



Fabiano Costa Almeida

# Compósitos Cerâmicos de Alumina - Zircônia para Aplicação em Bráquetes Estéticos de Ortodontia

46/2015

Campinas, 2015



**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA**

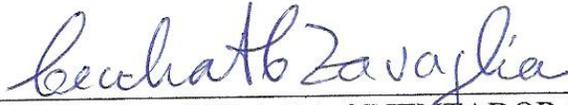
**FABIANO COSTA ALMEIDA**

# Compósitos Cerâmicos de Alumina - Zircônia para Aplicação em Bráquetes Estéticos de Ortodontia

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

Orientadora: Cecília Amélia de Carvalho Zavaglia

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE A VERSÃO FINAL DA TESE DEFENDIDA PELO ALUNO FABIANO COSTA ALMEIDA E ORIENTADA PELA PROFA DRA CECÍLIA AMÉLIA DE CARVALHO ZAVÁGLIA.

  
ASSINATURA DA ORIENTADORA

**CAMPINAS  
2015**

Ficha catalográfica  
Universidade Estadual de Campinas  
Biblioteca da Área de Engenharia e Arquitetura  
Rose Meire da Silva - CRB 8/5974

AL64c Almeida, Fabiano Costa, 1969-  
Compósitos cerâmicos alumina-zircônia para aplicação em bráquetes  
estéticos de ortodontia / Fabiano Costa Almeida. – Campinas, SP : [s.n.], 2015.

Orientador: Cecília Amélia de Carvalho Zaváglia.  
Tese (doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de  
Engenharia Mecânica.

1. Aparelhos ortodônticos. 2. Bráquetes ortodônticos. 3. Compósitos. 4.  
Materiais cerâmicos. 5. Biomateriais. 6. Materiais compósitos. I. Zaváglia, Cecília  
Amélia de Carvalho, 1954-. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de  
Engenharia Mecânica. III. Título.

Informações para Biblioteca Digital

**Título em outro idioma:** Ceramic composites alumina-zirconia for application in orthodontic  
aesthetic brackets

**Palavras-chave em inglês:**

Orthodontic devices  
Orthodontic brackets  
Composites  
Ceramic materials  
Biomaterials  
Composite materials

**Área de concentração:** Materiais e Processos de Fabricação

**Titulação:** Doutor em Engenharia Mecânica

**Banca examinadora:**

Cecília Amélia de Carvalho Zaváglia [Orientador]  
Carlos Alberto Fortulan  
Sidney Nicodemos da Silva  
André Luiz Jardini Munhoz  
Marcos Akira D' Ávila

**Data de defesa:** 20-02-2015

**Programa de Pós-Graduação:** Engenharia Mecânica

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS**  
**FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA**  
**COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**  
**DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS**

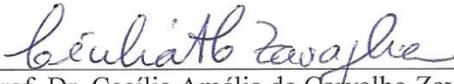
TESE DE DOUTORADO

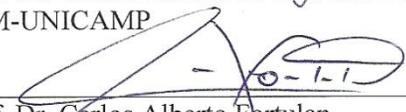
**Compósitos Cerâmicos de Alumina - Zircônia para  
Aplicação em Bráquetes Estéticos de Ortodontia**

Autor: Fabiano Costa Almeida

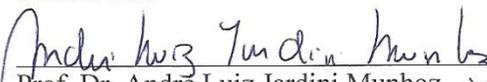
Orientadora: Cecília Amélia de Carvalho Zavaglia

A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo aprovou esta Tese:

  
Prof. Dr. Cecília Amélia de Carvalho Zavaglia, Presidente  
FEM-UNICAMP

  
Prof. Dr. Carlos Alberto Fortulan  
EESC-USP

  
Prof. Dr. Sidney Nicodemos da Silva  
CEFET-MG

  
Prof. Dr. André Luiz Jardim Munhoz  
FEQ-UNICAMP

  
Prof. Dr. Marcos Akira D'Ávila  
FEM-UNICAMP

Campinas, 20 de fevereiro de 2015.

Dedicatória:

Dedico este trabalho em especial a minha mãe e a minha família.

À minha namorada Élen Cristiane Martins e suas filhas Bruna, Beatriz e Bárbara.

Ao amigo e irmão General de Divisão Décio Luís Schons que transmitiu muitos ensinamentos por meio de suas atitudes pessoais e profissionais dignos de seu alto comprometimento com a Instituição e seus subordinados, sua dedicação aos estudos e a educação de forma séria e comprometida, e como excelente pai de família. À nossa família Beth, Raíssa, Stela e Clarissa pela forma que me acolheram no âmbito de sua família desde o período em que estava servindo ao Exército Brasileiro até os dias atuais.

Ao amigo Coronel de Cavalaria Rodrigo Espínola Araújo, um oficial extremamente dedicado e comprometido com a Instituição, sua família e seus amigos. O meu eterno agradecimento pela oportunidade de ser seu amigo e saiba que mesmo não estando mais entre nós é, e sempre será, um grande General de Brigada de fato do Exército Brasileiro e sempre estarei à disposição para apoiar a sua família meu amigo.

## **AGRADECIMENTOS**

Este trabalho recebeu a contribuição de muitas pessoas e Instituições, a quem devo agradecer especialmente:

A minha orientadora, Professora Doutora Cecília Amélia de Carvalho Zavaglia, agradeço a oportunidade de ser seu aluno e orientado nesta etapa em que inicio os estudos dos materiais biocerâmicos. Agradeço, também, a sua amizade, atenção, dedicação, compreensão e estímulo que foram de grande importância para a conclusão deste trabalho e principalmente por acreditar na interação entre os profissionais das diferentes áreas em busca do conhecimento, fato este, que visualizou a muitos anos de forma pioneira na área de Biomateriais.

Ao Professor Doutor Carlos Alberto Fortulan pelos ensinamentos e cooperação em minha tese demonstrando grande conhecimento, dedicação e alto grau de comprometimento em seus trabalhos.

Ao Professor Doutor Carmo Pellicieri Lima pelo apoio e orientação nos laboratórios de ensaios e nos momentos de dificuldades.

Ao Professor Doutor Márcio de Moraes que me proporcionou a oportunidade de ampliar os meus conhecimentos por meio dos ensinamentos concedidos nas áreas de Implantodontia e Cirurgia Bucomaxilofacial, fato este, que não teria ocorrido se não fosse por seu empenho pessoal e profissional o qual sou imensamente grato e quero que saiba que estou e estarei sempre à disposição para retribuir esses gestos.

Aos Professores Doutores Luciano Asprino, Alexandre Tadeu Sverzut, José Ricardo de Albergaria Barbosa do Departamento de Cirurgia Bucomaxilofacial da Faculdade de Odontologia de Piracicaba pelos ensinamentos que me foram concedidos nas áreas de Implantodontia e Cirurgia Bucomaxilofacial na Unicamp - Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

Ao Professor Doutor André Galdino pelo apoio no início deste trabalho.

A Doutora Maria Aparecida Larosa pelo apoio nos momentos importantes deste trabalho.

Aos amigos Claudenete Vieira Leal, José Luís Lisboa, Eduardo José Bernardes, Denise Aparecida Vilela, Marco Pio e Bruna Freitas Romero pelo grande apoio durante a utilização dos laboratórios da FEM e nas questões administrativas da Faculdade de Engenharia Mecânica.

À Faculdade de Engenharia Mecânica da Unicamp e seus Professores pelo programa de Pós Graduação, pela oportunidade de ser acolhido desde o ano de 1994, como um cirurgião dentista numa Faculdade de Engenharia, período em que adquiri bons amigos e aprendi muitos ensinamentos pessoais e profissionais por meio dos Professores Doutores Cecília Amélia de Carvalho Zavaglia, Itamar Ferreira e por todos aqueles que me permitiram cursar as suas disciplinas e estiveram sempre à disposição para transmitir seus ensinamentos.

“O verdadeiro guerreiro está sempre armado com três coisas:  
A radiante espada da pacificação, sabedoria e amizade, e a  
preciosa jóia da iluminação.”

Morihei Ueshiba

## RESUMO

**ALMEIDA, Fabiano Costa, *Compósitos Cerâmicos Alumina-Zircônia para Aplicação em Bráquetes Estéticos de Ortodontia*, Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade de Campinas, 2015. 109 p. Tese (Doutorado).**

Os bráquetes são dispositivos utilizados pelos ortodontistas para controlar o posicionamento dos dentes e podem ser confeccionados por diversos materiais, sendo o mais comum o metal pela praticidade, preço e resistência. Recentemente, o aumento de adultos utilizando estes dispositivos, aumentou a demanda do uso de bráquetes estéticos, feitos geralmente de polímeros ou cerâmicas. As maiores dificuldades encontradas estão relacionadas a estética, resistência, capacidade de coloração por alimentos e maior atrito com o fio. O propósito deste estudo foi a obtenção de compósitos cerâmicos de alumina e zircônia (ZTA) a partir de pós finamente cominuídos em diferentes proporções 70/30, 80/20 e 90/10 provenientes de materiais cerâmicos de alumina e zircônia separadamente. Os compósitos foram submetidos a processos de análises do tamanho de partículas, moagens, prensagens, conformações de corpos de provas (c.p.), difração de raio X, ensaios de compressão diametral, análises das propriedades mecânicas, avaliações das microestruturas e análises de propagação de trincas. Os resultados demonstraram tamanhos de partículas de 0,3 $\mu$ , os valores da compressão diametral de 296,64 MPa, 262,60 MPa, 220,30 MPa, os valores de microdureza de 13,12 GPa, 13,42 GPa, 13,81 GPa, os valores de tenacidade à fratura de 8,91 MPa m<sup>1/2</sup>, 9,37 Mpa m<sup>1/2</sup>, 9,65 Mpa m<sup>1/2</sup>, os tamanhos de grãos em torno de 0,6 $\mu$  e uma redução significativa nas propagações das trincas em relação à alumina. Estes compósitos cerâmicos de alumina e zirconia (ZTA) demonstraram resultados superiores em seus valores de tenacidade à fratura de aproximadamente 68% em relação a alumina, atualmente utilizados em bráquetes comerciais. Ocorreu uma redução do tamanho de grãos e modificações no comportamento de propagação das trincas resultando na diminuição da ocorrência de trincas. A conclusão, diante dos resultados apresentados nas análises, foi que os materiais compósitos cerâmicos de alumina e zircônia (ZTA), nos quesitos avaliados, foram adequados para serem aplicados em bráquetes estéticos de Ortodontia, porém novos trabalhos foram sugeridos para avaliação desses materiais em relação ao desgaste, a fricção e a coloração.

*Palavras Chave:* Aparelhos ortodonticos estéticos, bráquetes cerâmicos, compósitos cerâmicos, compósitos ZTA

## ABSTRACT

**ALMEIDA, Fabiano Costa, *Ceramic Composites Alumina-Zirconia for Application in Orthodontic Aesthetic Brackets*, Campinas: Faculty of Mechanical Engineering, State University of Campinas, 2015. 109 p. Thesis (Doctorate).**

The brackets are used by orthodontists to control the tooth positions on orthodontic treatments. Inside the brackets, in the slots, are the orthodontic wire and both are responsible for the biomechanical movement. The brackets can be made of different materials and the most common is the metallic by practically, price and resistance. Recently a adult demand increased use of aesthetic brackets made of polymers and ceramics. The greatest aesthetic difficulties are the resistance, staining for food and the wire friction. This work aims to contribute to the development of new aesthetic orthodontic brackets. Thereby was proposed in this study the obtainment of ceramic composites alumina and zirconia (ZTA) powder finely comminuted in different proportions 70/30, 80/20 and 90/10 from alumina and zirconia separately. These composites were submitted to particle analysis, milling process, pressing, specimens conformations, X ray diffraction, diametral compression, mechanical properties analysis, evaluation of microstructured and crack propagation analysis. The results showed particle size  $0,3\mu$ , the diametral compression values of 296,64 MPa, 262,60 MPa, 220,30 Mpa, the hardness values of 13,12 GPa, 13,42 GPa, 13,81 GPa, the fracture toughness values of 8,91 MPa  $m^{1/2}$ , 9,37 Mpa  $m^{1/2}$ , 9,65 Mpa  $m^{1/2}$ , the grain size of  $0,6\mu$  and a significant reduction in crack propagation compared to alumina. These ceramic composites alumina and zirconia (ZTA) demonstrated superior results in their fracture toughness values of approximately 68% compared to alumina, currently used in commercial brackets. There was a reduction in grain size and changes in the behavior of propagation of cracks resulting in a decrease of occurrence of cracks. The conclusion on the results presented was that ceramic composites alumina and zirconia (ZTA), on the variables evaluated, were suitable for application in Orthodontic aesthetic brackets however new studies have been suggested for the evaluation of these materials in relation to wear, friction and staining.

*Key Words:* aesthetic orthodontic devices, ceramic brackets, ceramic composites, ZTA composite.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 01 – Os dentes do crânio Maia com incrustações.....	02
Figura 02 - Aparelho fixo metálico.....	05
Figura 03 - Aparelho fixo cerâmico estético.....	07
Figura 04 - Bráquete cerâmico.....	08
Figura 05 - Modulo de Young para vários implantes comparado com o osso adaptado de [Barry et al., 2007] .....	14
Figura 06 - Alumina calcinada A16SG (pó), Almatiss.....	37
Figura 07 – Zircônia TZ-3Y da Tosoh.....	38
Figura 08 – Fluxograma de obtenção dos corpos de prova .....	41
Figura 09 – Moinho de bolas.....	43
Figura 10 – Prensa uniaxial.....	45
Figura 11 – Prensa isostática.....	45
Figura 12 - Corpos de prova (c.p.) densos.....	45
Figura 13 – Difratômetro Rigaku.....	47

Figura 14 – Microdurômetro Buehler.....	49
Figura 15 – Equipamento de ensaios mecânicos (MTS).....	49
Figura 16 – Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV).....	50
Figura 17– Difração de raio X (alumina processada).....	51
Figura 18 – Difração de raio X (zircônia).....	52
Figura 19 - Difração de raio X de compósitos cerâmicos 70/30.....	53
Figura 20 - Difração de raio X de compósitos cerâmicos 80/20.....	54
Figura 21 - Difração de raio X de compósitos cerâmicos 90/10.....	55
Figura 22 – Resultados das análises do tamanho de partícula da alumina.....	56, 57
Figura 23 – Resultados das análises do tamanho de partícula da zircônia.....	59
Figura 24 – Propriedades mecânicas dos compósitos cerâmicos 70/30.....	61, 62
Figura 25 – Propriedades mecânicas dos compósitos cerâmicos 80/20.....	63
Figura 26 – Propriedades mecânicas dos compósitos cerâmicos 90/10.....	64, 65
Figura 27 – Imagem de microestrutura da zircônia processada.....	66

Figura 28 e 29 – Imagens de microestrutura da alumina (bráquetes cerâmicos).....	67, 68
Figura 30 – Imagem de microestrutura da alumina processada.....	69
Figura 31 – Imagem de microestrutura de compósitos cerâmicos 70/30.....	70
Figura 32 – Imagem de microestrutura de compósitos cerâmicos 80/20.....	71
Figura 33 – Imagem de microestrutura de compósitos cerâmicos 90/10.....	72
Figura 34 – Propagação das trincas na alumina (bráquetes).....	74
Figura 35 – Propagação das trincas na zircônia (processada).....	75
Figura 36 – Propagação das trincas nos compósitos cerâmicos 70/30.....	76
Figura 37 – Propagação das trincas nos compósitos cerâmicos 80/20.....	77
Figura 38 – Propagação das trincas nos compósitos cerâmicos 90/10.....	78
Figura 39 – Resultados das análises de propagação das trincas.....	79

## Lista de Tabelas

Tabela 1 - Comparação entre as diferentes classes de materiais.....	18
Tabela 2 - Características físicas da biocerâmica de Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	21
Tabela 3 - Composição química da A16SG.....	37
Tabela 4 - Característica da TZ-3Y-E.....	39
Tabela 5 - Resultados das análises do tamanho de partícula da alumina.....	57
Tabela 6 - Resultados das análises do tamanho de partícula da zircônia .....	60
Tabela 7 - Propriedades mecânicas dos compósitos 70/30.....	62
Tabela 8 - Propriedades mecânicas dos compósitos 80/20 .....	64
Tabela 9 - Propriedades mecânicas dos compósitos 90/10.....	65
Tabela 10 - Resultados de análises de propagação das trincas.....	79

## SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	1
1.1 OBJETIVO GERAL.....	6
1.1.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	7
2 REVISÃO DA LITERATURA.....	8
2.1 BIOMATERIAL.....	8
2.2 BIOCERÂMICA.....	9
2.3 MATERIAIS NANOESTRUTURADOS.....	14
2.4 CERÂMICAS NANOCRISTALINAS.....	15
2.5 ENGENHARIA TECIDUAL.....	16
2.6 SELEÇÃO DE MATERIAIS.....	18
2.7 ALUMINA E ZIRCÔNIA.....	20
2.7.1 ALUMINA.....	20
2.7.2 ZIRCÔNIA.....	21
2.8 CERÂMICA ESPONJOSA OU POROSA.....	25
2.9 CERÂMICA ODONTOLÓGICA.....	26
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	36
3.1 MATÉRIA PRIMA E ADITIVOS.....	36
3.2 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....	39
3.3 CARACTERIZAÇÃO DA MATÉRIA PRIMA.....	42
3.4 OBTENÇÃO DE PÓS DE ALUMINA E ZIRCÔNIA PROCESSADOS.....	42
3.4.1 PARA OBTENÇÃO DOS DE ALUMINA E ZIRCÔNIA PROCESSADOS.....	42
3.4.2 DESAGLOMERAÇÃO DOS PÓS.....	43
3.5 MISTURA E HOMOGENEIZAÇÃO DOS PÓS.....	44
3.6 CONFORMAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA.....	44

3.6.1 CONFORMAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA.....	44
3.7 SINTERIZAÇÃO.....	46
3.8 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X.....	46
3.8.1 ANÁLISES DE DUREZA VICKERS E TENACIDADE À FRATURA.....	47
3.8.2 ANÁLISES POR MEIO DE ENSAIOS DE COMPRESSÃO DIAMETRAL.....	50
3.8.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA, PARA IDENTIFICAR A MICROESTRUTURA DOS MATERIAIS.....	50
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	51
4.1 DIFRAÇÃO DE RAIOS X.....	51
4.2 ANÁLISE DO TAMANHO DE PARTÍCULA.....	56
4.3 ANÁLISE DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS.....	61
4.4 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA.....	66
4.5 ANÁLISE DA PROPAGAÇÃO DAS TRINCAS.....	73
5 CONCLUSÕES.....	80
6 SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS.....	82
7 BIBLIOGRAFIAS.....	83

## 1 . INTRODUÇÃO

Os Maias sabiam incrustar com habilidade lindas pedras em cavidades cuidadosamente preparadas nos incisivos superiores e inferiores que pode ser observado na figura 01 e, em alguns casos, também nos primeiros molares.

Estas incrustações eram praticadas com vários minerais, por exemplo a jadeíta (um silicato similar, por seu aspecto, ao jade oriental, e com o qual está aparentado); pirita de ferro; hematita (a que chamavam “pedra de sangue”); turquesa, quartzo; serpentina (que, em combinação com dolomita, magnesita, ou calcita, assume um aspecto similar ao jade); e cinábrio, o veio do qual é extraído o mercúrio [Ring,1998].

Não há dúvida que as cavidades eram criadas em dentes vivos. Faziam girar, com as mãos ou com uma furadeira de arco de corda, um tubo duro e redondo, parecido com um canudo de refresco. Este tubo, a princípio, era confeccionado em jade, e mais tarde em cobre; como abrasivo, os Maias utilizavam uma mistura de pó de quartzo e água. Por meio deste sistema, realizavam um furo perfeitamente redondo através do esmalte, até a dentina. Algumas vezes atravessavam a polpa sem perceber, colocando a pedra neste local (como foi demonstrado mediante estudos radiológicos).



Figura 01- Imagem dos dentes deste crânio Maia do século IX d. C. apresentam numerosas incrusações de jade e turquesa. Museu natural de Antropologia, México D.F. [Ring,1998].

A palavra cerâmica é originada do termo grego *keramos* que significa “matéria queimada”. O termo **porcelana** designa um tipo específico de cerâmica, branca e translúcida, mais fina, preparada principalmente com o caulim, podendo ou não ser vitrificada. Na Odontologia esses dois termos são usados indistintamente, podendo ser considerados sinônimos.

O homem primitivo, vivendo há 400.000 anos, tomou conhecimento das propriedades plásticas do barro e da argila, e descobriu, acidentalmente, que as formas moldadas por ele se tornavam rígidas quando assadas no fogo.

Com o passar dos anos três tipos básicos de materiais cerâmicos foram desenvolvidos. O primeiro foi o barro queimado a baixas temperaturas, que se mostrava relativamente poroso. O segundo foi o pó de pedra, que apareceu na China aproximadamente 100 anos a.C., era queimado

a uma temperatura superior à do barro e resultou em um material mais resistente e com impermeabilidade à água. O terceiro material foi a **porcelana**, obtida pela fusão da argila branca no sudoeste da China com a “pedra de Javre”, que produziu um pó branco e translúcido. Esse pó, quando queimado, produziu um material com resistência superior aos anteriores e, a partir de então, vasos translúcidos com paredes muito finas começaram a ser produzidos. Esse material foi produzido para o agrado ao rei da China em aproximadamente 1000 d.C.. Em 1375, a porcelana foi copiada pelos europeus, começou a ser produzida em Florença e rapidamente se tornou popular por toda a Europa [Parreira, 2005].

O aprimoramento das porcelanas de baixa fusão (998°C) por Brewster, nos EUA, e Jenkins, na Alemanha, por volta de 1900, juntamente com o advento dos pequenos fornos elétricos no início do século XX, determinou o estabelecimento das porcelanas como um dos materiais mais usados em Odontologia.

Em 1910, ocorreu a primeira publicação das propriedades das cerâmicas odontológicas, ocorrendo então a sua difusão como um material restaurador.

Devido a grande fragilidade das cerâmicas, Mc Lean e Huges se propuseram a estudar mecanismos de reforço do material. Avaliaram a adição de diferentes óxidos a cerâmica, considerando fatores como temperatura de fusão, resistência ao choque térmico, resistência mecânica no estado fundido, coeficiente de expansão térmica, propriedades adesivas a matriz cerâmica, cor e estética. O óxido de Alumínio ( $Al_2O_3$ ), também denominado *alumina*, foi selecionado por satisfazer o maior número destes fatores. Concluiu-se que os cristais de alumina como fase de reforço para a matriz vítrea conferiram uma melhora significativa nas propriedades mecânicas, sendo que a resistência à flexão obtida foi de aproximadamente o dobro das cerâmicas odontológicas consideradas convencionais até então [Parreira, 2005].

A utilização do óxido de alumínio, também denominado alumina, em Odontologia estendeu-se para outras especialidades além da prótese dentária como exemplo podemos citar a Ortodontia.

Durante a segunda metade do século XIX a profissão odontológica deu mais atenção às irregularidades dos dentes, quando apareceram vários artigos na literatura sobre este tema. Anteriormente, o tratamento destes casos era considerado parte da odontologia protética e era tratado de forma puramente mecânica [Parreira, 2005].

O surgimento da Ortodontia como verdadeira especialidade foi, em grande parte, o resultado dos esforços de um homem chamado Edward Hartley Angle (1855-1930). A consciência da necessidade de uma base científica na qual apoiar seus ensinamentos levou Angle a desenvolver uma classificação das mal-oclusões, fundada na relação dos primeiros molares, sistema que continua sendo utilizado hoje em dia. Angle acreditava que a Ortodontia poderia ser melhor ensinada numa escola exclusivamente dedicada a esta especialidade, fundando em 1900 a *Angle's School of Orthodontia* [Ring, 1998].

A Ortodontia (*orthos* = correto, direito e *dens* = dentes) é a área da Odontologia que estuda as maloclusões (má – oclusão) dos dentes, visando por meios de aparatologias fixas (aparelho fixo constituído por bráquetes, bandas e fios) e removíveis (aparelho móvel constituído de base polimérica e fios) a correção dentária e o restabelecimento de uma oclusão funcional ideal. Os aparelhos fixos mais modernos, utilizados em Ortodontia, buscam além da biomecânica funcional a estética onde encontramos a utilização de materiais metálicos, poliméricos, compósitos e cerâmicos.



Figura 02- Imagem do aparelho fixo metálico.

Um dos materiais resultantes da nova geração de técnicas são as biocerâmicas inertes tais como alumina e zirconia. Fazendo jus ao nome a biocerâmica inerte possui baixo nível de reatividade e dela fazem parte os materiais usados, na engenharia de tecidos ou medicina regenerativa, como base para crescimento de células ou de tecidos, na Odontologia podemos citar as prótese dentárias, os componetes intermediários de implantes dentários, as próteses sobre implantes, as curetas cerâmicas para periodontia e os bráquetes cerâmicos na Ortodontia (figura 03).

Os bráquetes são suportes utilizados pelos ortodontistas para controlar o posicionamento dos dentes nos tratamentos ortodônticos (figura 04). Por eles, mais precisamente por seus encaixes, passam os fios ortodônticos.

O bráquete pode ser confeccionado de diversos materiais, sendo o mais comum o de metal pela praticidade, preço e resistência (figura 02) . Recentemente, com a maior demanda por aparelhos

estéticos, devido ao aumento de adultos utilizando este dispositivo, dissemina-se o uso de bráquetes estéticos, feitos geralmente de polímeros ou cerâmicas. As maiores dificuldades encontradas estão relacionadas a estética, resistência, capacidade de pigmentação por alimentos e maior atrito com o fio . Este trabalho busca contribuir para o desenvolvimento de novos bráquetes cerâmicos a serem utilizados em Ortodontia.

### 1.1. OBJETIVO GERAL

O objetivo do trabalho é obter e caracterizar uma matriz cerâmica de alumina com inclusões de zircônia, visando a produção de um material de alumina tenacificado por zirconia (ZTA) a ser utilizado como biomaterial, considerando que alumina e zircônia (estabilizada com yttria) estão entre os materiais mais inertes usados como biomateriais, para a aplicação em bráquetes estéticos de Ortodontia .



Figura 03- Imagem do aparelho fixo cerâmico estético

## 1.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

01- O trabalho visa à obtenção de compósitos de alumina e zircônia (ZTA) a partir de pós finamente cominuídos, provenientes de materiais cerâmicos microestruturados de alumina e zircônia separadamente. 02- Estes materiais cerâmicos, a alumina e a zircônia, foram submetidos a processos de análise do tamanho de partículas, moagens, prensagens, conformações de corpos de provas (c.p.), difração de raio X, ensaios de compressão diametral, avaliação das propriedades mecânicas, avaliação das microestruturas e análises de propagação de trincas. 03- A utilização destes materiais tem como objetivo avaliar por meio dos resultados dessas análises se os compósitos de alumina e zircônia (ZTA) podem ser aplicados na confecção de bráquetes cerâmicos estéticos em Ortodontia.



Figura 04 – Imagem do bráquete cerâmico (imagem fornecida pela empresa Morelli)

## 2 REVISÃO DA LITERATURA

### 2.1 Biomaterial.

Inicialmente foi definido como qualquer substância, a não ser droga, ou combinação de substâncias, de origem natural ou sintética, que possa ser usada durante qualquer período de tempo, sozinha ou fazendo parte de um sistema que trata, aumenta ou substitui qualquer tecido, órgão ou função do corpo. Em 1986, a European Society for Biomaterials Consensus Conference estabeleceu uma definição mais simples [Williams;1986]:

Biomaterial é o material usado em um dispositivo ou aparelho médico destinado à interação com os sistemas biológicos.

Os biomateriais encontram aplicação em aproximadamente 8000 diferentes dispositivos médicos usados no reparo do esqueleto humano, recuperação da função do sistema vascular, substituição de órgãos, etc. Os biomateriais evoluíram dos que estavam disponíveis (como o Dracon, um poliéster usado para enxertos vasculares ou o poliuretano para coração artificial ou ainda o acetato de celulose para os tubos de diálise que não tinham nenhuma propriedade física, química ou biológica capaz de prevenir complicações) para os projetados com precisão molecular de forma a exibir as propriedades desejadas para uma aplicação específica, muitas vezes imitando o sistema biológico. Apesar deste impacto no tratamento médico provocado nos últimos trinta anos, muito ainda precisa ser feito no desenvolvimento de novos materiais. [Gogotsi, Yuri, 2006].

## 2.2 Biocerâmica

O termo biocerâmica é um termo relativamente novo, até os anos 70 ele não era conhecido. Entretanto muitas biocerâmicas não são materiais novos. Biocerâmicas são cerâmicas usadas para reparar e reconstruir partes do corpo humano. Dentre os materiais usados nestas aplicações, um dos mais importantes é a alumina para implante de prótese de quadril. Uma biocerâmica é definida também como a cerâmica usada como um biomaterial [Hench, 1991].

Desde 1960 muitas das mais “tradicionalis” cerâmicas são usadas para aplicações de biocerâmicas. Por exemplo, alumina e zircônia são usadas como materiais inertes para uma ampla gama de aplicações. A alta dureza, baixo coeficiente de fricção e resistência excelente à corrosão oferece vantagens para o uso em superfícies articulares nas aplicações ortopédicas. Suas microestruturas são controladas para inibir a fadiga estática e o crescimento de rachaduras por desgaste de longo tempo quando submetido a baixas cargas [He, et al, 2008].

A alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), por exemplo, é encontrada como constituinte de muitos produtos da cerâmica tradicional. A alumina é considerada uma biocerâmica porque possui uma reatividade muito baixa no corpo. Suas vantagens são:

- Estabilização mais rápida do implante.
- Durabilidade prolongada.

A alumina é atualmente usada em implantes dentários e ortopédicos. Foi utilizado em artroplastias total de quadril (ATQ) com a cabeça femural com partículas de polietileno de peso molecular extremamente alto (UHMWPE). Outras aplicações para a alumina são as camadas porosas para cabeças femurais, espaçadores de alumina porosa (especificamente em cirurgia de revisão) e no passado em aplicações dentárias como implantes dentários, tanto na forma policristalina quanto em monocristais.

Por sua vez a zircônia parcialmente estabilizada é também usada em implantes. Comparada com a alumina, a ZPE tem resistência a flexão mais alta, dureza à fratura e módulo de Weibull alto, como também baixo módulo Young's e a possibilidade de ter sua superfície polida. A sua resistência à fratura mais alta é de fundamental importância para as cabeças de fêmur devido às forças de tração solicitadas [He, et al, 2008].

A aplicação da zircônia parcialmente estabilizada em cabeças femurais compõem aproximadamente 25% do número total de operações por ano na Europa, e 8% dos procedimentos de implantes de quadril nos E.U.A. Sabe-se que mais de 400.000 cabeças femurais de zircônia foram implantados em quadris de 1985 até 2001. A maioria das cabeças femurais (zircônia tetragonal, PZT) consistem em 97 mol%  $\text{ZrO}_2$  e 3 mol%  $\text{Y}_2\text{O}_3$ . Embora não totalmente tão duro

quanto a alumina, o PZT ainda possui resistência excelente e é usado para aplicações ortopédicas semelhantes aos da alumina .

Os materiais cerâmicos são usados como articulações artificiais desde os anos setenta quando produtos de alumina de primeira-geração demonstraram-se muito resistentes com relação ao metal tradicional e o polietileno. Os refinamentos na qualidade do material e as técnicas de processamento, como também um melhor entendimento do design cerâmico, conduziram à introdução nos anos oitenta de componentes de alumina de segunda geração com melhor desempenho de uso.

Nos compósitos cerâmico/polietileno, o polietileno sofre menor desgaste do que no tradicional metal/polietileno, usado no acetábulo de polietileno. Os desgastes das partículas do polietileno induz a osteólise (um enfraquecimento do tecido ósseo circunvizinho) e apresenta como consequência o deslocamento do implante. É a causa primária de dispendiosas revisões das cirurgias.

Usando a alumina em cabeças femurais juntamente com um acetábulo de alumina, eliminam-se os desgastes do polietileno. Um estudo do quadril Vitox cerâmico/cerâmico demonstrou que a taxa de uso foi de somente 0.032 ciclos de  $\text{mm}^3/\text{milhão}$ . Além de solucionar os problemas causados pelos desgastes do polietileno, o uso de sistemas de quadril cerâmico-em-cerâmicos elimina a preocupação com a liberação de íons metálicos no corpo como no caso do tradicional sistema de quadril metal-metal [Katti, 2004].

Este desempenho superior estende a vida das articulações artificiais, dando às articulações cerâmica-cerâmica uma vida bem maior que 20 anos. A vida mais longa é um benefício para o número crescente de pacientes mais jovens que se submetem tal cirurgia, na medida que as

articulações cerâmico/cerâmico proporciona um estilo de vida mais ativo além de menor número de cirurgias necessárias devido ao menor desgaste.

As biocerâmicas são classificadas em sub grupos de acordo com sua reatividade no corpo humano:

- Biocerâmicas quase inertes: alumina, carbono LTI (isotrópico de baixa temperatura), carbono ultra LTI, carbono vítreo e zircônia ( $ZrO_2$ ).
- Interação com o tecido: mecânica.
- Cerâmica bioativa: HA, vidros bioativos, vitrocerâmica bioativa.
- Interação com o tecido: ligação interfacial.
- Biocerâmica reabsorvível: tricálcio fosfato (TCP), sulfato de cálcio, fosfato trisódico.
- Interação com o tecido: substituição.
- Composito: HA/osso autogenico, vidro cerâmico de superfície ativada/PMMA, vidro de superfície ativada/fibra metálica, PLA (ácido polilático)/ fibra de carbono, PLA/HA, PLA/fibra de vidro a base de fosfato de cálcio.
- Interação com o tecido: depende do material.

Se um material quase inerte é implantado no corpo ele provoca uma resposta protetora que conduz ao encapsulamento por um revestimento fibroso não aderente de aproximadamente 1  $\mu$ m de espessura. Com o passar do tempo o implante fica isolado. Uma resposta similar ocorre quando os metais e os polímeros são implantados. No caso de uma cerâmica bioativa acontece uma interação entre o implante e a interface do tecido que imita o corpo natural em processo de reparação. As reabsorvíveis se dissolvem no corpo e são substituídas pelo tecido da vizinhança.

Há muitas outras aplicações para biocerâmicas tais como o carbono pirolítico para revestimentos de válvulas de coração e o vidro radioativo com formulações especiais para o tratamento de determinados tumores. Os nanomateriais também podem ser usados em tais aplicações, mas podem causar problemas de saúde em outras situações. A maioria das biocerâmicas implantadas estão em contato com ossos. O osso é um material vivo composto de células e de um suprimento de sangue envolvido por um compósito de estrutura resistente. Consiste basicamente de colágeno, que é flexível e muito resistente e cristais de hidroxiapatita, que confere dureza ao osso, sendo portanto um compósito. Os tipos de osso de maior interesse para a utilização de biocerâmicas são: medular ou trabecular (osso esponjoso) e o Cortical (osso compacto). O módulo de elasticidade do osso cortical é de 10 a 50 vezes menor que o da alumina enquanto este mesmo módulo para o medular é várias centenas de vezes menores [Hannouche, et al 2003].

Quando o implante possui módulo de elasticidade muito maior que o osso substituído pode ocorrer o *stress shielding*, Este fenômeno enfraquece o osso na região em que a carga aplicada é menor ou está em compressão, o osso precisa estar sob tensão para permanecer saudável. Osso que sofre solicitação ou está em compressão experimentará uma mudança biológica que o conduzirá a reabsorção. Eliminar o *stress shielding* é uma das motivações para o desenvolvimento de compósitos biocerâmicos.

O material que vai substituir o tecido vivo deve, portanto apresentar propriedades que se aproxime das propriedades deste.

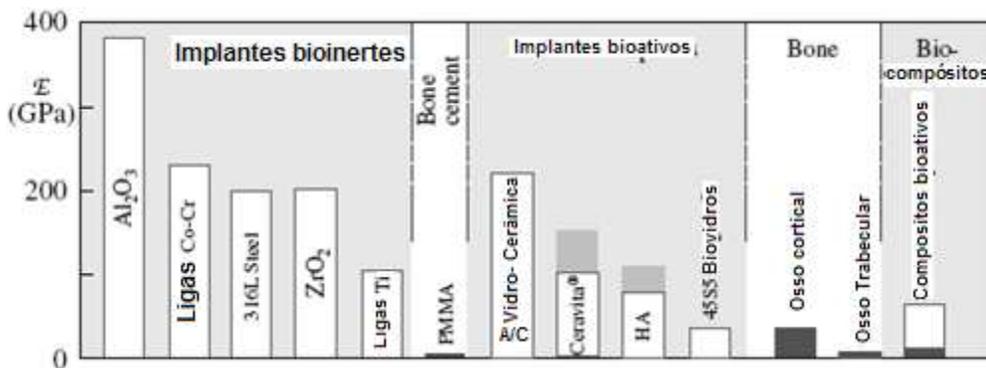


Figura 05 - Modulo de Young para vários implantes comparado com o osso adaptado [Barry, 2007]

Cerâmicas bioativas são relativamente fracas comparadas com o implante metálico e cerâmico de alta resistência tal como alumina e zircônia.

### 2.3 Materiais nanoestruturados

Nos últimos anos, surgiu um interesse significativo no potencial oferecido por materiais nanocristalino porque podem fornecer propriedades físicas e mecânicas incomuns, incluindo a superplasticidade na cerâmica, a transparência para materiais geralmente opacos, e uma dureza e uma resistência mais elevadas em ambos, metais e cerâmicos [Santa Cruz, 2008].

Os materiais nanoestruturados se caracterizam pelo tamanho de grão ultra fino, menor que 100 nm o que favorece as propriedades mecânicas, eletro-magnéticas e óticas incomuns. Entretanto a fabricação de cerâmica nanocristalina é desafiadora uma vez que é inevitável o crescimento do grão nas altas temperaturas de sinterização, exigidas pela densificação. A dispersão de partículas nano no grão da matrix ou no contorno do grão pode resultar em um material que apresenta uma resistência significativamente melhor e um moderado aumento na tenacidade á fratura. Se comparado com o material convencional, um nanomaterial tem maior número de átomos e

defeitos na superfície, maior contorno de grão e uma distribuição eletrônica alterada. Ou seja, materiais que apresentam superfície constituída de nano fases são mais reativos que a sua contra partida convencional. Sob este aspecto é evidente que as proteínas que conduzem à regeneração do tecido são completamente diferentes em nanofase quando comparada com a superfície convencional do implante. Apesar disto a engenharia de tecido tem feito uso de materiais com características de superfície não-biológicas micro e não nano, principalmente nas mudanças químicas ou na micro rugosidade e não no grau de rugosidade nanométrica. A primeira pesquisa correlacionando o aumento da função celular do osso com a diminuição do tamanho de grão ou do tamanho do particulado para a escala nanométrica aconteceu em 1998 e envolvia cerâmicos. [Webster, 1998].

Liu e colaboradores (1998) incentivados pelos resultados obtidos por [Niihara, 1992] investigou o comportamento de nanocompósitos de alumina/zirconia com tamanho de partículas de 200 e 15nm respectivamente. Concluindo que o nanocomposito com zirconia estabilizada com yttria adicionada na proporção de 15% em volume a uma matrix cerâmica de alumina pode ter valores de tenacidade superiores a  $10 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  e superior a este valor se a adição for de 10%.

#### 2.4 Cerâmicas nanocristalinas

O sistema  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$  é sem dúvida o mais usado nanocomposito cerâmico. Estes nano compósitos já são bastante usados tanto em engenharia como cerâmica estrutural, cobertura de proteção térmica e implante total de quadril.

Para alcançar um melhor desempenho nessas aplicações, pesquisas tem sido direcionadas para a redução do tamanho das partículas do compósito ou para morfologia final do grão. Com isso várias metodologias de obtenção de pós foram desenvolvidas, tais como o método sol-gel, da

precipitação, ablação à laser, síntese por combustão além de técnicas avançadas de densificação tal como sinterização por plasma [Kong 2007].

O conceito dos nanocompósitos como materiais em que a segunda fase dispersa exibe uma escala submicrométrica e/ou a nanométrica foi proposta inicialmente por Niihara, e possibilitou um grande avanço no campo da cerâmica, especialmente nos compósitos cerâmicos. No caso do compósito de zircônia-alumina, a tenacidade à fratura é em parte controlada e otimizada pela conteúdo em  $ZrO_2$  e pelo seu tamanho de grão. Uma redução no tamanho de grão em nível nanométrico proporciona uma vantagem sobre os materiais de granulação grosseira porque conduz a um aumento de resistência e dureza [SantaCruz, 2008].

A característica desses óxidos é comandada principalmente pelo tamanho e distribuição dos grãos, pela composição e espessura da fase intergranular, compatibilidade e interação entre os componentes. A microestrutura final depende desses fatores assim como do grau de segregação do cátion, das impurezas e do auxiliar de sinterização e do conseqüente equilíbrio de força interfacial que surge entre os grãos [Espósito, 2005].

## 2.5 Engenharia Tecidual

A engenharia tecidual, igualmente chamada medicina regenerativa é o campo interdisciplinar que envolve o conhecimento da medicina, da biologia, da engenharia e da ciência de materiais. Um dos objetivos principais desta modalidade de engenharia é o reparo ou a recolocação de órgãos e de tecidos defeituosos ou danificados [Seema, 2008]. Abrange o desenvolvimento de uma nova geração de materiais ou dispositivos capazes de interagir com um tecido biológico específico. Essa combinação de novos materiais com células vivas produz um tecido funcional equivalente ao biológico. Tais sistemas são úteis para substituição de tecidos orgânicos quando há uma disponibilidade limitada de doadores de órgãos ou não é possível a reconstituição natural.

Estes *scaffolds* também são úteis como veículos de liberação em terapia genética. O ingrediente chave da engenharia tecidual são os materiais. O desafio está em substituir velhos por novos materiais que permitam avanços na tecnologia para liberação controlada de fármacos, técnica de DNA recombinante, biorreatores, cultivo de célula tronco, encapsulamento e imobilização de células, *scaffolds* em 2D e 3D para células [Kaji-Uwe Lewandrowski 2002].

De acordo com os métodos atuais da engenharia tecidual o tecido ideal resultaria da integração completa do implante, seguido por sua degradação e substituição gradual pelo novo tecido produzido. Para que isto ocorra, os *scaffolds* devem promover a migração, a adesão, a proliferação, e a diferenciação celulares, enquanto dá suporte aos processos celulares naturais.

O desenvolvimento de melhores *scaffolds* exigem materiais que exibam não somente as características mecânicas apropriadas, mas também que extraiam respostas celulares favoráveis. Subsidiada por uma compreensão maior da topografia da superfície e a composição na interação *scaffold*-célula, a pesquisa deve continuar melhorando o controle da arquitetura em nanoscala do *scaffold* no projeto de materiais mais compatíveis. Apesar das variadas propriedades físicas e químicas exibidas pelos materiais biológicos, o corpo reage de uma forma similar após a implantação; uma camada de proteínas é fixada aleatória e imediatamente na superfície, seguido pelo ataque do macrófago, e finalmente pelo encapsulamento do dispositivo com a reação clássica de corpo estranho. Este encapsulamento segrega o dispositivo do corpo impedindo processos normais da ferida-cura e impede que o dispositivo funcione como pretendido. A necessidade de desenvolver materiais biológicos capazes de suscitar respostas específicas foi reconhecida desde 1993.

As principais técnicas investigadas atualmente pela engenharia tecidual indicam esforço para uns ou vários dos seguintes objetivos. Controle do ambiente químico através da imobilização de superfície da biomolécula ou dos sistemas *self assembled* [Reisner, 2009].

## 2.6 Seleção de materiais.

O desenvolvimento de qualquer tecnologia depende de três classes de materiais: metais, polímeros e cerâmicos. A engenharia tecidual tem investigado aplicação destas três classes de materiais para desenvolvimento de tecido ósseo.

A Tabela 1 compara o comportamento dessas três diferentes classes de materiais:

Tabela 1 - Comparação entre as diferentes classes de materiais

Classe de Material	Vantagens	Desvantagens
Polímeros	Resiliente Tenaz Fácil fabricação Baixa densidade	Fraco Baixo módulo de Young( $\epsilon$ ) Usualmente não bioativo Não reabsorvível
Metal	Forte Resistência ao desgaste Tenaz Fácil fabricação	Pode corroer em meio fisiológico Alto $\epsilon$ Alta densidade Usualmente não bioativo Não reabsorvível

Ceramica	Biocompatibilidade	Baixa resistência à tração
	Resistência ao desgaste	Difícil fabricação
	Leve	Baixa tenacidade
		Não resiliente

Cada tipo de material possui características que o habilita para a aplicação específica de regeneração óssea. A hidróxiapatita (HA) é um mineral cerâmico encontrado no osso, que pode ser obtida sinteticamente. Os metais apesar de não serem encontrados no corpo possuem resistência mecânica e relativa inatividade em relação às substâncias biológicas que podem ser os preferidos para substituir ossos fraturados. Os polímeros possuem propriedades únicas, tais como viscosidade, maleabilidade, moldabilidade e resistência mecânica comparáveis às propriedades dos tecidos leves (soft) encontrados no corpo. Além disso compósitos de alguns ou de todos esses podem ser sintetizados para melhorar as propriedades do material e melhorar o desempenho dos implantes ósseos. A possível aplicação de cerâmicos nanofásicos na engenharia de tecido ósseo, talvez, seja uma das alternativas mais viáveis. [Gogotsi, 2006].

A principal vantagem dos cerâmicos sobre os outros materiais de implante é sua biocompatibilidade: alguns são inertes em meio ambiente fisiológico enquanto outros apresentam reatividade controlada no corpo. A principal desvantagem da maioria dos cerâmicos são:

Baixa tenacidade: o que pode afetar a confiabilidade

Alto módulo de elasticidade: pode levar ao *stress shielding*.

Uma das maneiras de aumentar a tenacidade da cerâmica é através dos compósitos. Podendo a cerâmica ser o reforço, a matriz ou ambos.

## 2.7 Alumina e Zircônia.

Alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) e zircônia ( $\text{ZrO}_2$ ) são duas biocerâmicas quase inertes. Elas sofrem pouca ou quase nenhuma mudança química durante o tempo de exposição aos líquidos de corpo.

### 2.7.1 Alumina.

São muitas as aplicações de alumina como material para implante incluindo prótese de joelho, ligação de tornozelo, cotovelo, ombros, pulsos, dedos, confecções de próteses dentárias e sobre implantes e braquetes em Ortodontia. Em 1982 a *U.S. Food and Drug Administration* (FDA) aprovou o uso da alumina como componente em implantes de quadril. Embora implantes dentários sejam feitos de cristais simples, a maioria da alumina para implantes é constituída de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  policristalina de fina granulação. As aluminas policristalinas apresentam um coeficiente de fricção muito baixo, taxa de desgaste desprezível além das propriedades já citadas, o que torna altamente viável o uso deste material em implantes ortopédicos [Pezzotti,2009].

A Tabela 2 mostra as características da biocerâmica de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Tabela 2 - Características físicas da biocerâmica de  $Al_2O_3$

Propriedades	Cerâmica de Alumina para implantes comercialmente disponível	Padrão ISO 6474
%Alumina (em peso)	>99.7	$\geq 99.51$
% $SiO_2+Na_2O$ (em peso)	> 0.02	<0.01
Densidade ( $g/cm^3$ )	3.98	$\geq 3.94$
Tamanho médio de grão( $\mu m$ )	3.6	< 4.5
Dureza(HV)	2400	> 2000
Resistencia da ligação(MP, após teste em solução de Ringer)	595	> 450

### 2.7.2 Zircônia.

O óxido de zircônio,  $ZrO_2$ , é uma cerâmica que pode cristalizar na forma monoclinica, tetragonal e cúbica. A forma monoclinica é a de baixa temperatura- a mais estável e assim permanece até  $1170^\circ C$ . Com o aumento de temperatura ela sofre uma transição para tetragonal e daí para cúbica. Sob resfriamento ocorre a transformação inversa, ou seja, da cúbica para tetragonal e em seguida monoclinica. Esta transformação é acompanhada por uma expansão de volume de 1-5%, provocando um grande stress no material e conseqüente fratura. Para estabilizar

a zirconia, vários óxidos podem ser adicionados, dentre eles o óxido de itrio ( $Y_2O_3$ ), ou yttria [Wnek,2008].

As propriedades que se destacam na zircônia, além de sua biocompatibilidade são a alta resistência à flexão (900- 1200MPa), dureza Vickers por volta de 1200 HV, e módulo de Weibull entre 10-12 [Yu-Seon Shin,1999].

A utilização de cerâmicas à base de zircônia ( $ZrO_2$ ) de alta densidade relativa vem sendo proposta, em função desses materiais apresentarem excelente biocompatibilidade, alta dureza e resistência ao desgaste, além de resistência à flexão e alta tenacidade à fratura sendo também inerte em meio fisiológico, com maior resistência à flexão, tenacidade à fratura e menor módulo de elasticidade. A zircônia pura não pode ser utilizada na fabricação de peças sem a adição de estabilizantes.

A zirconia devidamente estabilizada quando associada à alumina resulta em um compósito que além da dureza, inércia química, estabilidade térmica, resistência à flexão, menor módulo de elasticidade também exibe excelente tenacidade à fratura [Schneider,2008].

A elevada tenacidade à fratura desse material resulta da transformação induzida por tensão da fase tetragonal para fase monoclínica das partículas de zircônia, a qual é acompanhada de uma expansão volumétrica (3% a 6%). A transformação absorve parte da energia necessária para a propagação da trinca, ocorrendo assim um aumento da tenacidade à fratura [Stevens,1986].

Compósitos de alumina e zircônia são conhecidos como ZTA (alumina tenacificada por zirconia ou matriz de alumina reforçada com partículas de zircônia), e ATZ (matriz de zircônia tenacificada com partículas de alumina) com ambos materiais bifásicos (ZTA e ATZ), é esperada

a obtenção de maiores valores de tenacidade à fratura quando comparado com os materiais cerâmicos monofásicos.

Durante o processo de indentação das amostras no microdurômetro os materiais cerâmicos ZTA apresentaram pequenos deslocamentos de densidade ao redor do centro de indentação na matrix de alumina onde ocorreu a transformação de fase da zircônia. Este efeito foi observado devido a contribuição da transformação de fase da zircônia na deformação total. O estudo no microscópio eletrônico de transmissão demonstrou que a plasticidade da zona de microestrutura da alumina pura e do compósito de ZTA são diferentes o que foi confirmado por observação no estudo por fluorescência de  $\text{Cr}^{+3}$  [Huang, 2014].

A zircônia, quando parcialmente estabilizada com céria ou yttria, tenacificando a alumina (ZTA) apresentou melhorias significativas nos valores de tenacidade à fratura (aproximadamente  $6 \text{ MPa m}^{1/2}$ ). Esses dados foram verificados na adição de 10% de zircônia estabilizada com céria (12%mol  $\text{CeO}_2$ ) Ce-ZTA ou yttria (2,5%mol  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ) Y-ZTA [Biswanath, 2014].

Os pós de alumina com partículas finas apresentaram benefícios para a melhoria das propriedades mecânicas de compósitos de ZTA e foram preparados utilizando diferentes tipos de pós de alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) com tamanhos de partícula de  $7,5\mu\text{m}$ ,  $1,76\mu\text{m}$  e  $0,61\mu\text{m}$ . Os compósitos cerâmicos ZTA preparados com tamanhos de partícula de  $1,76\mu\text{m}$  apresentaram os melhores resultados de tenacidade à fratura ( $7,49\text{MPa m}^{1/2}$ ). As microestruturas e as propriedades mecânicas dos compósitos ZTA foram melhores dependendo do tamanho de partícula do pó de alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) [Jinzhen, 2014].

O compósito de ZTA estabilizado com céria, quando comparado a outras composições, com 0,5%wt de MgO apresentou as melhores propriedades mecânicas. Esta composição apresentou, também, os melhores resultados de tenacidade à fratura ( $9,14\text{MPa m}^{1/2}$ ) e o segundo melhor

resultado de dureza (15,6MPa). A influência do MgO na elaboração do compósito de ZTA-Ce apresentou diferentes resultados de tenacidade à fratura. Inicialmente a tenacidade à fratura do ZTA-CeO<sub>2</sub>-MgO aumentou gradualmente de 8,05 MPa m<sup>1/2</sup> (0%wt MgO) para 9,14MPa m<sup>1/2</sup> (0,5%wt MgO) e posteriormente diminuindo rapidamente desse valor para 6,51MPa m<sup>1/2</sup> (2,0%wt MgO) após 0,5%wt de MgO adicionais [Nik, 2014].

A composição e as propriedades mecânicas de nanocompósitos de ZTA com tamanho de grãos distribuídos entre 0,5 µm e 2,0 µm apresentou em sua composição principal Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (64,85%), t- ZrO<sub>2</sub> (27,17%) e uma pequena quantidade de m- ZrO<sub>2</sub> (7,98%). A microdureza e a resistência à flexão foram aproximadamente de 17,01 GPa e 470 MPa, respectivamente. O laser comercial Nd:YAG foi utilizado para proceder a textura nas superfícies dos compósitos ZTA. A utilização desse equipamento obteve sucesso no design de microtextura das superfícies dos nanocompósitos de ZTA com padrões regulares e tamanhos controlados. As ações combinadas entre a densidade de área da textura na superfície, condições de testes e ambientes lubrificados afetam o desempenho tribológico dos nanocompósitos de ZTA. Nos ambientes úmidos as texturas com superfícies de ZTA apresentaram um menor e mais estável coeficiente de fricção em relação as superfícies sem texturas, especialmente em altas velocidades de deslizamentos e cargas elevadas [Hengzhong, 2014].

Todas estas características qualificaram o ZTA para diversas aplicações e o habilitam à utilização como material de implantes, uma vez que a comunidade de biomateriais já está familiarizada com a alumina e a zircônia separadamente.

Os implantes feitos com este material são prensados e sinterizados em temperaturas que variam entre 1600-1800°C, com adição de pequena quantidade de MgO (<0.5%) para inibir o crescimento do grão e permitir a obtenção de um produto de alta densidade. Alta densidade, alta pureza (>99.5%) são uns dos parâmetros que habilitam a alumina neste tipo de aplicação.

Durante o ano de 2006, mais de  $10^6$  próteses de quadril usaram esfera de alumina na cabeça-de-femur (ref).

Young, 2006 fez a preparação de um nanocompósito de alumina-zircônia como descrito a seguir: usar 1.0 g de alumínio puro para 3.4 g de zircônio dissolvidos em 10 mL ácido nítrico (6 mol/L). Adicionar 0.115 g de ácido cítrico (0.01 mol/L) e 50 mL de água. A mistura deve permanecer à 60 °C por 2 h. Posteriormente adicionar amônia 0,05 mol/L gota a gota até pH de 6–6.5. Deixar a mistura em repouso por 2 horas para obtenção do gel e em seguida fazer filtração a vácuo para separação do gel que deve ser secado. O pó obtido deve ser aquecido a 500 °C por 4 h para produzir o nanocomposito de  $Al_2O_3-ZrO_2$ .

## 2.8 Cerâmicas esponjosas ou porosas.

Cerâmico porosas são usados em um grande número aplicações, por exemplo na purificação de alta temperatura do gás, filtragem do metal fundido, isolamento térmica, queimadores para combustão de alta eficiência, sensores para gases, suporte para catalisadores. São usadas também em implante médicos, estruturas para absorção de impacto, e são agora sendo considerados como a melhor alternativa para fibras de isolamento cerâmica uma vez que são muito mais ambientalmente corretas e menos perigoso que as fibras naturais. Cada aplicação requer uma microestrutura característica e conseqüentemente processos específicos de obtenção. Cerâmica esponjosa tem sido obtida de alumina, zircônia, carbetos de silício e sílica [Dhara,2005].

Um dos métodos consiste no congelamento de uma suspensão que conduz a uma microestrutura porosa após a sublimação do gelo [Tallón,2009]

As cerâmicas esponjas apresentam uma estrutura celular formada por uma rede tridimensional de apoio e possuem aplicação como biomateriais, este mesmo autor discorre sobre três rotas de produção de esponja, quais sejam: (1) técnica da réplica: uma esponja polimérica é coberta com uma pasta cerâmica semi-fluida que em seguida é seca, calcinada e sinterizada; (2) Gel casting: uma suspensão cerâmica é adicionada de um formador de espuma. (3) "hollow beads methods": polímeros de diferentes formatos são cobertos por uma pasta cerâmica semi fluida. Após serem acomodadas em molde, as contas são ligadas por uma segunda cobertura de pasta. As esponjas (de alumina) obtidas foram analisadas e testadas, e aprovadas para várias utilizações, inclusive de *scaffolds* para substituição óssea [Luyten,2009] .

A alumina anodizada (AAO) ou óxido de alumínio anódico é sutilmente diferente da alumina convencional, de acordo com Walpole [Walpole 2008], por ser bioinerte alumina monolítica convencional não promove a osteointegração porém, sua contrapartida anodizada apresenta uma estrutura celular nanoporosa e que é possível carregar estes poros com material sólido produzido em tamanho suficientemente pequeno para que possa preencher estes poros, como por exemplo materiais bioativos para promover a osteointegração.

A alumina anodizada nano-porosa também pode recobrir implantes metálicos. Essa cobertura é produzida pela deposição de uma camada de alumínio sobre a superfície do implante e em seguida anodizado com ácido fosfórico para produzir a estrutura nano-porosa. Assim o alumínio é convertido em alumina com 6-8% em peso de íons fosfato [Walpole, 2005].

## 2.9 Cerâmicas Odontológicas

A palavra cerâmica é originada do termo grego *keramos* que significa "matéria queimada". O termo **porcelana** designa um tipo específico de cerâmica, branca e translúcida, mais fina,

preparada principalmente com o caulim, podendo ou não ser vitrificada. Na Odontologia esses dois termos são usados indistintamente, podendo ser considerados sinônimos.

O homem primitivo, vivendo há 400.000 anos, tomou conhecimento das propriedades plásticas do barro e da argila, e descobriu, acidentalmente, que as formas moldadas por ele se tornavam rígidas quando queimadas no fogo.

Com o passar dos anos três tipos básicos de materiais cerâmicos foram desenvolvidos. O primeiro foi o barro queimado a baixas temperaturas, que se mostrava relativamente poroso. O segundo foi o pó de pedra, que apareceu na China aproximadamente 100 anos a.C., era queimado a uma temperatura superior à do barro e resultou em um material mais resistente e com impermeabilidade à água. O terceiro material foi a **porcelana**, obtida pela fusão da argila branca no sudoeste da China com a “pedra de Javre”, que produziu um pó branco e translúcido. Esse pó, quando queimado, produziu um material com resistência superior aos anteriores e, a partir de então, vasos translúcidos com paredes muito finas começaram a ser produzidos. Esse material foi produzido para o agrado ao rei da China em aproximadamente 1000 d.C.. Em 1375, a porcelana foi copiada pelos europeus, começou a ser produzida em Florença e rapidamente se tornou popular por toda a Europa.

Embora os primeiros artefatos os primeiros artefatos de porcelana sejam conhecidos a mais de 1000 anos, a história da porcelana como um material dentário retorna a apenas 200 anos. Antes disso, os materiais utilizados para a confecção de dentes artificiais eram dentes humanos extraídos, dentes de animal e de marfim.

A primeira referência do uso de porcelana como um material restaurador odontológico data de 1774. Um farmacêutico francês chamado Alex Duchateau estava muito insatisfeito com o odor, gosto e descoloração dos dentes de marfim de hipopótamo de sua prótese. Notou que os utensílios de porcelana grazeada que usava todos os dias em seu laboratório resistiam a

descoloração, demonstravam superfície lisa e eram resistentes à abrasão. Parece que essas circunstâncias originaram a idéia de utilizar a porcelana como um material restaurador odontológico.

Duchateau tentou produzir para si próprio um par de próteses com dentes de porcelana, entretanto, devido a grande contração que o material apresentava após a queima, não obteve sucesso. Ele se associou então a Nicholas Dubois de Chemant, um dentista francês, que melhorou consideravelmente o método de fabricação. Dubois de Chemant conseguiu controlar a contração da porcelana e, em 1778, publicou um livro sobre a produção de dentes artificiais.

Após as publicações de Dubois de Chemant, vários cirurgiões-dentistas como Josiah Wedwood da Inglaterra, Robert Blake e Joseph Fox dos Estados Unidos e Pierre Fauchard da França se empenharam em desenvolver a técnica da utilização da porcelana para produzir dentes artificiais.

Os dentes produzidos pela técnica de Duchateau eram muito brancos e opacos. Foucou, em 1803, relatou estudos experimentais ressaltando a deficiência de cor e translucidez dos materiais cerâmicos. Entretanto em 1838, Elias Wildman conseguiu formular uma porcelana mais translúcida e com brilho mais próximo ao dos dentes naturais.

Restaurações de porcelanas unitárias foram introduzidas em 1844, tornando-se populares a partir de 1860. Mas foi em 1885 que Logam conseguiu melhorá-las. Sua técnica previa que a porcelana deveria ser fundida sobre um pino de platina, que seria posteriormente cimentado ao dente como uma coroa pivô.

Charles H. Land, de Detroit (EUA), pioneiro no campo da prótese fixa, obteve, em 1889, a primeira patente para a confecção de coroas de jaqueta de porcelana. Land procurou produzir

porcelanas de baixa fusão para que pudessem ser fundidas a lâminas de ouro, mais fácil de brunir que as de platina.

O aprimoramento das porcelanas de baixa fusão (998°C) por Brewster, nos EUA, e Jenkins, na Alemanha, por volta de 1900, juntamente com o advento dos pequenos fornos elétricos no início do século XX, determinou o estabelecimento das porcelanas como um dos materiais mais usados em Odontologia.

Em 1910, ocorreu a primeira publicação das propriedades das cerâmicas odontológicas, ocorrendo então a sua difusão como um material restaurador.

No final dos anos 40, houve a introdução da queima a vácuo no processamento da porcelana dentária. A adoção da pressão atmosférica reduzida na técnica de queima reduziu consideravelmente a quantidade de ar retido no interior do material, produzindo melhora significativa na translucidez e uma redução na porosidade, proporcionando, com isso, aumento da resistência da cerâmica.

Devido a grande fragilidade das cerâmicas, Mc Lean e Huges se propuseram a estudar mecanismos de reforço do material. Avaliaram a adição de diferentes óxidos a cerâmica, considerando fatores como temperatura de fusão, resistência ao choque térmico, resistência mecânica no estado fundido, coeficiente de expansão térmica, propriedades adesivas a matriz cerâmica, cor e estética. O óxido de Alumínio ( $Al_2O_3$ ), também denominado *alumina*, foi selecionado por satisfazer o maior número destes fatores. Concluiu-se que os cristais de alumina como fase de reforço para a matriz vítrea conferiram uma melhora significativa nas propriedades mecânicas, sendo que a resistência à flexão obtida foi de aproximadamente o dobro das cerâmicas odontológicas consideradas convencionais até então.

De 1956 até aproximadamente 1980, a restauração metalocerâmica foi praticamente a única forma de utilizar as porcelanas odontológicas. Entretanto, a partir dos anos 80 observou-se uma intensa busca pela melhoria da estética com a eliminação da estrutura metálica. Procuraram mecanismos de reforço nas cerâmicas, que diminuíssem sua fragilidade. Nesse sentido, sem dúvida alguma, o mecanismo mais importante foi o desenvolvimento das estruturas cerâmicas de alta resistência, que a partir de 1983, com o InCeram, dispensaram a estrutura metálica e proporcionaram uma confiável melhoria nas propriedades mecânicas e ópticas das próteses totalmente cerâmicas [ Parreira, 2005].

A utilização de bráquetes estéticos tem indicação no tratamento ortodôntico, principalmente em adultos, que refutam a colocação de aparelho ortodôntico, pela aparência indesejável dos bráquetes metálicos. Segundo [Khan, Horrocks, 1991], dois são os dois principais fatores desmotivadores de uso de aparelhos ortodônticos por parte dos adultos: tempo prolongado de tratamento e aparência ant-estética dos bráquetes. Em função da crescente demanda desses pacientes nos consultórios de Ortodontia, a indústria dos materiais tem procurado oferecer alternativas de tratamento estético, desenvolvendo tecnologias e técnicas de tratamento específicas. A utilização de bráquetes de policarbonato e cerâmicas e suas vantagens e desvantagens, têm sido discutidas por meio de pesquisas e testes em laboratório, levantando questões como problemas com colagem, descolagem, resistências fricionais, descoloração e considerando cuidados que possibilitam a utilização clínica satisfatória desses bráquetes.

O primeiro bráquete não metálico foi apresentado por [Newman, 1969], em 1969, quando publicou um estudo de colagem de bráquetes de policarbonato, manufaturados por meio de um processo de injeção de moldes de material plástico na forma de um bráquete específico, apresentando precisão suficiente para reproduzir pequenos detalhes requisitados. O policarbonato constituiu-se em uma resina de ótima dureza, próxima a do aço, por isso foi o material eleito para gerar os primeiros bráquetes estéticos. Suas propriedades físicas e características, que permitiram

sua aplicabilidade, clínica são: atoxicidade, resistência à abrasão e ao impacto relativamente altas, coloração e translucidez adequados; além disso trata-se de um material inodoro e insípido. Entretanto, eram visíveis as inconveniências desse material e apesar de apresentar estética muito favorável, vários estudos apontaram problemas clínicos. Alguns deles foram citados por [Dobrin, 1975] em 1975, como a descoloração quando da exposição dos alimentos e dos líquidos, desgaste do bráquete, absorção de água e saliva, e o controle pobre do troque. Além disso destaca-se a necessidade de preparo da base para a colagem com as resinas comuns e a alta fricção com os fios ortodônticos. [Feldner, 1994] analisaram as características de torque e deformação dos bráquetes de plástico e os resultados mostraram que os bráquetes de plástico apresentaram valores maiores de deformação que os bráquetes de metal. Para solucionar os problemas de deformação e descolaração, a sua composição original foi modificada, com a incorporação de reforços com partículas de cerâmica e vidro e a incorporação de canaleta de metal para diminuir a fricção. Mesmo reforçados, esses bráquetes estéticos de policarbonato, denominados compósitos, ainda apresentam inconvenientes decorrentes de sua composição plástica básica, que são descoçoração, deformação e desgastes, ainda que bem menores que os de grãos anteriores.

Em 1986 surgiram os primeiros bráquetes cerâmicos com a intenção de eliminar as desvantagens dos bráquetes de policarbonato. A base de fabricação é a cerâmica, material moldado e endurecido pelo calor, como o vidro, argila, pedras preciosas ou óxidos metálicos. No caso dos bráquetes estéticos, o material empregado é o óxido de alumínio ( $Al_2O_3$ ), cujas características são: alta dureza, resistência a altas temperaturas e degradabilidade química e friabilidade, apresentando propagações de falhas por imperfeições ou impurezas. Por ser um material friável, não é o mais recomendado para o design necessário de um bráquete, pois apresenta ângulos vivos que aumentam a sua fragilidade, necessitando, portanto, serem mais volumosos que os metálicos. Além disso, pela constituição de seu material, são mais duros que o esmalte, o que pode causar facetas de desgaste se ocorrerem desgastes oclusais e apresentam potencialmente maior coeficiente de atrito com os fios ortodônticos. De acordo com o processo

de fabricação, os bráquetes cerâmicos estéticos, podem ter dois tipos de composição: monocristalina e policristalina [Maltagliati, 2006].

Os bráquetes cerâmicos policristalinos, ou de alumina policristalina, constituem-se de cristais de óxido de alumínio fusionados a altas temperaturas que permite a moldagem de vários bráquetes simultaneamente. Dentre os bráquetes estéticos, estes são os mais comuns e populares, pela qualidade de seu material e pela relativa facilidade de produção em comparação com os bráquetes de alumina monocristalina, sendo comercializado pela maioria das empresas que vendem bráquetes ortodônticos. Estes bráquetes de composição cerâmica, embora superiores ao de policarbonato pela maior resistência, maior estética e por não apresentar descoloração ou desgaste, apresentam alguns inconvenientes como alta fricção com os fios ortodônticos e possibilidades de fraturas, pela friabilidade do material [Maltagliati, 2006]l .

Em relação à fratura, considera-se esta, uma característica inerente aos bráquetes cerâmicos, pois este material apresenta alta friabilidade, sua resistência à fratura chega a ser de 20 a 40 vezes menor que a do aço. Nos policristalinos, no momento da fundição dos vários cristais de óxido de alumínio pode ocorrer incorporação de impurezas ou imperfeições na fundição, que promove fulcros de estresse no interior do material, tornando-o ainda mais frágil. Nos monocristalinos, por serem mais puros, apresentam maior resistência à fratura. A propagação do estresse e consequente fratura pode ocorrer em dois momentos: durante o curso do tratamento e no momento da descolagem.

O local mais comum de quebra da peça é na base das aletas, pois nesta região, a estrutura do bráquete é mais fina e corresponde ao local de maior manipulação do ortodontista para inserir e remover fios, sendo constantemente trocado por instrumentos, criando micro-ranhas, tornando-os mais propícios à quebra. Para diminuir os riscos de fratura é importante ter cuidado na maneira

de ligar o fio ao bráquete. As ligaduras metálicas são eficientes na movimentação, porém nocivas à estrutura dos bráquetes cerâmicos [Maltagliati, 2006].

A descolagem de bráquetes cerâmicos foi por muitos anos a etapa mais preocupante do tratamento para a maior parte dos ortodontistas e pesquisadores que estudaram esses bráquetes. Devido às propriedades físicas do material plástico e cerâmico, não é possível a adesão com resinas convencionais de colagem. Para tornar a colagem possível, era realizada, na base da maioria dos bráquetes, um preparo com sílica e silano, de forma a formar uma ligação química com a resina. Esse preparo conferia ao conjunto bráquete/resina/esmalte forças de adesão extremamente elevadas, que dificultava a remoção completa do bráquete, levando, em determinadas situações à fratura do bráquete e inclusive, da superfície de esmalte, além do desconforto experimentado pelo o paciente. Estes inconvenientes ocorrem em função da adesão química entre bráquete e resina, deixando para a interface esmalte/resina a área de maior fragilidade na união e portanto, sendo o local de fratura quando da força de remoção, potencializando o risco de danos ao esmalte. Visando esta condição clínica iatrogênica, a maioria das empresas mudaram o sistema de colagem de seus bráquetes estéticos de química para mecânica, por meio de retenções criadas nas bases dos bráquetes. Neste sistema, a interface de união mais frágil é a bráquete/resina, promovendo a fratura nesta região, protegendo o esmalte. Além disso, a retenção apenas de origem mecânica diminuiu a força necessária de descolagem e, portanto, minimiza o risco de fratura do bráquete. Conforme demonstrou [Wang, Meng, Tarng, 1997 ] o bráquete cerâmico com base de retenção mecânica tem a vantagem de boa estética, boa rigidez e força de adesão suficiente, sem apresentar danos ao esmalte depois de sua remoção , portanto, consideramos ser o tipo de base mais adequado para tratamento com bráquetes estéticos. Entretanto decorrente da fragilidade e friabilidade do material cerâmico, quando estes forem removidos, depois de meses de utilização, a fratura pode ocorrer em partes do bráquete. Neste caso, recomenda-se retirar o remanescente com brocas diamantadas, em alta rotação sempre com irrigação abundante [Maltagliati, 2006].

Existem diversos métodos de descolagem, entretanto, o mais comum é o manual, com utilização de alicate de remoção que deve ser indicado pelo fabricante do bráquete que se optou utilizar. A indústria tem trabalhado muito para melhorar os problemas com a remoção, lançando no mercado bráquetes com bases modificadas que fraturam com facilidade na remoção, protegendo ambos, bráquete e esmalte e linhas de fratura nas bases dos bráquetes que facilitam a remoção [Maltagliati, 2006].

A utilização de evidenciadores de placa bacteriana demonstrou que os bráquetes cerâmicos estéticos apresentaram maior quantidade de coloração quando submetidos ao uso do evidenciador Replakul® “S”. Durante a utilização de outro evidenciador, o Replak®, não foi encontrada nenhuma diferença significativa de coloração. Nos casos de bráquetes de policarbonato a diferença na coloração foi encontrada na aplicação de ambos os evidenciadores. As soluções evidenciadoras de placa bacteriana causaram coloração nos bráquetes de policarbonato estéticos, no entanto, a utilização do evidenciador Replak® não causou alteração de coloração nos bráquetes cerâmicos estéticos [Ismael, 2014].

A utilização de uma revisão sistemática para determinar um protocolo sobre quais materiais e técnicas apresentaram o melhor sucesso na colagem de bráquetes em superfícies de porcelana demonstrou que o melhor protocolo descrito foi o condicionamento com ácido hidrofluorídrico a 9,6% por um minuto, lavagem com água por trinta segundos, a secagem com ar e posteriormente a aplicação de silano [Bach, 2014].

A utilização de irradiação a laser Er:YAG para o descolamento de bráquetes cerâmicos foi avaliada utilizando um único pulso de laser. Os resultados demonstraram que o sucesso do descolamento de bráquetes cerâmicos foi de 95% (19 bráquetes da marca Damon Clear) utilizando um único pulso de laser, enquanto 5% (01 bráquete) utilizou oito pulsos de laser. A

microscopia eletrônica de varredura (MEV) demonstrou que não houve nenhum dano ao esmalte dos dentes, porém em três dentes foi observado remanescentes do adesivo. Os parâmetros apresentados indicaram o descolamento rápido e de forma adequada dos bráquetes. O mecanismo de descolamento foi concluído como sendo uma abrasão termomecânica por descolamento de pulso único [Mundethu, 2014].

A avaliação de resistência à tração de bráquetes cerâmicos estéticos utilizando a geração de laser com microchip de bombeamento de diodo Tm:YAG gerando uma radiação contínua de 02  $\mu\text{m}$ , potência de 04W foi utilizada com o objetivo de obter o descolamento dos bráquetes. Os resultados demonstraram que a resistência à tração sem a aplicação de laser foi de 39,6N (grupo de bráquetes cerâmicos estéticos) e com a aplicação de laser diminuiu para 35,1N. No ponto de vista prático, com a irradiação à laser, foi concluído que a ocorrência de abrasão térmica e a remoção dos bráquetes cerâmicos estéticos com o restante do adesivo facilitou a remoção dos bráquetes e houve baixa difusão de calor [Dostalova, 2011].

Ao avaliar a relação entre a força de remoção de bráquetes cerâmicos estéticos e a espessura utilizada nos adesivos durante a colagem foi observado que não houve diferença significativa na distribuição do índice de adesivo remanescente. As análises indicaram que a diminuição da espessura na aplicação do adesivo ortodôntico reduziu a força necessária para a remoção dos bráquetes [Hama, 2014].

Ao analisar o atrito entre os fios e o slot dos bráquetes em três modelos de bráquetes (in vitro): Ovation (convencional metálico, aço inoxidável), In Ovation C (autoligável cerâmico estético), e In Ovation R (convencional metálico, aço inoxidável, autoligável) sendo todos do mesmo fabricante (Dentsply® GAC) foi observado que para os ensaios que simularam a fase inicial de alinhamento do tratamento ortodôntico, realizada com fios de NiTi (Níquel-Titânio), o bráquete Ovation (convencional metálico, aço inoxidável) foi o que produziu o maior atrito e os dois

modelos autoligáveis produziram resultados menores e semelhantes, exceto para o ensaio de deslizamento horizontal, onde o In Ovation C (autoligável cerâmico estético) apresentou um resultado menor de atrito do que o similar metálico Ovation R (convencional metálico, aço inoxidável, autoligável). Na fase em que o fechamento de espaço entre os dentes foi simulado os mesmos resultados foram observados. A conclusão foi que os sistemas de bráquetes autoligáveis apresentaram resultados superiores em relação aos sistemas convencionais, com elastômeros, por produzirem menor atrito. Em relação ao material utilizado na confecção dos bráquetes, o modelo In Ovation C (autoligável cerâmico estético) apresentou o menor atrito em relação aos demais [Jacob, 2014].

### **3 MATERIAIS E MÉTODOS**

#### **3.1 Matérias Primas e Aditivos.**

A alumina utilizada foi a calcinada A16SG (pó), da empresa Almatris proveniente dos Estados Unidos, com tamanho médio de partícula especificado pelo fabricante de  $0,59\mu\text{m}$  e sua composição química demonstrada abaixo na Tabela 3.

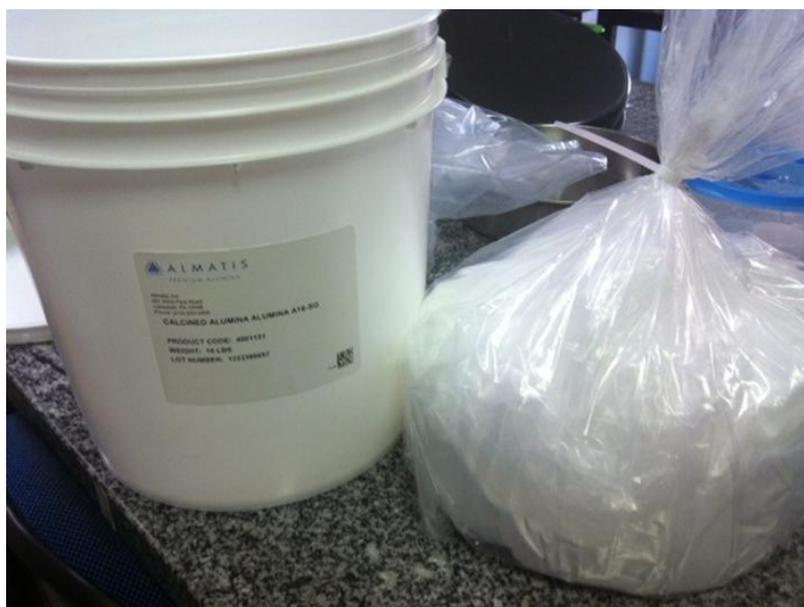


Figura 06- Alumina calcinada A16SG (pó), Almatís.

Tabela 3 - Composição química da alumina A16SG.

Análise química	min.	max.
$\text{Al}_2\text{O}_3$	99,7	99,85
$\text{Na}_2\text{O}$	0,09	0,10
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	0,01	0,03
$\text{SiO}_2$	0,02	0,06

CaO	0,03	0,05
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,001	0,006
MgO	0.03	0,06

A zircônia utilizada foi a Zircônia TZ-3Y da Tosoh, com tamanho médio de partícula de 0,9 um, com características mostradas na tabela 4.



Figura 07- Zircônia TZ-3Y da Tosoh

Tabela 4 - Característica da TZ-3Y-E:

Características do pó	TZ-3Y-E
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%mol)	3
Superfície específica (m <sup>2</sup> /g)	16±3
tamanho médio de partícula	0,9 µm

Como aditivo para o processamento cerâmico foi utilizado o óxido de magnésio de eficiência reconhecida no controle do crescimento dos grãos [Assis,2008], fabricado pela Synth.

Para diminuir os aglomerados nos processos de moagem e misturas dos pós microestruturados e nanoestruturados foi usado o PABA ( C<sub>7</sub>H<sub>7</sub>NO<sub>2</sub> - Acido 4 amino benzóico), da VETEC- Química Fina, solubilizado em álcool etílico e o ácido oleico, da VETEC- Química Fina, como reforço do aglomerante.

### 3.2 Procedimento experimental.

Neste trabalho foram obtidos inicialmente materiais cerâmicos na forma comercial de alumina e zircônia. Após os processamentos desses materiais cerâmicos foi obtido a alumina nanoestruturada e a zircônia nanoestruturada separadamente e eles foram misturados para a

obtenção dos compósitos de alumina tenacificada por zircônia nanoestruturados nas seguintes proporções respectivamente: 70/30, 80/20 e 90/10.

Para início do procedimento, as matérias primas (alumina e zircônia) foram caracterizadas separadamente em relação à presença de impurezas e tamanho das partículas por meio da difração de raio-X e análises de tamanhos de partículas.

Após caracterização, as matérias primas foram submetidas ao processo de moagem em moinho de bolas usando como meio de moagem bolas de alumina de 5mm durante 06 horas, desaglomeradas, separadamente, com auxílio do defloculante PABA (  $C_7H_7NO_2$  - Acido 4 amino benzóico) na proporção de 0,2 % para a alumina e 0,5% para a zircônia, e posteriormente foram moídas em moinho de alta energia durante 06 horas sendo submetidas ao mesmo processo de desaglomeração anterior. Após a obtenção dos pós finamente cominuídos para a realização dos procedimentos estes pós foram analisados por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

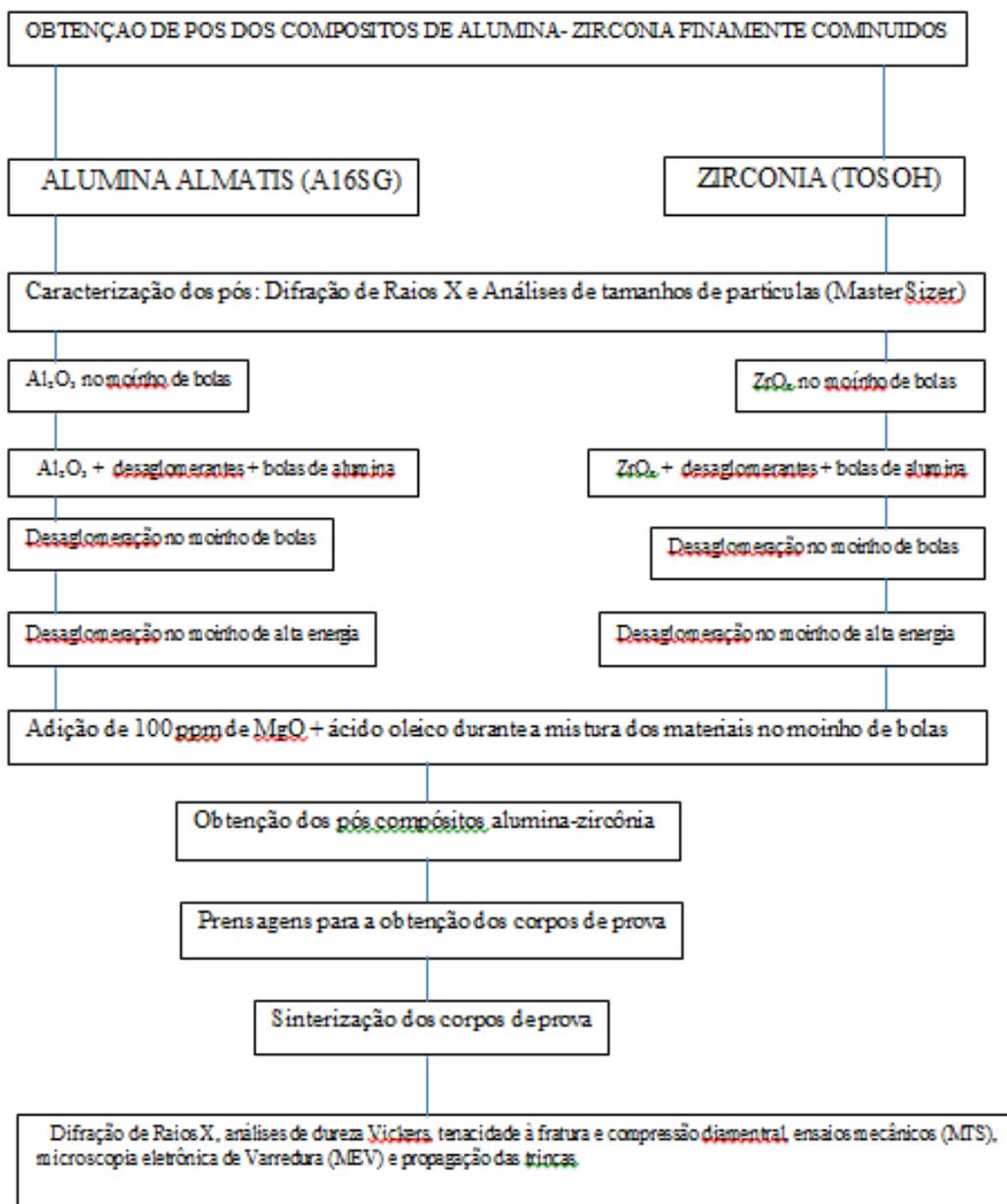


Figura 8 – Fluxograma de obtenção dos corpos de prova dos compostos de alumina-zircônia.

### **3.3 Caracterização da matéria prima.**

As matérias primas foram submetidas a um analisador de tamanho de partículas por difração à laser modelo Master Sizer 2000. Os pós foram dispersos em álcool isopropílico. Esta classificação é conhecida como distribuição de tamanho de partícula, DTP, ou pela sigla da expressão em inglês, PSD (particle size distribution). Neste procedimento são destacados os valores de  $D(v,0,1)$ ,  $D(v,0,5)$  e  $D(v,0,9)$ , que correspondem ao tamanho cumulativo em 10%, 50% e 90% das partículas.

### **3.4 Obtenção de pós de Alumina e Zircônia processados.**

#### **3.4.1 Para obtenção dos pós de alumina e zircônia processados.**

As matérias primas de materiais cerâmicos de alumina (figura 06) e zircônia (figura 07) adquiridas comercialmente na forma comercial foram submetidas ao processo de mistura no moinho de bolas (figura 09) separadamente por um período de 06 horas. Após esta etapa foram submetidos ao processo de desaglomeração dos pós de forma individualizada e posteriormente esses pós foram submetidos ao processo de mistura e homogeneização para a obtenção dos pós compósitos de alumina-zircônia nas proporções desejadas.



Figura 09- Moinho de Bolas

### 3.4.2 Desaglomeração dos pós.

Após finalizada a mistura no moinho de bolas, os materiais cerâmicos de alumina e zircônia foram submetidos ao processo de desaglomeração. A desaglomeração desses materiais cerâmicos foi feita através de moagem em moinho de alta energia, a zircônia utilizando PABA em solução de etanol com bolas de alumina e a alumina foi desaglomerada no PABA em solução de etanol com bolas de alumina e esses materiais foram processados por um período de 06 horas [Trombini,2007].

### **3.5 Mistura e homogeneização dos pós.**

Após a separação das bolas e evaporação do álcool foram calculadas as quantidades de cada um dos materiais cerâmicos para a obtenção de misturas nas proporções de 70/30, 80/20 e 90/10 de alumina e zircônia. Esses materiais, após serem misturados em suas devidas proporções foram incluídos no moinho de alta energia utilizando as bolas de alumina, MgO e ácido oleico. O tempo de moagem foi de 06 horas.

### **3.6 Conformação dos corpos de prova (c.p.)**

#### **3.6.1 Conformação dos corpos de prova (c.p.).**

A conformação dos corpos de prova (c.p.) densos (figura 12), em formato cilíndrico (10mm de diâmetro e 5mm de altura) foi realizada em uma prensa uniaxial (figura 10) de 50MPa, seguida de prensagem isostática (figura 12) de 200MPa.

Durante a realização deste trabalho foram confeccionados um total de 60 corpos de prova (c.p.) de alumina e zirconia nas seguintes proporções: 70/30, 80/20 e 90/10, sendo 20 corpos de prova (c.p.) para cada proporção respectivamente, nos quais a alumina entra em maior proporção. Para efeito comparativo foram produzidos 20 corpos de prova (c.p.) de alumina Almatís A16SG e 20 corpos de prova (c.p.) de alumina Almatís A16SG processada, 20 corpos de prova (c.p.) de zirconia e 20 corpos de prova (c.p.) de zircônia processada equivalente ao total de 80 corpos de prova (c.p.). A somatória total utilizada foi de 140 corpos de prova (c.p.).



Figura 10- Prensa uniaxial



Figura 11- Prensa isostática



Figura 12- Corpos de prova ( c.p.) densos

### 3.7 Sinterização.

Os corpos de prova (c.p.) foram sinterizados a 1600°C. A temperatura de sinterização deve ser mais compatível com o tamanho de grão desejado, uma vez que quanto maior a temperatura menor o tamanho do grão o que vai de encontro com o objetivo do trabalho de obter uma nanoestrutura. A sequência de sinterização foi iniciada por meio de um aquecimento inicial até 400°C com taxa de aquecimento de 10°C/min com patamar de 2 horas. O aquecimento prosseguiu a uma taxa de 10°/min até 1050°C, na qual permaneceu por 01h e depois aquecida até 1600°C com taxa de 10°C/min e nesta permaneceu por 02h [Silva,2011].

### 3.8 Difração de raios-X.

A finalidade desta análise foi analisar a presença das fases cristalinas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  na alumina A16SG e das fases cristalinas de  $\text{ZrO}_2$  na zircônia TZ-3Y-E. As matérias primas foram submetidas a difração de raios X. Estes ensaios foram realizados no difratômetro Rigaku X Pert High Score, com tensão de 40KV, corrente de 30mA,  $2\theta$  variando de 0° a 90° com velocidade de 5°/minuto como mostra a figura 13.



Figura 13- Difratorômetro Rigaku

### 3.8.1 Análises de Dureza Vickers e Tenacidade à Fratura.

A medida de tenacidade à fratura é baseada na absorção de energia pelo material antes da fratura acontecer. Ela depende dos valores do módulo de elasticidade, do tamanho das fissuras e da microdureza do material. Um dos métodos usados é baseado na impressão Vickers com carga suficiente para provocar o aparecimento de trincas no vértice da impressão feita pelo indentador Vickers. O microdurômetro utilizado foi o Buehler, com carga de 03kg durante 15 segundos. O valor do K foi determinado pela equação abaixo: [Casellas 2003; Siva 2011]

$$K_{IC} = \Sigma (E/H)^{1/2} (P/C^{3/2})$$

Onde:

$K_{IC}$  é a tenacidade à fratura do material expressa em  $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ;

$\Sigma$  é uma constante que independe do material, varia de 0,016 a 0,022 e depende da geometria da deformação, o valor utilizado foi de 0,016;

$E$  é o módulo de elasticidade, expresso em GPa;

$H$  é a dureza Vickers em GPa;

$C$  é o comprimento médio das trincas em mm;

O módulo de elasticidade foi obtido pela regra da mistura considerando 210 GPa o módulo de elasticidade da zircônia e 380 GPa o módulo de elasticidade da alumina.

Quanto maior o valor de  $K_{IC}$  maior será o valor de propriedades como a resistência mecânica, ao choque térmico e ao desgaste. [Pagani, Miranda e Bottino, 2003]



Figura 14- Microdurômetro Buehler



Figura 15- Equipamento de ensaios mecânicos (MTS)

### 3.8.2 Análises por meio de ensaios de compressão diametral.

A figura mostra o equipamento servo hidráulico para ensaios mecânicos modelo 810-Flex Test 40, fabricante MTS (Material Testing System) com capacidade de 100kN utilizado para realização dos ensaios de compressão diametral nos corpos de prova (c.p.). Nos ensaios de compressão diametral a força é aplicada na direção radial ou transversal do corpo de prova (c.p.) diferente dos ensaios compressão convencional onde a direção de aplicação é longitudinal.

### 3.8.3 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) para identificar o tamanho de grão da microestrutura e observar a propagação da trinca.



Figura 16- Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)

A figura 16 mostra o equipamento de microscopia eletrônica (MEV) que foi utilizado para realização das análises das microestruturas dos materiais cerâmicos de alumina comercial (bráquetes), alumina Alamtis A16SG, zircônia processada e dos compósitos cerâmicos. Os corpos de prova (c.p.) foram embutidos, lixados em lixa #100, 220, 400, 600, 800, 1200 e panos de polimento Ultraprep 45 e 15  $\mu\text{m}$  e polidos com pasta de diamante de 6, 3 e 1  $\mu\text{m}$ .

Para a microscopia eletrônica de varredura os corpos foram preparados seguindo as mesmas condições anteriores para o polimento porém não foram embutidos em baquelite e submetidos ao ataque térmico em temperatura 50°C abaixo da temperatura de sinterização (Elssner et al., 1999)

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

a) Alumina Almatitis A16SG processada:

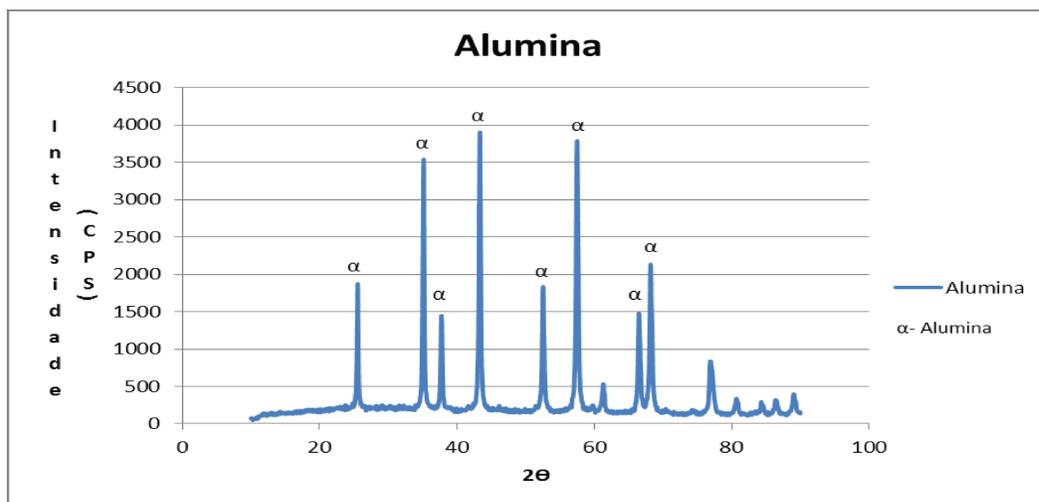


Figura 17- Difração de raio X da alumina processada por período de 06 horas.

O pó de alumina Alamatis A16SG e de zircônia Tosoh TZ-3Y-E (nas condições iniciais e após os processamentos) foram submetidos às análises por difração de raios X no difratômetro Rigaku (figura 13). A figura 17 apresenta os resultados do pó de alumina processada constituído por alumina  $\alpha$  (corindon) de acordo com a ficha CIF (*crystallographic information file*) de número 31545, usada para comparar com o difratograma obtido.

b) Zirconia processada:

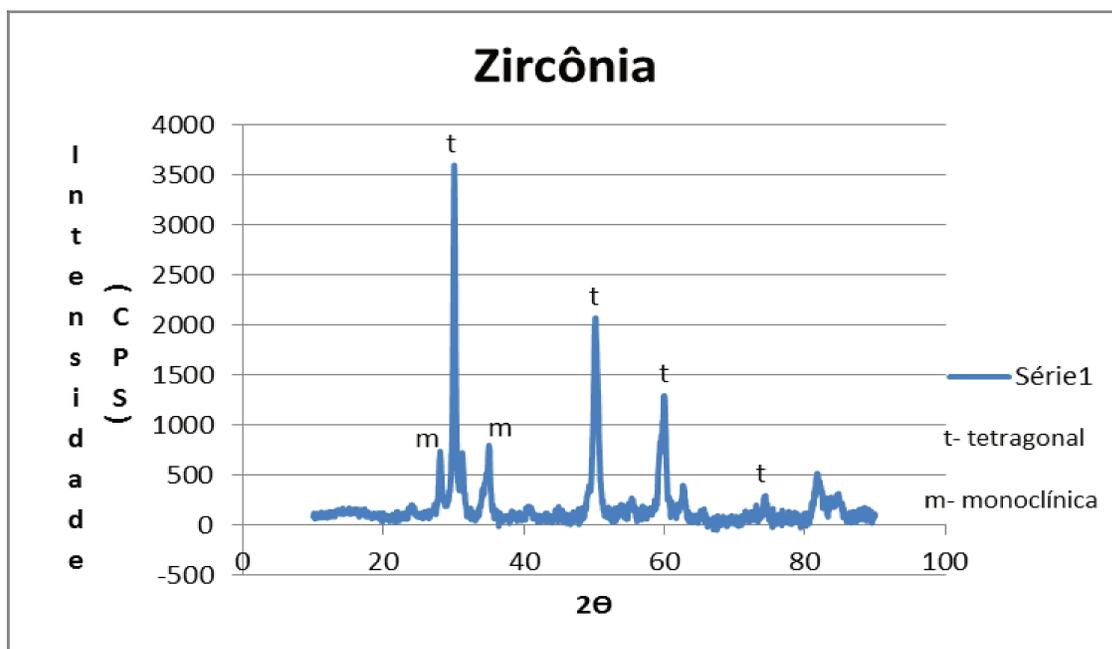


Figura 18- Difração de raio X da zircônia processada por período de 06 horas.

A figura 18 apresenta o difratograma do pó de zircônia que quando comparado com as fichas CIF mostra ser compatível com padrão de zircônia tetragonal (CIF 89428) e com o padrão de zircônia monoclinica (CIF 82545).

c) Compósitos cerâmicos 70/30:

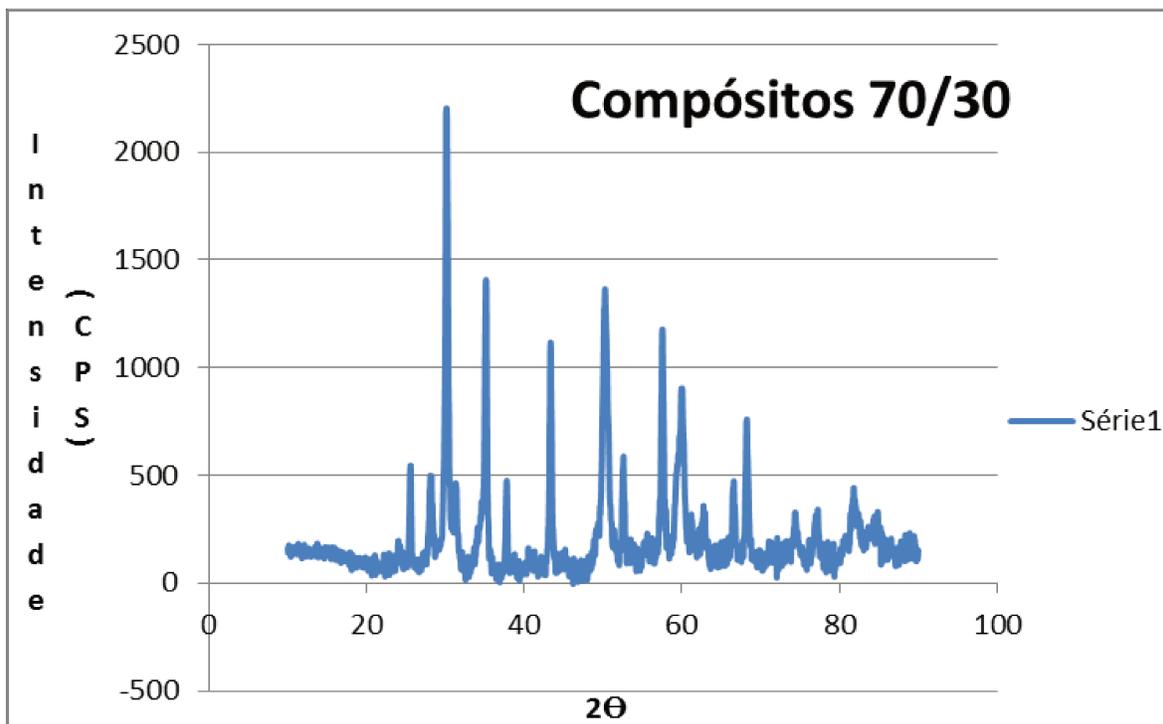


Figura 19- Difração de raio X de compósitos cerâmicos 70/30.

d) Compósitos cerâmicos 80/20:

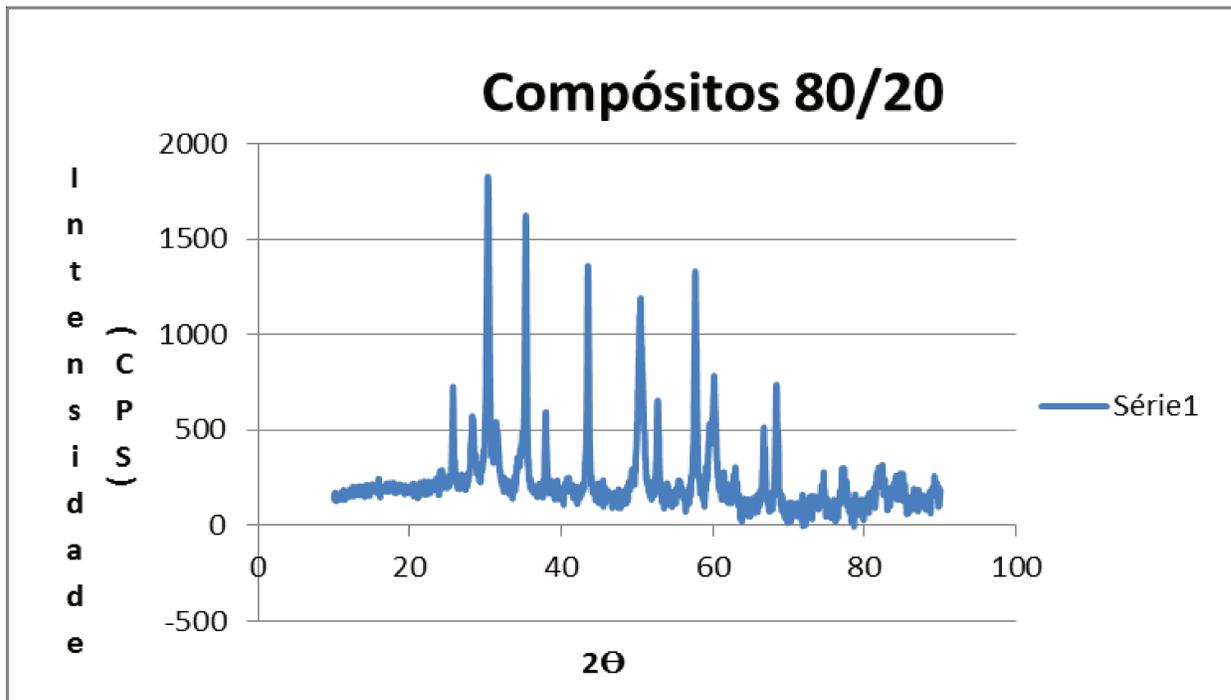


Figura 20- Difração de raio X de compósitos cerâmicos 80/20.

A figura 20 mostra a diminuição nos valores de alumina  $\alpha$  (corindon) em relação aos valores do difratograma de alumina Almatix A16SG processada e uma diminuição nos valores de zircônia na fase tetragonal no difratograma do compósito comparados aos valores de zircônia na fase tetragonal no difratograma de zircônia processada.

e) Compósitos cerâmicos 90/10:

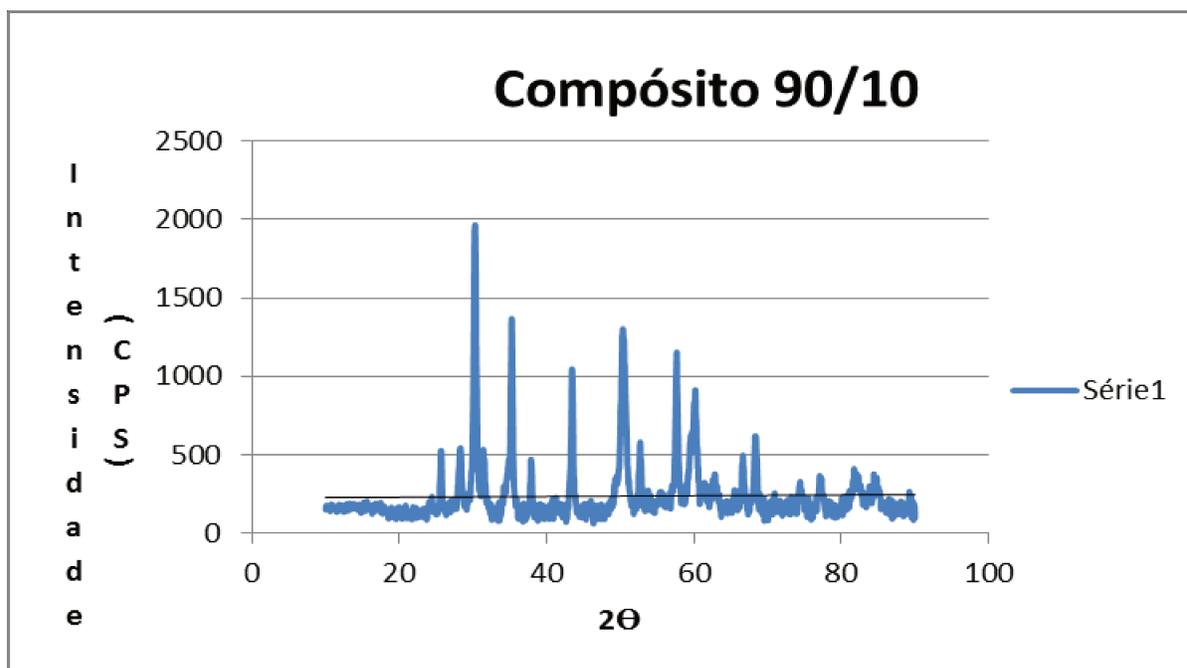


Figura 21- Difração de raio X de compósito cerâmico 90/10.

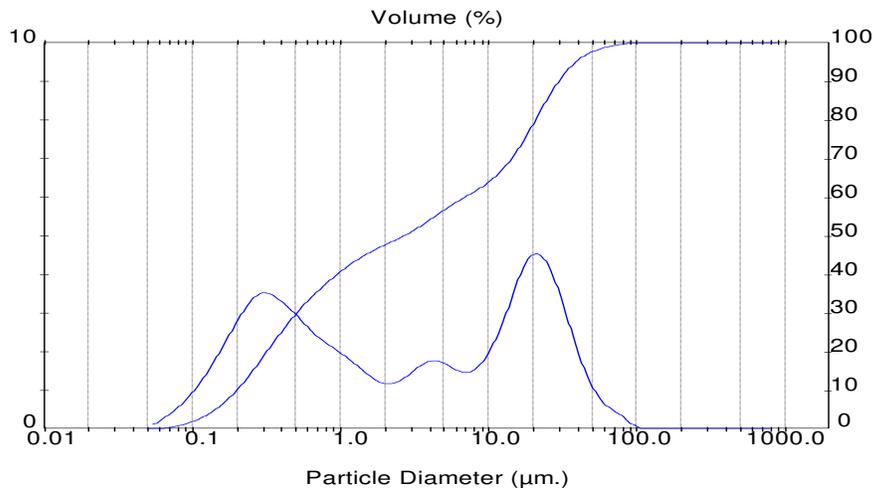
Os resultados das análises de difração dos diferentes materiais cerâmicos identificaram as fases cristalinas presentes nas diversas composições. As figuras 19,20 e 21 apresentaram os gráficos das fases cristalinas dos compósitos cerâmicos 70/30, 80/20 e 90/10, respectivamente. Os materiais compósitos cerâmicos apresentaram em suas composições valores superiores a 70% de alumina e seus gráficos apresentaram os resultados dos picos de alumina  $\alpha$  (corindon) inferiores a 1500 (CPS). Nos compósitos foi observado que ocorreu a diminuição no conteúdo de zircônia nas fases monoclinicas nos valores acima de 500 (CPS) para o valor de aproximadamente 500 (CPS) e a partir deste valor observou-se uma estabilização nas diferentes

composições. Os valores das fases tetragonais de zircônia diminuíram de forma decrescente nos resultados dos gráficos dos compósitos, provavelmente devido a uma diminuição na quantidade de zircônia em suas composições.

## 4.2 ANÁLISES DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

a) Alumina: os resultados apresentados abaixo foram realizados no equipamento Master Sizer para a aquisição do tamanho de partícula da alumina.

a) Alumina Almatiss A16SG:



b) Alumina Almatiss A16SG processada:

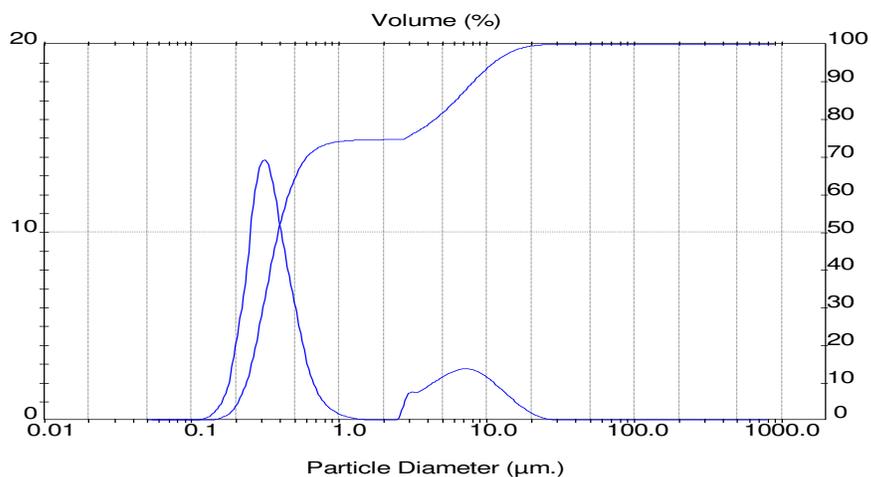


Figura 22- Imagens dos resultados das análises do tamanho de partículas de alumina (Master Sizer): a) alumina Almatís A16SG, b) alumina Almatís A16SG processada.

a) Alumina Almatís A16SG:

D (v.0,1)	D (v.0,5)	D (v.0,9)	D (v.4,3)
0,30 µm	2,61 µm	29,45 µm	10,30 µm

b) Alumina Almatís A16SG processada:

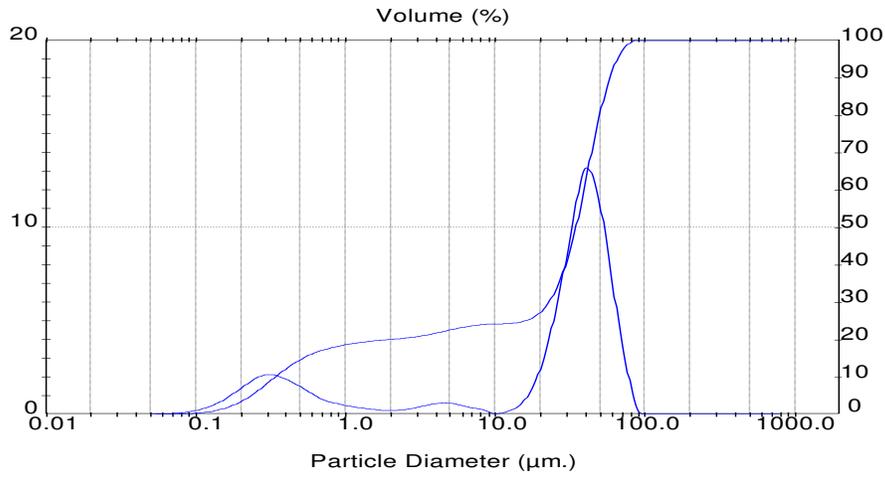
D (v.0,1)	D (v.0,5)	D (v.0,9)	D (v.4,3)
0,23 µm	0,38 µm	8,08 µm	2,29 µm

Tabela 5- Resultados das análises do tamanho de partículas de alumina (Master Sizer): a) alumina Almatís A16SG e b) alumina Almatís A16SG processada.

Nas informações fornecidas pelo fornecedor Almatís, sobre a alumina calcinada A16SG (pó), o tamanho de partícula foi aproximadamente  $D(v.0,5)$  de  $0,59\ \mu\text{m}$  e  $D(v.0,9)$  de  $2,8\ \mu\text{m}$ . Ao realizar a análise inicial desse material no Master Sizer foram obtidos os resultados aproximadamente  $D(v.0,5)$  de  $2,61\ \mu\text{m}$ ,  $D(v.0,9)$  de  $29,45\ \mu\text{m}$  e  $D(v.4,3)$  tamanho médio de  $10,30\ \mu\text{m}$  como mostra a tabela 5 (a). Os valores apresentados nas análises iniciais no Master Sizer não foram representativos de tamanhos de partículas individualizadas e sim provavelmente de aglomerados. A distribuição desses resultados são bem maiores que os informados pelo fornecedor. A figura 22 (a) alumina Almatís A16SG apresentou um perfil inicial bimodal na distribuição do tamanho de partícula demonstrando medidas variáveis de tamanhos associadas a presença de aglomerados. Na figura 22 (b) alumina Almatís A16SG processada observou-se um perfil mais concentrado nos tamanhos de partículas entre  $0,1$  a  $1,0\ \mu\text{m}$ , com seu pico de  $70\%$  em torno de  $0,3\ \mu\text{m}$ , com o auxílio do ultrassom em sua potência máxima para a desaglomeração das partículas demonstrando um resultado menor que o informado pelo fabricante,  $D(v.0,5)$  de  $0,59\ \mu\text{m}$ , o que foi observado também na tabela 5 (b) no valor de  $D(v.0,5)$  de  $0,38\ \mu\text{m}$ . No entanto a tabela 5 (b) apresentou  $D(v.0,9)$  de  $8,08\ \mu\text{m}$ , um resultado superior ao especificado pelo fornecedor,  $D(v.0,9)$  de  $2,8\ \mu\text{m}$ , o que provavelmente sugere a presença de aglomerados.

- b) Zircônia: os resultados apresentados abaixo foram realizados no equipamento Master Sizer para a aquisição do tamanho de partícula da zircônia.

a) Zircônia Tosoh:



b) Zircônia Tosoh processada:

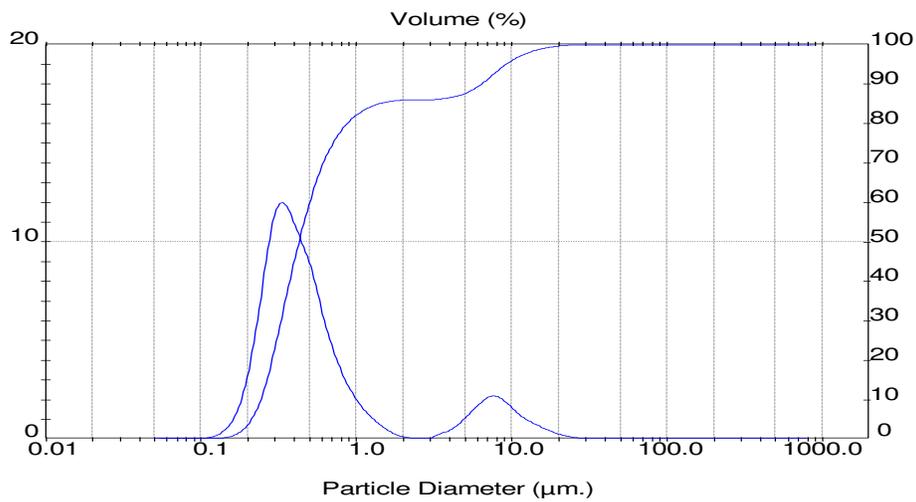


Figura 23- resultados de análise do tamanho de partículas de zircônia (Master Sizer): a) zircônia Tosoh e b) zircônia Tosoh processada.

a) Zircônia Tosoh:

D (v.0,1)	D (v.0,5)	D (v.0,9)	D (v.4,3)
0,38 $\mu\text{m}$	35,97 $\mu\text{m}$	59,12 $\mu\text{m}$	33,33 $\mu\text{m}$

b) Zircônia Tosoh processada:

D (v.0,1)	D (v.0,5)	D (v.0,9)	D (v.4,3)
0,24 $\mu\text{m}$	0,43 $\mu\text{m}$	6,39 $\mu\text{m}$	1,65 $\mu\text{m}$

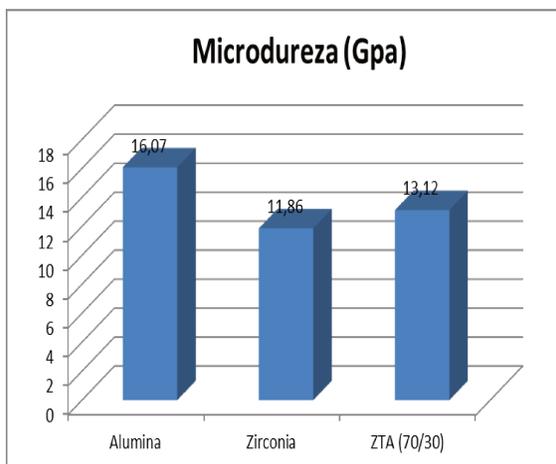
Tabela 6- Resultados das análises do tamanho de partículas de zircônia (Master Sizer): a) zircônia Tosoh e b) zircônia Tosoh processada.

Nas informações fornecidas pelo fornecedor Tosoh, sobre a zircônia (pó), o tamanho de partícula foi aproximadamente 0,9  $\mu\text{m}$ . Ao realizar a análise inicial desse material no Master Sizer foram obtidos os resultados aproximadamente D (v.4,3) tamanho médio de partícula de 33,33  $\mu\text{m}$  como mostra a tabela 6 (a). Os valores apresentados nas análises iniciais no Master Sizer não foram representativos de tamanhos de partículas individualizadas e sim provavelmente de aglomerados. A distribuição desses resultados são bem maiores que os informados pelo

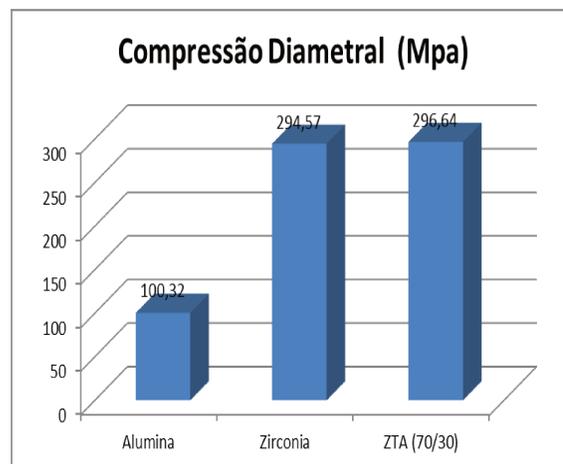
fornecedor. A figura 23 (a), zircônia Tosoh, apresentou inicialmente a distribuição da curva do tamanho de partícula com um perfil mais concentrado entre 10  $\mu\text{m}$  e 100  $\mu\text{m}$ . Essas medidas de tamanhos variáveis provavelmente estão associadas a presença de aglomerados. Na figura 23 (b), zircônia Tosoh processada, observou-se um perfil mais concentrado nos tamanhos de partículas entre 0,1 a 1,1  $\mu\text{m}$  com o seu pico de 60% em torno de 0,3  $\mu\text{m}$ , com o auxílio do ultrassom em sua potência máxima para a desaglomeração das partículas o que resultou em um tamanho de partícula inferior ao indicado pelo fornecedor. No entanto a tabela 6 (b) apresentou o valor de D (v.0,5) de 0,43  $\mu\text{m}$  inferior ao indicado inicialmente pelo fornecedor e o valor de D (v.4,3), tamanho médio de partícula de 1,65  $\mu\text{m}$ , um resultado superior ao especificado pelo fornecedor o que provavelmente sugere a presença de aglomerados.

#### 4.3 – ANÁLISES DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS:

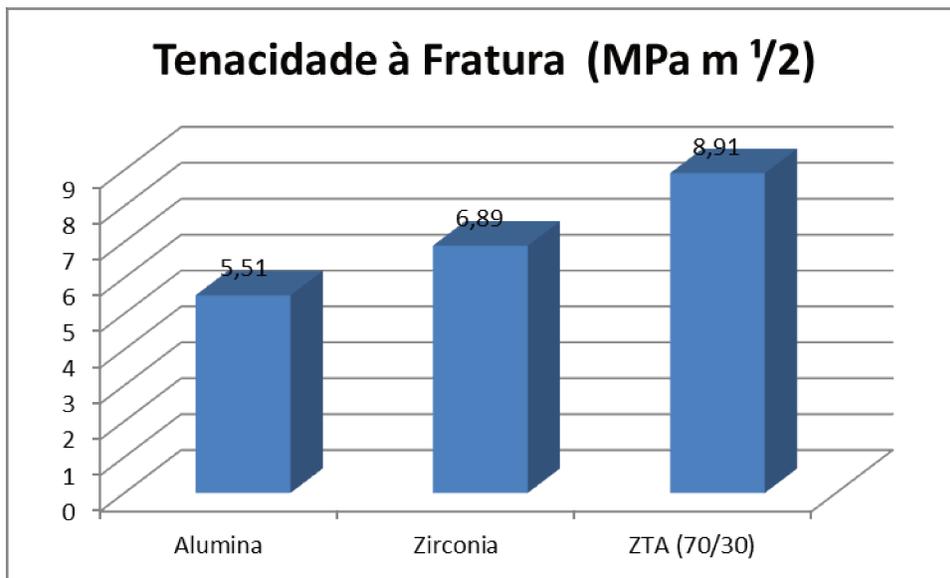
As análises das propriedades mecânicas dos materiais cerâmicos foram realizadas para a obtenção de resultados de Microdureza, Tenacidade à Fratura e Compressão Diametral dos materiais cerâmicos. Foram utilizados para as análises 15 corpos de provas com 10 impressões Vickers em cada amostra para as análises de Microdureza e Tenacidade à fratura.



a)



b)



c)

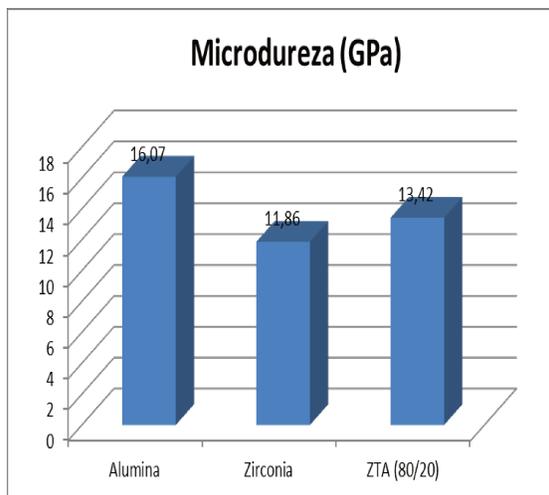
Figura 24- Imagens dos gráficos das propriedades mecânicas de compósitos cerâmicos 70/30: a) Microdureza, b) Compressão diametral e c) Tenacidade à Fratura.

	Microdureza GPa	Compressão Diametral MPa	Tenacidade à Fratura MPa.m <sup>1/2</sup>
<b>Alumina</b>	16,07 ± 0,86	100,32 ± 45,8	5,51 ± 0,73
<b>Zircônia</b>	11,86 ± 0,75	294,57 ± 79	6,89 ± 0,75
<b>ZTA (70/30)</b>	13,12 ± 1,52	296,64 ± 51,09	8,91 ± 1,85

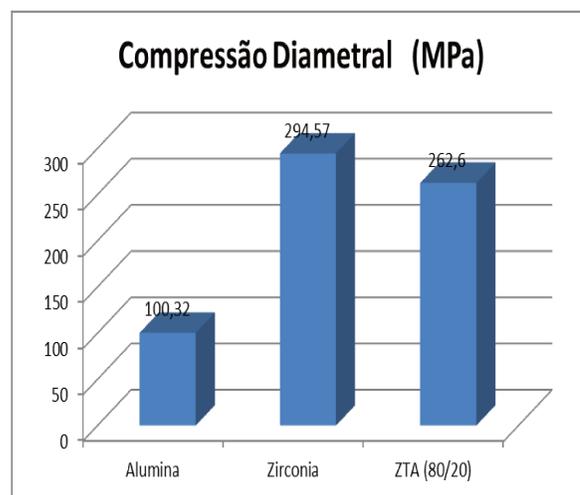
Tabela 7- Propriedades mecânicas de compósitos cerâmicos 70/30.

Os resultados das propriedades mecânicas dos materiais compósitos cerâmicos 70/30 apresentaram o valor de microdureza intermediário, o valor de compressão diametral e o valor de tenacidade à fratura superiores em relação aos valores da alumina e zircônia analisados

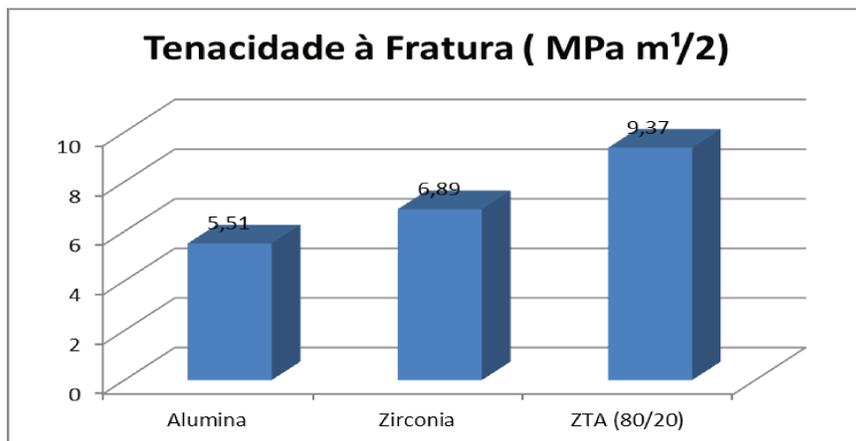
separadamente (figura 24). Este material compósito cerâmico 70/30 apresentou em sua composição 70% em alumina e os resultados de sua microdureza, compressão diametral e tenacidade à fratura foram superiores à zircônia (100%) isoladamente conforme observado na tabela 7.



a)



b)



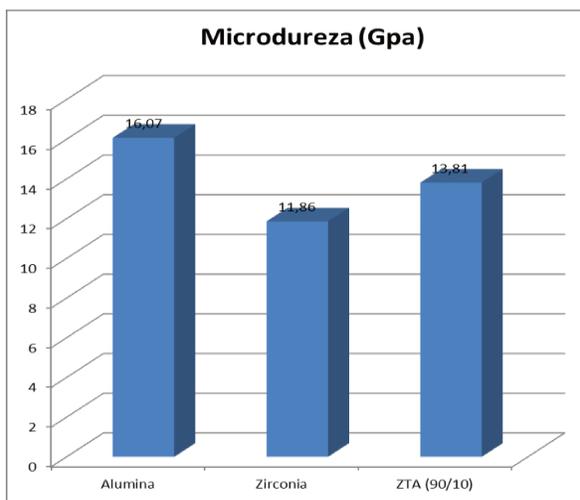
c)

Figura 25- Imagens dos gráficos das propriedades mecânicas dos compósitos 80/20: a) Microdureza, b) Compressão diametral e c) Tenacidade à Fratura.

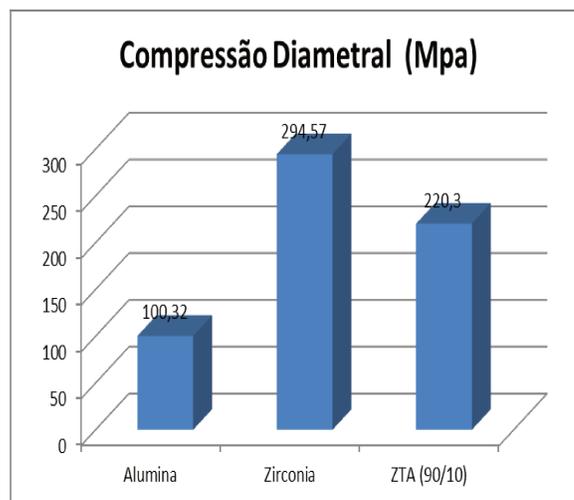
	Microdureza GPa	Compressão Diametral MPa	Tenacidade à Fratura MPa.m <sup>1/2</sup>
<b>Alumina</b>	16,07 ± 0,86	100,32 ± 45,8	5,51 ± 0,73
<b>Zirconia</b>	11,86 ± 0,75	294,57 ± 79	6,89 ± 0,75
<b>ZTA (70/30)</b>	13,12 ± 1,52	296,64 ± 51,09	8,91 ± 1,85

Tabela 8- Propriedades mecânicas de compósitos cerâmicos 80/20.

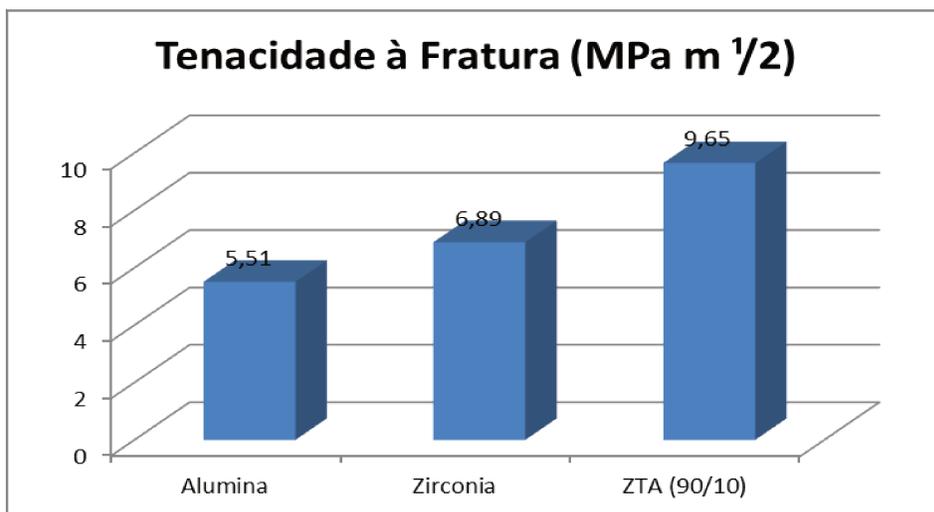
Os resultados das propriedades mecânicas dos materiais compósitos cerâmicos 80/20 apresentaram o valor de microdureza, o valor de compressão diametral intermediários e o valor de tenacidade à fratura superior em relação aos valores da alumina e zircônia analisados separadamente (figura 25). Este material cerâmico compósito 80/20 apresentou em sua composição 80% em alumina e os resultados dos valores de sua compressão diametral inferior, os de microdureza e tenacidade a fratura superiores à zircônia (100%) isoladamente conforme observado na tabela 8.



a)



b)



c)

Figura 26- Imagens dos gráficos das propriedades mecânicas de compósitos cerâmicos 90/10: a) Microdureza, b) Compressão diametral e c) Tenacidade à Fratura.

	Microdureza GPa	Compressão Diametral MPa	Tenacidade à Fratura MPa.m <sup>1/2</sup>
<b>Alumina</b>	16,07 ± 0,86	100,32 ± 45,8	5,51 ± 0,73
<b>Zircônia</b>	11,86 ± 0,75	294,57 ± 79	6,89 ± 0,75
<b>ZTA (70/30)</b>	13,12 ± 1,52	296,64 ± 51,09	8,91 ± 1,85

Tabela 9- Propriedades mecânicas de compósitos cerâmicos 90/10.

Os resultados das propriedades mecânicas dos materiais compósitos cerâmicos 90/10 apresentaram o valor de microdureza, o valor de compressão diametral intermediários e o valor de tenacidade à fratura superior em relação aos valores da alumina e zircônia analisados separadamente (figura 25). Este material cerâmico compósito 90/10 apresentou em sua composição 90% em alumina e os resultados dos valores de sua compressão diametral inferior, os

de microdureza e tenacidade a fratura superiores à zircônia (100%) isoladamente conforme observado na tabela 9.

#### 4.4 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

##### a) ZIRCONIA

##### a.1) Zircônia Tosoh nanoestruturada após o processamento:

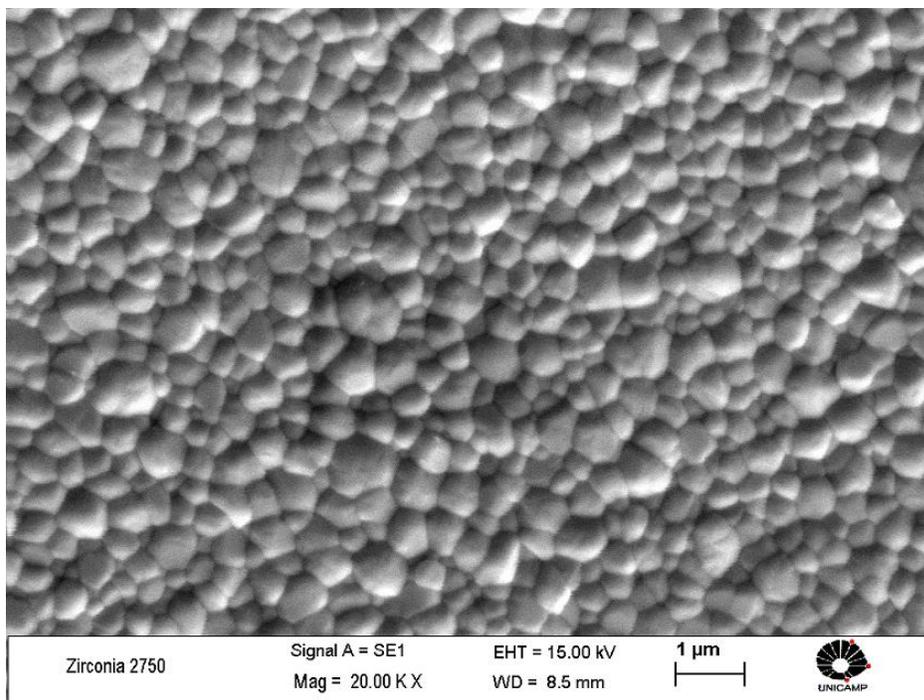


Figura 27- Zircônia Tosoh processada.

Os resultados demonstrados na figura 27 apresentaram as imagens da zircônia após as etapas de processamento com tamanhos de grãos de aproximadamente 0,3  $\mu\text{m}$ .

As imagens apresentadas nas figuras 28 e 29 demonstraram as imagens das microestruturas do material cerâmico de alumina comercial utilizada em bráquetes cerâmicos estéticos. Esses bráquetes foram submetidos ao polimento e ataque térmico e posteriormente analisados no Microscópio Eletrônico de Varredura para analisar os tamanhos de grãos. Observou-se tamanhos de grãos aproximadamente de 9,68  $\mu\text{m}$ .

b) Alumina:

b.1) Análise das microestruturas da alumina utilizada em bráquetes cerâmicos de Ortodontia.

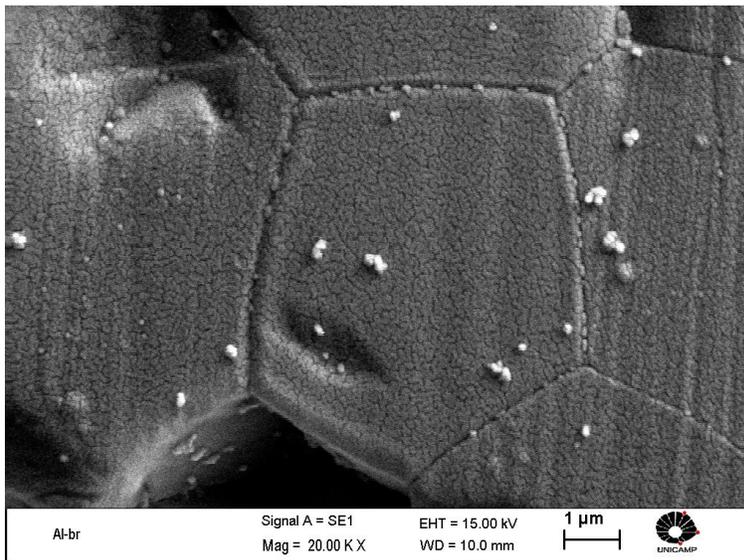


Figura 28- Imagem das microestruturas da alumina utilizada em bráquetes cerâmicos de Ortodontia com tamanho de grãos aproximadamente de 9,68  $\mu\text{m}$ .

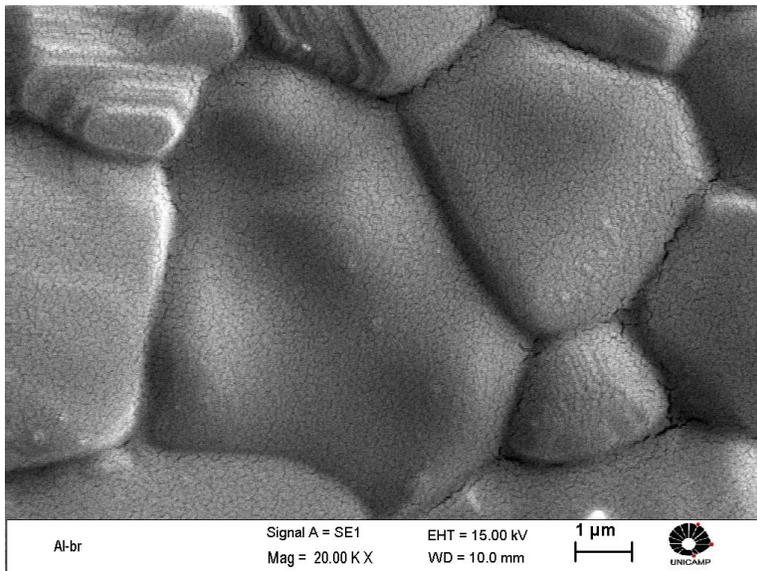


Figura 29- Imagem das microestruturas da alumina utilizada em bráquetes cerâmicos de Ortodontia com tamanho de grãos aproximadamente de 9,68  $\mu\text{m}$ .

As figuras 28 e 29 mostram as imagens das microestruturas da alumina utilizada em bráquetes cerâmicos de Ortodontia. Observou-se a presença de tamanhos de grãos variáveis aproximadamente de 9,68  $\mu\text{m}$ , onde os grãos menores estão posicionados ao redor dos grãos maiores. Os contornos de grãos apresentam, durante uma contagem simples, uma variação de 4 a 7 lados com predominância de 5 lados.

b.2) Alumina Almatris A16SG após o processamento:

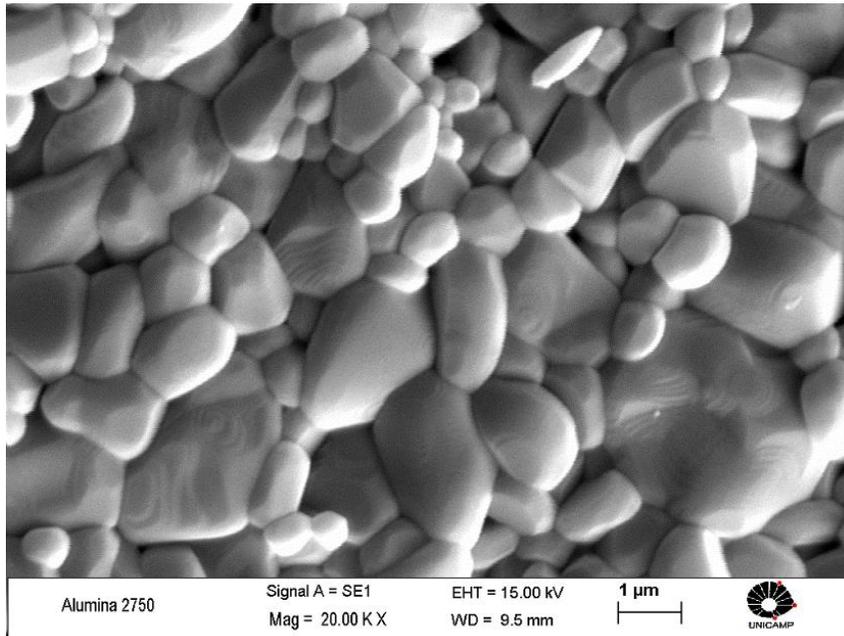


Figura 30- Alumina Almatris A16SG processada.

Os resultados demonstrados na figura 30 apresentaram as imagens das microestruturas da alumina Almatris A16SG após as etapas de processamento e uma redução com tamanho de grãos de aproximadamente  $0,7 \mu\text{m}$ . Observou-se uma diferença significativa em relação aos tamanhos de grãos utilizados na alumina comercial aplicada em braquetes cerâmicos estéticos em Ortodontia. Os contornos de grãos apresentam, durante uma contagem simples, uma variação de 4 a 7 lados com predominância de de 6 e 7 lados.

c) Compósitos cerâmicos após o processamento durante 06 horas.

c.1) Composição 70/30:

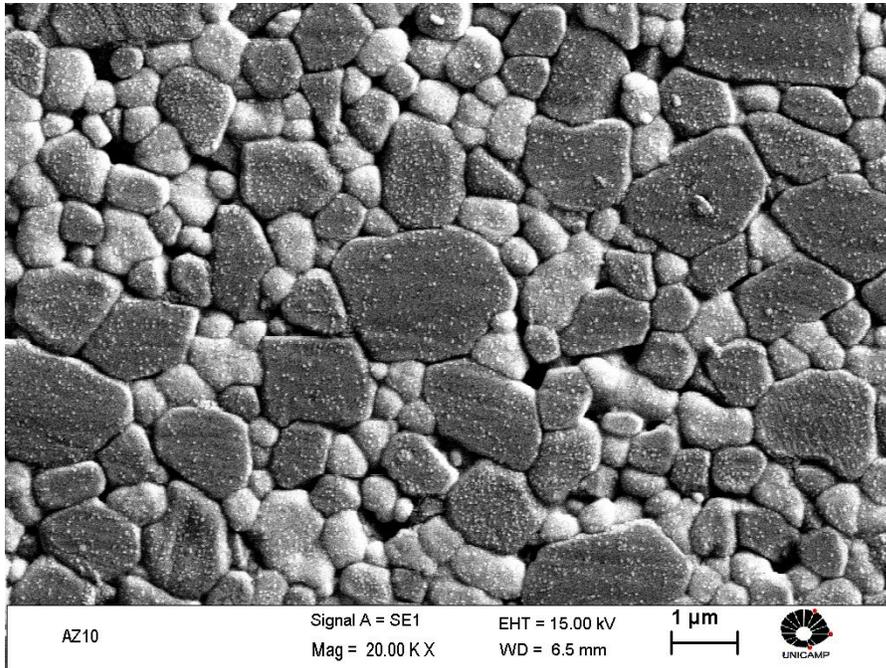


Figura 31- Compósito cerâmicos 70/30.

Os resultados da análise de microestrutura dos materiais compósitos cerâmicos 70/30 no microscópio eletrônico de varredura (MEV) apresentaram tamanhos de grãos de aproximadamente  $0,6 \mu\text{m}$ . Observou-se o a distribuição de material cerâmico de zircônia no contorno de alguns grãos de alumina de diferentes tamanhos de 5 a 7 lados conforme demonstrado na figura 31.

c.2) Composição 80/20:

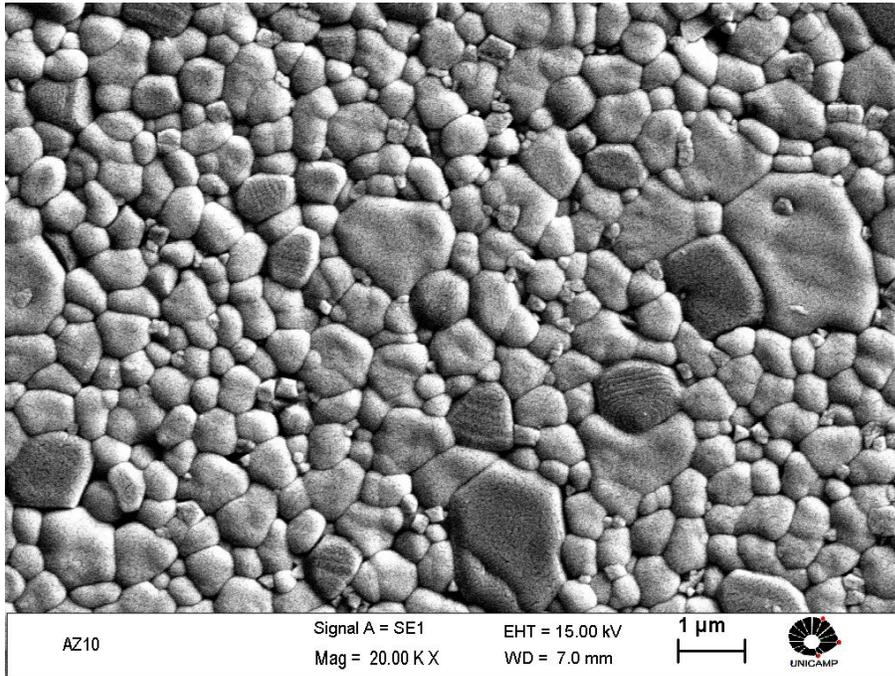


Figura 32- Compósito cerâmicos 80/20.

Os resultados da análise de microestrutura dos materiais compósitos cerâmicos 80/20 no microscópio eletrônico de varredura (MEV) apresentaram tamanhos de grãos de aproximadamente 0,6 µm. Observou-se o a distribuição de material cerâmico de zircônia no contorno de alguns grãos de alumina de diferentes tamanhos de 5 a 7 lados conforme demonstrado na figura 32.

c.3) Composição 90/10:

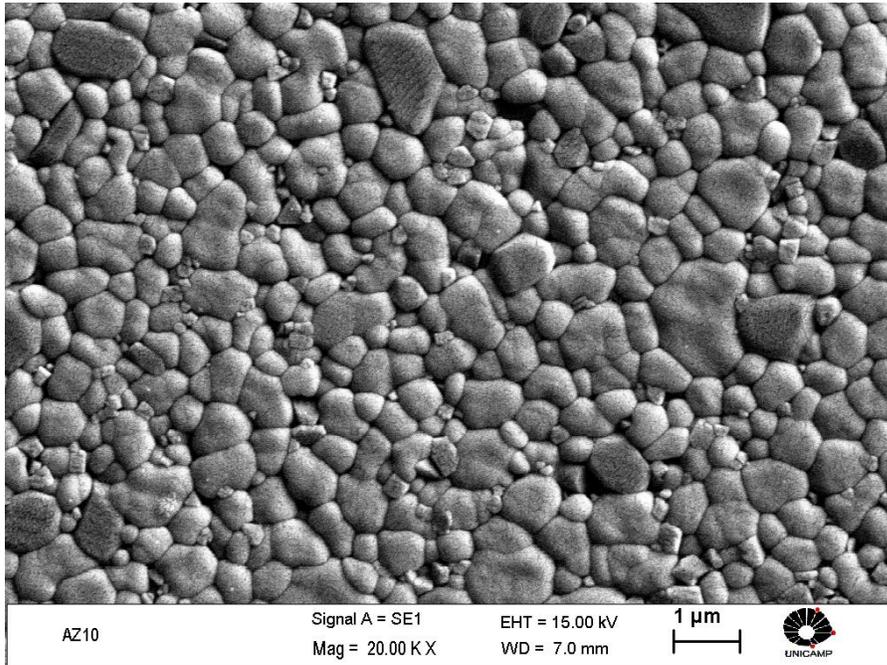


Figura 33- Compósito cerâmicos 90/10.

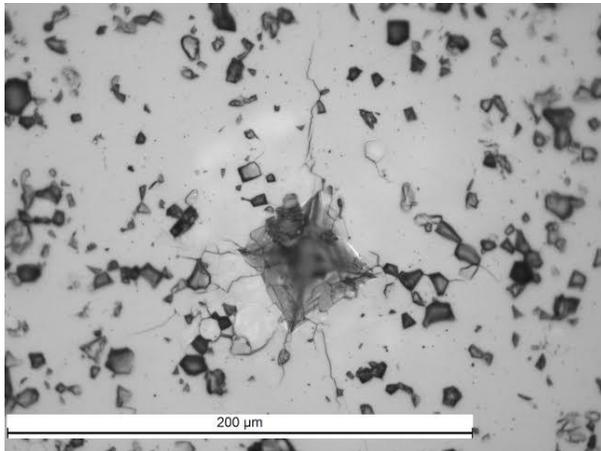
Os resultados da análise de microestrutura dos materiais compósitos cerâmicos 90/10 no microscópio eletrônico de varredura (MEV) apresentaram tamanhos de grãos de aproximadamente 0,6 μm. Observou-se a distribuição do material cerâmico de zircônia no contorno dos grãos de alumina de diferentes tamanhos de 5 a 7 lados conforme demonstrado na figura 33.

#### 4.5 ANÁLISE DE PROPAGAÇÃO DAS TRINCAS

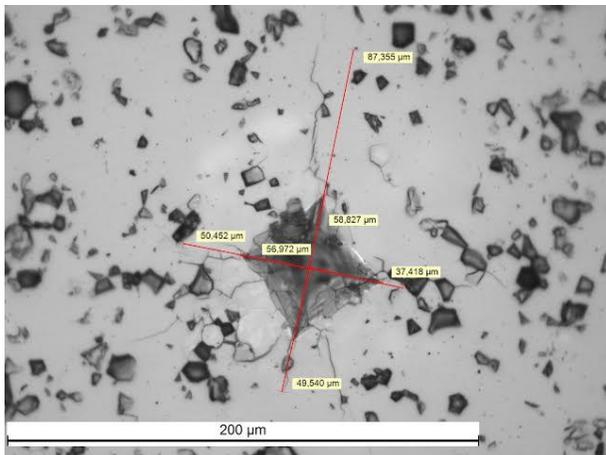
As imagens das impressões Vickers obtidas durante a utilização do microdurômetro foram utilizadas nas análises de propagação das trincas. Após a impressões Vickers realizadas nos corpos de prova no microdurômetro Buehler (Unicamp/FEM), com a carga de 03kg durante 15 segundos, observou-se a propagação das trincas nas diferentes composições dos materiais cerâmicos. As imagens obtidas nas impressões Vickers demonstraram a presença de propagações de trincas nas áreas ao redor da pirâmide quadrada. Nas imagens das figuras 34 (a) e (b), foi observada a propagação das trincas no material cerâmico de alumina comercial utilizada em bráquetes cerâmicos estéticos de Ortodontia. Esses resultados demonstraram a presença de inúmeras trincas ao redor da impressão Vickers na pirâmide quadrada de forma difusa e desordenada. Nas imagens das figuras 35 (a) e (b) observou-se a propagação das trincas no material cerâmico de zircônia. Esses resultados demonstraram a presença de trincas nos vértices da impressão Vickers na pirâmide quadrada de forma ordenada nos seus vértices, não ocorrendo trincas difusas ao seu redor. Nas imagens das figuras 36, 37 e 38 (a) e (b) dos materiais compósitos cerâmicos 70/30, 80/20 e 90/10, respectivamente, observou-se a presença de propagação de trincas nos vértices das indentações das pirâmides quadradas semelhantes aos que ocorreram nas amostras de zircônia.

a) Alumina:

a.1) Alumina utilizada em bráquetes cerâmicos de Ortodontia: indentação utilizando carga de 03kg, durante 15 segundos.



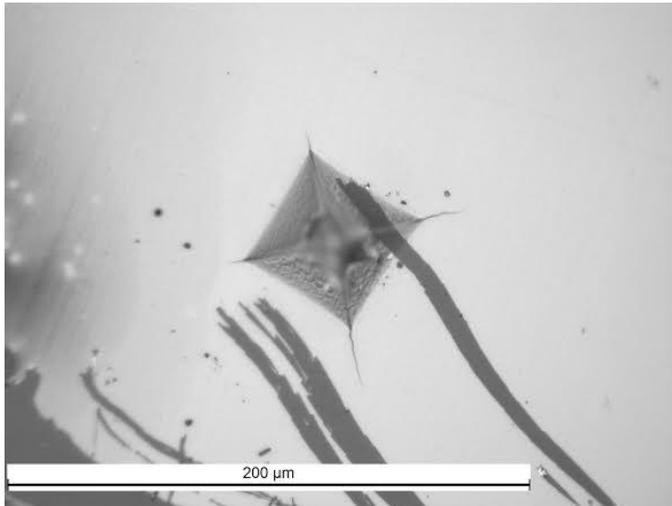
a)



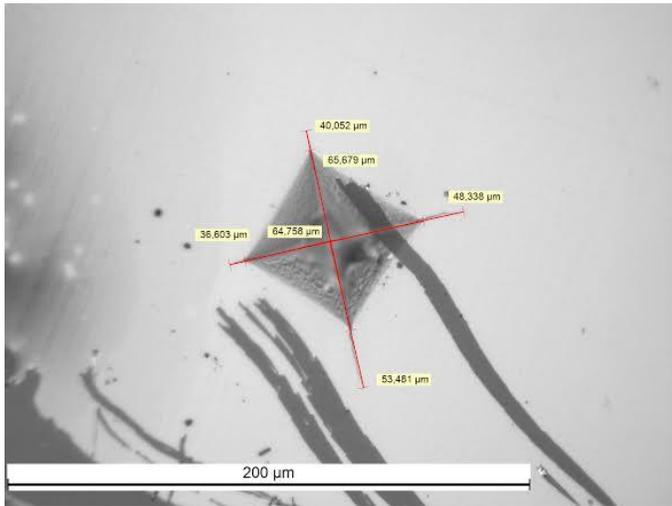
b)

Figura 34- a) Alumina utilizada em bráquetes cerâmicos de Ortodontia (trincas), b) observa-se as medidas de propagação das trincas

b) Zircônia: indentação utilizando carga de 03kg, durante 15 segundos.



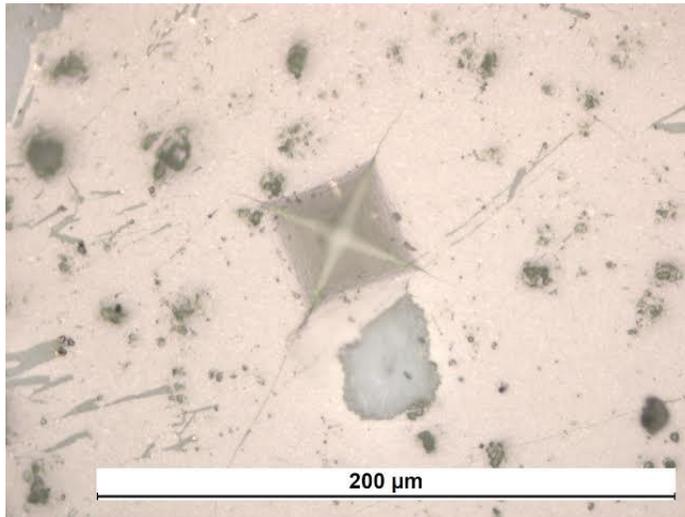
a)



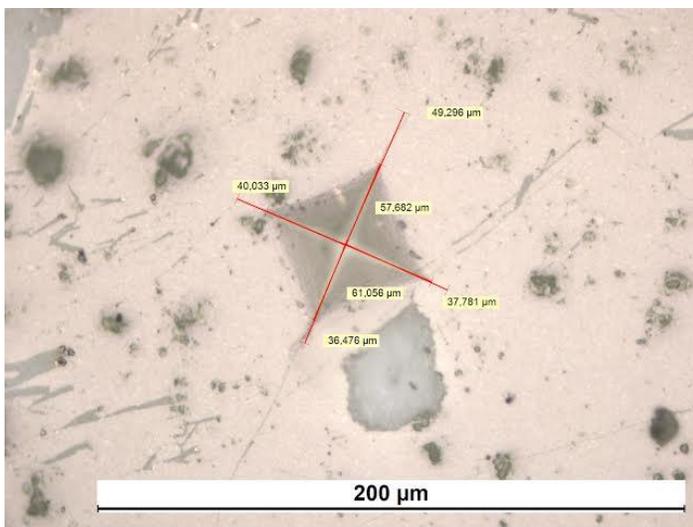
b)

Figura 35- a) Zircônia (trincas) , b) observa-se as medidas de propagação das trincas.

c) Compósitos cerâmicos 70/30 após o processamento: indentação utilizando carga de 03 kg, durante 15 segundos.



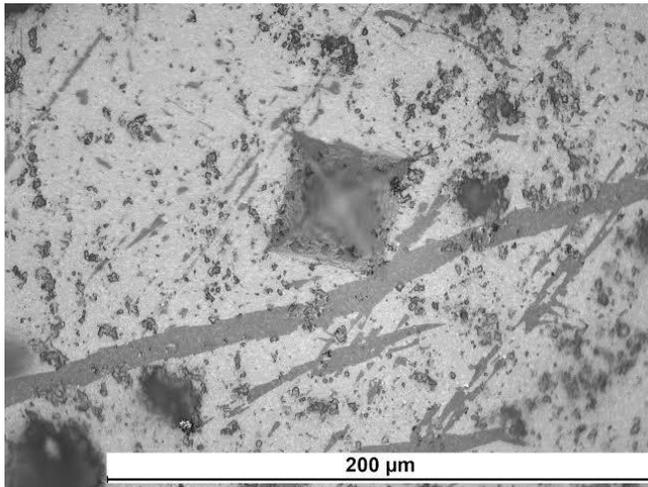
a)



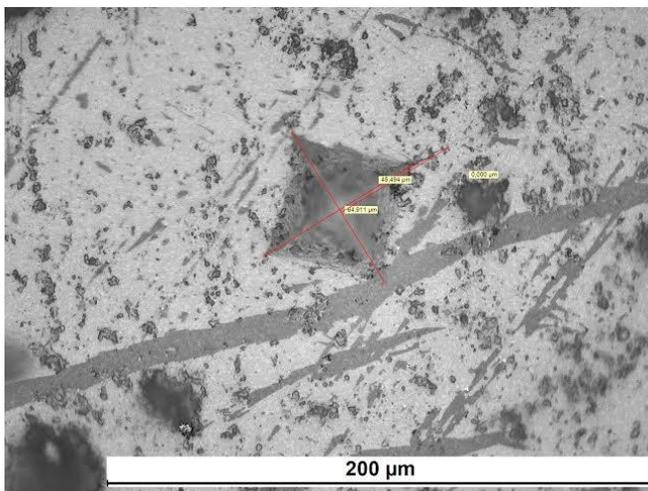
b)

Figura 36- a) Compósito cerâmico 70/30, b) observa-se as medidas de propagação das trincas.

- d) Compósitos cerâmicos 80/20 após o processamento: indentação utilizando carga de 03 kg, durante 15 segundos.



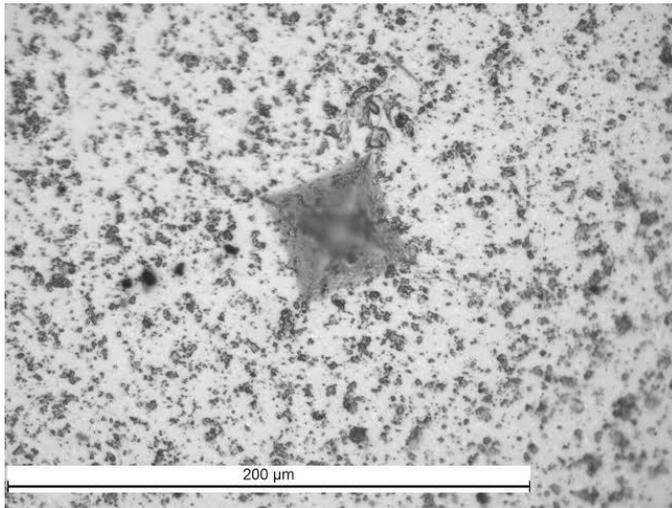
a)



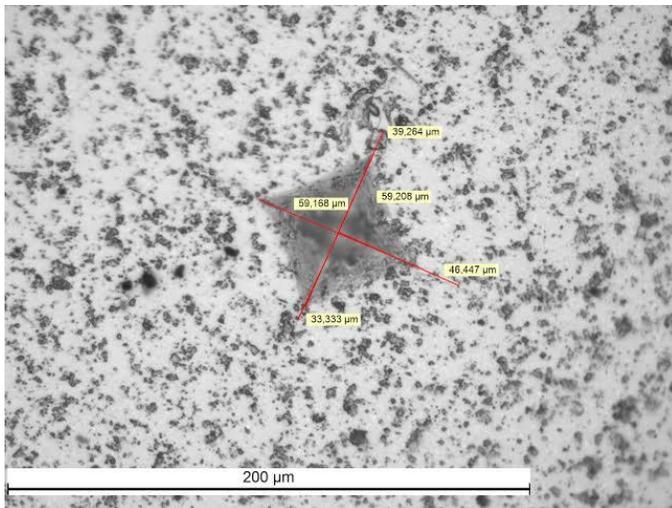
b)

Figura 37- a) Compósito cerâmico 80/20, b) observa-se as medidas de propagação das trincas.

e) Compósitos cerâmicos 90/10 após o processamento: indentação utilizando carga de 03 kg, durante 15 segundos.



a)



b)

Figura 38- a) Compósito cerâmico 90/10, b) observa-se as medidas de propagação das trincas.

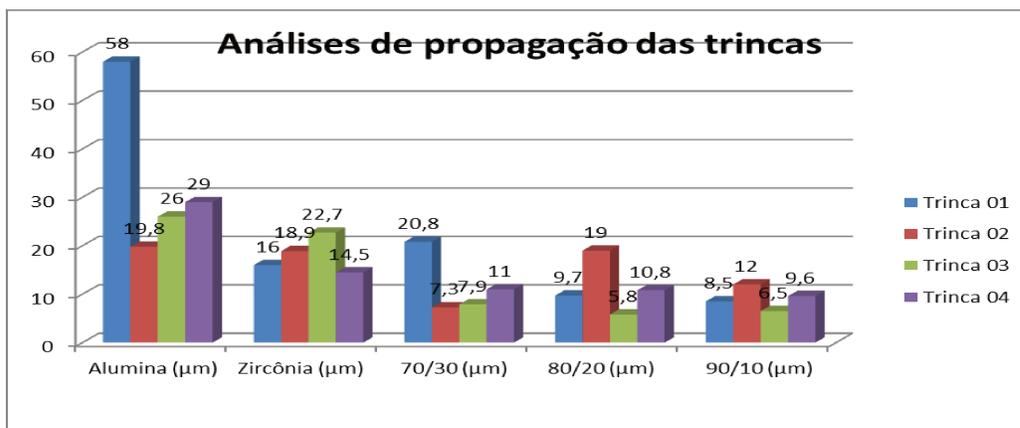


Figura 39: Imagem dos resultados das análises de propagação das trincas.

	Alumina	Zircônia	Compósito 70/30	Compósito 80/20	Compósito 90/10
<b>Trinca 01</b>	58,0 μm	16,0 μm	20,8 μm	9,7 μm	8,5 μm
<b>Trinca 02</b>	19,8 μm	18,9 μm	7,3 μm	19,0 μm	12,0 μm
<b>Trinca 03</b>	26,0 μm	22,7 μm	7,9 μm	5,8 μm	6,5 μm
<b>Trinca 04</b>	29,0 μm	14,5 μm	11,0 μm	10,8 μm	9,6 μm

Tabela 10: resultados das análises de propagação das trincas.

Os resultados demonstrados acima foram obtidos por meio de medições das trincas formadas nas pirâmides quadradas após a realização das impressões Vickers em diferentes composições dos materiais e estão identificadas na figura 39. As imagens de propagação das trincas apresentaram os resultados dos compósitos cerâmicos com características muito semelhantes aos resultados das amostras de zircônia. Os compósitos cerâmicos apresentaram uma diminuição em relação a propagação de trincas nos resultados apresentados pela alumina e uma modificação nas direções de propagação dessas trincas concentradas nos vértices da pirâmide quadrada (figuras 35, 36, 37 e 38).

## **5- CONCLUSÕES:**

O processamento dos materiais cerâmicos de alumina e zircônia apresentou uma redução no tamanho de grão desses materiais para a obtenção de compósitos cerâmicos 70/30, 80/20 e 90/10.

Os resultados obtidos nos materiais compósitos cerâmicos 70/30, 80/20 e 90/10 apresentaram propriedades mecânicas superiores aos resultados de materiais cerâmicos de alumina utilizados na confecção de bráquetes cerâmicos (comerciais) em Ortodontia em relação a compressão diametral e a tenacidade à fratura.

As modificações nas propriedades mecânicas observadas nos materiais compósitos cerâmicos consistem no aumento dos valores de tenacidade à fratura desses materiais em relação aos materiais cerâmicos de alumina e zircônia quando analisados separadamente. Nestes casos foram observados que os valores da tenacidade a fratura nos compósitos cerâmicos são proporcionais aos valores de microdureza, ou seja, quanto maior foi o valor da microdureza do compósito cerâmico ocorreu um aumento no valor da sua tenacidade à fratura. Nos casos dos materiais cerâmicos de alumina e zircônia, quando analisados separadamente entre si, foram observados que os valores de tenacidade à fratura são inversamente proporcionais aos valores de microdureza, ou seja, quanto maior foi o valor da microdureza ocorreu uma diminuição de sua tenacidade à fratura.

Os resultados de compressão diametral nos compósitos cerâmicos 70/30 foram superiores aos dos materiais cerâmicos de alumina e de zircônia separadamente. Os resultados de compressão diametral nos compósitos cerâmicos 80/20 e 90/10 foram superiores aos dos materiais cerâmicos de alumina e inferiores aos materiais cerâmicos de zircônia.

As análises de propagação das trincas sugerem que, os materiais compósitos cerâmicos de alumina tenacificada por zircônia, seguem um padrão semelhante ao da zircônia apresentando a propagação das trincas somente nas extremidades das identações, no entanto, em alguns casos, com um menor número de trincas. Esses materiais apresentaram uma redução significativa de propagação de trincas em relação aos materiais cerâmicos na alumina de bráquetes cerâmicos estéticos (comerciais) em Ortodontia.

Atualmente não existe a aplicação comercial de materiais compósitos cerâmicos de alumina tenacificada por zircônia para a confecção de braquetes cerâmicos estéticos em Ortodontia. Estes materiais cerâmicos, de acordo com este trabalho, apresentam resultados significativos para melhorar as propriedades mecânicas de braquetes cerâmicos estéticos (comerciais) em Ortodontia.

Os materiais cerâmicos de alumina são utilizados em Ortodontia, principalmente, devido a estética que proporcionam e pelo menor custo em relação a zircônia. A zircônia apresenta maior tenacidade à fratura em relação a alumina, porém é um material que apresenta a cor branca em seu resultado final o que dificulta a relação estética em sua aplicação. Os materiais compósitos cerâmicos apresentaram a possibilidade de utilização estética, pois apresentam uma quantidade de alumina igual ou superior a 70% e suas propriedades mecânicas próximas a zircônia e superiores a alumina quando utilizados isoladamente.

## **6 - SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS:**

Aplicação dos materiais compósitos cerâmicos nas diferentes composições na confecção de bráquetes cerâmicos estéticos pelo processo de injeção, usinagem e prototipagem 3D.

Análises dos materiais compósitos cerâmicos nas diferentes composições em relação à coloração em diferentes evidenciadores de placa bacteriana.

Análises dos materiais compósitos cerâmicos nas diferentes composições em relação ao coeficiente de fricção de deslizamento entre os fio ortodônticos de NiTi (Níquel- Titânio) e os bráquetes de diferentes composições metálicos e cerâmicos.

Análises dos materiais compósitos cerâmicos nas diferentes composições em relação ao desgaste desses materiais.

## **REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS (ASTM E 112-96), Standard Test Method for Determining Average Grain Size. Annual Book of ASTM Standards, PP. 229-251, 1998.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS (ASTM E 399-74), Standard Test Method for Plain-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials. Annual Book of ASTM Standards, pp. 923-36,1983.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS (ASTM C 1161-90), Standard Test Method for Flexural Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature. Annual Book of ASTM Standards, pp. 333-339, 1991.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS (ASTM C 1322-05b), Standard Practice for Fractography and Characterization of Fracture Origins in Advanced Ceramics. Annual Book of ASTM Standards, pp. 1-50, 2007.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS (ASTM C 1327-03), Standard Test Methods for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics. Annual Book of ASTM Standards, pp. 465-472, 2008.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS (ASTM C 1421-01b), Standard Test Method for Determination of Fracture Toughness of Advanced Ceramics at Ambient Temperature. Annual Book of ASTM Standards, pp. 1-34, 2007.

ANUASAVICE, K. J. **PROPRIEDADES FÍSICAS DOS MATERIAIS DENTÁRIOS.** *IN:*\_\_\_\_\_.  
MATERIAIS DENTÁRIOS. 10. ED. RIO DE JANEIRO: GUANABARA KOOGAN, 1998, CAP. 3, P.18-28.

ARAÚJO,S. **OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE CORPOS DENSOS E POROSOS DE COMPÓSITOS DE ALUMINA E ZIRCÔNIA PARA A UTILIZAÇÃO COMO BIOMATERIAL,** UNICAMP, 2008.

BRENNER, M.D.K. **THE STORY OF DENTISTRY, LONDON.** KIMPTON PUBLISHERS, 1959, CHAP. 13, P.107.

RING, M.E. **HISTÓRIA DA ODONTOLOGIA.** EDITORA MANOLE, 1ª EDIÇÃO BRASILEIRA, 1998.

PARREIRA, G.G. **CERÂMICAS ODONTOLÓGICAS, CONCEITOS E TÉCNICAS.** EDITORA SANTOS, 2005.

BRONOWSKI, J. **THE ASCENT OF MAN.** LONDON B.B.C. PUBLISHERS Co. 1973.

JACOB, S.R.; ET AL. “COMPARATIVE STUDY OF FRICTION BETWEEN METALLIC AND CONVENCIONAL INTERACTIVE SELF-LIGATING BRACKETS IN DIFFERENT ALIGNMENT CONDITIONS”. DENTAL PRESS J. ORTHOD. 2014, MAY-JUNE 19(3) 82-9.

CAPON, W.A. **PORCELAIN: ITS PROPERTIES.** J. AM. DENT. ASSOC., 14:1459, 1927.

CASELLAS, D. ET AL. FRACTURE TOUGHNESS OF ALUMINA AND ZTA CERAMICS, MICROSTRUCTURAL COARSENING EFFECTS. **JOURNAL OF PROCESSING MATERIALS TECHNOLOGY**, N.143-144, P.148-152, 2003.

GUERINI, V. **A STORY OF DENTISTRY**. PHILADELPHIA, LEA & FEBIGER, 1909.

HELBERGER, H. **PROCESS FOR FUSING OF QUARTZ**. GERMAN PATENT, N° 310,134. DEC. 10, 1913.

JONES, D.W. PHD THESIS, UNIVERSITY OF BIRMINGHAM, ENGLAND, 1970.

KOCH, C.R.E. **HISTORY OF DENTAL SURGERY**. NAT. ART. PUB. CO., 1910.

LUFKIN, A. W. **A HISTORY OF DENTISTRY**. PHILADELPHIA, LEA & FEBIRGER, 1948.

SAVAGE, G. **PORCELAIN THROUGH THE AGES**. ED. 2. AYSLESBURG AND SLOUGH, HAZEL, WATSON, AND VINEY, 1965.

SHAW, S. **THE CHEMISTRY OF THE SEVERAL NATURAL AND ARTIFICIAL HETEROGENEOUS COMPOUNDS USED IN MANUFACTURING PORCELAINS, GLASS AND POTTERY**. LONDON, 1837.

VINES, R.F. ET. AL. **MECHANISMS INVOLVED IN SECURING DENSE, VITRIFIED CERAMICS FROM PRESHAPED PARTLY CRYSTALLINE BODIES**. JOURNAL OF AMERICAN CERAMIC SOCIETY., 4:304, 1958.

WOODFORDE, J. **THE STRANGE STORY OF FALSE TEETH.** LONDON, ROUTLEGE AND KEGAN PAUL, 1968, P. 51.

WANG, C. ET. AL. **INFLUENCE OF SURFACES TREATMENTS ON THE SHEAR BOND STRENGTH OF ORTHODONTIC BRACKETS TO PORCELAIN.** APPLIED SURFACE SCIENCE 255 (2008) 416-418.

FELDNER, J.C; ET. AL. **IN VITRO TORQUE-DEFORMATION CHARACTERISTICS OF ORTHODONTIC POLYCARBONATE BRACKETS.** AM. J. ORTHOD DENTOFACIAL ORTHOP, ST LOUIS, V.106, N° 03, PG 265-72, 1994.

DOBLIN, R.J.; ET. AL. **LOAD DEFORMATION CHARACTERISTICS OF POLYCARBONATE ORTHODONTIC BRACKETS.** AM. J. ORTHOD DENTOFACIAL ORTHOP, ST LOUIS, V.67, N° 01, PG 24-33, 1975.

GI-JA, L. ET. AL. **A QUANTITATIVE AFM ANALYSIS OF NANO-SCALE SURFACE ROUGHNESS IN VARIOUS ORTHODONTICS BRACKETS.** MICRON 41 (2010) 775-782.

NEWMAN, G.V.; ET. AL. **ADHESIVE ORTHODONTIC PLASTIC ATTACHMENTS.** AM. J. ORTHOD DENTOFACIAL ORTHOP, ST LOUIS, V.56, N° 06, PG 573-88, 1969.

KHAN, R.S.; HORROCKS, E.N. **A STUDY OF ADULT ORTHODONTIC PATIENTS AND THEIR TREATMENTS.** BR. J. ORTHOD, LONDON, V.18, N° 03, PG 183-94, AUG 1999.

WANG, W.N.; MENG, C.L.; TARNG, T.H. **BOND STRENGTH: A COMPARISON BETWEEN CHEMICAL COATED AND MECHANICAL INTERLOCK BASES OF CERAMIC AND METAL BRACKETS.** AM. J. ORTHOD DENTOFACIAL ORTHOP, ST LOUIS, v.111, nº 04, PG 374-81, APR 1997.

MALTAGLIATI, L.A.; ET. AL. **BRÁQUETES ESTÉTICOS – CONSIDERAÇÕES CLÍNICAS.** REV CLIN ORTHOD DENTAL PRESS, MARINGÁ, v.5, nº 03, JUN/JUL 2006.

PAGANI, C.; MIRANDA, C. B. E BOTTINO, M. C. AVALIAÇÃO DA TENACIDADE À FRATURA DE DIFERENTES SISTEMAS. **J. APPL. ORAL SCI**, VOL 11, N.1, P. 69-75.

ISMAEL, L.N.A.; ET. AL. **STAINING OF ESTHETIC BRACKETS BY PLAQUE DISCLOSING SOLUTIONS.** BRAZ. J. ORAL SCIENCE, v.13, nº 02, APR/JUNE 2014.

NEWMAN, G.V.; ET. AL. **ADHESIVE ORTHODONTIC PLASTIC ATTACHMENTS.** AM. J. ORTHOD DENTOFACIAL ORTHOP, ST LOUIS, v.56, nº 06, PG 573-88, 1969.

BACH, G.K.G.; GREWAL, B.; TORREALDA, Y.; LAGRAVE, M.O. **ORTHODONTIC BONDING TO PORCELAIN.** ANGLE ORTHODONTIST, v.84, nº 03, 2014.

MUNDETHU, A.R.; GUTKNECHT, N.; FRANZEN, R. **RAPID DEBONDING OF POLYCRISTALLINE CERAMIC ORTHODONTIC BRACKETS WITH ER: YAG LASER: AN IN VITRO STUDY.** LASERS MED SCI (2014) 29: 1551-1556.

HAMAH, T.; NAMURA, Y.; NISHIO, Y.; YONEYAMA, T.; SHIMIZU. **EFFECT OF ORTHODONTIC ADHESIVE THICKNESS ON FORCE REQUIRED BY DEBONDING PLIERS.** J. OF ORAL SCIENCE, v.56, nº 03, PG 185-190, 2014.

JACOB, S.R.; ET. AL. **COMPARATIVE STUDY OF FRICTION BETWEEN METALIC AND CONVENCIONAL INTERACTIVE SELF-LIGATING BRACKETS IN DIFFERENT ALIGNMENT CONDITIONS.** DENTAL PRESS J. ORTHOD. 19(3): PG 82-89, MAY/JUNE 2014.

DOSTALOVA, T.; JELINKOVA, H.; MIYAGI, M. **INFLUENCE OF Tm:YAG LASER IRRADIATION OF TENSILE STRENGTH FOR BRACKET DEBONDING.** SOCIETY OF PHOTO-OPTICAL INSTRUMENTATION ENGINEERS, v: 7884, PG 788404/1-788404/6, 2011.

HUANG, S.; ET. AL. **QUANTITATIVE ANALYSIS OF THE RESIDUAL STRESS AND DISLOCATION DENSITY DISTRIBUTIONS AROUND IDENTATIONS IN ALUMINA AND ZIRCÔNIA TOUGHENED ALUMINA (ZTA) CERAMICS.** JOURNAL OF THE EUROPEAN CERAMIC SOCIETY 34 (2014) 753/763.

BISWANATH, M.; NILRUDRA, M. **DEVELOPMENT OF Ce-PSZ-/Y-PSZ- TOUGHENED ALUMINA INSERTS FOR HIGH-SPEED MACHINING STEEL.** INT. J. APPL. CERAM. TECHNOL., 11(2), PG 228-239 (2014).

JINZHEN, Z.; JIAN, Y; WEI, W; XIANGLONG, L; TAI, Q. **EFFECT OF Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> PARTICLE SIZE ON PREPARATION AND PROPERTIES OF ZTA CERAMICS FORMED BY GELCASTING.** CERAMICS INTERNATIONAL 40 (2014) 5333-5338.

NIK, H.; AHMAD, Z.A.; KHOO, S.K.; MANI, M.R.; ZAINAL, A.A. **EFFECTS OF MGO ADDITION ON THE PHASE, MECHANICAL PROPERTIES AND MICROSTRUCTURE OF ZIRCONIA-TOUGHENED ALUMINA ADDED WITH CeO<sub>2</sub> (ZTA- CeO<sub>2</sub>) CERAMIC COMPOSITE .** MATERIALS SCIENCE & ENGINEERING A. 595 (2014), PG 18-24.

HENGZHONG, F.; TIANCHANG, H.; YONGSHENG, Z.; YUAN, F.; JUNGIE, S.; LINAN, S. **TRIBOLOGICAL PROPERTIES OF MICRO-TEXTURED SURFACES OF ZTA CERAMIC NANOCOMPOSITES UNDER THE COMBINED EFFECT OF TESTS CONDITIONS AND ENVIRONMENTS.** TRIBOLOGY INTERNATIONAL 78 (2014), PG 131-134.

BARRY, C. AND NORTON, M. GRANT CERAMIC. **CERAMIC MATERIALS- SCIENCE AND ENGINEERING.** CAP.35- CERAMICS IN BIOLOGY AND MEDICINE PAG,635-651. SPRINGER EDITORA, 2007, 716P

SILVA, KATIA LETÍCIA. **OBTENÇÃO DE NANOCOMPÓSITOS DE ALUMINA-ZIRCONIA PARA APLICAÇÃO COMO BIOMATERIAL.** 2011. 76 pp. DISSERTAÇÃO- FACULDADE DE ENGENHARIA MECANICA-UNICAMP, 2011.

DHARA, S., PRADHAN M., D. GHOSH AND BHARGAVA P. **NATURE INSPIRED NOVEL PROCESSING ROUTES FOR CERAMIC FOAMS.** ADVANCES IN APPLIED CERAMICS 2005 VOL. 104 NO. 1, PP. 9-21

ELSSNER, G; HOVEN, H.; KIESSLER, G. AND WELLNER,P.- **CERAMICS AND COMPOSITES: MATERIALOGRAPHIC PREPARATION.** 1ª EDIÇÃO. NEW YORK, USA. ELSEVIER. 1999, 175 pp.

ERIC J. ANDERSON, AND MELISSA L. KNOTHE TATE. **DESIGN OF TISSUE ENGINEERING SCAFFOLDS AS DELIVERY DEVICES FOR MECHANICAL SIGNALS AND MECHANICALLY MODULATED SIGNALS.** TISSUE ENGINEERIG, VOL.13, NO. 10, 2007.

-ESPOSITO L., A. BELLOS. **CERAMIC OXIDE BONDS USING CALCIUM ALUMINOSILICATE GLASSES** JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE V.40, PP. 2493 – 2498, 2005

-GOGOTSI, YURI(EDITED), **NANOMATERIALS HANDBOOK.** J.BROCK THOMAS AND NICHOLAS A. PEPPAS, MICHIKO SATO AND THOMAS J. WEBSTER. CAP.2, NANOTECHNOLOGY AND BIOMATERIALS. CRC PRESS TAYLOR & FRANCIS GROUP BOCA RATON, FL , USA2006

JONES, JULIAN R., ET AL..**NON-DESTRUCTIVE QUANTITATIVE 3D ANALYSIS FOR THE OPTIMISATION OF TISSUE SCAFFOLDS.** BIOMATERIALS v.28, pp1404-1413, 2007

HABIBE, ALEXANDRE F., SOUZA, RENATO CHAVES LORIANE DAVID MAEDA 2 LUIZ DE ARAUJO BICALHO ,MIGUEL JUSTINO RIBEIRO BARBOZA,CLAUDINEI DOS SANTOS. **BIOCERÂMICAS À BASE DE ZRO<sub>2</sub>-TETRAGONAL OBTIDAS POR SINTERIZAÇÃO VIA FASE LÍQUIDA.**

HENCH, LARRY L.**BIOCERAMICS.** J.AM.CERAMIC. SOC. v.81, no.7, pp. 1705-1728, 1998.

-KONG, YOUNG-MIN , KIM, HYOUN-EE , KIM, HAE-WON. **PRODUCTION OF ALUMINUM-ZIRCONIUM OXIDE HYBRIDIZED NANOPOWDER AND ITS NANOCOMPOSITE.** J. AM. CERAM. SOC., 90 NO.1 PP. 298–302 , 2007.

-LEWANDROWSKI, KAI-UWE, WISE, DONALD L., TRANTOLO DEBRA J., GRESSER, JOSEPH D., YASZEMSKI MICHAEL J., ALTABELLI,DAVID E. **TISSUE ENGINEERING AND BIODEGRADABLE EQUIVALENTS SCIENTIFIC AND CLINICAL APPLICATIONS.** MARCEL DEKKER INC., NEW YORK, 2002.

LUYTEN J., MULLENS S., COOYMANS J., WILDE A.M. DE, THIJS I., KEMPS R. **DIFFERENT METHODS TO SYNTHESIZE CERAMIC FOAMS.** JOURNAL OF THE EUROPEAN CERAMIC SOCIETY v.29 PP.829–832, 2009

OLIVEIRA, MARCELO FERNANDES, **APLICAÇÕES DE PROTOTIPAGEM RÁPIDA EM PROJETOS DE PESQUISA**. CAMPINAS: UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS, 2008, 128p.- DISSERTAÇÃO.

PEZZOTTI, GIUSEPPE, YAMADA KIYOTAKA, PORPORATI, ALESSANDRO, MEINHARD, J ALAN KUNTZ AND YAMAMOTO, KENGO. **FRACTURE TOUGHNESS ANALYSIS OF ADVANCED CERAMIC COMPOSITE FOR HIP PROSTHESI**. J. AM. CERAM. SOC ., 1–6 (2009)

-REISNER DAVID E (ED.). **BIONANOTECHNOLOGY GLOBAL PROSPECTS-** KIMBERLY L. DOUGLAS, SHAWN D. CARRIGAN AND MARYAM TABRIZIAN. **NANOMATERIALS: PERSPECTIVES AND POSSIBILITIES IN NANOMEDICINE**. 376 p TAYLOR & FRANCIS GROUP, LLC 2009.

SÁ, MARIA CECILIA CORRÊA DE, E MORAES, BENEVIDES DE. **MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DE COMPÓSITOS ALUMINA-ZIRCÔNIA PARA PRÓTESES DENTÁRIAS**. SÃO PAULO: IME, PROPOSTA DE TESE DE DOUTORADO.

SANTACRUZ, ISABEL AND BINNER, JON. **RHEOLOGICAL CHARACTERIZATION AND COAGULATION CASTING OF AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-NANO ZIRCONIA SUSPENSIONS**. J. AM. CERAM. SOC., v.91 NO.1 PP.33–40 ,2008

SCHNEIDE, JENS AND SABINE BEGAND, Y RALF KRIEGEL, CHRISTIAN KAPS, WILFRIED GLIEN, AND THOMAS OBERBACH **LOW-TEMPERATURE AGING BEHAVIOR OF ALUMINA-TOUGHENED ZIRCONIA.** J. AM. CERAM. SOC., v.91 no.11 pp.3613–3618 (2008).

SEEMA AGARWAL\*; GREINER, JOACHIM., WENDORFF H..ANDREAS. **USE OF ELECTROSPINNING TECHNIQUE FOR BIOMEDICAL APPLICATIONS.** POLYMER 49, pp. 5603–5621, 2008

STEVENS, R., **AN INTRODUCTION TO ZIRCONIA: ZIRCONIA AND ZIRCONIA CERAMICS.** 2. ED. TWICKENHAM: MAGNESIUM ELEKTRUM, MAGNESIUM ELEKTRON PUBLICATIONS, 113 1986.

TALLÓN C., MORENO, R. AND NIETO, ISABEL M.**SHAPING OF POROUS ALUMINA BODIES BY FREEZE CASTING.** ADVANCES IN APPLIED CERAMICS v.108 no.5, pp.307-312. 2009

WALPOLE, ANDREW R., XIA, Z., WILSON, CRISPIAN W., TRIFFITT, JAMES T. WILSHAW, PETER R. **A NOVEL NANO-POROUS ALUMINA BIOMATERIAL WITH POTENTIAL FOR LOADING WITH BIOACTIVE MATERIALS.**JOURNAL OF BIOMEDICAL MATERIALS RESEARCH PART A pp. 46-54, 2008

WALPOLE, A.R., BRIGGS, E.P., KARISSON, M., PALSGARD. E., WILSHAW, P.R. **NANO-POROUS ALUMINA COATINGS FOR IMPROVED BONE IMPLANT INTERFACES.** MAT-WISS. U. WERKSTOFFTECH. v.34, no.12,pp 1064-1068, 2003.

WEBSTER, T.J., SIEGEL, R.W., AND BIZIOS, R., *AN IN VITRO EVALUATION OF NANOPHASE ALUMINA FOR ORTHOPAEDIC/DENTAL APPLICATIONS, IN BIOCERAMICS 11: PROCEEDINGS OF THE 11TH INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON CERAMICS IN MEDICINE, LEGEROS, R.Z. AND LEGEROS, J.P., Eds., WORLD SCIENTIFIC, NEW YORK, 1998, p. 273.*

WILLIAMS, DAVID F. **ON THE MECHANISMS OF BIOCOMPATIBILITY.** *BIOMATERIALS*, 29. PP. 2941- 2953, 2008.

WNEK, GARY E., AND BOWLIN GARY L (ED.) *ENCYCLOPEDIA OF BIOMATERIALS AND BIOMEDICAL ENGINEERING*, VOL 1.,2ND.ZIRCONIA CERAMICS. MARIANO A. POLACK. 2008

YAMAKAWA, KOJI MATSUIW TAKANORI, MASATO UEHARA, NAOYA ENOMOTO, AND JUNICHI HOJO **MECHANISM OF ALUMINA-ENHANCED SINTERING OF FINE ZIRCONIA POWDER: INFLUENCE OF ALUMINA CONCENTRATION ON THE INITIAL STAGE SINTERING.** *J. AM. CERAM. SOC.*, 91 no.6 1888–1897, 2008.

YONG CAO, YUMING ZHOU, YUN SHAN, HUANGXIAN JU, AND XUEJIA XUE.**TRIPLE-HELIX SCAFFOLDS OF GRAFTED COLLAGEN REINFORCED BY AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–ZRO<sub>2</sub> NANOPARTICLES.** *ADV. MATER.* 18, PP.1838–1841, 2006.

YU-SEON SHIN, AND YOUNG-WOO RHEE AND SUK-JOONG L. KANG *EXPERIMENTAL EVALUATION OF TOUGHENING MECHANISMS IN ALUMINA-ZIRCONIA COMPOSITES*. J. AM. CERAM. SOC., 82 NO.5, PP.1229-32 ,1999

ZHOU Z., CHIEN L..*MORPHOLOGY EXPRESSION AND PROLIFERATION OF HUMAN OSTEOBLAST ON BIOACTIVE GLASS SCAFFOLDS*. MATERIALS SCIENCE-POLAND,VOL.26, No. 3, 2008.