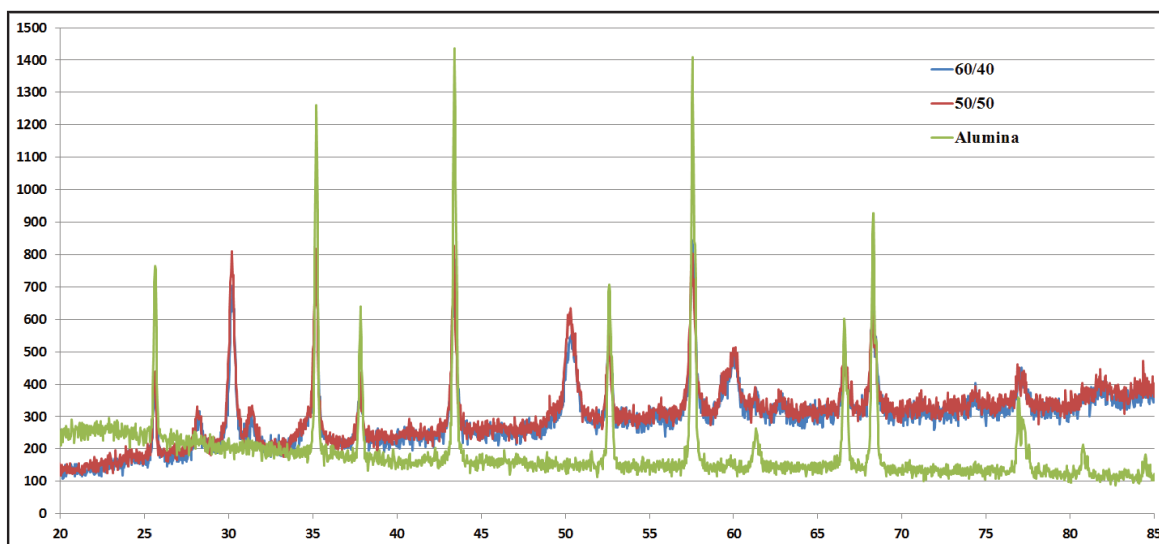


Figura 32- Difração com sobreposição da alumina e dos compostos de 40 e 50% de zircônia.

A imagem do difratograma da zircônia sobreposta com o composto de 30% de zircônia em volume demonstra a presença da zircônia no composto, pois observa-se a posição dos picos coincidentes na imagem, porém apesar de não estar sobreposta a presença da alumina também é identificada através das posições dos picos dessa imagem (figura 33) com a imagem da alumina (figura 30).

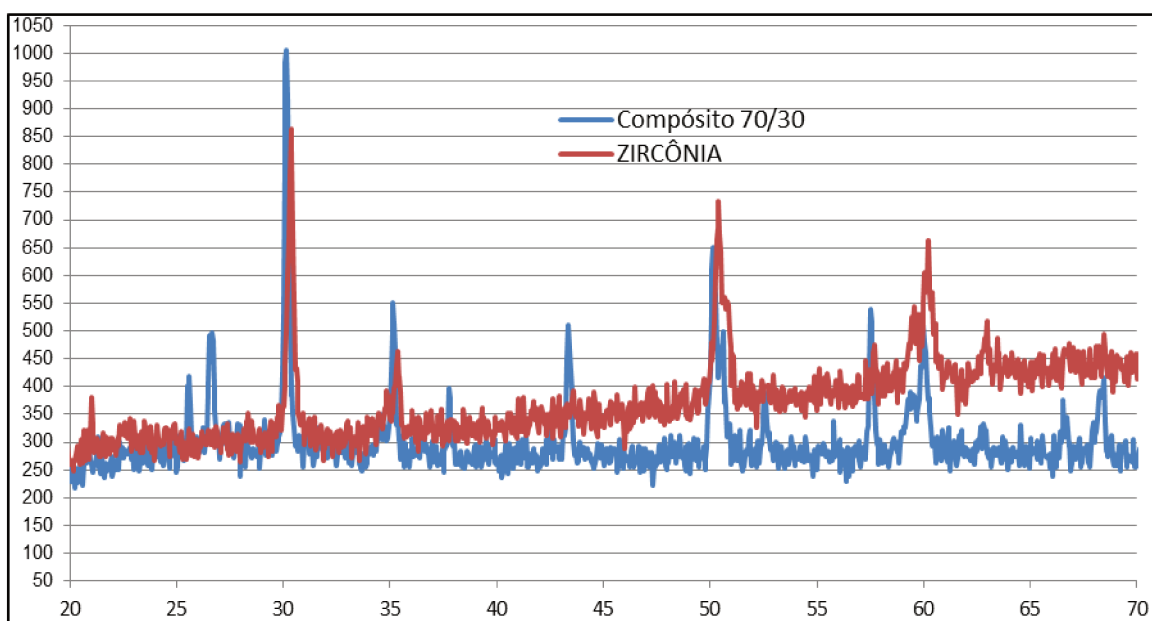


Figura 33 - Difração com sobreposição da zircônia e do composto com 30% de zircônia.

4.1.3 - Microscopia eletrônica de varredura

A microscopia do material sinterizado foi realizada com o objetivo de identificar se a estrutura produzida está na escala submicrométrica ou na escala micrométrica, distribuição das fases no micro ou sub-microestrutura e estimar o tamanho de partícula. As amostras termicamente atacadas foram colocadas nos suportes, metalizadas com liga ouro-paládio, pois não são condutoras e, submetidas à análise microestrutural, as medições do tamanho médio das partículas foi realizada através do *software Imaje*.

Todas as amostras tiveram a superfície polida e atacada termicamente e todas imagens das microestruturas possuem 20.000 vezes de aumento.

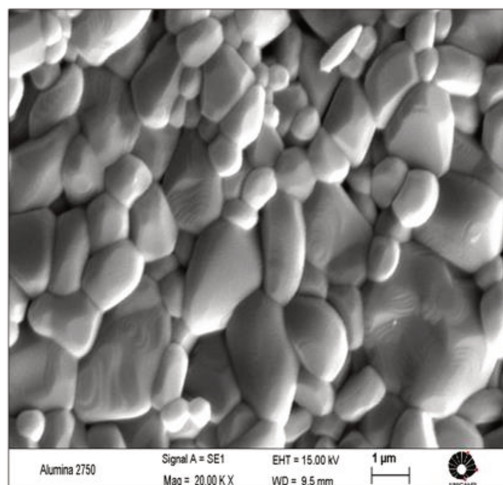


Figura 34 - Microestruturas da alumina

A imagem da microestrutura da alumina (figura 34) demonstra que os grãos possuem um tamanho médio relativamente maior que o da zircônia (figura 35). Percebe-se que na imagem há um crescimento anormal do grão com um tamanho bem heterogêneo, sendo que o tamanho médio das partículas medido pelo *software Imaje* foi de $0,926 \pm 0,549 \mu\text{m}$.

Este comportamento da alumina explica por que o resultado de tenacidade à fratura e compressão diametral realizados nos ensaios mecânicos foram menores, algo já apontado em estudos anteriores (HUBNER, 1984; ACCHAR, 2010; DELAYNAY et al, 1980; CHIANG, 1999)

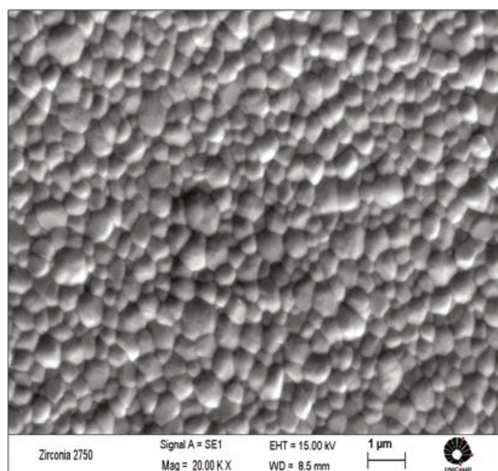


Figura 35 - Microestrutura zircônia

A figura 35 apresenta a microestrutura da zircônia onde se observa um crescimento mais homogêneo com tamanho médio das partículas em torno de $0,393 \pm 0,155 \mu\text{m}$, observa-se o bom refinamento do grão o que favorece a obtenção de resultados mais satisfatórios de resistência à flexão, compressão diametral. A figura 35 imagem mostra que há boa densificação do processo demonstrando e que a temperatura de sinterização foi adequada.

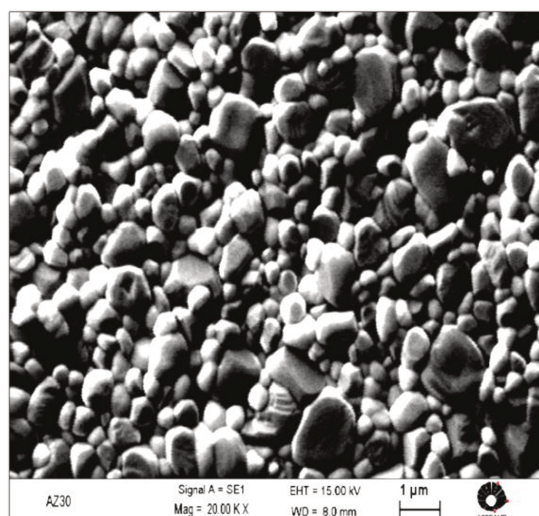


Figura 36 - Microestrutura do composto alumina-zircônia com 30% de zircônia.

A figura 36 apresenta a microestrutura do composto com 30% de zircônia demonstra que houve a inibição de crescimento de grão da alumina o que também é apontada em outros estudos (ACHAR, 2010). Observa-se também que os grãos de zircônia estão atuando no contorno de grãos e que houve maior densificação do composto o que contribuirá para melhores propriedades mecânicas. Apesar do tamanho médio dos grãos ser de $0,799 \pm 0,525 \mu\text{m}$, este

resultado ser maior que em trabalhos anteriores (SILVA, 2011), não se observa, aparentemente, prejuízo aos resultados apurados, conforme vai poder ser identificado posteriormente.

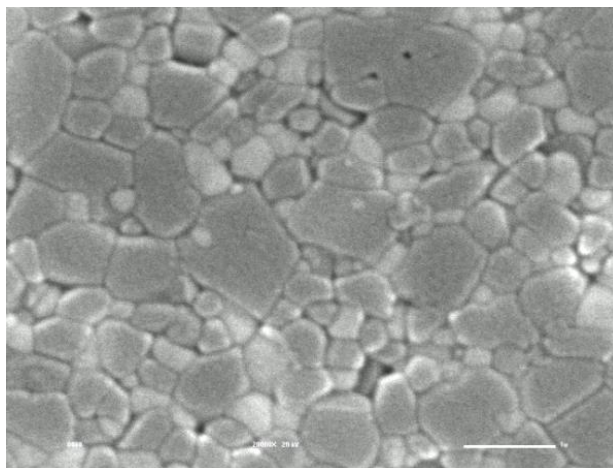


Figura 37 - Microestrutura do compósito alumina-zircônia com 40% de zircônia.

A figura 37 apresenta a microestrutura do compósito com 40% de zircônia aponta que houve uma distribuição não homogênea dos pós, ou seja, a dispersão se torna mais difícil, devido ao menor número de grãos de alumina. Além disso, há a presença de poros entre os grãos o que favorece o crescimento anormal dos grão de alumina. Isto pode ser atribuído à falha na compactação, no processo de desaglomeração dos pós ou à saída de gases durante o processo de sinterização. Observa-se pela imagem que o tamanho médio dos grãos foi de $0,380 \pm 0,221 \mu\text{m}$.

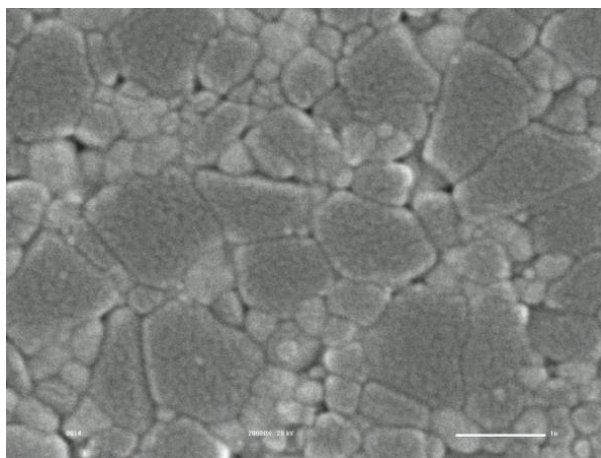


Figura 38 - Microestrutura do compósito alumina-zircônia com 50% de zircônia.

A figura 38 apresenta a microestrutura do compósito com 50% de zircônia comum a distribuição dos grãos de zircônia nos contornos de grão da alumina, porém percebe-se um crescimento maior do grão de alumina em relação ao da zircônia. Percebe-se também alguma porosidade indicando que houve liberação de gases durante o processo de sinterização algo

observado no outro compósito também, o tamanho médio das partículas foi de $0,462 \pm 0,300 \mu\text{m}$. Na tabela 7 é apresentado o tamanho médio dos grãos.

TABELA 7 - Tamanho médio das grãos

Material	Tamanho Médio do Grão
Alumina	$0,926 \pm 0,549 \mu\text{m}$
Zircônia	$0,393 \pm 0,155 \mu\text{m}$
Alumina com 30% de zircônia	$0,799 \pm 0,525 \mu\text{m}$
Alumina com 40% de zircônia	$0,380 \pm 0,221 \mu\text{m}$
Alumina com 50% de zircônia	$0,462 \pm 0,300 \mu\text{m}$

As imagens dos compósitos apresentam diferenças, porém demonstram que a presença da zircônia inibe o crescimento dos grãos de alumina, pois observa-se que os grãos de zircônia estão localizados nos contornos e nas junções triplas dos grãos de alumina o que ancora o seu crescimento, algo já apontado em vários trabalhos anteriores (CHEVALIER, 2006; PICONI, 1999; ARAUJO, 2012; SILVA, 2011; SOMMER, 2012; KERN, 2013). Esta característica explica o aumento das propriedades mecânicas (tenacidade à fratura, compressão diametral e resistência à flexão) dos compostos em relação à alumina. Observa-se que o tamanho médio dos compostos ficou entre os tamanhos médios dos pós puros como esperado.

4.2 - Ensaios Mecânicos - Microdureza, Compressão Diametral e Tenacidade à Fratura

4.2.1 - Microdureza

Para o cálculo da microdureza das amostras utilizou-se a indentação pela impressão Vickers. A medição foi realizada na alumina e na zircônia puras e nos compósitos com 30, 40 e 50% de zircônia em volume na matriz de alumina para comparação dos resultados. Os valores para cada material estão apresentados na tabela 8.

TABELA 8-Resultados de Microdureza da Alumina, Zircônia e dos compósitos com 30, 40, 50% de zircônia em volume

Material	Microdureza
Alumina	16,07 ± 1,19 GPa
Zircônia	11,86 ± 0,86 GPa
Alumina com 30% de zircônia	14,73 ± 1,06GPa
Alumina com 40% de zircônia	12,85 ± 1,13 GPa
Alumina com 50% de zircônia	12,5 ± 0,65 GPa

Os valores de dureza da alumina e da zircônia estão próximos a trabalhos anteriores(SILVA, 2011; ARAUJO, 2012) e estão dentro das especificações para muitas aplicações estruturais. No entanto, ao adicionarmos a zircônia na matriz de alumina percebemos que a dureza do material se torna um pouco menor que a alumina e maior que a zircônia, isto ocorre justamente devido a menor dureza da zircônia que tem influência em sua transformação de fase tetragonal para monoclinica e possibilita maior deformação superficial, porém não houve prejuízo nos valores desta propriedade ao adicionarmos a zircônia.

Os resultados para a composição podem ser comparados a alguns trabalhos que apresentaram valores de 18,9 GPa(SOMMER, 2012) com uma composição de 24% de zircônia, porém com 1,5% de Ítria como dopante da zircônia (1,5Y-TZP). Também interessante descrever o resultado de 20,3 GPa para o trabalho de Tang(TANG, 2012) com sinterização a 1600°C para a composição de 30% em volume de zircônia e valores de 15,3 GPa para o trabalho de Teixeira e colaboradores(TEIXEIRA, et, al, 2007) com a mesma composição. Mais recentemente o trabalho de Abden (ABDEN, 2014) utilizando 3% de ítria em uma zircônia parcialmente estabilizada, prensado uniaxialmente com pressão de 210 MPa e temperatura de sinterização de 1550°C por 3h, apresentou valor de microdureza de 14,3 GPa, próximos ao obtidos neste estudo. O que indica que o compósito está dentro do esperado.

Os resultados para experimentos com composições próximas de 40% podem ser comparados ao de Magnani (MAGNANI, 2005 apud KURTZ, 2014) utilizando zircônia com 2% de ítria e temperatura de sinterização de 1500°C por 1h que atingiu valor próximo (14,5 ± 0,5 GPa).

Os resultados apresentados pelo compósito com 50% de zircônia em volume podem ser comparados ao trabalho de Kern (KERN, 2012) utilizando zircônia com 2,5% de ítria com valor superior de 16,7 GPa.

Moraes (MORAES, 2004), observou que durezas maiores tem boa resistência ao risco e ao desgaste, no entanto, geram maior dificuldade de usinagem. Para confecção de pilares cerâmicos o mais indicado é que os materiais tenham menor dureza, pois eles precisam de ajustes dos protéticos para obter uma forma final adequada adaptação do pilar ao elemento dentário a ser reabilitado.

4.2.2 - Tenacidade à Fratura

Os corpos de prova foram preparados, sendo que foram avaliados a alumina, a zircônia e os compósitos de alumina contendo 30, 40 e 50% de zircônia em volume. Os valores de tenacidade à fratura foram calculados pela técnica de indentação usando a equação 3 (CASELLAS, 2003; SILVA, 2011), a partir da medida do comprimento da trinca provocada pela impressão da ponta de diamante em cada amostra. A figura 39 mostra uma imagem da indentação realizada numa das amostras com as dimensões das trincas para o cálculo da tenacidade.

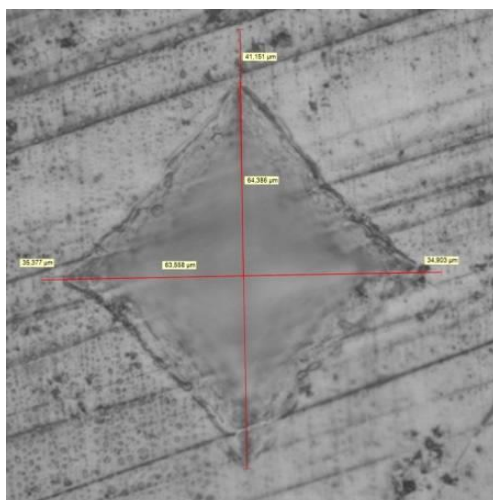


Figura 39 - Indentação de um corpo de prova pelo método Vickers.

Na tabela9 são apresentados os resultados de tenacidade à fratura da alumina e da zircônia puras e dos compósitos de alumina contendo 30, 40 e 50% em volume de zircônia.

TABELA 9 - Resultados de tenacidade à fratura da alumina, zircônia e dos compósitos com 30, 40, 50% de zircônia em volume.

Material	Tenacidade à Fratura
Alumina	$5,51 \pm 0,32 \text{ MPa.m}^{1/2}$
Zircônia	$6,89 \pm 0,28 \text{ MPa.m}^{1/2}$
Alumina com 30% de zircônia	$8,64 \pm 1,71 \text{ MPa.m}^{1/2}$
Alumina com 40% de zircônia	$5,88 \pm 1,18 \text{ MPa.m}^{1/2}$
Alumina com 50% de zircônia	$7,44 \pm 1,17 \text{ MPa.m}^{1/2}$

Observa-se que a tenacidade da alumina apresenta o valor de $5,51 \text{ MPa.m}^{1/2}$, e o valor da tenacidade da zircônia é de $6,89 \pm 0,28 \text{ MPa.m}^{1/2}$, portanto maior que o da alumina o que era um resultado já esperado. Já a tenacidade do compósito com composição de 30% apresentou uma melhora sensível em relação aos dois materiais anteriores o que pode ser atribuído a ação tenacificante da zircônia e também à inibição do crescimento de grão da alumina o que leva a melhora no refinamento do grão da alumina contribuindo para resultados melhores de propriedades mecânicas, como as resistências à compressão diametral e flexural. Este resultado também superou valores apresentados pelas composições com maiores teores de zircônia (40 e 50%) e pode ser explicado pelo fato desses materiais terem apresentados poros que proporcionaram maior crescimento dos grãos de alumina, além de possuírem maior teor de zircônia o que aumenta o tamanho do seu grão e reduzem os valores de tenacidade à fratura por haver maior probabilidade de transformação de fase, devido aos defeitos apurados.

Os resultados da composição de 30% de aproximadamente $8,64 \text{ MPa.m}^{1/2}$ pode ser considerado um bom valor se comparado aos trabalhos de e de zircônia pode ser comparado a alguns autores que tiveram valores superiores de tenacidade à fratura como o de Tang(TANG, 2012) que atingiu o valor de $8,9 \text{ MPa.m}^{1/2}$ que realizou a sinterização a 1600°C por 2h.com corpos retangulares prensados isostaticamente a 150 MPa. Valores inferiores como os trabalho de Sommer (SOMMER, 2012) com $6,8 \text{ MPa.m}^{1/2}$ que utilizou zircônia com 1,5% de ítria e realizou o processo de sinterização por pressão a 50 MPa com temperatura de 1450°C por 2 h., além de

Teixeira(2007) que atingiu $7,4\text{MPa.m}^{1/2}$ que utilizou uma composição diferente (um compósito cuja matriz era a zircônia e 30% de alumina em peso) com prensagem uniaxial de 80 MPa e sinterização a 1500°C . Em trabalhos que foram realizados utilizando o mesmo processamento como os de Araujo(ARAUJO, 2012) e Silva(SILVA, 2011), obtiveram respectivamente, $6,51\text{MPa.m}^{1/2}$ e $4,3\text{MPa.m}^{1/2}$ o que indica que os valores para esta composição são considerados satisfatórios para a aplicação estrutural.

Na composição de 40% de zircônia pode se comparar os resultados com os trabalhos de Nevarez-Rascon(NEVAREZ-RASCON, 2009) que obteve $4,0\text{MPa.m}^{1/2}$ com prensagem uniaxial com pressão de 50 MPa e temperatura de sinterização de 1500°C por 2h, Pastor(PASTOR, 2001) com valores de $7,8\text{MPa.m}^{1/2}$ que utilizou zircônia com 3,5% de ítria e temperatura de sinterização de 1500°C por 1h e Magnani apud Kurtz(KURTZ, 2014) que obteve $6,0\text{MPa.m}^{1/2}$ utilizando zircônia com 2% de ítria e temperatura de sinterização de 1500°C por 1h, indicando que o valor desta composição também está dentro de alguns resultados obtidos em outros estudos, mesmo com a ocorrência de poros que ajudaram a reduzir e explicar os valores mais baixos neste ensaio.

Os resultados apresentados pela composição de 50% estão próximos dos trabalhos com composições com menor teor de zircônia, porém mais baixos que o realizado por Araújo(ARAÚJO, 2012) que obteve aproximadamente $10,07\text{MPa.m}^{1/2}$, também pode ser explicado pela quantidade de poros que aumenta a possibilidade de crescimento dos grãos reduzindo as suas propriedades mecânicas.

É importante ressaltar que, segundo alguns autores, os coeficientes de expansão térmicos entre a alumina e a zircônia propiciam um estado de tensão residual que pode levar a um aumento da tenacidade dos compósitos(CHEVALIER, 2006; KERN, 2012; KURTZ, 2014).

4.2.3 - Compressão Diametral

Os corpos de prova de alumina, zircônia e dos compósitos foram submetidas a cargas compressivas paralelas diametralmente opostas de acordo com a norma NBR 7222, em máquina de ensaio universal MTS.

O ensaio compressão diametral é utilizado para determinação indireta da resistência à tração de um material e pode revelar números como resistência à tração e à compressão através de conversões dos resultados.

Os valores da tabela 10 apresentam os resultados do ensaio para cada material, além da conversão dos valores para flexão (LIBANIO, 2004) que utilizou a equação 4 para realizar a conversão:

$$\sigma_F = \sim 1,2857 \sigma_{CD} \quad \text{Equação 4.}$$

Onde:

σ_F - Tensão de flexão

σ_{CD} - Tensão de compressão diametral

TABELA 10 - Resultados de Compressão Diametral e de Flexão da Alumina, Zircônia e dos compósitos com 30, 40, 50% de zircônia em volume

Material	Compressão Diametral	Flexão
Alumina	100,32 ± 65,02 MPa	128,98 MPa
Zircônia	294,57 ± 35,04 MPa	378,73 MPa
Alumina com 30% de zircônia	252,41 ± 103,28 MPa	324,53 MPa
Alumina com 40% de zircônia	124,40 ± 81,29 MPa	152,94 MPa
Alumina com 50% de zircônia	268,38 ± 24,82 MPa	345,06 MPa

Pelos resultados percebe-se que a alumina apresenta um valor próximo ao que se tem nos estudos, assim como a zircônia, porém quando comparadas ao compósito com 30%, observa-se que o valor ficou um pouco abaixo da zircônia e também do compósito de 50%, neste caso pode ser explicado pelo tamanho de grão ser superior o que afeta os valores de tração deste compósito.

No caso dos resultados dos compósitos é interessante ressaltar que a microestrutura dos compósitos com composição de 40, apesar de possuir tamanho médio de partícula favorável e até melhor que o da composição de 30% apresentou porosidade superior o que reduziu resistência à compressão e tenacidade à fratura, fato que pode ser explicado por uma falha na compactação dos materiais.

Pode-se comparar os resultados com os trabalhos de Araújo (ARAÚJO, 2012) e Silva(SILVA, 2011) que obtiveram, respectivamente, para a composição de 30%, 233,3 MPa e 142 MPa com o mesmo processamento utilizado.

O compósito alumina-zircônia com teor de 30% em volume de zircônia investigado neste trabalho, apesar de possuir maior tamanho médio de grãos entre os compostos estudados, demonstra ser um material mais adequado para a utilização em pilares cerâmicos para implantes dentários do que os óxidos puros atualmente em uso, devido a sua maior resistência à flexão e tenacidade à fratura. Ainda, a dureza obtida para este compósito pode ser adequada para a obtenção da forma final por usinagem dos pilares cerâmicos.

5 – CONCLUSÕES

A análise de distribuição granulométrica demonstrou que o tamanho das partículas de alumina e zircônia apresentou valores que indicam a sua redução após a cominuição do material.

A análise do compósito alumina-zircônia mostrou que a adição de zircônia produziu compósitos com maiores densidades, maior resistência à flexão e maior tenacidade à fratura em comparação a alumina pura.

O compósito alumina-zircônia com teor de 30% em volume de zircônia demonstra ser um material adequado para a utilização em pilares cerâmicos para implantes dentários do que os óxidos puros atualmente em uso, devido a sua maior resistência à flexão e tenacidade à fratura. A dureza obtida para este compósito pode ser adequada para a obtenção da forma final por usinagem dos pilares cerâmicos.

O aumento de tenacidade pode estar relacionado com a presença da zircônia tetragonal disponível para transformação, indicando que este aumento é principalmente devido ao mecanismo de tenacificação por transformação.

A composição de 50% apresentou valores também bastante adequados à aplicação, porém o seu custo supera ao da composição de 30% o que em termos econômicos é bastante importante.

Com relação à composição de 40%, apresentou valores de tenacidade à fratura e compressão diametral abaixo dos outros compósitos, este problema pode ser atribuído a conformação e a presença de agregados que fazem com que aumente a porosidade e reduza os valores das propriedades mecânicas como foi apurado por seu resultado.

Sugestões para trabalhos futuros

- Realizar o processamento em spray-dryer e comparar com os resultados desse trabalho.
- Confeccionar, através de prototipagem rápida, um pilar cerâmico.
- Confeccionar, através de processo de injeção, um protótipo de pilar cerâmico.
- Realização de ensaios *in-vivo* e *in-vitro* para verificação da biocompatibilidade do material.
- Realizar a moagem através de moinho vibratório para produção de partículas em tamanho manométrica e comparar com os resultados desse trabalho.
- Processar o material com outros tipos de aditivos e comparar com os resultados desse trabalho.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABDEN, M. J.; ISLAM, M. K.; AFROZE, J. D.; Microstructure and Mechanical Properties of 3YSZ Ceramics Reinforced with Al₂O₃ Particles; **International Journal of Materials Engineering**, 4(4), p.129-135. 2014

ABDULLAH, M.; AHMAD, J.; MEHMOOD, M.; WAQAS, H.; MUJAHID, M.; Effect of deflocculants on hardness and densification of YSZ–Al₂O₃ (whiskers & particulates) composites. **Composites: Part B** 43; p.1564–1569. 2012

ABDULLAH, M.; AHMAD, J.; MEHMOOD, M.; MUJTABA-UL-HASAN, MAEKAWA, H.; Synthesis of Al₂O₃ whisker-reinforced yttria-stabilized-zirconia (YSZ) nanocomposites through in situ formation of alumina whiskers; **Ceramics International** 37, p.2621–2624. 2011

ACCHAR, W., SILVA, Y.B.F., CAIRO, C.A.: “Mechanical Properties of Hot-Pressed ZrO₂ Reinforced with (W,Ti)C and Al₂O₃ Additions”, **Journal of Material Science and Engineering**, v. 527, p. 480-484. 2010

ALBERO, J. L.A.; A operação de prensagem: Considerações técnicas e sua aplicação industrial. Parte I: O preenchimento das cavidades do molde, **Cerâmica Industrial**, 2000.

ALBRECHT T, KIRSTEN A, KAPPERT HF, FISCHER H.: Fracture load of different crown systems on zirconia implant abutments.; **Dent Mater.** 3 298-303, 2011

ALMEIDA, F.C.; **Compósitos cerâmicos de alumina-zircônia para aplicação em bráquetes estéticos de ortodontia**; Tese de Doutorado - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica; Campinas, SP: 2015

ANDREIOTELLI, M.; WENZ, H.J.; KOHAL R; Are ceramic implants a viable alternative to titanium implants? A systematic literature review. **Clin. Oral Impl. Res.**, v.20(4). 2009

ANSTIS, G.R., CHANTIKUL, P., LAWN, B.R., et al., “A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I, Direct Crack Measurements”. **Journal American Ceramic Society**, v. 64, n. 9, p. 533-538. 1981.

APICELLA, D.; BALLERI, M.V.P.; APICELLA, A.; FERRARI, M.; Influence of abutment material on the fracture strength and failure modes of abutment-fixture assemblies when loaded in a bio-faithful simulation. **Clin Oral Implants Res**;22:182–188.2011

ARAÚJO, S.M.S.O.; **Obtenção e Caracterização de Corpos Densos e Porosos de Compósitos de Alumina e Zircônia para Utilização como Biomaterial**; Tese de Doutorado - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica; Campinas, SP: 2012

ASKELAND, D.R., **The Science and Engineering of Materials. 2ed.** London, Chapman e Hall.2008

ASSUNÇÃO WG, BARÃO VA, TABATA LF, GOMES EA, DELBEN JA, SANTOS PH.: Biomechanics studies in dentistry: bioengineering applied in oral implantology.; **J Craniofac Surg. 20(4)** :1173-7, 2009

AZEVEDO, V. V. C.; CHAVES,S. A.; BEZERRA, D. C.; COSTA, A. C. F. M.; Materiais cerâmicos utilizados para implantes; **Revista Eletrônica de Materiais e Processos, v.2.3**; p.35-42. 2007

BARBIERI, R. A.; **Influência da temperatura de sinterização nas propriedades mecânicas de molas de alumina injetadas em baixa pressão**; Dissertação (Mestrado) – Universidade de Caxias do Sul, Caxias dos Sul, 2011.

BARRY, C. AND NORTON, M. GRANT.; Ceramics in Biology and Medicine. In_ **Ceramic Materials Science and Engineering**. New York: Springer, cap. 35, p.635-651. 2007

BARSOUM, M. W., **Fundamentals of Ceramics**, The McGraw-Hill Companies Inc., 1997.

BENAVENTE R., SALVADOR M.D., PENARANDA-FOIX F.L., PALLONE E., BORRELL A.: Mechanical properties and microstructural evolution of alumina–zirconia nanocomposites by microwave sintering; **Ceramics International 40**;p.11291–11297. 2014

BENNISON, S.J.; HARMER, M.P.; A history of the role of MgO in the sintering of Alpha-alumina. **Proceedings of symposium on sintering of advanced ceramics**,p.13-49, 1988

BERKOVITZ, B.K.B.; The structure of the periodontal ligament: an update. **European Eur. J. Orthod**; 12:51–76. 1990

BERTZ, U., STURM, A., LÖFFLER, J.F., et al., “Microstructural Development During Final – Stage Sintering of Nanostructured Zirconia Based Ceramics”, **Materials Science and Engineering A**, v.38, n. 281, pp. 68-74. 2000

BIDRA, A.S.; RUNGRUANGANUNT, P. Clinical Outcomes of Implant Abutments in the Anterior Region: A Systematic Review. **J. Esthet. Restor.Dent.**,v.25, p.159-176, 2013.

BOSS, J.H.; SHAJRWA, J.; ARENULLAH, J.; MENDES, D.G.The Relativity of Biocompatibility. A Critical of the Concept of Biocompatibility. **Israel J Med Sei**;31(4):203-209.1995

BOTTINO, M. A. Implantodontia estética: O desenvolvimento de um novo pilar. **Caderno Científico**, v. 2, nº6, 2005.

BRAGA, R. R. **Influência do tempo e do sistema adesivo sobre a resistência da união entre porcelana feldspática e dentina bovina**. 203p.Tese(Doutorado em Odontologia) – Universidade de São Paulo, São Paulo. 1999.

BRANEMARK, P.; ZARB, G. A.; ALBREKTSSON, T. Protesis tejido-integradas: la oseointegracion em la odontologia clinica. **Quintessenz Verlags-GmbH, Berlin**, p. 350, 1987.

BRAUN S, BANTLEON HP, HNAT WP, et al. A study of bite force, part 1; Relationship to various physical characteristics. **Angel Orthod**; 65(5): 367-72. 1995

BRITO, F.I.G., MEDEIROS, K.F., LOURENÇO, J.M., “Um Estudo Teórico sobre a Sinterização na Metalurgia do Pó”. **Holos**, v. 3, pp. 204-211. 2007

BRUNSKI J. B.; Biomechanical factors affecting the bone-dental implant interface; **Clinical Materials** 10. 153-201. 1992

BURELLI,S.; Mechanical properties of deflocculated and milled powders in the Al₂O₃/ZrO₂ (CeO₂) system. **J. Materials Science**, v.33, p.441-444, 1988.

CALLISTER, JR.; WILLIAM D. **Materials Science and Engineering an Introduction**, New York,,JohnWiley.1991

CALLISTER,W.D; Estruturas e Propriedades das Cerâmicas”. In: SOARES, S.M.S.,MIRANDA, P.E.V. (eds), **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**, 5 ed., chapter 13, Brasil, LTC. 2002

CAMARGO, A. C. **Comparação das características de corpos de alumina, a verde e após sinterização, obtidos pelos processos de prensagem uniaxial, prensagem isostática e prensagem uniaxial e isostática**. Dissertação - Instituto de Pesquisa Energéticas e Nucleares, São Paulo. 1993.

CAMARGO, N.H. A.; De LIMA, S.A.; GEMELLI, E. Síntese e Caracterização de Pós Nanocompositos de Hidroxiapatita/LiO₂N para Aplicações na Reconstituição Óssea. **6º Congresso Latino Americano de Biomateriais e Órgãos Artificiais**, Gramado, 2010.

CANEVAROLO, S. **Técnicas De Caracterização de Polímeros** São Carlos SP, Artliber,.2004

CAO,W.;HENCH,L.L. Bioactive Materials. **Ceramics International**,v.22, n.6,p.493-507,1996.

CARBONARI, M.; FREDERICCI, C.; MELLO, R.; CARVALHO, N.; YOSHIMURA, H., Abutments de cerâmica de Y-TZP e compósito Al₂O₃-ZrO₂. **Implant News.**, São Paulo, v. 7, n. 6, p. 837-844, 2010.

CARTER, C. B.; NORTON, M. G. **Ceramic materials: Science and engineering**. New York: Springer, 2007. 716 p.

CASELLAS, D., CUMBRERA, F.L., SANCHEZ - BAJO, F., On the Transformation Toughening of Y-ZrO₂ Ceramics with Mixed Y-TZP/PSZ Microstructures, **Journal European Ceramic Society**, v. 21, pp. 765-77. 2003

CESAR, P. F. **Tenacidade à fratura e microestutura de porcelanas odontológicas**. Tese (Doutorado em Odontologia), 191p. Universidade de São Paulo, São Paulo. 2002.

CHEVALIER, J.; OLAGNON, C.; FANTOZZI, G. Subcritical crack propagation in 3 Y-TZP ceramics: static and cyclic fatigue. **J. Am. Ceram. Soc.**, v. 82, n. 11.p. 3129-3138, 1999.

CHEVALIER, J. What future for zirconia as a biomaterial? **Biomaterials**, Vol. 27, No. 4, pp. 535-543, 2006.

CHEVALIER, J., CALES, B., DROUIN, J.M., “Low Temperature Aging of Y-TZP Ceramics”, **Journal of the American Ceramic Society**, v. 82, pp. 2150-4. 1999

CHEVALIER, J., DEVILLE, S., MÜNCH, E.; Critical Effect of Cubic Phase on Aging in 3 mol% yttria-stabilized Zirconia Ceramics for Hip Replacement Prosthesis. **Biomaterials**, v. 25, pp.5539-5545. 2004.

CHIANG Y.M., BIRNIE D.P., KINGERY W.D. *Physical Ceramics, Principles for Ceramic Science and Engineering* .John Wiley & Sons., 1999.

COBLE, R.L.; “Sintering of crystalline solids – II. Experimental test of diffusion models in porous compacts”, **Journal of Applied. Physics**, n.32[5],793-799, 1961.

CONCEIÇÃO, E.N, “**Fundamentos dos Sistemas Cerâmicos**”. In: MASSOTI, A., NUNES, M.F. (eds), *Restaurações Estéticas – Compósitos, Cerâmicas e Implantes*, 1 ed., capítulo 8, São Paulo, Brasil, Artmed. 2005

CORNELL, C.N.; LANE, J.M.; Current understanding of Osteoconduction in bone Regeneration. **Clinical Orthopaedics & Related Research: Fracture Healing Enhancement**,v.355,p.267-273,1998.

COUTO, C. A. O. **Estudo de blindagem mista contendo compósito cerâmico para proteção contra impacto de micrometeoróides em satélites artificiais**. Dissertação de Mestrado– Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais. São José dos Campos, SP, 2011

CRUZ, F.L.G.; REIS, J.R.G; TEIXEIRA, V.C.F; VIEIRA, I.D.; RIBEIRO, C.G.; ASSIS N.M.S.P.;*Implantodologia estética na região anterior da maxila - pilar metálico ou cerâmico? Uma revisão da literatura*; **Revista Brasileira de Implantodologia**9; 2010

CUTLER, R.A., REYNOLDS,J.R., JONES, A.; “Sintering and Characterization of Polycrystalline Monoclinic, Tetragonal, and Cubic Zirconia”, **Journal of the American Ceramic Society**, v. 75, n. 8, pp. 2173-83.1992

DAEGLING D.J., RAVOSA M.J., JOHNSON K.R., HYLANDER W.L.: Influence of teeth, alveoli, and periodontal ligaments on torsional rigidity in human mandibles. **Am. J. Phys. Anthropol**; **89**: 59-72. 1992

DALMASCHIO, C. J.: **Modificação superficial de óxidos: proposta de um modelo simples e sua aplicação em sistema alumina-zircônia**, Dissertação de Mestrado da Universidade de São Carlos, São Carlos, 2008.

DE AZA, A.H., CHEVALIER, J., FANTOZZI, G., “Slow-Crack-Growth Behavior of Zirconia-Toughened Alumina Ceramics Processed by Different Methods”, **Journal of the American Ceramic Society**, v. 86, n. 1, pp. 115-120. 2003

DE PAULA, LUCAS F.; ALVES, ALBERTH C.; ALVES, HEDEN C. S.; RIBEIRO, EDIMAR A.; MADURRO, ANA G. B.; MADURRO, JOÃO M.; Diretrizes para a construção de um moinho de bolas para a moagem de sólidos em laboratórios; **Quím. Nova** v.37 (4) São Paulo, 2014

DELAYNAY, D.; HUNTZ, A.M., LACOMBE, P. “The influence of Yttrium on the Sintering of Al_2O_3 ”. **Journal of Less-Common. Metals**, v.70, p.115-117, 1980.

DELBEN J. A., BARÃO V. A.R., FERREIRA M.B., SILVA N.R.F.A., THOMPSON V. P., ASSUNÇÃO W. G.: Influence of abutment-to-fixture design on reliability and failure mode of all-ceramic crown systems; **Dental Materials** 30p. 408–416. 2014

DONGXU, T.; LIM, H.; LEE, K.; LEE, C.; CHO, W.; Evaluation of mechanical reliability of ZTA composites for dental implants; **Ceramics International** 38, 2429-2436. 2012

DUCHEYNE, P. et al. In vivo metal-ion release from porous titanium-fiber material. **J. Biomed. Mater Res.** v. 18, p. 293-308, 1984.

EVANS, E.J.; THOMAS, I.T.; The in vitro toxicity of cobalt-chrome-molybdenum alloy and its constituent metals. **Biomaterials** v. 7, p. 25-9, 1986.

EVANS, A.G.; Engineering property requirements for high performance Ceramics”, **Materials Science Engineering**, v. 71, n. 1-2, pp. 3-21. 1985

FERREIRA, V., **Processamento e caracterização mecânica e tribológica do compósito Al₂O₃ NbC**. Dissertação de mestrado – IPEN. SãoPaulo, 2001

FONTIJN-TEKAMP F.A., SLAGTER A.P., VAN DER BILT A., VAN T.H.M.A., WITTER D.J., KALK W.: Biting and chewing in overdentures, full dentures, and natural dentitions. **J.Dent. Res.****79**:1519–24. 2000

FORTULAN, C. A., PEDROSO, M. P. G., PENAZZI, L. A., PURQUERIO, B. M.: Prensa isostática de vasos gêmeos: projeto; **Cerâmica** **60**, 199-204, 2014

GARVIE, R.C., HANNINK, R.H., “Ceramic Steel”, **Nature**, v. **258**, pp.703-704.1975

GEHRKE, S.A.; NASCIMENTO, P.C. DO; ABARNO, J.C.; MUNIZ, N.O.; DEDAVID, B. A.; Desenvolvimento, caracterização e avaliação de uma superfície de implante microtexturizada; **Fulldent. sci**; **1(2)**: 135-141, 2010.

GERMAN, R.M., **Sintering: Theory and Practise**. Ed. John Wiley & Sons, New York, 1996

GOIATO, M.C.; PESQUEIRA, A.A.; SANTOS, D. M.; HADDAD, M. F.; et al. Oral Rehabilitation With Implantations: Association of Fixed Partial Prosthesis, UCLA System, and Estheti Cone. **The Journal of Craniofacial Surgery**, v. **22**, n. 1, p. 155 - 158, 2011.

GROOT-ZEVERT, W.F.M.; WIIUBSTA, J.A.; THEUNISSEN,G.S.A.M.; “Powder Preparation and Compaction Behavior of Fine grained Y-TZP”, **Journal of Materials Science**, v. **25**, n.1, pp. 3449-3455. 1990

GUAZZATO, M., QUACH, L., ALBAKRY M., SWAIN, M.V., “Influence of Surface and Heat Treatments on the Flexural Strength of Y-TZP Dental Ceramic”, **Journal of Dentistry**, v. **33**, pp.9-18.2005

HAGBERG C. Assessment of bite force—a review. **J. Craniomandib. Disord**; **1**:162–9. 1987

HARALDSON, T.; CARLSSON, G.E.; INGERVALL, B.: Functional state, bite force and postural muscle activity in patients with osseointegrated oral implant bridges.; **ActaO dontol Scand.** **37(4)**:195-206.1979

HENCH, L. L.; **Journal American Ceramic Society**.**81**, 1705. 1998

HENCH,L.L.;WILSON,J. **Introduction: an Introduction to Bioceramics**. Florida: World Scientific, (Advanced series in bioceramics). 1993

HENCH, L. L.; The story of Bioglass; **J Mater Sci: Mater Med**,**17** :967–978. 2006

HEROS, R.; WILLMANN, G.; Ceramics in total hip arthroplasty: history, mechanical properties, clinical results, and current manufacturing state of the art. **Semin. Arthroplasty** **9**:114–122. 1998

HEUER, A.H.; "Reply"; **Journal of the American Ceramic Society**, **63** [3-4],230-231, 1980.

HUBNER E.D.H., **Alumina: Processing, Properties and Applications**. Heidelberg : Springer-Verlag, 1984.

HULBERT,S.F.; **Ceramics in clinical application**: past, present and future, The Netherlands, Elsevier Amsterdam,p.189-213. 1987

JAIME, A.P.G.; VASCONCELLOS, D. K.; MESQUITA, A. M. M.; Effect of cast rectifiers on the marginal fit of UCLA abutments. **Journal of Applied Oral Science**, v. **15**, n. 3, 2007.

JASTRZEBSKI, Z.D.; **The nature and properties of engineering materials**; John Wiley & Sons Australia, Limited, 1977

KAWACHI, E.Y.; BERTRAN, C.A.;REIS, R.R.; ALVES, O.L.; Biocerâmicas tendências e perspectivas. **QuímicaNova**, v.23,n.4,p.518-522,2000.

KERN, F.; GADOW, R.; Alumina toughened zirconia from yttria coated powders; **J.Eur.Cer. Society** **32**, p. 3911–3918. 2012a

KERN, F.: Structure-property relations in alumina-zirconia nanocomposites reinforced with in situ formed cerium hexaaluminate precipitates, **Scripta Mater.**, **67**, [12], 1007–1010, 2012b

KILIARIDIS S., KJELLBERG H., WENNEBERG B., ENGSTRÖM C.: The relationship between maximal bite force, bite force endurance, and facial morphology during growth. A cross-sectional study. **Acta Odontol Scand** **1993**;51:323–31.

KIM, J.W.; COVEL, N.S.; GUESS, P.C.; REKOW, E.D.; ZHANG, Y.; Concerns of hydrothermal degradation in CAD/CAM zirconia. **J. Dent. Res.**; **89**:91-5.2010

KINGERY, W. D.; BOWEN, H. K.; UHLMANN, D. R.; **Introduction to Ceramics**, 2nd ed., John Wiley & Sons, Inc.; 1976.

KOHAL, R.; KLAUS, G.; STRUB, J.; Zirconia-implant-supported all-ceramic crowns with stand long-term load: a pilot investigation. **Clinical Oral Implants Research**, **17**, pp. 565-571. 2006

KUNES, K. et al. Stabilization of bioceramic suspensions prepared from alumina-containing zirconia powders. **Ceramics, Silikáty**, v. **44**, n. 1, p.1-8, 2000.

KURTZ, STEVEN M.; KOCAGÖZ, S.; ARNHOLT, C.; HUET, R.; UENO M.; WALTER, W. L.; Advances in zirconia toughened alumina biomaterials for total joint replacement ; **J. Mec. Behavior of Biomedical Materials V. 31**, p.107–116. 2014

LEWIS, S.G.; LLAMAS, D.; AVERA, S. The UCLA abutment: A four year review. **J. prosthet. dent.**, v. 67, n. 4, p. 509 – 515, 1992.

LIBÂNIO, M. P.; CASSIANE, D. M.; SANDRO, P. S.; **Apostila “ESTRUTURAS DE CONCRETO” – CAPÍTULO 2 – FEC- UNICAMP**; 2004

LUO, J.; STEVENS R.; Tetragonality of Nanosized 3Y-TZP Powders; **Journal of the American Ceramic Society V.82 (7)**.p.1922-1924. 1999

MACA K., POUCHLY V., BODISOVÁ K., SVANCÁREK P., GALUSEK D.: Densification of fine-grained alumina ceramics doped by magnesia, yttria and zirconia evaluated by two different sintering models; **Journal of the European Ceramic Society 34** (2014) 4363–4372

MAGNANI, G.; BRILLANTE, A.; Effect of the composition and sintering process on mechanical properties and residual stresses in zirconia–alumina composites; **Journal of the European Ceramic Society, 25**; pp. 3383–3392. 2005

MANDEL, L.; KAYNAR, A. Sialadenopathy: a clinical herald of sarcoidosis: report of two cases. **J Oral Maxillofac Surg**, v. **52**, n. 11, p. 1208-1210, 1994.

MANICONE, P.F., IOMMETTI, P.R.; RAFFAELLI, L.; An overview of zirconia ceramics: basic properties and clinical applications; **J. Dent** **35(11)**; p.819-826. 2006

MARINESCU, I.; PRUTEANU, M.; “**Deformation and fracture of ceramics materials.**” In: Marinescu, I.; Tönshoff, H.K.; Inasaki, I. “Handbook of Ceramic Grinding and Polishing”, New Jersey. Noyes Publications, Cap.2. 1998

MICHÁLEK M., SEDLÁČEK J., PARCHOVIANSKY M., MICHÁLKOVÁ M., GALUSEK D.: Mechanical properties and electrical conductivity of alumina/MWCNT and alumina/zirconia/MWCNT composites; **Ceramics International** **40**; p.1289–1295. 2014

MIRANDA, C. C. Sistema InCeram Alumina. Pcl: **Revista Brasileira de Prótese Clínica & Laboratorial, Curitiba** , v. **1**, n. 2, p. 163-173, 1999

MIZUTANI, F.I.; GHISI, E.; PATERNO JÚNIOR, D.; SADETSKY, A.; MÜLLER, M. V. Estudo da influência dos pilares alumina e zircônia na translucidez dos materiais restauradores cerâmicos. **Full Dent. sci.**, São José dos Pinhais, v.1, n.4, p. 379-383, jul./set. 2010.

MONTANARO, L.; FERRONI, L.; PAGLIOLICO, S.; SWAIN M.V.; BELL, T. J.; Influence of Calcination Temperature on the Microstructure and Mechanical Properties of a Gel-Derived and Sintered 3 mol% Y-TZP Material; **Journal of the American Ceramic Society** v.**79(4)**.P.1034-1040, 1996

MORAES, M.C.C.S.B., **Microestrutura e Propriedades Mecânicas de Compósitos Alumina-Zircônia para Prótese Dentária**. Tese de Doutorado, IME, Riode Janeiro, RJ, Brasil. 2004

MOURA, J.; TEIXEIRA, L.N.; RAVAGNANI, C.; PEITL FILHO, O.; ZANOTTO, E.D.; BELOTI, M.M.; PANZERI, H.; ROSA, A.L.; OLIVEIRA, P.T. In vitro osteogenesis on a highly bioactive glass-ceramic (Biosilicate®). Part A. **J Biomed Mater Res**, **82**:545-57, 2007.

MURUGAN, R.; RAMAKRISHNA, S.; **Nanostructured biomaterials In: Encyclopedia of nanoscience and nanotechnology**, California American Scientific Publishers v. 7, p. 595–613; 2004.

NAERT, I.; “Precision of Fit Clinical Evaluation of All-Ceramic Full Restorations Followed Between 0,5 and 5 years”, **Journal Oral Rehabilitation**, v. 32, pp.51-57. 2005

NAGLIERI V., PALMERO P., MONTANARO L., CHEVALIER J.: Elaboration of Alumina-Zirconia Composites: Role of the Zirconia Content on the Microstructure and Mechanical Properties; **Materials** 6, 2090-2102, 2013

NAVARRO, M.; MICHIARDI, A.; CASTAÑO, O.; PLANELL, J.A.; Biomaterials in orthopaedics. Biomaterials, Implants and Tissue Engineering, **Institute for Bioengineering of Catalonia**.v. 5, n° 27, p. 1137-1158, 2008.

NEVAREZ-RASCON, A.; AGUILAR-ELGUEZABAL, A.; ORRANTIA, E.; BOCANEGRA-BERNAL, M.H.; $\text{Al}_2\text{O}_3(\text{w})\text{--Al}_2\text{O}_3(\text{n})\text{--ZrO}_2$ (TZ-3Y)n multi-scale nano composite: No alternative for different dental applications?; **Acta Biomaterialia** 6; p. 563–570. 2010

NEVAREZ-RASCON, A.; AGUILAR-ELGUEZABAL, A.; ORRANTIA, E.; BOCANEGRA-BERNAL M.H.; On the wide range of mechanical properties of ZTA and ATZ based dental ceramic composites by varying the Al_2O_3 and ZrO_2 content; **Int. Journal of Refractory Metals & Hard Materials** 27, p.962–970. 2009

NIHARA, K.; “Fracture mechanics analysis of indentation-induced Palmqvist crack in ceramics”, **Journal of Materials Science**, v. 2, pp. 221-223. 1983

NOGIWA-VALDEZ, A.A.; RAINFORTH, W.M.; ZENG, P.; ROSS, I.M.: Deceleration of hydrothermal degradation of 3Y-TZP by alumina and lanthana co-doping. **Acta Biomater.** (4): 6226-6235. 2013

NONO, M.C.A.; **Cerâmicas de Zircônia Tetragonal Policristalino Sistema $\text{CeO}_2\text{--ZrO}_2$ (Ce-TZP)**. Tese de Doutorado, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, SP, Brasil. 1990

NORMAN, D. C.; DALLACASA, V.; Face-centered-cubic solid-phase theory of the nucleus; **Phys. Rev. C** **35**, 1883 – 1987. 1986

NOTHDURFT, F.; POSPIECH P.; Prefabricated zirconium dioxide implant abutments for single-tooth replacement in the posterior region: evaluation of peri-implant tissues and superstructures after 12 months of function. **Clin Oral Implants Res.** **21(8)**: 857-865. 2010

NOTHDURFT, F.P.; DOPPLER, K.E.; ERDELT, K.J.; KNAUBER, A.W.; POSPIECH, P.R.; Fracture behavior of straight or angulated zirconia implant abutments supporting anterior single crowns. **Clin Oral Invest**; **15**: 157–163. 2011

OHRING, M., **The Materials Science of Thin Films**; Publication of Academic Press U.S.A 1992.

PADILHA, A.F., **Materiais de Engenharia: Microestrutura e Propriedades**, Hemus Editora, 1997.

PALLONE, E. M. J. A.: **Influência da Estrutura Cristalina do ZrO₂, Sobre as Propriedades Mecânicas de Compósitos Al₂O₃ - ZrO₂**. Dissertação de Mestrado da Universidade de São Carlos, São Carlos, 1990.

PARK, J. B.; In **Biomaterials: an introduction**; Plenum Press, New York,; p 4, 1980

PASTOR, J.Y.; POZA, P.; LLORCA, J.; PEÑA, J.I.; MERINO, R.I.; ORERA, V.M.; Mechanical properties of directionally solidified Al₂O₃-ZrO₂(Y₂O₃) eutectics; **Materials Science and Engineering A308**, p.241–249. 2001

PESQUEIRA, A.; GOIATO, M.; SANTOS, D.; HADDAD, M.; ANDREOTTI, A.; MORENO, A. Stress Analysis in Oral Obturator Prostheses: Imaging Photoelastic.; **Journal of Biomedical Optics**, v. **18**, 2012.

PICONI, C.; MACCAURO, G.; Zirconia as a ceramic biomaterial. **Biomaterials.** **20 (1)** :1-25. 2007.

PICONI, C.: **Comprehensive Biomaterials** (6 Volume Set) Elsevier Science, 2011 73-94

PICONI, C., MACCAURO, G., “Zirconia as Ceramic Biomaterials”, **Biomaterials**, v. 20, n.1, pp.1-25. 1999

PILEICKIENE G., SURNA A The Human Masticatory System From A Biomechanical Perspective: A Review; **.Stomatologija, Baltic Dental and Maxillofacial Journal**, 6:81-84, 2004

PILLIAR, R.M.; Porous calcium polyphosphate scaffold for bone substitute application– in-vitro characterization. **Biomaterials**, v.22, p.963– 972, 2001.

PIORINO, F.N. **Sobre as variáveis que afetam a avaliação do módulo de ruptura em ensaios de flexão**. 153p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de São Carlos, São Carlos. 1990.

RAHAMAN, M.N.; **Ceramic processing and sintering**. 2nd ed. Taylor & Francis, New York, 2003, 875 p.

RAMAKRISHNA, S.; MAYER, J.; WINTERMANTEL, E.; KAM, W. L. Biomedical applications of polymer-composite materials: a review. **Composites Science and Technology**, v.61, p. 1189-1224, 2001.

RATNER, B. Biomaterials Science. **Society for Biomaterials. Academic Press**, 1996.

REED, J. S., **Principles of Ceramics Processing**. 2nd ed. Wiley & Sons, 1995, 682 p.

RHODES, W.H., “Agglomerate and Particle Size Effects on Sintering Yttria-Stabilized Zirconia”, **Journal of the American Ceramic Society**, v. 64, n. 3, pp. 19- 22. 1981

RICHERSON, D.W., **Modern Ceramic Engineering: Properties, Processing, and Use in Design**. 1 ed. New York, Marcel Dekker. 1992

RING, T.A., **Fundamentals of Ceramic Powder Processing and Synthesis**. 2 ed. New York, Academic Press. 1996

RÖDIGER M., RINKE S., EHRET-KLEINAU F., POHLMAYER F., LANGE K., BÜRGERS R., GERSDORFF N.: Evaluation of removal forces of implant-supported zirconia copings depending on abutment geometry, luting agent and cleaning method during re-cementation.;**The journal of advanced prosthodontics** **6(3)**:233-40. 2014

SCHNEIDER, R.L.; Diagnosing functional complete denture fractures.;**J.Prosthet Dent.**; **54**. p.809–814. 1985

SHACKELFORD, J. F.; DOREMUS, R. H.; **Ceramic and Glass Materials: Structure, Properties and Processing**; Springer, 2008

SILVA,K.L.; **Obtenção de Nanocompositos de alumina-zircônia para aplicação como biomaterial**; Dissertação de Mestrado–Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica;Campinas,S.P.2011.

SMITH W. F. **Princípios de Ciência e Engenharia de Materiais**. McGraw Hill Ed. de Portugal Ltda. 3a.ed. 1998.

SOMMER F., LANDFRIED R., KERN F., GADOW R. ; Mechanical properties of zirconia toughened alumina with 10–24 vol.% 1.5 mol% Y-TZP reinforcement; **Journal of the European Ceramic Society** **32**, p.3905–3910. 2012

STEINEBRUNNER, L.; WOLFART, S.; BOESSMANNK, K.; KERN, M.; In vivo evaluation of bacterial leakage along the implant abutment interface of different implant systems. **Int. J. Oral Maxillofac Implants** **20(6)**. p. 875-881. 2005

STEVENS, R., “Zirconia: Second Phase Particle Transformation Toughening of Ceramics”, **British Ceramics**, v. **80**, n. 4, p. 81-85. 1981

STEVENS, R.; EVANS, A. G., Transformation toughening by polycrystalline zirconia. **British Ceramic Transactions and Journal**, v. 83, p. 18-31, 1984.

SUNDH, A., MOLIN, M.,SJÖGREN,G., “Fracture Resistance of Yttrium Oxide Partially-Stabilized Zirconia All-Ceramic Bridges after Veneering and Mechanical Fatigue Testing”, **Dental Materials**,v.**21**, p.476-482. 2005

TANG, D.; LIM, H.; LEE, K.; LEE, C.; CHO, W.; Evaluation of mechanical reliability of zirconia-toughened alumina composites for dental implants; **Ceramics International** **38**, p.2429–2436.2012

TEIXEIRA, L. H. P.; SANTOS, C.; DAGUANO, J. K. M. F.; KOIZUMI, M. H.; ELIAS, C. N.; Sinterização e propriedades mecânicas do compósito Y-TZP/ Al_2O_3 ; **Cerâmica vol.53 (327)**, p. 227-233. 2007

TIAN K., CHEN J., HAN L., YANG J., HUANG W., WU D.: Angled abutments result in increased or decreased stress on surrounding bone of single-unit dental implants: A finite element analysis; **Medical Engineering & Physics** **34**. p.1526 –1531. 2012

TROMBINI, V., PALLONE E. M. J. A., MUNIR Z.A., TOMASI R.: Spark plasma sintering (SPS) de nanocompósitos de Al_2O_3 - ZrO_2 . **Cerâmica**, v. **53**, p. 62-67, 2007.

TRUNEC M., MACA K., CHMELIK R.: Polycrystalline alumina ceramics doped with nanoparticles for increased Transparency; **J. Eur. Cer. Society** **35**; 1001–1009. 2015

TSENG, W. J.; LIU, D.M.; HSU, C.-K.; Influence of stearic acid on suspension structure and green microstructure of injection-molded zirconia ceramics. **Ceramics International**, v. **25**, n. **2**, p.191-195, 1999.

URIBE, J.; GERINGER, J.; GREMILLARD, L.; REYNARD B.; Degradation of alumina and zirconia toughened alumina (ZTA) hip prostheses tested under micro separation conditions in a shock device; **Tribology International** V. **63**, p.151–157. 2013

VALLET-REGI, M.; “Introduction to the world of biomaterials”, **Anal. Quim. Int. Ed.**, v. **93**, p. S6 – S14; 1997

VAN DE GRAAF, M.A.C.G., TERMAAT, J.H.H., BURGGRAAF, A.J., “Microstructure and Sintering Kinetics of Highly Reactive ZrO_2 - Y_2O_3 Ceramics”, **Journal of Materials Science**, v. **20**, n. 4, p.1407-1418.1985

VASCONCELOS, W. L., PEREIRA, M. M., ZAVAGLIA, C. A. C. **Materiais Cerâmicos: Ciência e Aplicação como Biomateriais**. [A. do livro] R. L. Oréfice, M. M. Pereira e H. S. Mansur. Biomateriais: Fundamentos e Aplicações. Rio de Janeiro :Cultura Médica, p. 60-81, 2005.

VAN VLACK, L.H., **Propriedades dos Materiais Cerâmicos**, 1 ed. São Paulo, Edgard Blucher Ltda, 1984

VARUGHESE, D. P. Zirconia Abutments: A Quintessence of Modern Day Implantology; **International Journal of Oral Implantology and Clinical Research**,3(3):133-137. 2012

WACHTMAN, J.B., CANNON, W.R., MATTHEWSON, M.J., **Mechanical Properties of Ceramics**, 2 ed. United States, A John Wiley & Sons, INC., 2009

WALTERVAL, P.; ROCHA, P.V.B.; AGUIAR, J.C.B.; LORDELO, M.S.; AMOEDO, R.M.P.; RAMOS, H.L.; Resistência à fratura de intermediários cerâmicos experimentais: Estudo In vitro. **Implant News**; 4(1):38-46. 2007

WALTIMO A, KONONEN M.: A novel bite force recorder and maximal isometric bite forces values for healthy young adults. **Scand J. Dent. Res**; 101:171–5. 1993

WANG, C.; Phase transformation and nanocrystallite growth behavior 2%mol Ytria-partially stabilized zirconia (2Y-PSZ) powders; **Ceramics International** 39(5), p. 5165-5174. 2013

WENZ, H.J.; BARTSCH, J.; WOLFART, S. & KERN, M.; Osseointegration and clinical success of zirconia dental implants: a systematic review. **International Journal of Prosthodontics** Vol.21, No.1, pp. 27-36, 2008

WILLIAMS, D.F.; **Progress in biomaterial engineering: Definition in Biomaterials**.Amsterdam:Elsevier,1987,v.4.

ZAVAGLIA,C.A.C.; **Curso de Introdução à Cerâmicas**. Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Unicamp, Apostila de biocerâmicas.2003

ZHAO, Y.; JIANG, L.; LIAO Y.; WANG, C.; LU J.; ZHANG J.; LI W.; Low temperature degradation of ATZ in artificial saliva; **Journal Wuhan Univ. Techn.-Mater, Science Ed.** 23(4), p. 844-848. 2013

ZEMBIC, A.; JOHANNESSEN, L.H.; SCHOU, S.; MALO, P.; REICHERT, T.; FARELLA, M.; Immediately restored one-piece single-tooth implants with reduced diameter: one-year results of a multi-center study; **Clinical Oral Implants Research** v.23(1), p.49-54. 2012

ZEMBIC, A., BÖSCH, A, JUNG, R.E., HÄMMERLE, C.H., SAILER, I.; Five-year results of a randomized controlled clinical trial comparing zirconia and titanium abutments supporting single-implant crowns in canine and posterior regions; **Clin Oral Implants Res.** 24(4):384-90. 2013