



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



OLIMPIA CRISPIM DA SILVEIRA

TESE DE DOUTORADO

**DESENVOLVIMENTO DE SISTEMAS DE ALUMINA
INFILTRADA COM POLI (METACRILATO DE METILA) COM PERSPECTIVA
PARA APLICAÇÃO EM PRÓTESE DENTÁRIA**

CAMPINA GRANDE

2015

OLIMPIA CRISPIM DA SILVEIRA

**DESENVOLVIMENTO DE SISTEMAS DE ALUMINA
INFILTRADA COM POLI (METACRILATO DE METILA) COM PERSPECTIVA
PARA APLICAÇÃO EM PRÓTESE DENTÁRIA**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande, como exigência para obtenção do título de DOUTOR EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS.

Orientação: Prof. Dr. Hélio de Lucena
Lira – UAEMa/UFCG.

Prof. Dr. Romualdo
Rodrigues Menezes –
UAEMa/UFCG.

CAMPINA GRANDE

2015

S587d

Silveira, Olimpia Crispim da.

Desenvolvimento de sistemas de alumina infiltrada com poli (metacrilato de metila) com perspectiva para aplicação em prótese dentária / Olimpia Crispim da Silveira. – Campina Grande, 2015.

94f. : il. color.

Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia, 2015.

"Orientação: Prof. Dr. Hélio de Lucena Lira , Prof. Dr. Romualdo Rodrigues Menezes".

Referências.

1. Alumina. 2. Infiltração. 3. PMMA. 4. Material Dentário. 5. Compósito. I. Lira, Hélio de Lucena Lira. II. Menezes, Romualdo Rodrigues. III. Título.

CDU 662.762.11(043)

DESENVOLVIMENTO DE SISTEMAS DE ALUMINA INFILTRADA COM POLI
(METACRILATO DE METILA) COM PERSPECTIVA PARA APLICAÇÃO EM
PRÓTESE DENTARIA.

OLÍMPIA CRISPIM DA SILVEIRA

Tese Aprovada em 18/06/2015 pela banca examinadora constituída dos seguintes
membros:



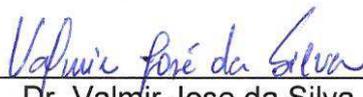
Dr. Hélio de Lucena Lira
(Orientador)
UAEMa/UFCG



Dr. Romualdo Rodrigues Menezes
(Orientador)
UAEMa/UFCG



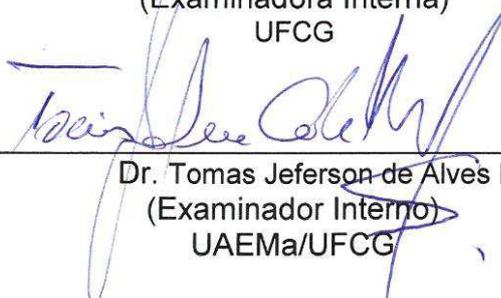
Dr.ª Carmem Dolores de Sá Catão
(Examinadora Externo)
UFCG



Dr. Valmir Jose da Silva
(Examinador Externo)
UFCG



Dr.ª Lisiane Navarro de Lima Santana
(Examinadora Interna)
UFCG



Dr. Tomas Jeferson de Alves Melo
(Examinador Interno)
UAEMa/UFCG

A minha irmã Micheline Crispim Silveira
(*in memória*).

Pelos nossos momentos de muita amizade, cumplicidade e amor, você me ensinou que a força para vencer uma batalha está no discernimento de compreender o que nos é imposto na vida. Aprendi com você que com fé há aceitação, determinação e conquista.

Obrigada pelo seu amor.

Minha eterna saudade.

Te amo!

AGRADECIMENTOS

A Deus pelo seu amor incondicional e por me direcionar na vida para que os meus objetivos fossem alcançados.

A nossa Senhora que está sempre intercedendo por mim. Meus agradecimentos em forma de prece.

Aos meus Filhos Thiago e Igor por estarem sempre ao meu lado demonstrando admiração, amor e compreensão. Por cada ausência minha quando o meu tempo não é dedicado a vocês.

Aos meus pais Antônio e Socorro Silveira a quem agradeço por tudo em minha vida, pelos inúmeros gestos de amor e gratidão recebidos durante todo esse percurso para conclusão de mais um trabalho de pesquisa conquistado.

Ao meu esposo Josemar pelos valiosos ensinamentos, pela confecção do equipamento utilizado neste estudo e por estar sempre ao meu lado me fortalecendo com o seu amor.

Aos meus irmãos Antônio e Waleska pelo apoio e incentivo nessa tão sonhada conquista. Waleska, sua presença constante em sempre querer me ver bem fez-me entender que cuidar do outro se faz com oração, onde alimentamos a alma para progredir de forma tranqüila.

Aos meus sobrinhos, aqui representados por Gabriel, que com a inocência e o sorriso de criança me transmite esperança de dias melhores.

Ao meu orientador prof. Dr. Hélio Lucena Lira. Minha imensa admiração por saber transmitir e compartilhar os seus valiosos ensinamentos, pela orientação incondicional, pelos apoios imprescindíveis dando suporte à pesquisa, pela confiança depositada e pelo exemplo de mestre a ser seguido. Posso dizer que fui muito bem orientada durante esses anos de pesquisa.

Ao meu orientador prof. Dr. Romualdo Rodrigues Menezes, por toda dedicação, compreensão e apoio prestados para a concretização deste trabalho de pesquisa. Sou grata pela confiança e incentivo e tenho admiração pela sua conduta de pesquisador.

A prof.^a Dra. Lisiane Navarro de Lima Santana pela colaboração tão valiosa que recebi durante todas as etapas apresentadas da pesquisa sempre se mostrando disposta a ajudar e aconselhar. Minha eterna gratidão e admiração pela sua capacidade profissional.

Ao prof. Dr. Tomás Jefferson Alves de Melo que de forma tão precisa e entusiasmada sempre colaborou para o desenvolvimento e concretização desse trabalho.

A prof.^a Dra. Carmem Dolores de Sá Catão meus agradecimentos pela aceitação do convite para ser membro da banca examinadora e pela contribuição dada.

Ao Dr. Valmir José da Silva pela aceitação do convite e pelo constante apoio a mim prestados quando precisei de sua ajuda.

Ao prof. Dr. Gelmires Neves por está sempre disposto a colaborar e pela atenção dada para concretização deste trabalho de pesquisa.

Aos professores do departamento de Ciências e Engenharia de Materiais, pela contribuição direta ou indireta na etapa de disciplinas.

Ao prof. Dr. Kepler pelo interesse em ajudar, sempre disponibilizando o laboratório LABDES para realização desta pesquisa.

Ao Prof. Dr. João Batista por não medir esforço e está sempre disponível a colaborar com tudo que necessitei para finalização dessa pesquisa.

Aos professores do Departamento de Odontologia da Universidade Estadual da Paraíba pela compreensão, incentivo e vibração na concretização desse doutorado.

Aos funcionários e técnicos ao qual agradeço a Emanuel, Juliana, Lilian e Renato pelas caracterizações realizadas com tanto empenho e dedicação profissional. Beto e Alúcio pela colaboração e disposição para ajudar.

A funcionária Marcia que durante todos esses anos demonstrou solidariedade em tudo que precisei, no entanto mesmo sem está podendo está presente me fez lembrar o seu jeito expansivo e doador.

Ao grupo integrante do laboratório de tecnologia de materiais pelo apoio e ajuda.

Aos amigos que cultivei no LTM Roseane, Valmir, Ester, Daniella e Neiber por todos os momentos que me dirigi a vocês para pedir ajuda e recebi mais do que o necessário, configurando uma vontade de todos em colaborar com esta pesquisa.

A amiga Valéria Vital que juntas estudamos, trabalhamos e fortalecemos dia a dia nossa amizade. Obrigada por todos os momentos de aprendizagem e solidariedade que vivenciamos durante todos esses anos de convivência em que houve erros e acertos.

As minhas amigas Walkiria e Lonete por sempre estarem presentes em todos os momentos da minha vida, demonstrando que nossa amizade é fruto das nossas lutas diárias em que estamos sempre unidas para vencer os desafios.

Aos que participaram direto e indiretamente para concretização desse sonho.

Minha eterna gratidão!

RESUMO

O desenvolvimento tecnológico em engenharia de cerâmicas dentárias tem conduzido a introdução de novos sistemas que utilizam um núcleo cerâmico para substituir a infraestrutura metálica. Pesquisas vêm sendo dedicadas ao estudo de reforço dessas novas infraestruturas a fim de melhorar sua resistência e processabilidade. Nesse sentido, o objetivo deste trabalho foi desenvolver sistemas de alumina infiltrada com poli (metacrilato de metila) e avaliar sua microestrutura e resistência mecânica, com perspectiva para aplicação em odontologia. Foram estudadas quatro aluminas de diferentes fabricantes: Alglass (AG), Alcoa (AC), In-Ceram (IC) e Vitro Ceram (VC). Estas aluminas foram caracterizadas quanto a composição mineralógica e granulométrica. Corpos de prova foram confeccionados em forma prismática (30 mm x 5 mm x 4 mm), segundo as especificações da ISO 6872-1998, sinterizados a 1400 °C e submetidos a infiltração em baixa e alta pressões por períodos de 6 e 12 h. As amostras obtidas foram analisadas com relação a porosidade e densidade aparente pelo método de Arquimedes. Os materiais obtidos foram submetidos a caracterização por microscopia eletrônica de varredura (MEV), microscopia ótica (MO), determinação da resistência mecânica à flexão em três pontos e microdureza. Os resultados de resistência mecânica e microdureza foram avaliados considerando um nível de 5% significância estatística. A infiltração do polímero no substrato poroso da amostra da Vitro Ceram por 12 h apresentou os melhores resultados de flexão ($119,3 \pm 23,6$ MPa) e microdureza ($1055,1 \pm 111,0$ HV). A amostra confeccionada com alumina da Alcoa obteve os menores resultados mecânicos de flexão ($15,7 \pm 1,0$ MPa) e microdureza ($462,6 \pm 0,7$ HV) após 12 h de infiltração. Os resultados de resistência à flexão e microdureza das amostras da Alcoa e da Alglass não apresentaram diferenças estatisticamente significantes em todas as condições. A amostra da Vitro Ceram foi a que apresentou melhor desempenho quando infiltrada em baixa e alta pressão pelo tempo de 12 h e atende aos valores de resistência a dureza e flexão (100 MPa) estabelecida pelo ISO 6872, podendo ser utilizada para aplicações de infraestrutura na confecção de prótese fixa.

Palavras-chave: Alumina. Infiltração. PMMA. Material dentário. Compósito.

ABSTRACT

The technological development in dental ceramics engineering has led to the introduction of new systems, which use a ceramic core to replace the metal infrastructure. Researches have been dedicated to the study of reinforcement of these new infrastructures in order to improve their strength and processability. The aim of this study was to developed systems of alumina in infiltrated with poly (methyl methacrylate) and evaluates its microstructure and mechanical resistance, with prospect for application in dentistry. It was studied four aluminas from different suppliers: Alglass (AG), Alcoa (AC), In-Ceram (IC) and Vitro Ceram (VC). These aluminas were characterized by particle size and mineralogical composition. Specimens were made in prismatic-shaped (30 mm x 5 mm x 4 mm), according to the specifications of ISO 6872-1998, sintered at 1400 °C and submitted to polymer infiltration at low and high pressure for periods of 6 and 12 h. The samples were analyzed in relation to porosity and bulk density by the Archimedes method. The specimens were submitted to characterization by scanning electron microscopy (SEM), optical microscopy (OM) and mechanical tests of flexural resistance in three points and microhardness. The results of mechanical resistance and microhardness were evaluated considering a 5% level of statistical significance. The infiltration of the polymer in the porous substrate of sample VC for a period of 12 h obtained the best results of flexural resistance (119.37 MPa \pm 23.64) and microhardness (1055.10 HV \pm 111.01). The sample prepared with Alcoa alumina obtained the smallest mechanical bending results (15.72 MPa \pm 1.03) and hardness (462.60 HV \pm 0.70) with 12 h infiltration. The results of flexural strength and microhardness of Alcoa and Alglass samples showed no statistically significant differences in all conditions. The sample of Vitro Ceram was presented the best performance when infiltrated in low and high pressure by the time of 12 h and meets the values of hardness and bending resistance (100 MPa) established by ISO 6872, and can be used for infrastructure applications in fixed prosthesis.

Keywords: Alumina. Infiltration. PMMA. Dentistry material. Composites.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Redução do volume específico para uma mistura de esferas grandes e pequenas, mostrando a condição de empacotamento máximo onde as esferas pequenas preenchem os vazios formados pelo empacotamento das esferas grandes.	22
Figura 2 – Macromolécula de poli (metacrilato de metilo) (PMMA).	24
Figura 3 – Especificação técnica do produto (Metacrilato de metila).	26
Figura 4 – Decomposição do peróxido.	28
Figura 5 – Preparo dentário de primeiro pré-molar superior com suas respectivas alturas para as coroas do tipo In-Ceram Alumina.	33
Figura 6 – Coroas de alumina livre de metal (a), preparo coronário para prótese fixa (b), cimentação da prótese fixa (c), prótese fixa cimentada (d).	34
Figura 7 – Coroas metalocerâmica	34
Figura 8 – Coroas In Ceram Alumina.	34
Figura 9 – Processo de infiltração, polimerização e cura do Metacrilato de Metila em um substrato de alumina	43
Figura 10 – Sistemas cerâmicos avaliados (Vitro Ceram, Alglass e In–Ceram)	48
Figura 11 – Fluxograma das etapas empregadas para obtenção e caracterização do compósito cerâmico em estudo.	49
Figura 12 – Molde de aço	51
Figura 13 – Peças constituintes do molde	51
Figura 14 – Corpos de prova Vitro Ceram (a), In Ceram (b) e (c) Alglass	52
Figura 15 – Metacrilato de metila com peróxido de benzoila	53
Figura 16 – Amostras de alumina na câmara a vácuo.	54
Figura 17 – Amostras no suporte metálico	54
Figura 18 – Panela de pressão	54
Figura 19 – Amostras imersas no monômero	54
Figura 20 – Vaso de pressão desenvolvido para infiltração das amostras	55
Figura 21 – Tampa de inox com imã fixando as amostras no porta amostra (a), imã retirado e porta amostra suspenso (b) detalhe do sistema desenvolvido para infiltração das amostras (c).	56
Figura 22 – Corpos de prova imersos no monômero na câmara de alta pressão	56

Figura 23 – Dispositivo de baixa e alta pressão	57
Figura 24 – Armazenamento dos corpos de prova	57
Figura 25 – Foto demonstrando as áreas avaliadas em MEV	58
Figura 26 – Amostra submetida ao paralelismo (a) e amostra submetida a análise de Microscopia ótica (b).	58
Figura 27 – Balança analítica usada para obter os valores da massa úmida, massa imersa e massa seca para cálculo da porosidade pelo método de Arquimedes.....	59
Figura 28 – Ensaio de flexão uniaxial 3 pontos	62
Figura 29 – Distância dos apoios – 20 mm.....	62
Figura 30 – Espectros de difração de raios X das amostras de alumina a) Alcoa, b) Aglass, c) In Ceram e d) Vitro Ceram.	64
Figura 31 – Distribuição granulométrica do pó das aluminas Alcoa, Aglass, In Ceram e Vitro Ceram.....	66
Figura 32– Imagens de MEV (a e b) pó alumina Alcoa (APC-3017G) com pureza de 99.7%.....	67
Figura 33 – Imagens de MEV (a e b) pó alumina Aglass.....	67
Figura 34 – Imagens de MEV (a e b) pó alumina Vitro Ceram.	68
Figura 35 – Imagens de MEV (a e b) pó alumina In Ceram.....	68
Figura 36 – Micrografias óticas 200X Vitro Ceram sem infiltração PMMA (a), 100X Vitro Ceram com infiltração sem corante (b) e 100X Vitro Ceram com infiltração e corante azul de metileno (c).	76
Figura 37 – Imagens de MEV (a e b) corpos de prova da alumina Alumina Alcoa sem infiltração PMMA.....	77
Figura 38 – MEV (a e b) corpos de prova da alumina Alumina Aglass (Celmat) sem infiltração PMMA.....	77
Figura 39 – Imagens de MEV da superfície (a) e da seção transversal (b) de substrato poroso de alumina In Ceram sem infiltração com PMMA (20x).....	78
Figura 40 – Imagens das seções transversais dos substratos porosos de alumina Vitro Ceram sem infiltração.	78
Figura 41 – Imagens de MEV dos substratos de alumina Alcoa com infiltração PMMA pelo período de 6 h. (a) e (c) são cortes superficiais e (b) e (d) cortes transversais.	80

Figura 42 – Imagens de MEV dos substratos de alumina Alglass com infiltração PMMA pelo período de 6 h. (a) e (b) são das superficiais e (c) do corte transversal.	80
Figura 43 – Imagens de MEV da superfície dos substratos porosos de alumina Alcoa com infiltração de PMMA por um período de tempo de 12 h.	81
Figura 44 – Imagens de MEV das seções transversais dos substratos porosos de alumina Alcoa com infiltração de PMMA por um período de tempo de 12 h.	81
Figura 45 – Imagens de MEV das seções transversais dos substratos porosos de alumina Alglass com infiltração de PMMA por um período de tempo de 12 h.	82
Figura 46 – Imagens de MEV da seção transversal dos substratos obtidos da alumina Alcoa infiltrados por 12 h com PMMA	82
Figura 47 – Imagens de MEV da seção transversal dos substratos obtidos da alumina Alglass infiltrados por 12 h com PMMA.	82
Figura 48 – Imagens de MEV da superfície de substrato poroso de alumina In Ceram com infiltração PMMA 6 h 10X (a) e 500X (b) 1000X (c).	83
Figura 49 – Imagens de MEV da seção transversal de substrato poroso de alumina In Ceram com infiltração com PMMA 6 h (500X (a) 1000X (b)	83
Figura 50 – Imagens de MEV da superfície de substrato poroso de alumina In Ceram com infiltração com PMMA 12 h (500X (a) 1000X (b).	84
Figura 51 – Imagens de MEV da seção transversal do substrato poroso de alumina In Ceram com infiltração com PMMA 12 h (500X (a) 1000X (b).	84
Figura 52 – Imagens de MEV das superfícies 50X (a) e 1000X (b), e das seções transversais (c) 500X e (d) 1000X dos substratos porosos de alumina Vitro Ceram com infiltração PMMA por 12 h (c, d) e 6 h (a, b).	85
Figura 53 – Imagens de MEV da seção transversal de substrato poroso de alumina Vitro Ceram infiltrado por 12 h com PMMA.	85

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 – Materiais cerâmicos, denominações comerciais e técnicas de manufatura de alguns sistemas totalmente cerâmicos	31
Quadro 2 – Principais características e indicações dos diferentes <i>copings</i> do sistema <i>In Ceram</i> disponíveis no mercado para restaurações livres de metal (<i>metal-free</i>).....	35
Quadro 3– Especificações dos materiais utilizados	48
Quadro 4 – Comparativo dos resultados obtidos no teste de flexão e microdureza referente ao trabalho atual e o da literatura.....	75

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 –	Propriedades físicas e mecânicas do PMMA.....	25
Tabela 2 –	Espectroscopia de fluorescência de raio X (EDX).....	65
Tabela 3 –	Dados obtidos para a absorção de água, porosidade, densidade aparente e retração linear das amostras de alumina sinterizadas à 1400 °C e com infiltração de PMMA	69
Tabela 4 –	Comparação de médias para absorção de água, porosidade aparente e densidade aparente de amostras independentes, pelo teste de Tukey ao nível de 5% de significância estatística	70
Tabela 5 –	Resistência à flexão e microdureza das aluminas sinterizadas a 1400 °C e infiltradas com PMMA	72
Tabela 6 –	Comparação da igualdade de médias para os ensaios de resistência à flexão e microdureza de amostras independentes, pelo teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.....	75

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

ABNT	– Associação Brasileira de Normas Técnicas
AG	– Alumina Aglass
AC	– Alumina Alcoa
ALCOA	– Alcoa Indústria de Alumínio S/A
ALGLASS	– Indústria de Alumínio S/A
CAD-CAM	– Computer-aided-design-manufacturing
COOPING	– Casquete de infraestrutura
DG	– Distribuição Granulométrica
DRX	– Difração de raios X
EDS	– Espectrômetro de Dispersão de Energia
IC	– In Ceram
In-Ceram	– Cerâmica Infiltrada
ISO	– International Organization for Standardization
LaMMEA	– Laboratório Multidisciplinar de Materiais e Estruturas Ativas
MMA	– Metacrilato de metila
PICN	– Corpo de prova
PMMA	– Poli (metacrilato de metila)
PPFs	– Próteses Parciais Fixas
UFCG	– Universidade Federal de Campina Grande
VC	– Vitro Ceram
α	– Fase estável da alumina
γ	– Energia de superfície do infiltrante
θ	– Ângulo de contato
2θ	– Ângulo de difração
n	– Viscosidade

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	17
2	OBJETIVOS	19
2.1	Objetivo geral	19
2.2	Objetivos específicos	19
3	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	20
3.1	Materiais cerâmicos	20
3.1.1	Empacotamento de Partículas	21
3.1.1.1	Efeitos da Distribuição de Tamanho de Partículas	21
3.2	Polímeros	23
3.2.1	Poli (metacrilato de metila) – PMMA	24
3.2.2	Mecanismos de Polimerização	26
3.3	Desenvolvimento dos materiais cerâmicos na odontologia	29
3.4	Prótese parcial fixa	32
3.5	Próteses sem infraestrutura metálica	34
3.5.1	In Ceram Alumina	35
3.6	Estudos envolvendo aluminas infiltradas com vidros	37
3.7	Infiltração de polímeros em substratos cerâmicos porosos com fins odontológicos	42
4	METODOLOGIA	48
4.1	Materiais	48
4.2	Métodos	49
4.2.1	Preparação e Caracterização da Matéria Prima	50
4.2.1.1	Análise Química por Fluorescência de Raios X (EDX)	50
4.2.1.2	Análise de Difração de Raios X (DRX)	50
4.2.1.3	Análise do Tamanho das Partículas	51
4.2.2	Confecção das Amostras de Alumina	51
4.2.3	Sinterização	52
4.2.4	Infiltração dos Corpos de Prova como Monômero MMA	52
4.2.4.1	Condições de Infiltração	53
4.2.4.2	Caracterização Microestrutural e Físico-Mecânica	57
4.2.4.2.1	Microscopia Eletrônica de Varredura	57

4.2.4.2.2	Microscopia Ótica.....	58
4.2.4.2.3	Absorção de Água, Densidade e Porosidade Aparente e Retração de Queima	59
4.2.4.2.4	Retração Linear	60
4.2.4.2.5	Resistência Mecânica a Flexão	61
4.2.4.2.6	Microdureza Vickers.....	62
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	64
5.1	Caracterização da matéria prima	64
5.2	Caracterizações das amostras após compactação e infiltração	68
6	CONCLUSÕES.....	86
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTURO	87
	REFERÊNCIAS	88

1 INTRODUÇÃO

Os materiais cerâmicos vêm sendo muito utilizados na odontologia, ganhando cada vez mais espaço e importância ao longo dos anos. As cerâmicas usadas na odontologia, cerâmicas odontológicas, são utilizadas para confecção de restaurações indiretas que visam à substituição de elementos dentais perdidos devido as vantagens apresentadas por esse material, como adequada resistência a compressão e abrasão, estabilidade de cor, baixa condutibilidade térmica e elétrica, radiopacidade, estabilidade química, coeficiente de expansão térmica, próximo ao da estrutura dentária e excelente potencial para simular a aparência dos dentes naturais (PAGANI; MIRANDA; BOTTINO, 2003). Esses compostos apresentam-se, atualmente, como um dos principais materiais na ciência e arte da reconstrução dentária.

As restaurações mais tradicionais são as metalocerâmicas, em que uma infraestrutura ou *coping* de liga metálica é confeccionado e recoberto por camadas de porcelanas, no entanto há grandes limitações no que se refere à dificuldade de se conseguir adesão ao metal e há o comprometimento da cinta metálica na região cervical, prejudicando desta forma a estética da restauração. Isso impulsionou o desenvolvimento de novos materiais e sistemas de infraestruturas totalmente cerâmicos que podem ser utilizados como indicação para restaurações unitárias e prótese fixa de pequena extensão (MYERS et al., 1994).

Por outro lado, a cerâmica, embora seja o material sintético que melhor reproduz a estrutura dos dentes, apresenta baixa resistência à tração, o que atua como fator limitante de sua aplicação (NÓBREGA; JOÃO; LACROIX, 2006). Nesse sentido, houve o desenvolvimento de estudos visando à descoberta de reforços internos para estas estruturas, o que têm melhorado significativamente esta propriedade (JOÃO; NÓBREGA; LACROIX, 1999; CHAIN; ARCARI; LOPES, 2000; MOHAMMAD; MASSIMILIANO; MICHAEL, 2003). McLeane Hughes (1965) introduziram as cerâmicas reforçadas por cristais de alumina o que possibilitou que estes materiais apresentassem o dobro da resistência quando comparadas às cerâmicas feldspáticas convencionais, sendo possível confeccionar coroas livres de metal. Considerado um caminho promissor, a incorporação de óxido de alumínio (Al_2O_3), continuou sendo pesquisada, chegando-se ao desenvolvimento de sistemas compostos por matriz de alumina ou mesmo totalmente de alumina. Sadoun (1988)

começou a trabalhar com *copings* aluminizados infiltrados por vidro, com cerca de 97% de óxidos de alumínio, criando um sistema de alta resistência. Este sistema, apresentado pela companhia VITA recebeu o nome de *In-Ceram* (VITA Zahnfabrick). Os novos *copings* cerâmicos à base de alumina de alta pureza apresentam também alta resistência mecânica à compressão e possibilitam a confecção de uma estrutura porosa, que convenientemente infiltrada com vidro, podem ser utilizadas em próteses dentárias fixas (BOTTINO et al., 2002).

A cerâmica aluminizada infiltrada por vidro permite a confecção de estruturas em cerâmica de extrema resistência e ajuste preciso. O sistema possibilita confeccionar coroas anteriores e posteriores, pontes fixas anteriores com até três elementos, *inlays*, *onlays* e coroas sobre implantes (McLEAN, 2001).

Dentro da linha de materiais odontológicos infiltrados para substituição coronária ou de elementos dentários perdidos o sistema "*In Ceram*" alumina vem sendo um dos mais utilizado pelas ótimas propriedades funcionais oferecidas. Esse sistema consiste de um casquete com alto teor de alumina, que pode ser confeccionado por diferentes métodos de processamentos incluindo a técnica da barbotina e o sistema CAD CAM promovendo, desta forma, uma melhora em suas características mecânicas e estéticas (BORGES et al., 2003).

Por outro lado, atualmente há uma busca por novos sistemas odontológicos compostos por cerâmicas infiltradas por materiais poliméricos (HE; SWAIN; 2011; LI et al., 2014; COLDEA; SWAIN; THIEL, 2014; NGUYEN et al., 2014; DELLA BONA; CORAZZA; ZHANG, 2014), seja para melhorar o processo e qualidade de desbaste as peças produzidas por tecnologia CAD/CAM, e conseqüentemente a resistência da peça final, seja para aumentar a tenacidade a fratura de materiais utilizados na forma de compósitos. Deste modo, a pesquisa em estudo foi desenvolvida com o intuito de contribuir com o processo de desenvolvimento de substratos porosos de alumina, submetidos a infiltração polimérica, sendo um estudo de caráter inovador com elevado potencial de desenvolvimento de tecnologias e com base na literatura consultada inédito no país.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

O objetivo deste trabalho foi preparar matrizes cerâmicas à base de alumina infiltradas com poli (metacrilato de metila) e avaliar sua microestrutura e resistência mecânica, com perspectiva para aplicação em prótese dentária.

2.2 Objetivos específicos

- a) Executar a infiltração do monômero nos substratos porosos de alumina sobre condições à vácuo e de alta pressão e depois polimerizar *in situ* para obtenção de compósitos cerâmicos (Alumina/PMMA);
- b) Caracterizar os corpos de prova produzidos por microscopia eletrônica de varredura, porosidade, densidade, absorção de água;
- c) Determinar a resistência mecânica à flexão e a dureza das amostras infiltradas com polímero PMMA polimerizados *in situ*;
- d) Comparar as propriedades mecânica e física das aluminas comerciais com e sem infiltração de PMMA e comparar com aspectos microestruturais;
- e) Desenvolver uma metodologia de infiltração do monômero nos substratos porosos de alumina sobre condições à vácuo e de alta pressão;

3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

3.1 Materiais cerâmicos

Os materiais cerâmicos podem ser definidos como qualquer material inorgânico não metálico, obtido por meio de ligações iônicas e covalentes. O seu emprego como produto final é obtido por meio de um processo envolvendo um tratamento térmico a alta temperatura e são fabricados a partir de matérias-primas naturais e sintéticas. Os materiais cerâmicos naturais mais utilizados industrialmente são: argila, caulim, quartzo, feldspato, filito, talco, grafita e zirconita. Os sintéticos incluem, entre outras: alumina, carbetto de silício e nitreto de silício (WACHTMAN JR., 1989).

Os materiais cerâmicos são caracterizados por ligações atômicas fortes entre seus átomos, que são responsáveis por suas propriedades, muitas delas altamente desejáveis, como elevada dureza e ponto de fusão, estabilidade química e a alta resistência à abrasão. No entanto, as ligações químicas dos materiais cerâmicos lhes conferem um comportamento mecânico de caráter frágil, possuindo apenas deformação elástica (HAHN; PADMANABHAN, 1995; HAHN; AVERBACK, 1991).

Além do caráter frágil, há outros fatores que influenciam e limitam as características mecânicas das cerâmicas, como: I) características químicas, como inclusões (orgânicas e inorgânicas) e gradientes de composição (homogeneidade da composição química do pó) e II) características físicas, como, por exemplo, o tamanho e a forma dos grãos e dos poros. O desenvolvimento de materiais cerâmicos com maior confiabilidade e reprodutibilidade tem exigido a busca pela diminuição dos defeitos estruturais das peças após queima e o aumento da sua tenacidade à fratura. Nesse sentido, muitos estudos têm focado em um controle rigoroso do processamento desses materiais, desde a obtenção do pó até a densificação do corpo cerâmico final, visando minimizar defeitos presentes na microestrutura (PANDOLFELLI et al., 2000).

Neste contexto, o controle rigoroso da distribuição de tamanhos de partículas e sua influência no empacotamento da cerâmica têm sido muito estudados, principalmente no que tange as cerâmicas de alto desempenho, como alumina e zircônia, ou para aplicações que requerem maior confiabilidade e

segurança na aplicação, como a área odontológica. O empacotamento das partículas tem grande influência na densificação e cinética de sinterização da peça cerâmica, com marcante influência na quantidade e tamanhos de poros do produto final, o que é um fator crítico para a resistência do material cerâmico. Ademais, vários processos associados a infiltração de segundas fases em arcabouços cerâmicos porosos têm seu sucesso intimamente relacionado ao empacotamento e distribuição de tamanho de poros provocados no material cerâmico pelo empacotamento de suas partículas.

3.1.1 Empacotamento de Partículas

O princípio do empacotamento de partículas consiste basicamente na seleção de tamanhos adequados de partículas e no proporcionamento entre as quantidades desses tamanhos, visando obter compactos com densidades controladas (GEARY, 1961).

Os conhecimentos sobre empacotamento de partículas têm sido utilizados em diversos tipos de processamento cerâmico, uma vez que proporcionam importantes propriedades aos compactos. Distribuições de tamanho de partículas que favorecem a obtenção de compactos densos apresentam algumas vantagens em relação a estruturas com menor grau de empacotamento, como menor retração durante a queima e melhor sinterabilidade, já que os poros na estrutura são menores, podendo ser eliminados mais facilmente. A obtenção de materiais isentos de macroporos e, portanto, com maior resistência mecânica também é favorecida. Além disso, a distribuição granulométrica afeta diretamente o comportamento reológico de suspensões, e quando adequada, permite conciliar alto teor de sólidos com baixa viscosidade. Pode-se controlar ainda o tamanho e formato de poros intersticiais do compacto, de modo a se obter velocidades de secagem e permeabilidade mais elevadas, o que em geral é conseguido em estruturas com baixa densidade de empacotamento (FUNK; DINGER, 1992).

3.1.1.1 Efeitos da Distribuição de Tamanho de Partículas

A distribuição de tamanho de partículas tem influência nas propriedades finais das cerâmicas sinterizadas (porosidade, densidade e resistência mecânica)

como também nas características físicas durante o processamento de sistemas particulados, como viscosidade, escoabilidade, permeabilidade e velocidade de secagem. Um empacotamento monomodal de partículas (partículas do mesmo tamanho) deixa vazios (poros) entre as partículas e a densidade de empacotamento poderá ser melhorada pela adição aleatória de partículas menores. A condição necessária é que os espaços vazios sejam preenchidos sem o aumento do volume total. Em sistemas microparticulados, o empacotamento de partículas com distribuição bimodal de tamanhos (partículas com dois tamanhos diferentes) resulta em densidades maiores do que o empacotamento de partículas com distribuição monomodal de tamanhos.

O comportamento básico para um empacotamento bimodal aleatório denso é apresentado na Figura 1. O volume de empacotamento, denominado volume específico (relação do volume e massa), é mostrado como uma função da composição de tamanhos de partículas para misturas compostas de partículas esféricas grandes e pequenas. Na Figura 1 (volume específico versus composição) pode-se observar a variação da densidade de empacotamento em função do tamanho de partícula (GERMAN, 1989).

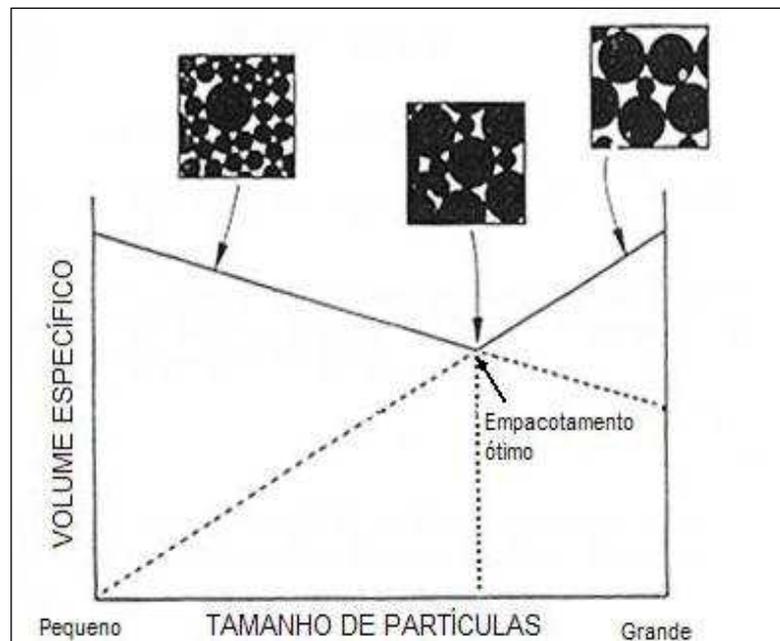


Figura 1 – Redução do volume específico para uma mistura de esferas grandes e pequenas, mostrando a condição de empacotamento máximo onde as esferas pequenas preenchem os vazios formados pelo empacotamento das esferas grandes.

Fonte: German (1989).

Considerando as partículas maiores, o volume específico diminui à medida que as partículas pequenas são adicionadas. Estas ocupam os vazios deixados pelo arranjo ordenado das partículas maiores, quando estas estão em condições de empacotamento máximo. O aumento da quantidade de partículas menores resulta na diminuição da densidade de empacotamento, pois provocam um aumento na distância entre as partículas maiores. Este processo é representado pela Figura 1.

Em contraste, um recipiente preenchido com partículas pequenas, pode ter o seu volume de vazios diminuído se forem substituídos por partículas grandes (inteiramente densas). Este processo conduz a um aumento na densidade devido à eliminação dos vazios deixados pelas partículas pequenas. A substituição dos vazios pelas partículas grandes continua até uma concentração onde as partículas grandes entrem em contato, este processo é representado pelo lado esquerdo do gráfico. O ponto com volume específico mínimo para a mistura corresponde à interseção destas duas curvas. Desta forma, é obtida a densidade máxima de empacotamento com um volume de partículas grande maior que o volume de partículas pequenas (GERMAN, 1989).

O empacotamento das partículas dos materiais cerâmicos influencia não apenas a densificação dos compactos a verde e após queima, mas também na definição do tamanho de poros (e sua distribuição) de corpos cerâmicos pré-sinterizados. A distribuição de tamanho de poros de corpos cerâmicos porosos será de fundamental importância para processos de produção de compósitos produzidos com a infiltração de segundas fases no material cerâmicos (GERMAN, 1989).

Compósitos cerâmicos obtidos com a infiltração de fases vítreas e, recentemente, com fases poliméricas, vêm sendo utilizados como materiais para fins odontológicos, apresentando destacado desempenho em várias funções. Deste modo, a compreensão da influência do empacotamento de partículas na definição da porosidade do corpo cerâmico é vital para o sucesso dessas aplicações odontológicas, vindo ao encontro dos objetivos desta pesquisa.

3.2 Polímeros

Os polímeros constituem uma classe de materiais, assim denominados, por apresentarem muitas (“poli”) e pequenas unidades estruturais (“meros”) em sua cadeia principal, sendo de origem natural ou sintética (MANO, 2003).

O principal polímero utilizado em próteses provisórias e em matrizes de compósitos dentais é o poli (metacrilato de metila), PMMA (ANUSAVICE, 2005).

3.2.1 Poli (metacrilato de metila) – PMMA

O poli (metacrilato de metila) ou também resina acrílica, é um material polimérico sintético do grupo dos plásticos. É um termoplástico de cadeia linear (Figura 2) com cristalinidade muito baixa, possui alto massa molar (10^5 a 10^6) (MANO, 2003).

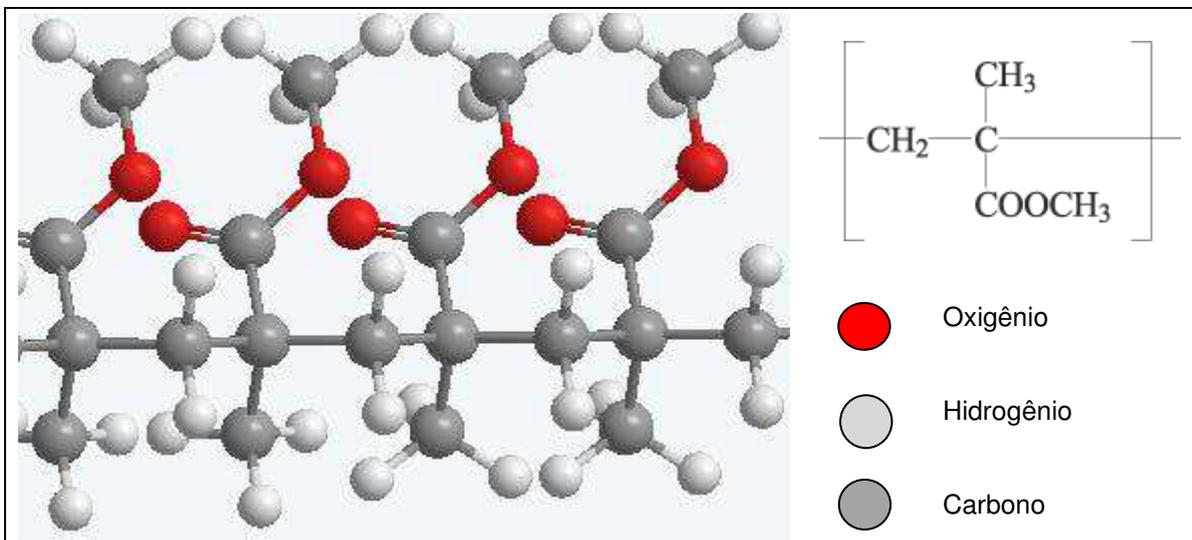


Figura 2 - Macromolécula de poli (metacrilato de metilo) (PMMA).
 Fonte: Challa (1993).

É um material com baixa densidade ($1,2 \text{ g/cm}^3$), boa resistência química, ótimas propriedades ópticas, transparente, incolor e baixa condutibilidade elétrica (ANUSAVICE, 2005). Tem como características facilidade de manipulação e polimento (VALLITTU; NARVA; LASSILA, 2004). As propriedades mecânicas deste material (Tabela 1) apresenta baixa resistência a tração, baixa resistência a compressão transversal e tenacidade (ANUSAVICE, 2005). Apresenta comportamento frágil em baixas temperaturas, mas com o aumento da mesma, passa a ter comportamento altamente dúctil.

Tabela 1 – Propriedades físicas e mecânicas do PMMA

Propriedades	PMMA
Resistência a Tração (MPa)	48,26 a 75,84
Alongamento (%)	2 a 10
Resistência a Compressão (MPa)	82,73 a 124,10
Resistência ao Impacto (ft.lb/in)	0,3 a 0,5
Massa molecular (u)	500.000 - 1.000.000
Densidade (g/cm ³)	1,18
Temperatura de fusão cristalina (°C)	160
Temperatura de transição vítrea (°C)	105

Fonte: Mano e Mendes (1998).

O PMMA possui temperatura de transição vítrea (T_g) de 105 °C (MANO, 2003). A preparação do PMMA ocorre através da mistura de iniciador peróxido de benzoila com o líquido constituído por monômero de metacrilato de metila (MMA). Esta mistura gera uma ativação química que inicia a reação de polimerização por mecanismo de adição via radicais livres. Esta reação ocorre em três etapas: iniciação, propagação e terminação (LUNG; DARVELL, 2005).

O PMMA devido às vantagens que apresentam vem sendo utilizado em grande escala na odontologia. O uso dos polímeros a base de resina acrílica foi para confecção de aparelhos protéticos, confecção de dentes artificiais, aparelhos ortopédicos maxilares, facetas, coroas e pontes, obturação de fendas palatinas, implantes e obturações endodônticas (DE MIRANDA, 2005).

Este polímero é sintético, auto ou termicamente polimerizado, usado como material para base de prótese e, portanto, são clinicamente aceitáveis possuindo as seguintes propriedades: aparência natural, durabilidade, insolubilidade e baixa absorção em fluidos orais, ausência de gosto e odor, propriedades térmicas satisfatórias, união a plásticos, metais e porcelanas.

A apresentação desses materiais é na forma de pó e líquido. O pó é composto por grãos de polímeros (PMMA), iniciador, pigmentos, corantes, opacificadores, plastificante, fibras orgânicas, partículas inorgânicas (WARD, 1983). O líquido contém monômero (metacrilato de metila), inibidor, acelerador e agente de ligação cruzada.

O monômero metacrilato de metila (MMA) contém um grupamento vinílico na sua fórmula estrutural, ou seja, dois átomos de carbono estão ligados entre si por meio de uma ligação covalente dupla (Figura 3). Quando a ligação dupla é rompida,

dois pontos de reação tornam-se disponíveis para conexões com outras moléculas. Esses polímeros são considerados bifuncionais e podem formar uma estrutura molecular bidimensional em forma de cadeia (CALLISTER, 2002).

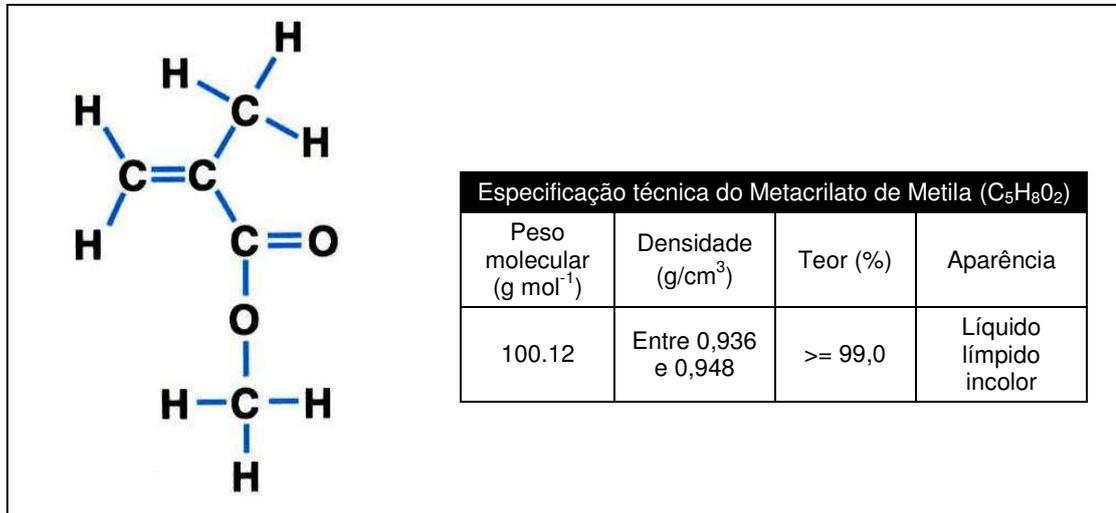


Figura 3 – Especificação técnica do produto (Metacrilato de metila).

Fonte: Adaptado de Neon (2014).

A polimerização do MMA é por adição, via radical livre. A iniciação da reação pode ser ativada por luz ultravioleta, por luz visível, por calor ou por iniciador químico. As condições de polimerização, tais como temperatura, método de ativação, tipo de iniciador usado e sua concentração, pureza dos agentes químicos e outros interferem no produto final.

O MMA (Figura 3) é um líquido claro e transparente a temperatura ambiente e apresenta as seguintes propriedades físicas: ponto de fusão, -48 °C; ponto de ebulição, 100,8 °C; densidade, 0,945 g/ml a 20 °C e calor de polimerização, 12,9 kcal/mol. Durante o processo de polimerização as grandes moléculas são sintetizadas a partir de moléculas menores e haverá uma distribuição dos comprimentos das cadeias, ou dos pesos moleculares, pois as diferentes cadeias de polímeros não irão crescer até o mesmo comprimento (CALLISTER, 2002).

3.2.2 Mecanismos de Polimerização

Uma cadeia polimérica não consiste na combinação aleatória de átomos, mas sim na repetição de grupos de átomos distintos, derivados de pequenas moléculas ou monômeros, das quais as cadeias do polímero são formadas

(BILLMEYER, 1984). Os monômeros são geralmente líquidos ou gases, que durante o processo de polimerização são convertidos em sólidos cristalinos, semi cristalinos ou amorfos.

Para que a polimerização ocorra, cada monômero deve ser capaz de se ligar por reação química a duas ou mais moléculas de monômero e deve ter funcionalidade igual ou superior a dois. A conversão de moléculas de monômero em polímeros pode ocorrer tanto por uma reação de adição quanto por uma reação de condensação. Na polimerização por adição, formam-se moléculas de alto peso molecular, enquanto na condensação, formam-se moléculas de peso intermediário. Na polimerização por adição, um local reativo é criado para onde os monômeros são rapidamente atraídos, formando a cadeia polimérica quase instantaneamente. A polimerização por condensação forma, inicialmente, dímeros que depois se unem para formar unidades maiores (KINE; NOVAK, 1985).

A polimerização por adição é usada quase exclusivamente para a preparação de polímeros a partir de monômeros com a estrutura geral $\text{CH}_2=\text{CHR}_1$ e $\text{CH}_2=\text{CR}_1\text{R}_2$. Os polímeros empregados extensivamente nos procedimentos restauradores são produzidos geralmente por reação de adição exotérmica desencadeada via radical livre.

O processo de polimerização via radical livre segue um conhecido padrão e requer três etapas para formar as espécies reativas que iniciarão a reação de polimerização: iniciação, propagação e terminação, que serão descritas a seguir (RODRIGUES; NEUMANN, 2003). A primeira etapa é a iniciação e, usualmente, envolve a formação de radicais livres que podem ser definidos como centros ativos de polimerização. Esses radicais são representados por uma molécula com um elétron desemparelhado na sua camada de valência e derivam de iniciadores (aditivos), que podem ser uma ou mais substâncias capazes de produzir radicais livres (MANO, 2003). Quando radicais livres são gerados na presença de monômeros vinílicos, o radical reage com a dupla ligação de carbono do monômero para gerar outro radical, o radical da cadeia. Uma vez formado na etapa de iniciação, o radical da cadeia é capaz de reagir com sucessivos monômeros na propagação da cadeia. A terminação pode ocorrer por combinação de duas cadeias em crescimento, por desproporcionamento e por transferência de cadeia. No primeiro caso, duas cadeias em crescimento combinam-se, e uma molécula de polímero é produzida. No desproporcionamento, duas moléculas são produzidas,

uma insaturada e outra saturada. Na transferência de cadeia, ocorre a reação entre um radical e uma molécula (polímero não reativo). Se a molécula é insaturada, como nos monômeros vinílicos, a transferência de átomo (normalmente um hidrogênio) pode ocorrer em duas direções. A terminação por transferência de cadeia permite a polimerização da ligação dupla e o surgimento de ramificações (BILLMEYER, 1984).

Para que o primeiro estágio de polimerização ocorra, faz-se necessária a presença de radicais livres. Os radicais livres podem ser obtidos a partir da cisão (hemólise) de uma ligação simples ou por transferência de elétrons. No primeiro caso, a reação é monomolecular, e os iniciadores mais comuns são os peróxidos orgânicos e os compostos azo. O peróxido decompõe-se em dois radicais benzoil por cisão da ligação peroxi (—O—O—), que apresenta baixa energia de ligação. O radical benzoil pode ainda se decompor em um radical fenil e CO_2 (Figura 4).

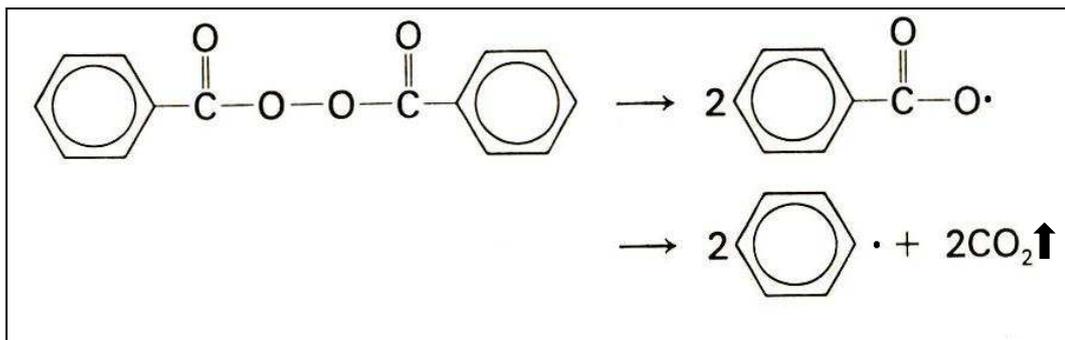


Figura 4 – Decomposição do peróxido.

Fonte: Adaptado de Young e Lovell (1991).

Essa decomposição, entretanto, não tem efeito sobre a reatividade da reação, já que, na presença de um monômero vinil, tanto o radical benzoil como o fenil são reativos (YOUNG; LOVELL, 1991).

A decomposição do peróxido (Figura 4) para produzir radicais livres envolve duas reações, termo e fotoquímica. A termodecomposição ocorre a temperatura de $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ (MANO, 2003). Nesse caso, a taxa de geração de radicais não pode ser rapidamente controlada por causa da capacidade de aquecimento do sistema. A polimerização foto iniciada, por outro lado, pode ser controlada com precisão, desde que a intensidade da luz de iniciação seja controlada, podendo ocorrer em comprimentos de onda diferentes. A luz com um comprimento de onda menor pode iniciar a polimerização diretamente, isto é, sem a presença de um iniciador foto químico. Entretanto é um costume usar um iniciador foto químico, que se decompõe

por luz ultravioleta na região de 360 nm. Nesse comprimento de onda, a iniciação direta da decomposição do monômero não ocorre. Por outro lado, os foto iniciadores são usados em casos de temperaturas inferiores a 50 °C, pois a decomposição térmica não ocorre. As lâmpadas de mercúrio, fluorescente ou lasers podem ser usadas para decompor o peróxido de benzoila, porque apresentam comprimento de onda de 360 nm (BILLMEYER, 1984).

A produção de radicais livres por transferência de elétrons e bi molecular exige a presença de um iniciador e um co-iniciador, que funciona como agente redutor (MEYER; ERNST; WILLERSHAUSEN, 2003).

3.3 Desenvolvimento dos materiais cerâmicos na odontologia

As cerâmicas são os materiais mais utilizados na odontologia para repor dentes perdidos ou partes deles. A primeira coroa totalmente estética foi confeccionada com um tipo de cerâmica feldspática sobre uma lamina de platina. Em 1980 Land confeccionou esse tipo de coroa unitária, mas não obteve sucesso devido às propriedades mecânicas indesejáveis, restringindo as suas indicações clínicas devido às constantes fraturas apresentadas (LAND, 1903).

Em 1962, foi patenteada uma porcelana feldspática, que podia ser aplicada sobre uma liga de ouro por apresentar temperatura de sinterização mais baixa na ordem de 1050 °C, evitando distorções nas ligas metálicas. As restaurações metalocerâmicas tornaram-se então uma realidade, por apresentarem resistência mecânica e uma interfase confiável entre o metal e a porcelana. Surgiram, em seguida, várias subestruturas metálicas dentre elas, o níquel-cromo que tem como vantagens baixo custo, excelentes propriedades mecânicas e adesão a porcelana, no entanto apresenta como desvantagens, formação excessiva de óxidos, dificuldade de acabamento e polimento e biocompatibilidade duvidosa. A liga de níquel pode causar reações alérgicas em indivíduos sensíveis ao berílio, utilizado para reduzir a formação de óxidos e melhorar a fusibilidade, podendo também ser considerado um elemento carcinogênico (MCLEAN, 2001; LEINFELDER, 1997). Em 1970 novas técnicas surgiram para solucionar o problema visível da cinta metálica na região cervical das coroas ocasionando uma estética desagradável principalmente em pacientes que apresentavam fenótipo gengival fino ocasionando aspecto acinzentado nessa região.

As restaurações metalo-cerâmicas com porcelana de ombro melhorava a estética na região cervical, mas o resultado final tornava-se indesejável, pois a luz não passava de forma natural resultando em uma restauração opaca. Houve então a necessidade de desenvolver uma subestrutura mais fiel às características ópticas dentais (HSIEH et al., 2008; HEFFERNAN et al., 2002). Nesse sentido, na década de 60, McLean e Hughes (1965), incluíram na porcelana feldspática com 40 a 50% de óxido de alumínio, com a finalidade de melhorar as propriedades mecânicas do material. Esse material consiste de uma matriz vítrea envolta a uma segunda fase de cristais individuais. Essas partículas de alumina atuavam impedindo a propagação de trincas elevando a resistência à flexão para cerca de 150 MPa (HSIEH et al., 2008).

Apesar do aumento na resistência a flexão dessa subestrutura ainda torna-se limitada o seu uso na reposição dos elementos dentários posteriores. Subestruturas mecanicamente superiores ainda precisavam ser desenvolvidas para ter segurança no uso da cerâmica pura. Atualmente existem sistemas cerâmicos que vem sendo utilizado para solucionar o problema da utilização das estruturas metalocerâmica utilizadas para repor elementos dentários perdidos, pois os *copings* (casquetes) metálicos utilizados apresentavam estética indesejável. As infraestruturas de alumina e zircônia foram desenvolvidas com o intuito de substituir os *copings* metálicos por *copings* livre de metal (DE MIRANDA, 2005).

Os estudos voltados a substituição da infraestrutura metálica por um núcleo cerâmico remontam ao final do século passado, partindo do princípio do uso de reforço na microestrutura das cerâmicas já utilizadas na odontologia. No início de 1990, foi lançado um vidro ceramizado prensado chamado IPS Empress® (Ivoclar/Vivadent), o qual consiste em uma cerâmica vítrea fundível (derivada do sistema químico $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-K}_2\text{O}$), com reforço de cristais de leucita. Isso resultou em materiais com excelente resistência à flexão, com uso indicado em dentes posteriores (DE MIRANDA, 2005). Em seguida surgiu o IPS-Empress® 2 (Ivoclar/Vivadent), que consiste em cerâmica vítrea (vitro-cerâmica) que contém o dissilicato de lítio ($\text{LiO}_2\text{-2SiO}_2$) como fase cristalina principal. A microestrutura final consiste de aproximadamente 60% em volume de cristais de dissilicato de lítio, medindo entre 0,5 a 5 μm e uma segunda fase cristalina composta por orto fosfato de lítio (Li_3PO_4) com partículas de 0,1 a 0,3 μm (encontradas em pequena quantidade) (DE MIRANDA, 1999; BOTTINO et al., 2002; CRAIG; POWERS, 2004).

Logo após o surgimento da IPS Empress® 2, outras cerâmicas mais resistentes mecanicamente foram desenvolvidas, incluindo a Procera® All Ceram (Nobelpharma), que é uma cerâmica aluminizada para núcleo sinterizado, prensada a seco e usinada; o In-Ceram® Alumina, cerâmica de alumina parcialmente sinterizada e infiltrada por vidro; o In-Ceram® Zircônia, uma cerâmica de alumina-zircônia parcialmente sinterizada e infiltrada por vidro; a Lava®, bloco de zircônia para núcleo parcialmente ou completamente sinterizado, que é confeccionada pelo sistema CAD-CAM (do inglês “computer-aided design and computer-aided manufacturing”) (digitalização de modelos sem a necessidade de um padrão de cera); e o Cercon®, uma cerâmica de zircônia pré-sinterizada, usinada em um tamanho maior no estado pré-sinterizado, baseado na digitalização de um padrão de cera. Também é possível digitalizar dentes preparados e usinar uma prótese utilizando o sistema Cerec® (Sirona Corporation). O sistema Cerec® foi lançado em meados da década de 1980, e a melhoria do software e hardware levou aos sistemas Cerec® 2 e Cerec® 3 (ANUSAVICE, 2005). Alguns exemplos podem ser observados no Quadro 1.

O Quadro 1 representa os tipos de materiais totalmente cerâmicos mais utilizados na odontologia restauradora.

Quadro 1 – Materiais cerâmicos, denominações comerciais e técnicas de manufatura de alguns sistemas totalmente cerâmicos

Material Cerâmico	Marca Comercial	Técnica de Manufatura
Dissilicato de Lítio	IPS Empress 2	Prensagem a quente
	IPS e.max Press	Prensagem a quente
Leucita	IPS Empress	Prensagem a quente
	Optmal Pressable Ceramic	Prensagem a quente
	IPS ProCAD	Usinagem
Feldspato	Vitablocs Mark II	Usinagem
	VITA Triluce Bloc	Usinagem
	Vitablocs Esthetic Line	Usinagem
Alumina	In-Ceram Alumina	Colagem de barbotinas; usinagem
	In-Ceram Spinell	Usinagem
	Synthoceram	Usinagem
	In-Ceram Zirconia	Colagem de barbotinas; usinagem
	Procera	Densificação

Quadro 1 – Materiais cerâmicos, denominações comerciais e técnicas de manufatura de alguns sistemas totalmente cerâmicos

Material Cerâmico	Marca Comercial	Técnica de Manufatura
Zircônia (Zircônia Tetragonal Policristalina estabilizada com Ítria)	Lava	Usinagem a verde, sinterização
	Cercon	Usinagem a verde, sinterização
	Dc-Zircon	Usinagem
	Denzir	Usinagem
	Procera	Densificação, Usinagem

Fonte: Conrad, Seong e Pesun (2007).

3.4 Prótese parcial fixa

As restaurações indiretas são utilizadas quando a estrutura dental remanescente apresenta um grande grau de destruição. Tais restaurações podem ser classificadas quanto ao seu material de escolha e quanto à abrangência da estrutura a ser restaurada.

As próteses dentárias apresentam-se divididas em diversas classes e funções. Pode-se classificá-las inicialmente como unitárias (blocos e coroas) e múltiplas (pontes fixas). Quanto ao material de escolha, pode-se optar pelas restaurações metálicas fundidas (RMFs) em ligas de ouro, prata e de níquel-cromo ou laminados de cerâmicas vítreas sinterizadas (HOJJATIE; ANUSAVICE, 1990).

A prótese parcial fixa foi desenvolvida para reabilitar em forma e função dentes comprometidos parcial ou totalmente, devendo continuar unida permanentemente ao(s) remanescente(s) dentário na substituição de um ou mais elementos, impedindo a remoção de dentes vitais e não vitais que foram comprometidos por cárie, doenças periodontais, traumatismos. As próteses parciais fixas foram desenhadas para reabilitar um elemento dentário (coroas unitárias) ou para preencher espaços maiores (pontes fixas) localizadas anterior ou posteriormente em qualquer das arcadas desde que sejam ancoradas em remanescentes dentários (BARRATIERI et al., 2001).

Na confecção da prótese parcial fixa é necessário o desgaste do remanescente dentário de acordo com as normas de preparo cavitário (Figura 5).

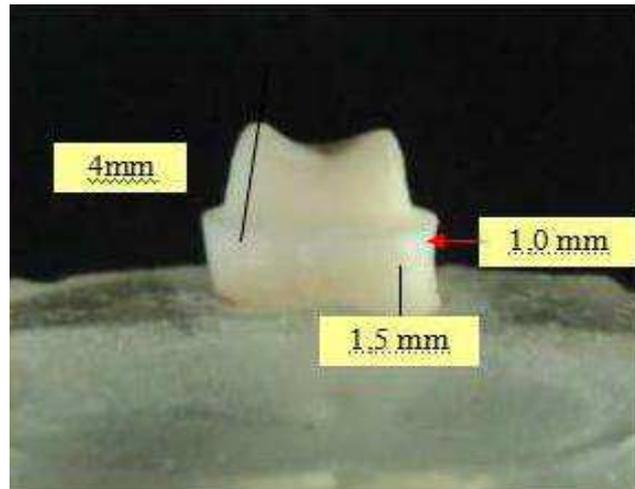


Figura 5 – Preparo dentário de primeiro pré-molar superior com suas respectivas alturas para as coroas do tipo In-Ceram Alumina.

Fonte: Pegoraro (1998).

O preparo dentário para as coroas do tipo In-Ceram Alumina® deve ter como características: Término cervical tipo chanfro profundo. Espessura de aproximadamente 1,5 mm (diâmetro da broca) em todas as faces do dente (face palatina e face vestibular). Na cúspide lingual, uma espessura de $\pm 1,5$ mm, por se tratar de uma área funcional da cúspide de contenção cêntrica. Na cúspide vestibular, uma espessura de $\pm 1,4$ mm. O ângulo de convergência cervical deve ser 2° a 5° (primeira inclinação) e de 5° a 10° (segunda inclinação), os ângulos externos devem ser arredondados, e a altura do preparo deve ser de aproximadamente 4 mm.

Os preparos dos elementos dentários remanescentes permitem um melhor desempenho biomecânico do sistema e o encaixe exato da restauração que podem ser preparadas em um sistema metálico, metaloplástico, metalocerâmico ou cerâmico (Figuras 6, 7 e 8) respeitando-se princípios biomecânicos e de biocompatibilidade necessários ao bom desempenho clínico. Com o desenvolvimento tecnológico as cerâmicas odontológicas atualmente podem ser classificadas de acordo com o tipo de material e prótese a ser confeccionada, técnicas de processamento adotadas, ou pelo material de infraestrutura utilizado (PEGORARO, 1998).



Figura 6 – Coroas de alumina livre de metal (a), preparo coronário para prótese fixa (b), cimentação da prótese fixa(c), prótese fixa cimentada (d).

Fonte: Pegoraro (1998).



Figura 7 – Coroas metalocerâmica.

Fonte: Catálogo de apresentação Nobel Biocare – Procera (2011).



Figura 8 – Coroas In Ceram Alumina.

Fonte: Catálogo de apresentação Nobel Biocare – Procera (2011).

3.5 Próteses sem infraestrutura metálica

Nos anos 80, Dr. Michiail (citado por BOTTINO et al., 2001) desenvolveu subestrutura cerâmica exclusivamente de alumina infiltrada por vidro. Este sistema denominado In Ceram (Vita Zahnfabrik) possibilitou a obtenção de subestrutura com alta concentração de alumina (85%). O sistema In-Ceram apresenta atualmente três composições distintas: In Ceram Alumina, In Ceram Spinell e In Ceram Zircônia (Quadro 2), indicadas para confecção de infraestruturas de reforço para prótese

parcial fixa, tal como detalhado no Quadro 2. No entanto essa pesquisa abordará com mais ênfase a alumina In Ceram pelo fato de ter sido o material de escolha para o referido estudo.

Quadro 2 – Principais características e indicações dos diferentes *copings* do sistema *In Ceram* disponíveis no mercado para restaurações livres de metal (*metal-free*).

Sistema Cerâmico	Nome Comercial	Material do Núcleo	Função	Resistência à Flexão (MPa)	Indicação
Sistema Cerâmico Infiltrado	In-ceram® Alumina (Vita)	Cerâmica vítrea infiltrada por alumina	Infraestrutura de reforço	236-600	Coroa unitária anterior e posterior, PPF de 3 elementos (incisivo central a canino)
Sistema Cerâmico Infiltrado	In-ceram® Spinell (vita)	Cerâmica vítrea infiltrada por aluminato de magnésio	Infraestrutura de reforço	280-380	Coroa unitária, anterior, facetas, <i>inlays</i> , <i>onlays</i>
Sistema Cerâmico Infiltrado	In-ceram® Zircônia (vita)	Cerâmica vítrea infiltrada por alumina e partículas estabilizadoras de zircônia	Infraestrutura de reforço	421-800	Coroa unitária posterior sobre dentes naturais ou implantes, próteses e PPF de 3 elementos

Fonte: Bottino et al. (2001).

3.5.1 In Ceram Alumina

A alumina, Al_2O_3 , ou óxido de alumínio, é muito utilizada na odontologia na sua forma mais estável, a fase alfa, devido as suas grandes vantagens em relação à biocompatibilidade aos tecidos bucais, alta resistência à degradação no meio oral, insolubilidade aos fluidos, resistência à abrasão, baixo coeficiente de expansão térmica (próximo ao dente), estabilidade de opalescência, cor e translucidez devido ao grau de pureza do material e os métodos de conformação da alumina (ACCHAR, 2007). Devido a todas essas características apresentadas foi o compósito cerâmico utilizado nesta pesquisa.

As cerâmicas com alta concentração de alumina geralmente contêm no mínimo 95% de óxido de alumínio e como apresentam alta resistência mecânica à compressão, possibilitam a confecção de uma estrutura porosa que depois de infiltrada com vidro pode receber a aplicação de cerâmicas de revestimento para prover a estética necessária. Estão indicadas para a confecção de coroas e pequenas próteses fixas. As partículas de alumina são mais resistentes mecanicamente que o vidro e mais eficientes na prevenção da propagação das trincas que o quartzo (NOORT, 2002).

Nesse sentido, Michail nos anos 80 idealizou um novo método para confecção de restaurações de cerâmica pura com alta resistência e uma baixa contração de processamento. Este método é conhecido como In-Ceram®. O sistema In-Ceram® Alumina, o qual usa casquetes de alumina sinterizada em alta temperatura e infiltrada com vidro foi introduzido para a fabricação de próteses parciais fixas (PPFs) anteriores de três elementos e tem demonstrado resultados funcionais e estéticos na área anterior (RAIGRODSKI, 2004; RAIGRODSKI; CHICHE, 2001). Uma gama de estudos tem mostrado que o In-Ceram® (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha) apresenta propriedades mecânicas satisfatórias para sua indicação em próteses fixas de três elementos na região anterior da arcada dentária, porém os resultados não o credenciam para próteses fixas posteriores com mais de um elemento (RIZKALLA; JONES, 2004).

Ao elevar a quantidade de alumina acima de 85% se obtém um material de altíssima resistência à compressão. Este material é aplicado em finas camadas sobre um modelo refratário e, após a secagem, é sinterizado em temperaturas da ordem de 1100 °C. Após esta, se necessário, podem ser feitas correções para verificação e melhoria da adaptação ao modelo de trabalho. Aplica-se a seguir o pó de vidro misturado com água através de pincel de manipulação sobre a face externa do corpo cerâmico e procede-se a uma nova queima em torno de 1100 °C para a infiltração do vidro. Não há variação dimensional após a infiltração do vidro, pois esta ocorre através dos espaços intersticiais das partículas de alumina determinando o aumento da translucidez e a cor desejada da base da coroa restauradora. O óxido de alumínio parcialmente sinterizado e infiltrado com vidro de boro e lantânio é indicado para coroas anteriores e posteriores, e prótese parcial fixa anteriores de três elementos (SORENSEN; KNODE; TORRES, 1992).

As cerâmicas a base de alumina são essencialmente utilizadas como materiais estruturais devido a seu elevado módulo de elasticidade, alta resistência ao desgaste, ao ataque químico e estabilidade a elevadas temperaturas. Entretanto, algumas propriedades tais como a baixa tenacidade à fratura e baixa resistência mecânica para cerâmicas a base de alumina mais comuns (micro-estruturas mais grosseiras), limitam sua gama de aplicação (SORENSEN; KNODE; TORRES, 1992). Porém, o compósito In-Ceram tem como vantagem uma resistência à flexão e tenacidade à fratura moderadamente alta (BOTTINO et al., 2001; ANUSAVICE; TASKONAK; MECHLSKY, 2005), devido à obtenção de estrutura com fases

interpenetrantes (CAMPBELL et al., 1995; CLARKE, 1992).

A melhora na resistência do material é dividida em duas etapas. Primeiramente, a maioria dos defeitos é preenchida com o vidro usado para infiltração e os defeitos criados pelo tratamento superficial são parcialmente revertidos. Secundariamente, o coeficiente de expansão do vidro usado para infiltração é diferente daquele do núcleo de alumina. A cobertura do vidro na superfície, depois do tratamento a quente, cria uma cobertura uniforme de tensões compressivas, que fortalece a fase vítrea e o material compósito. A diferença nos coeficientes de expansão térmica entre a alumina e o vidro produz tensão compressiva no vidro na interface alumina-vidro, o que aumenta a resistência do material (WILDGNOOSE; JOHNSON; WINSTANLEY, 2004), representando papel fundamental na resistência clínica das restaurações cerâmicas (JONES, 1998). A alta resistência à flexão do material de alumina infiltrado por vidro (In-Ceram®) depende da resistência das ligações formadas na sinterização entre as partículas de óxido de alumínio e do completo molhamento da microestrutura de poros abertos pelo infiltrante (o vidro de lantânio) (RIZKALLA; JONES, 2004).

Depois da fabricação da infraestrutura, o material de núcleo de alumina infiltrada é recoberto com porcelana feldspática e passa por um processo de queima e glazeamento à temperatura que pode variar de 700 a 900 °C. Este material de recobrimento estético tem coeficiente de expansão térmica semelhante ao da infraestrutura de alumina (TYSZBLAT, 1988).

A Norma ISO 6872 (INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION), estabelece como valores mínimos de resistência à flexão: 100 MPa para infra-estrutura cerâmica, 55 MPa para cerâmica de corpo (dentina), e 50 MPa para cerâmica de cobertura (esmalte).

3.6 Estudos envolvendo aluminas infiltradas com vidros

Ogasawara et al. (2008) estudaram a infiltração (em diferentes condições) do vidro de lantânio em alumina parcialmente sinterizada e a sua relação com a resistência à flexão. As barras de In-Ceram Alumina, fraturadas em flexão por 3 pontos, foram lixadas, polidas e caracterizadas por microscopias ótica e eletrônica de varredura (MEV). A micrografia ótica confirma que os núcleos de barras In-Ceram Alumina (sinterizada a 1120 °C durante 2 h) infiltrada durante 6 h (ou 2 h) nas

temperaturas de 1100 °C, 1100 °C, 1120 °C e 1130 °C não se diferem notavelmente. O MEV também mostra que a microestrutura interna de barras In-Ceram Alumina infiltradas com vidro de lantânio a 1120 °C e 1130 °C é complexa.

Della Bona et al. (2008) caracterizaram a micro-estrutura, composição e propriedades mecânicas de cerâmicas compostas por alumina infiltradas por vidro, tais como In-Ceram Alumina (Vita); Vitro-Ceram (Angelus), Turkom-Cera (Turkom-Ceramic); Ceramcap (Foto-Ceram) e Alglass (Celmat). As análises de MEV e de EDS (espectroscopia de energia dispersiva) revelaram que os aspectos das microestruturas foram semelhantes para todas as cerâmicas, exceto para Vitro-Ceram com zircônia e yttria e o Ceramcap que apresentou 84% de chumbo na fase vítrea em substituição ao lantânio. Tal resultado acarretou na retirada do material do mercado. O Turkom-Cera, Ceramcap e Alglass mostraram valores de resistência à flexão significativamente menores que as outras cerâmicas.

Bottino et al. (2009) compararam a resistência à flexão de duas cerâmicas de alta resistência infiltrada de vidro e duas de recobrimento de vitrocerâmica. Quatro materiais cerâmicos foram testados: duas cerâmicas de alta resistência infiltrada de vidro utilizados em restaurações livres de metal [In-Ceram Zircônia IZ (Gr1) e In-Ceram Alumina IA (Gr2)], e dois vidros-cerâmica utilizado como material de revestimento em restaurações livres de metal [Vita VM7 (Gr3) e Vitadur- α (Gr4)]. Os espécimes na forma de barras (25 × 5 × 2 mm) foram feitos a partir de cerâmica com núcleo de alumina, zircônia e compósitos/alumina, preparados em um molde de silicone. Os espécimes IZ e IA foram parcialmente sinterizadas de acordo com o ciclo de queima de cada material, e, em seguida, foram infiltrados com um vidro de baixa viscosidade para se obter amostras de barras de alta densidade e resistência. Os espécimes Vita VM7 e Vitadur- α foram feitas a partir de materiais de revestimento, pela vibração de pasta de porcelana em pó e condensado em uma matriz Teflon (25 × 5 × 2 mm). O excesso de água foi removido com papel absorvente. Os espécimes de cerâmica foram então removidos da matriz e foram separadas, como recomendado pelo fabricante. As amostras foram testados num ensaio de flexão de três pontos. Os materiais de núcleo (Gr1: 436,1 ± 54,8; GR2: 419,4 ± 83,8) apresentaram maior resistência à flexão (MPa) do que as cerâmicas folheado (GR3: 63,5 ± 9,9; Gr4: 57,8 ± 12,7). Aln-Ceram Alumina e Zircônia foram estatisticamente semelhantes entre si e mais resistente do que VM7 e Vitadur- α .

Gordilho et al. (2009) investigaram na literatura adaptação marginal dos principais sistemas de cerâmica pura, visto que, este é um requisito fundamental para a longevidade das restaurações e para a saúde do órgão dentário e dos tecidos circundantes. Ficou estabelecido nesta revisão um patamar de fenda marginal máxima clinicamente aceitável, em torno de 120 μm . Foi observado ainda que dos tipos término: lâmina de faca, chanfro, ombro e ombro biselado usados para coroas totais de porcelana pura do sistema In Ceram Alumina, os melhores foram o chanfro e ombro biselado. Concluíram que todos os sistemas testados apresentavam adaptação marginal aceitável. Fizeram uma comparação *in vitro* da adaptação marginal de restaurações unitárias anteriores confeccionadas com três sistemas cerâmicos (Celay In Ceram, In Ceram técnica convencional e IPS Empress 2 técnica estratificada) com restaurações metalocerâmica e concluíram que a desadaptação marginal apresentada pelos três sistemas cerâmicos testados está dentro do limite clinicamente aceitável de 120 μm .

Gonzaga et al. (2011) determinaram o crescimento lento de trincas (CST) e o módulo de Weibull de cinco cerâmicas odontológicas. Foram confeccionados discos de porcelana feldspática (VM7, Vita), porcelana reforçada por leucita (IPS design, Ivoclar), cerâmica vítrea reforçada por leucita (IPS Empress, Ivoclar), cerâmica vítrea reforçada com dissilicato de lítio (IPS Empress 2, Ivoclar), cerâmica aluminizada infiltrada por vidro (In-Ceram Alumina, Vita). Os espécimes foram polidos com intuito de eliminar defeitos superficiais similares àqueles obtidos em procedimentos clínicos, como o glazeamento ou polimento final. No teste de fadiga dinâmica, os espécimes foram submetidos à flexão biaxial, em um recipiente contendo saliva artificial a 37 °C, em cinco taxas de estresse. Assim, obteve-se o coeficiente de susceptibilidade ao estresse corrosivo (n), ou seja, avaliou-se o crescimento lento de trincas. Diante dos resultados, observou-se que houve decréscimo na resistência à fratura de todos os materiais, conforme aumentou a taxa de estresse. No entanto, a cerâmica de dissilicato de lítio teve a menor susceptibilidade ao crescimento lento de trincas, em comparação com os outros materiais. Com relação ao modelo de Weibull, a porcelana feldspática obteve os maiores valores, enquanto que a In-Ceram e IPS Empress, os menores.

Yondem e Inan (2011) analisaram o efeito de diferentes tratamentos de superfície na resistência à flexão de quatro sistemas cerâmicos. Os materiais testados foram uma cerâmica vítrea reforçada com dissilicato de lítio (IPS Empress

2), cerâmica à base de zircônia (Cercon), aluminizada infiltrada por vidro (In-Ceram Alumina) e uma feldspática (Vita Blocks Mark II). Obtiveram-se espécimes em forma de barra e aplicou-se uma cerâmica de cobertura, exceto nos espécimes de Vita Blocks Mark II. Para cada material, os espécimes foram divididos em três grupos: desgaste com ponta diamantada (controle), desgaste e polimento, e glazeamento. Realizou-se a análise da rugosidade de superfície em um Perfilômetro, com comprimento de amostragem de 0.8 mm. Em seguida, procedeu-se com a avaliação da tenacidade à fratura por meio do teste de três pontos e a força aplicada com um indentador Vickers. Os autores encontraram valores de resistência baixos para os grupos controle e de polimento, em comparação com o glazeamento, para todos os materiais testados. A zircônia obteve os maiores valores de resistência (599.8 MPa), já na rugosidade os maiores valores foram observados com o grupo controle (4.61 μm) e os menores com o glaze (1.58 μm). Portanto os tratamentos de superfície influenciaram a rugosidade e resistência à flexão dos sistemas cerâmicos testados.

Borba et al. (2011) avaliaram o efeito da microestrutura sobre os parâmetros de Weibull e crescimento lento de trincas (SCG) de três cerâmicas utilizados como materiais em próteses parciais fixas (PPF) (YZ - Vita In-Ceram YZ; IZ - Vita In-Ceram Zirconia; AL - Vita In-Ceram AL) e de duas porcelanas folheadas (VM7 e VM9). Amostras em forma de barra foram fabricadas de acordo com as instruções do fabricante. Os espécimes foram testados em três pontos de flexão em 37 °C a saliva artificial. Análise de Weibull ($n = 30$) e um teste de taxa de tensão constante ($n = 10$) foram utilizados para determinar o módulo de Weibull (m) e coeficiente de SCG (n), respectivamente. Análises microestruturais e fractográfica foram realizadas utilizando SEM ANOVA e teste de Tukey ($\alpha=0,05$) foram utilizados para analisar estatisticamente os dados obtidos com ambas as análises microestruturais e fractográfica. O compósito YZ e AL apresentou elevado teor cristalino e baixa porosidade (0,1-0,2%). YZ apresentou melhor resistência (σ_0) (911 MPa), seguido de AL (488 MPa) e IZ (423 MPa). Foram observados valores inferiores de σ_0 pelas porcelanas (68-75 MPa). Exceto para IZ e VM7, valores m foram semelhantes entre os materiais cerâmicos. Os valores mais elevados de módulo de Weibull (n) foram encontrados com YZ (76) e AL (72), seguido pelo IZ (54) e os materiais de revestimento (36-44). Verificou-se que o material YZ obteve o melhor desempenho mecânico. O tamanho da falha crítica foi semelhante entre os materiais estruturais

(34-48 mm) e entre as porcelanas (75-86 mm). A microestrutura influenciou no comportamento mecânico e o coeficiente SCG dos materiais estudados.

Monte Alto (2012) caracterizou e comparou sistemas aluminizados In Alumina (VITA), Vitro Ceram infiltrados por vidro (Angelus) e Alglass (Cemat) por meio de difração por RX, Microscopia eletrônica de varredura, flexão uniaxial em três pontos. Foram utilizados dez espécimes por grupo em forma de barra (25 x 4 x 1,2 mm). A carga utilizada no ensaio mecânico foi 500 Kgf, velocidade de 0,5 mm/min. e a distância entre os apoios foi 15 mm. Nos resultados obtidos nesse estudo verificou-se uma segunda fase cristalina de zircônia dopada com ítrio presentes na alumina Vitro Ceram. Os valores médios de resistência á flexão em (MPa) foram: Vitro Ceram (483 38,3), In Ceram (456 29,4) e Alglass (263,8 37,8). A micrografia dos sistemas apresentaram características bem distintas, com diferenças em relação ao tamanho de partículas de alumina e a capacidade de molhamento do vidro de infiltração. A análise de fratura demonstrou comportamento semelhante contornando a maioria dos grãos de alumina e atravessando outros. O sistema Vitro Ceram e In Ceram apresentaram valores maiores de resistência á flexão estatisticamente semelhantes entre si e maiores que o Alglass e houve propagação de trincas nos três sistemas avaliados.

Zhang et al. (2012) investigaram o efeito de conteúdo de nanopartículas de zircônia na microestrutura e propriedades mecânicas de compósitos de alumina/zircônia infiltrada de vidro (AZGs). Uma série de têmpera de alumina-zircônia- (ZTA) contendo 10, 20, 30% em peso de nano-zircônia, respectivamente, foram parcialmente sinterizados a 1250 °C durante 2 h, em seguida, infiltrada com vidro de lantânio borossilicato de expansão térmica inferior a 1180 °C durante 4 h. Uma porosidade em torno de 21 a 25%, principalmente com tamanho submicrônico de poro foi demonstrada nos ZTAs parcialmente sinterizadas. Distribuição homogênea e micro-cristalização da fase vítrea intergranular foi verificada no AZGs. A tensão, a tenacidade e a fratura mecânica da AZGs aumentou com o teor de zircônia, o valor máximo ($633,5 \pm 41,7$, $6,7 \pm 0,6$ MPa m^{0,5}) foram obtidos em 30% em peso de grupo zircônia, que foram significativamente maiores do que aqueles no grupo de 10% em peso de dióxido de zircônio ($P < 0,05$). O desempenho mecânico melhorado de AZGs contendo 30% em peso de zircônia foi atribuído ao teor maior de zircônia, bem como ao filme de vidro intergranular mais fino.

Figueiredo Filho (2012) avaliou a resistência à flexão e a microdureza de dois sistemas de cerâmica alumina infiltrada por vidro: o sistema In-Ceram Alumina (VITA Zahnfabrik) e o sistema Alglass (Celmat). Foram confeccionados corpos de prova em forma de barra (20 mm x 4 mm x 1,2 mm), segundo as especificações da ISO 6872-1998. Foram testados em ensaios de resistência à flexão de três pontos e de microdureza Vickers, por indentação. A superfície de fratura dos corpos de prova foi analisada através de microscopia eletrônica de varredura. Os resultados revelaram que o In-Ceram Alumina apresentou maior resistência à flexão ($441,7 \pm 54,1$ MPa) do que o Alglass ($287,8 \pm 53,6$ MPa). Em relação à microdureza, os dois sistemas não apresentaram diferença estatística: $1210,4 \pm 90,0$ HV e $1135,6 \pm 117,5$ HV, respectivamente. As fotomicrografias das cerâmicas identificaram que o In-Ceram alumina apresentou na superfície de fratura dos corpos de prova maior homogeneidade e menor número de poros, enquanto que o Alglass apresentou maior número de poros. O sistema Alglass, com custo reduzido em relação ao sistema In-Ceram Alumina, atendeu à norma ISO 6872-1998 podendo ser empregado clinicamente.

3.7 Infiltração de polímeros em substratos cerâmicos porosos com fins odontológicos

A técnica de infiltração em uma pré-forma porosa cerâmica vem sendo estudada nos últimos anos na área de cerâmicas odontológicas (HE; SWAIN, 2011; COLDEA; SWAIN; THIEL, 2013, 2014; LI et al., 2014; NGUYEN et al., 2014; DELLA BONA; CORAZZA; ZHANG, 2014) seja para melhorar as características do bloco a ser processado através da tecnologia CAD/CAM e obter corpos cerâmicos com melhor acabamento, com menor quantidade de defeitos e um processamento com menores perdas e retrabalhos, seja para melhorar a tenacidade à fratura de corpos usados na forma de compósitos cerâmica-polímero.

A técnica de infiltração de materiais cerâmicos não é nova e vem sendo amplamente estudada e desenvolvida tornando-se um importante método para redução da porosidade dos materiais sinterizados (KANOPLA; OLSOWKA-MYALSKA; SZAFRAN, 2003). A infiltração pode ser realizada com metais, outros materiais cerâmicos, como no caso dos sistemas In-Ceram, e por polímeros.

A infiltração com polímeros tem sido bastante difundida com a finalidade de se obter materiais com características otimizadas para determinado fim ou processamento. O material polimérico pode ser infiltrado em uma pré-forma porosa a verde ou pré sinterizada (Figura 9). O polímero pode ser usado na forma fundida ou fluida ou então na forma de resinas/monômeros, que líquidos penetram no material e em seguida são polimerizados dentro do corpo cerâmico.

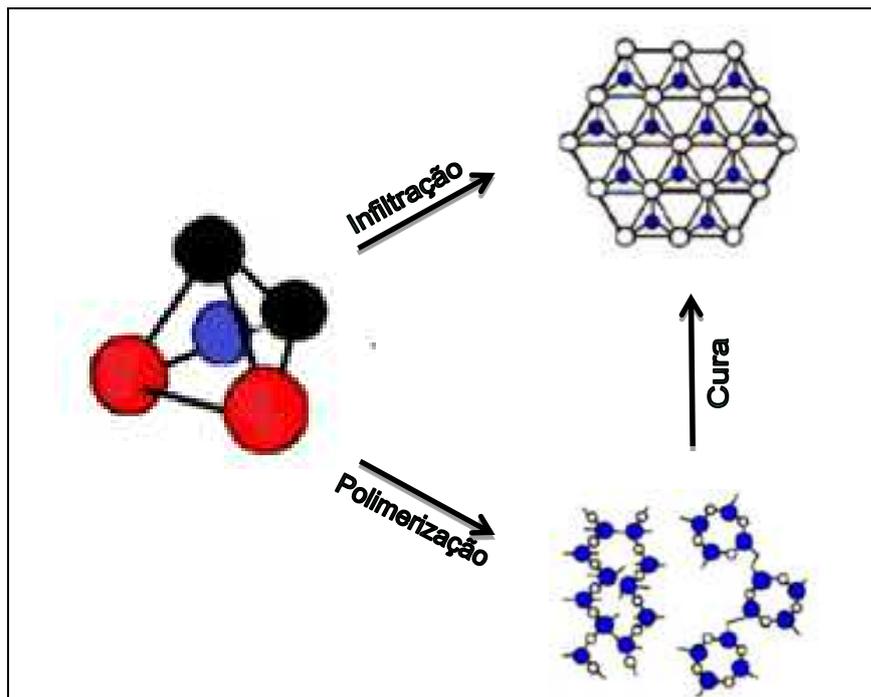


Figura 9 – Processo de infiltração, polimerização e cura do Metacrilato de Metila em um substrato de alumina

Fonte: Adaptado de Schiavon, Pardini e Yoshida (2002).

Há diversos fatores que dificultam o processo de infiltração de um material em um substrato de cerâmica porosa como a viscosidade do infiltrante, raio dos poros, coeficiente de expansão térmica entre reforço e matriz, molhamento e degradação das reações químicas entre matriz e infiltrante por excesso de calor (TRAVITZKY et al., 1997). O mecanismo que governa o processo de infiltração é o de capilaridade, e a aplicação de vácuo é um meio que auxilia a técnica. As equações Darcianas e de Poiseuille (Equação 1) são usadas para descrever os mecanismos e o comprimento da infiltração. A infiltração é facilitada se o ângulo de contato for baixo, a energia superficial do infiltrante e o raio do poro forem grandes, no entanto poros demasiadamente grandes prejudicam o efeito de capilaridade

$$h = \frac{\sqrt{yrt\cos\theta}}{2n} \quad (1)$$

Onde:

h – comprimento da infiltração

r – raio do poro

t – tempo

y – energia de superfície do infiltrante

θ – ângulo de contato

n – viscosidade

Recentemente, Steier, Koplme e Kailer (2013) realizaram um estudo cujo objetivo foi infiltrar um monômero líquido em alumina porosa onde a polimerização dos espécimes infiltrados ocorreu em uma câmara de pressão a 200 MPa. Os monômeros utilizados na infiltração foram trietilenoglicoldimetacrilato (TEGDMA) e uretano dimetacrilato (UDMA) misturados a uma razão molar 1:1. Adicionalmente, acrescentou-se ainda 0.3% de um iniciador de polimerização (peróxido de benzoíla). Para melhorar a adesão entre componentes inorgânicos e orgânicos, foi utilizado um promotor de adesão metacriloxipropiltrimetoxissilano (MPS) silano sobre a superfície da cerâmica. Antes da mistura de monômeros ter sido infiltrada, as pré-formas foram secas á 100 °C e submetidos a uma pressão de 200 MPa por 12 h. As pré-formas foram parcialmente submergidas por 3 h. Devido às forças de capilaridade, o monômero apareceu no plano de topo das pré-formas. Em seguida, os espécimes foram totalmente submergidos dentro da mistura de monômeros e a pressão foi elevada á pressão atmosférica. Após 1 h, foram removidas e embaladas à vácuo e os espécimes foram polimerizados na câmara de pressão a uma temperatura 100 °C por 2 h, em que utilizou-se dois tipos de taxa de aquecimento 2 K/min e 0,1 K/min na câmara de pressão (280 MPa). Foram realizados porosimetria, teste de flexão biaxial e tenacidade. Após o procedimento realizado houve um aumento da resistência dos espécimes infiltrados com o polímero (187 MPa) em relação aos não infiltrados (51 MPa) e da tenacidade para infiltradas de $2,3 \pm 0,07$ MPa e para não infiltradas e $0,1 \pm 0,05$ MPa.

No que tange aos estudos voltados para as cerâmicas odontológicas tem-se que He e Swain (2011) apresentaram um trabalho visando avaliar o comportamento mecânico de pré-formas cerâmicas, In-Ceram Alumina, infiltradas com polímero. No

entanto, o polímero utilizado para a infiltração não foi apresentado. As cerâmicas infiltradas com polímeros apresentaram módulo elástico de 30,14 GPa, dureza de 2,59 GPa e tenacidade à fratura de 1,71 MPa. Os autores destacaram que o comportamento de fratura e de fluência do compósito era similar ao de sistemas comerciais usados para desbaste por CAD/CAM, assim concluíram que as propriedades apresentadas pelo material o credenciavam para ser utilizada como pré-forma para o sistema CAD/CAM.

Em seguida Coldea, Swain e Thiel (2013), analisaram uma cerâmica de feldspato densamente sinterizada, e cerâmicas de feldspato com diferentes porosidades como substratos para serem infiltradas com um polímero (mistura de dois metacrilatos). Foram realizados testes de resistência à flexão, deformação na ruptura, módulo elástico, e dureza versus densidades. A cerâmica porosa de feldspato foi condicionada superficialmente com um agente de acoplamento (não mencionado) antes da infiltração da resina, desta forma a rede de polímeros foi quimicamente reticulada a rede cerâmica para formar um sistema de rede interpenetrante. A rede inorgânica porosa condicionada quimicamente foi infiltrada por capilaridade com um polímero de ligação cruzada (mistura de duas resinas e iniciador uretano dimetacrílico, dimetacrilato de trietilenoglicol, peróxido de benzoíla) e a polimerização foi induzida por calor, obtendo uma cerâmica infiltrada com polímero. As cerâmicas porosas apresentaram variação de porosidade de 59% a 72%, antes da infiltração. A resistência à flexão das três cerâmicas porosas aumentou de 9,2 para 28,8 MPa e os valores de resistência à flexão dos materiais infiltrados apresentaram valor de 159,9 MPa (cerâmicas inicialmente com porosidade de 59%) e o material mais denso apresentou resistência à flexão de 103,4 MPa. Os valores de resistência à flexão obtidos para PICN 63% e 68% não foram significativamente diferentes a um intervalo de confiança de 95 % ($P = 0.023$).

Li et al. (2014) estudaram a caracterização microestrutural e propriedades mecânicas de um novo material cerâmico infiltrado com polímero para ser utilizado no sistema CAD/CAM indicado para coroas, restaurações inlays e onlays. O sistema era uma estrutura porosa de zirconia (3Y-PSZ), tratado com agente de acoplamento silano e infiltrada com metilmetacrilano (utilizando peróxido de benzoíla como iniciante). Análises microestruturais mostraram uma rede interpenetrante de base cerâmica e polimérica. Os valores das propriedades avaliadas foram: K_{IC} de $1,09 \pm 0,05$ MPa, módulo de elasticidade de $37,95 \pm 0,34$ GPa e resistência à flexão de 202

MPa. O material cerâmico apresentou elevada usinabilidade, superior ao de sistemas comerciais usados para desbaste e produção de próteses por CAD/CAM, sugerindo, os autores um elevado potencial do compósito produzido para fins de processamento via CAD/CAM.

Della Bona, Corazza e Zhang (2014) analisaram um material cerâmico infiltrado por polímero comercial, (um PICN, do inglês polymer-infiltrated-ceramic-network) da Vita (Vita Enamic, Vita Zahnfabrik), visando avaliar o comportamento desse material. O material, após análise foi definido como sendo constituído por uma cerâmica feldspática reforçada com cristais de leucita e contendo partículas de zircônia infiltrada com poli (metil metacrilato). Os resultados obtidos foram K_{IC} de $1,09 \pm 0,05$ MPa e módulo elástico de $37,95 \pm 0,34$ GPa. Os autores concluíram que o material apresentava propriedades entre aquelas das cerâmicas feldspáticas e de compósitos de resina com elevada quantidade de carga particulada.

Coldea, Swain e Thiel (2014) analisaram a tolerância ao dano e a degradação da resistência de cerâmicas usadas em sistemas CAD/CAM, incluindo sistemas comerciais de cerâmicas infiltradas com polímeros. Os PICN apresentaram comportamento de diminuição da resistência (degradação) intermediário entre as cerâmicas analisadas, entre os extremos porcelanas e zircônia, e que a fratura desses materiais apresentava comportamento elástico-plástico, diferentemente dos demais materiais, concluindo, os autores pressupõem que durante um processo mastigatório a intensificação de tensões diminui devido a deformação plástica.

Nguyenn et al. (2014) objetivaram produzir blocos para aplicação CAD/CAM de cerâmicas infiltradas por polímero, através de polimerização em alta temperatura e pressão (300 MPa e 180 °C). O material cerâmico utilizado foi uma cerâmica feldspática da Vita, que foi silanizada e o polímero foi o uretano dimetacrílico (com e sem iniciador). Também foram confeccionados blocos de resina contendo material cerâmico (pó de cerâmica feldspática) disperso na matriz. Os resultados evidenciaram que o uso de elevada pressão e temperatura permite obter corpos com resistência mecânica à flexão superior que a de compósitos de resina comercial e de corpos de resina contendo cargas cerâmicas, atingindo resistência a flexão da ordem de 305 MPa. Os autores concluíram que os corpos PICN produzidos são adequados para aplicação em sistemas CAD/CAM.

De uma maneira geral, verifica-se que as pesquisas envolvendo a infiltração de polímeros em matriz cerâmica para aplicação em próteses odontológicas ainda

são bastante escassas. Em consulta realizada no “Web of Science”, em 07 de maio de 2015, foram encontradas apenas seis citações de artigos em periódicos e duas patentes com as palavras “porous ceramic infiltrated polymer dental material”. Portanto, se faz necessários estudos para obtenção de compósitos cerâmicos infiltrados com polímeros, de modo a preencher esta lacuna tecnológica e contribuir para a disponibilidade de materiais com propriedades melhoradas e viáveis economicamente.

4 METODOLOGIA

4.1 Materiais

Neste trabalho foram utilizados quatro aluminas (Al_2O_3) de diferentes fornecedores: Alglass (AG) (Celmat, Brasil), Alcoa (AC) (APC-3017G) com pureza de 99.7%, In-Ceram Alumina (IC) (Vita Zahnfabrik Alemanha), Vitro Ceram (VC) (Angelus, Brasil) (Figura 10 e Quadro 3). Também foi utilizado o monômero metacrilato de metila (Neon).

O monômero metacrilato de metila foi submetido a polimerização para obtenção do poli (metacrilato de metila). O poli (metacrilato de metila), PMMA, foi utilizado nessa pesquisa em virtude dos vários trabalhos da literatura que vêm utilizando o PMMA e por apresentar boas características ópticas, elevada resistência mecânica e sua aplicação vem sendo utilizada em diversas áreas (MARINUCCI, 2011).



Figura 10 – Sistemas cerâmicos avaliados (Vitro Ceram, Alglass e In-Ceram).
Fonte: Próprio autor (2015).

Quadro 3 – Especificações dos materiais utilizados

MATERIAL	FABRICANTE	COMPOSIÇÃO
Alglass (AG)	Celmat, São Carlos (Brasil)	Óxido de Alumínio (Al_2O_3)
Alcoa (AC)	APC-3017G	Óxido de alumínio (Al_2O_3)
In Ceram (IC)	Vita Zahnfabrik (Alemanha)	Óxido de Alumínio (Al_2O_3)
Vitro Ceram (VC)	Angelus (Brasil)	Óxido de Alumínio (Al_2O_3)
Peróxido de benzoíla	Vetec	Peróxido 74 a 77% Oxigênio ativo 4,89-5,09 %
Metacrilato de metila	Neon	Éster metílico de ácido metacrílico

4.2 Métodos

A metodologia utilizada nesse trabalho está de acordo com o fluxograma exposto na Figura 11.

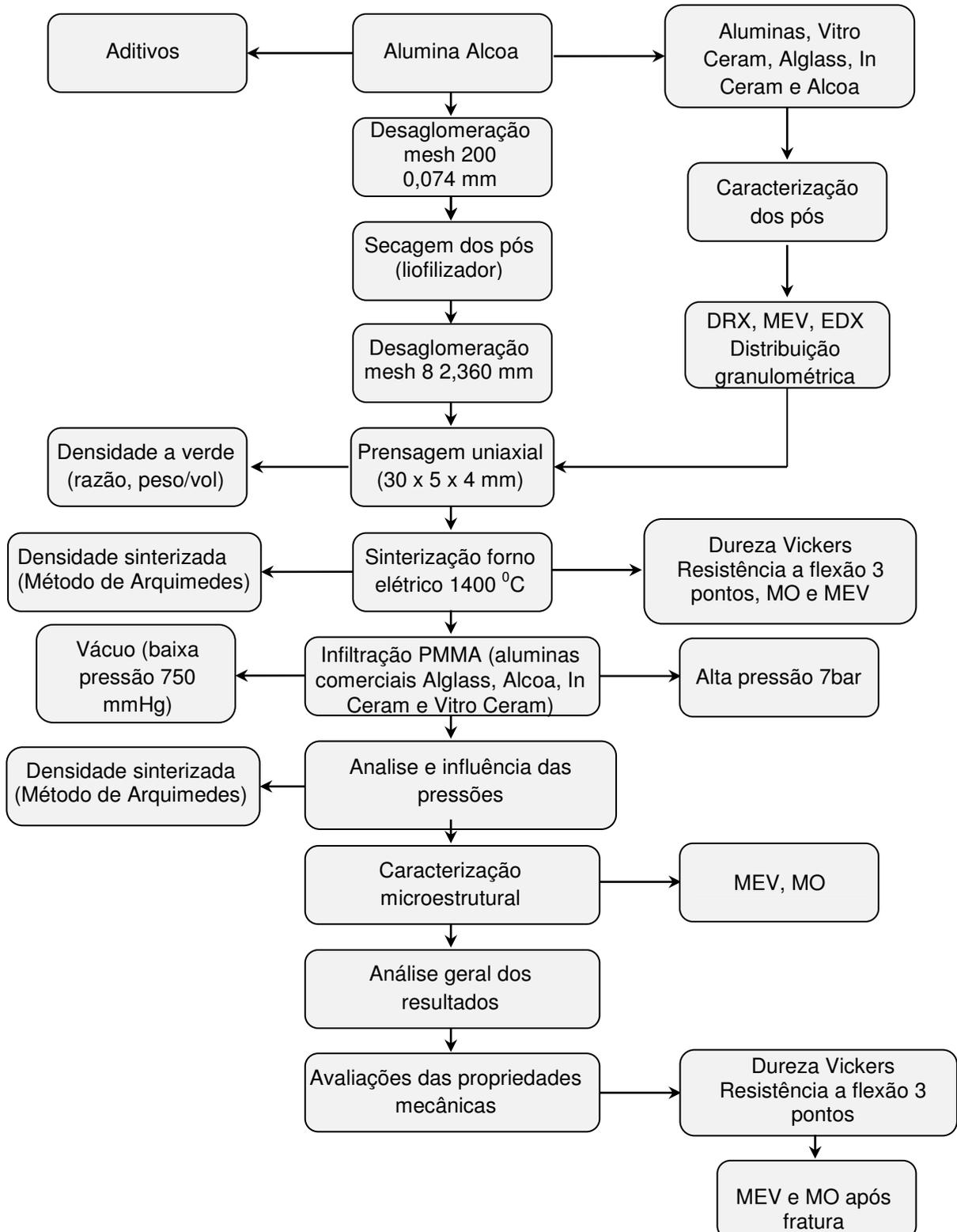


Figura 11 – Fluxograma das etapas empregadas para obtenção e caracterização do composto cerâmico em estudo.

4.2.1 Preparação e Caracterização da Matéria Prima

O pó da alumina Alcoa foi inicialmente passado em peneira mesh. 200, com abertura de 0,074 mm e submetido a desaglomeração em moinho de bolas em dispersão com água destilada. A dispersão da alumina Alcoa foi submetida a moagem por um período de 1 h com proporção de 40% em volume de bolas de alumina utilizada no moinho. e seca por liofilização. As demais aluminas, segundo o fabricante, já vêm prontas para prensagem, assim, não foi necessário realizar a desaglomeração em moinho de bolas. A matéria prima foi caracterizada por análise química por fluorescência de raios-X (EDX), difração de raios X (DRX), determinação do tamanho de partícula e microscopia eletrônica de varredura (MEV)

4.2.1.1 Análise Química por Fluorescência de Raios X (EDX)

A análise química foi realizada através de espectroscopia de fluorescência de raio X (EDX), cujos resultados são apresentados em porcentagem de óxidos presentes, do qual permite uma análise semiquantitativa dos constituintes das amostras em que foram realizadas em um equipamento EDX 720 Shimadzu, que determina de forma semiquantitativa dos elementos presentes por raios X que incidem na superfície da amostra e análise dos fluorescentes emitidos.

4.2.1.2 Análise de Difração de Raios X (DRX)

Os pós cerâmicos obtidos após moagem e desaglomeração, foram submetidos ao ensaio de difração de raios X para identificação das fases presentes. A análise por difração dos pós foi realizada em um difratômetro de raios X, SHIMADZU (modelo XRD 6000, radiação $\text{CuK}\alpha$) com intervalo angular escolhido de $2\theta:10-60^\circ$, numa velocidade de varredura de rotação das amostras de $2^\circ/\text{min}$. e passo de $0,02^\circ$. Essa caracterização foi realizada no Laboratório de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande (UFCG).

4.2.1.3 Análise do Tamanho das Partículas

A análise granulométrica permite determinar o tamanho de partícula e a distribuição granulométrica de um pó. Uma faixa de tamanho de partícula pode ser dividida em diversos tamanhos. Cada uma irá gerar um modelo de difração de acordo com a média de seu tamanho e a intensidade dependerá do número de partículas contidas na faixa de tamanho. As amostras foram analisadas em um granulômetro MASTERSIZER 2000, da MALVERN, instalado no Laboratório de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande (UFCG).

4.2.2 Confeção das Amostras de Alumina

Os materiais desaglomerados foram umedecidos com 10% de água destilada e peneirado sem peneira mesh nº 8, com abertura de 2,360 mm. Os pós foram usados para produzir corpos de prova de formato prismáticos.

Foram confeccionadas dez amostras para cada tipo de alumina em estudo com dimensões 30 mm de comprimento, 5 mm de largura e 4 mm de espessura de acordo com a Norma ISO 6872. Para confecção das amostras foram utilizados moldes de aço (Figuras 12 e 13). Foi utilizado de 2 g de pó de alumina. Estes pós foram pesados em balança de precisão, colocados em matriz de aço, devidamente lubrificada, sendo conformada em prensa hidráulica a uma pressão de 66 MPa (1,0 t em 150 mm²) durante 30 s por prensagem uniaxial. Após este procedimento as amostras foram removidas e guardadas sobre uma placa de vidro antes de submeter às sinterizações.

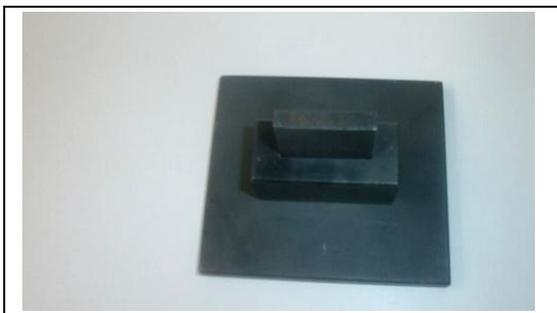


Figura 12 – Molde de aço



Figura 13 – Peças constituintes do molde

4.2.3 Sinterização

Os corpos de prova foram sinterizados em forno elétrico, com taxa de aquecimento de 5 °C/min. e patamar de queima de 2 h. O ciclo iniciou-se na temperatura ambiente e então foi elevada até a temperatura máxima de 1400 °C. O resfriamento dos corpos ocorreu em forno fechado até a temperatura ambiente a 37 °C para posterior manuseio dos corpos de prova. Alguns corpos-de-prova produzidos estão apresentados nas Figuras 14a (alumina Vitro Ceram), 14b (alumina In Ceram), 14c (alumina Alglass).

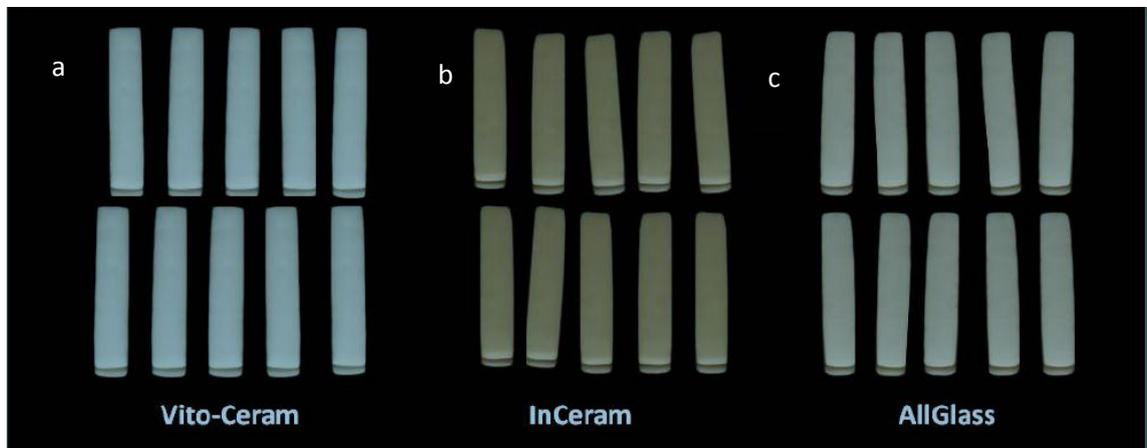


Figura 14 – Corpos de prova Vitro Ceram (a), In Ceram (b) e (c) Alglass

4.2.4 Infiltração dos Corpos de Prova como Monômero MMA

A infiltração dos corpos de prova foi realizada com o objetivo de tentar reduzir a porosidade, geralmente apresentada pelos corpos cerâmicos, podendo obter um ganho nos valores de densidade, resistência mecânica e microdureza. Para tanto, foi inserido em um Becker o monômero metacrilato de metila e o iniciador peróxido de benzoila (Figura 15) cuja proporção de acordo com o fabricante (vetec) foi 1:1, em seguida adicionou-se 40 ml de metacrilato de metila e 0,4 g de peróxido de benzoila obtendo uma solução para infiltração nos substratos porosos da alumina.



Figura 15 – Metacrilato de metila com peróxido de benzoila

Na metodologia foram utilizadas três condições para infiltração do polímero, onde a primeira e a segunda condições foram realizadas como estudo piloto utilizando como substrato a alumina Alcoa. Neste caso, Foram obtidos dados para a absorção de água, porosidade, densidade aparente e retração linear e como a pressão aplicada para infiltração do monômero não obteve resultados satisfatórios utilizou-se apenas a terceira condição para os demais resultados da referida pesquisa. Em relação a distribuição dos corpos de provas foram avaliados quatro tipos de aluminas com seus respectivos códigos Alcoa – (AC) Alglass (AG) Vitro Ceram (VC) e In Ceram (IC). Foram avaliados corpos de provas sem infiltração (SI) e com infiltração de (CI) pelo período de tempo de 6 e 12 h. O grupo controle foram os corpos de provas não infiltrados.

4.2.4.1 Condições de Infiltração

Primeira condição – as amostras foram submetidas a um vácuo utilizando uma câmara (Figuras 16 e 17) onde foi acoplado no interior da mesma um dispositivo para o suporte das amostras. Foi feito um vácuo com baixa pressão (600 mmHg) por um período de 30 min. com a finalidade de remover gases presentes nas amostras. Após o tempo estabelecido os corpos de prova foram imersos no monômero por um período de 6 e 12 h para que ocorresse a infiltração do mesmo nos poros dos corpos-de-prova. Após a imersão da amostra no monômero os corpos

de provas foram armazenados em frasco hermeticamente fechado e polimerizados em estufa a 60 °C.



Figura 16 – Amostras de alumina na câmara a vácuo



Figura 17 – Amostras no suporte metálico

Segunda condição – para essa condição foi utilizado como recipiente de pressão uma panela de pressão de uso doméstico, em que as amostras foram submetidas, inicialmente, a um vácuo pelo mesmo tempo e baixa pressão aplicada na primeira condição e em seguida imerso no monômero, sendo então, submetidas a uma pressão de 2 bar, por um período de 1 h, deixadas imersas por um período de 6 e 12 h (Figuras 18 e 19) e armazenadas nas mesmas condições descrita anteriormente. A utilização desta panela mostrou-se inadequada, uma vez que a pressão de 2 bar não apresentou infiltração satisfatória.



Figura 18 – Panela de pressão



Figura 19 – Amostras imersas no monômero

Terceira condição – com o insucesso da primeira e segunda condições adotadas, foi necessário desenvolver um protótipo mais adequado para suportar maiores pressões, em torno de 7 bar. Além do que era preciso utilizar uma câmara,

onde se pudesse fazer sequencialmente vácuo e alta pressão sem interrupção e contato com o corpo de prova. Projetou-se um vaso de pressão (Figuras 20, 21, 22 e 23) em aço inox, com diâmetros de 170 mm de comprimento, 230 mm de altura e 6 mm de espessura. Este vaso possui uma tampa, cuja vedação é feita com *o-ring* fixado em uma estrutura metálica em tripé triangular com fuso regulável. O vaso possui duas válvulas de pressão, uma para vácuo e outra para alta pressão. Na tampa do vaso foram fixados dois suportes, uma na parte superior em forma de U e outra na parte inferior (Figura 21b). No suporte em forma de U foi colocado um ímã de ferro de 150 mm de comprimento 60 mm de largura e 15 mm espessura com um peso de 24 g, cuja finalidade foi manter as amostras no suporte enquanto o monômero era submetido a baixa pressão. As amostras eram levadas previamente dentro desse receptáculo e submetidos, inicialmente, a vácuo. Após o vácuo, o ímã era removido cortando-se, assim, o campo magnético (Figura 21b). O receptáculo onde as amostras estavam inseridas (Figura 21a) se movia projetando as amostras para dentro do Becker (Figura 22), onde eram imersas no monômero. As amostras foram primeiramente submetidas a um vácuo de 750 mmHg e, posteriormente, a uma pressão de 7 bar. Durante esta etapa foi realizado diferentes tempos de imersão (6 e 12 h). Em seguida as amostras foram armazenadas em vidros hermeticamente fechados (Figura 24) até o processo de polimerização do material infiltrante, do qual é realizado via radical livre seguindo as etapas de iniciação, propagação e terminação. O método de polimerização foi térmica em estufa a 60 °C. Os corpos produzidos foram caracterizados por microscopia eletrônica de varredura, microscopia ótica, porosimetria, microdureza e determinação da resistência à flexão.

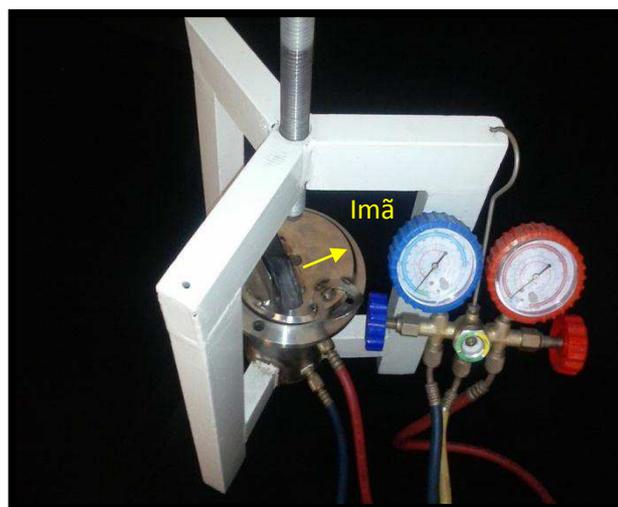


Figura 20 – Vaso de pressão desenvolvido para infiltração das amostras

Fonte: Próprio Autor (2015).

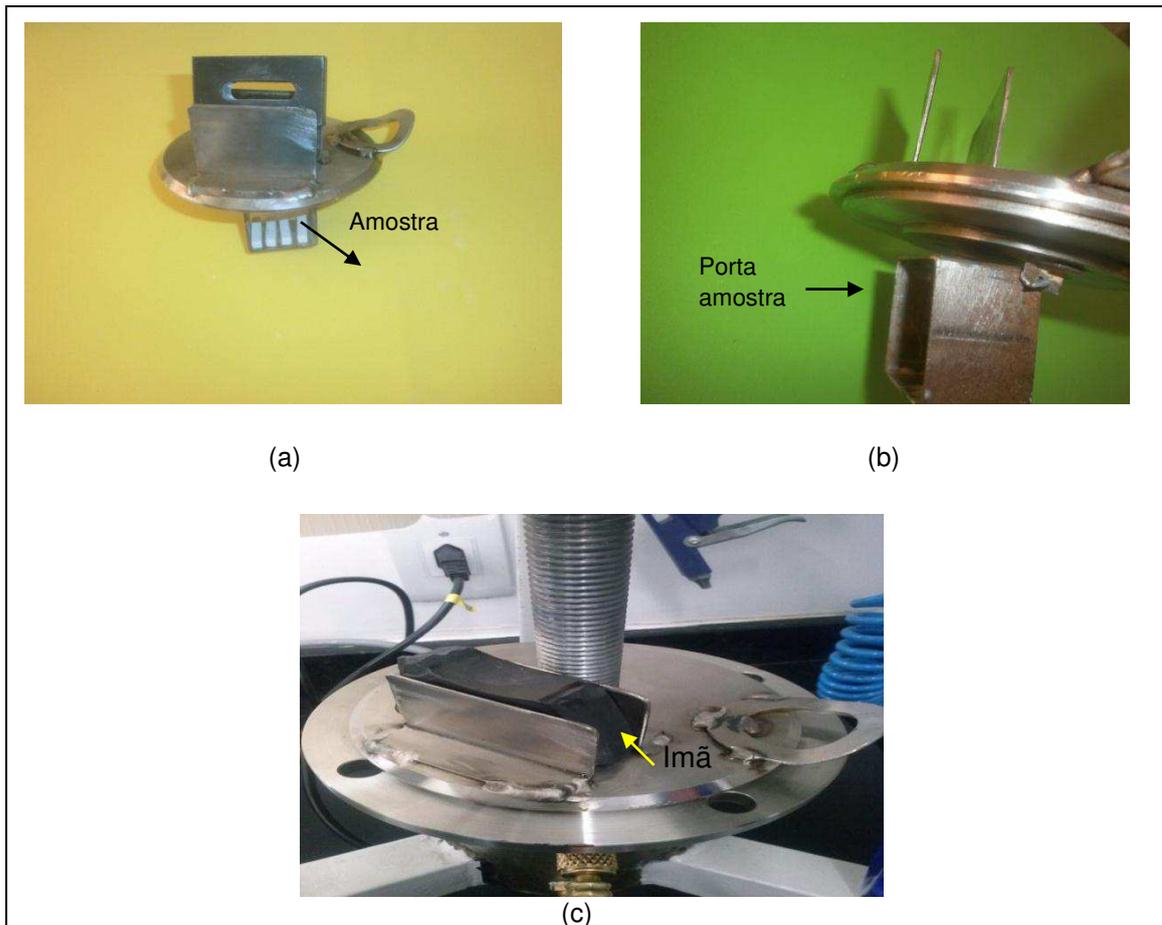


Figura 21 – Tampa de inox com imã fixando as amostras no porta amostra (a), imã retirado e porta amostra suspenso (b) detalhe do sistema desenvolvido para infiltração das amostras (c)



Figura 22 – Corpos de prova imersos no monômero na câmara de alta pressão



Figura 23 – Dispositivo de baixa e alta pressão



Figura 24 – Armazenamento dos corpos de prova

4.2.4.2 Caracterização Microestrutural e Físico-Mecânica

Primeiramente foi realizado as caracterizações dos pós das aluminas utilizando-se a análise do tamanho das partículas, difração de raios X ,EDX e microscopia eletrônica de varredura. A primeira etapa se refere a caracterização estrutural, morfológica das amostras(pó) das aluminas comerciais. Em seguida foi feita a caracterização da alumina sintetizada e infiltradas com PMMA.

As caracterizações dos corpos de provas foram feitas através dos ensaios mecânicos: flexão três pontos e microdureza. Foi realizada também a caracterização através da porosimetria, MEV e, MO.

4.2.4.2.1 Microscopia Eletrônica de Varredura

A microscopia eletrônica de varredura foi utilizada para observar a morfologia e a distribuição dos tamanhos das partículas dos pós, além de contribuir para a observação da microestrutura das cerâmicas após a sinterização. Para a observação dos pós e dos corpos cerâmicos foi necessário realizar um recobrimento de ouro, para que as superfícies das amostras se tornassem condutoras. As imagens das amostras foram observadas na superfície e no corte transversal da superfície da fratura (Figura 25) obtidas no microscópio eletrônico de varredura. Foi utilizado um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), marca Philips e o ensaio foi realizado no Laboratório de Engenharia de Materiais da UFCG.

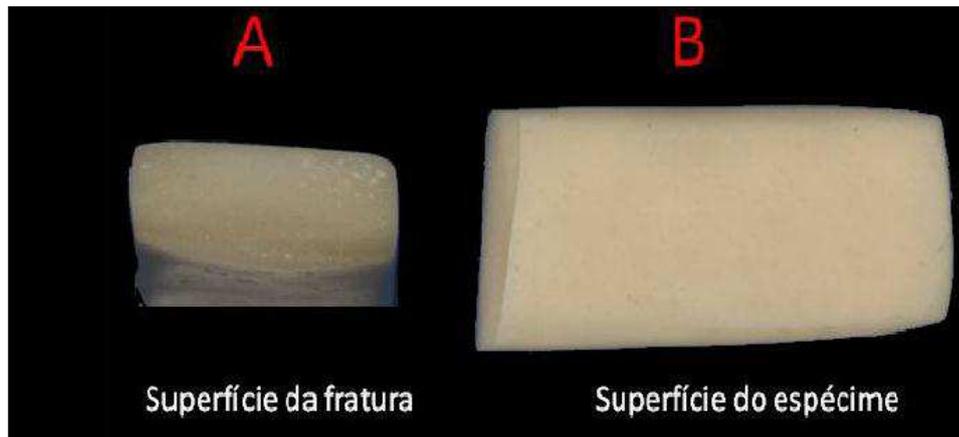


Figura 25 – Foto demonstrando as áreas avaliadas em MEV

4.2.4.2.2 Microscopia Ótica

Para realização da Microscopia as amostras foram polidas com lixa 1200 e em seguida submetidas ao paralelismo fixada com massa modeladora em placa de vidro (Figura 26a) antes de serem examinadas de forma transversal (Figura 26b). As análises foram realizadas no microscópio ótico Olympus BX60M.

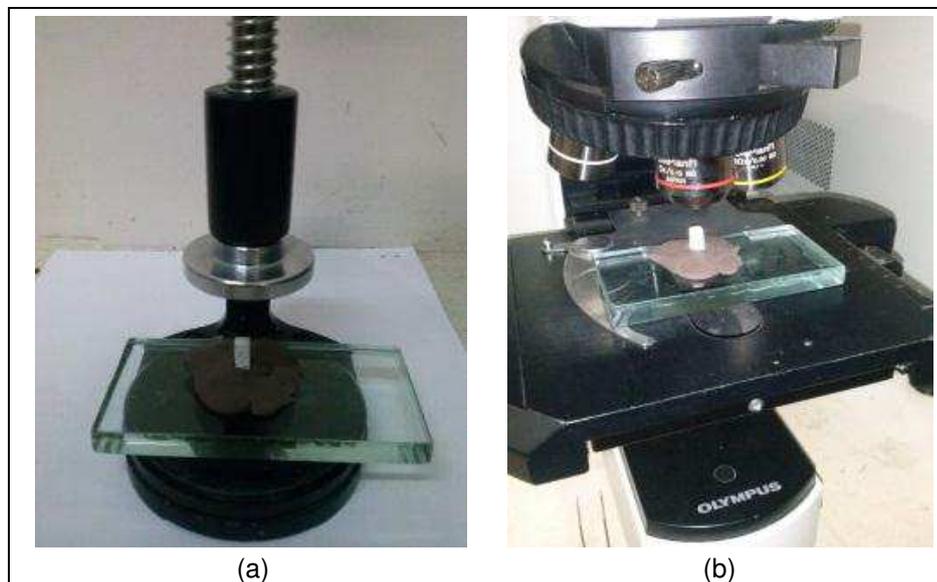


Figura 26 – Amostra submetida ao paralelismo (a) e amostra submetida a análise de Microscopia ótica (b).

4.2.4.2.3 Absorção de Água, Densidade e Porosidade Aparente e Retração de Queima

A densidade aparente foi medida segundo a técnica de Arquimedes (Equações 2, 3 e 4), para verificar o grau de densidade das cerâmicas após sinterizados às quais foram submetidas.

Para a obtenção da densidade aparente da amostra é necessário obter os valores de massas seca, úmida e imersa.

Para obter os valores da massa seca foi necessário fazer um tratamento térmico prévio nas amostras colocando-as em estufa na temperatura de 60 °C por um período de 24 h e em seguida realizar a pesagem em uma balança analítica. para a determinação do peso seco (P_s).

Para obter os valores da massa imersa é necessário garantir um adequado preenchimento dos poros com água. Os corpos, em seguida, foram imersos em água destilada por 24 h e determinados o peso úmido (P_u) e o peso imerso (P_i). As medições foram executadas em uma balança Shimadzu, modelo AY220, com precisão de 0,1 mg (Figura 27).



Figura27 – Balança analítica usada para obter os valores da massa úmida, massa imersa e massa seca para cálculo da porosidade pelo método de Arquimedes.

As medições foram realizadas no Laboratório de Engenharia de Materiais da UFCG e utilizou-se 10 corpos-de-prova para cada amostra. O ensaio foi realizado segundo a norma ASTM 373/72. Para o cálculo da absorção de água (AA), porosidade aparente (PA) e densidade aparente (AA) foram utilizadas as Equações 2, 3 e 4.

$$AA = \frac{Pu - Ps}{Pu} \cdot 100 \quad (2)$$

$$PA = \frac{Pu - Ps}{Pu - Pi} \cdot 100 \quad (3)$$

$$AA = \frac{Pa}{AA} \quad (4)$$

em que:

Ps = Massa seca da amostra, medida após secagem em estufa a 60 °C;

Pi = Massa da amostra imersa em água, depois 24 h de repouso;

Pu = Massa da amostra úmida, medida após secagem da superfície, para retirada do excesso de água.

4.2.4.2.4 Retração Linear

Para determinação da retração linear as amostras foram medidas com auxílio de um paquímetro, antes e depois da sinterização, utilizando-se a seguinte fórmula (CALLISTER, 2002).

$$RLT = \frac{Pa}{AA} \quad (4)$$

$$RL_T(\%) = \frac{L_C - L_Q}{L_C} \times 100 \quad (5)$$

em que:

RL_T = Retração linear total.

L_C = Comprimento do corpo de prova a verde.

L_Q = Comprimento do corpo de prova após a queima.

4.2.4.2.5 Resistência Mecânica a Flexão

O ensaio mecânico á flexão ou tensão de ruptura á flexão é uma das técnicas bastante utilizadas para caracterização de materiais. A Norma ISO 6872 (INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION), estabelece como valores mínimos de resistência à flexão: 100 MPa para infra-estrutura cerâmica, 55 MPa para cerâmica de corpo (dentina), e 50 MPa para cerâmica de cobertura (esmalte).

Nesse trabalho foram realizados ensaios de resistência mecânica a flexão de três pontos (Figura 28) num total de dez amostras/compósitos por grupo. Segundo a norma da ISO 6872:2008, a distância entre os apoios deve ser de 12 a 40 mm e a velocidade de descida de $1 \pm 0,5$ mm/min. Para este ensaio a taxa de carregamento com velocidade e aplicação de carga 0,5 mm/min., e distância entre os apoios foi 20 mm (Figura 29). Foi usado um equipamento marca Instron, modelo 5582, acoplado a um computador. Todos os resultados fornecidos pela máquina após os ensaios de resistência à flexão foram dados de força máxima (Newton) para a fratura dos espécimes. Na comparação dos valores de resistência à flexão em três pontos dos corpos de prova produzidos, foi utilizado o teste t e de Tukey de comparação de médias, utilizando-se um nível de significância de 5%.

Posteriormente, os resultados da resistência à flexão uniaxial a três pontos (M) de cada corpo de prova foram obtidos em megapascal (MPa), utilizando-se a seguinte fórmula (CALLISTER, 2002).

$$M = \frac{3Fl}{2bd^2} \quad (6)$$

onde:

F = força no momento da fratura, em newtons;

l = distância entre os apoios, em milímetros;

b =largura do espécime, em milímetros;

d = espessura do espécime, em milímetros.



Figura 28 – Ensaio de flexão uniaxial 3 pontos

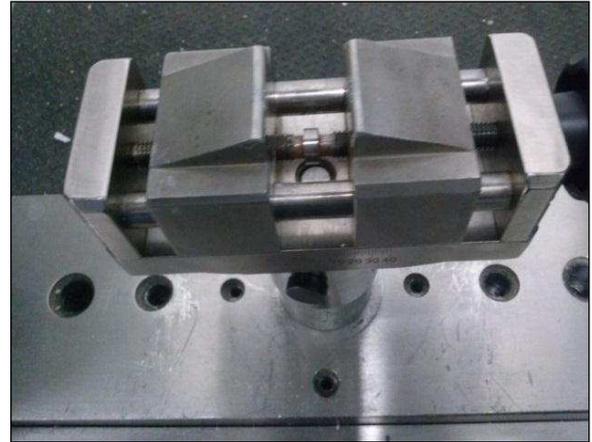


Figura 29 – Distância dos apoios – 20 mm

4.2.4.2.6 Microdureza Vickers

A microdureza é uma propriedade característica de um material sólido e friável, que exibe sua resistência a deformações permanentes e está relacionada com a força de ligação dos átomos do material.

A determinação da microdureza está baseada no tamanho da impressão causada na superfície do material pela carga aplicada no penetrador de diamante. O Número Vickers (HV) é então determinado pela razão entre a carga (kgf) e a área superficial da impressão (mm^2) (CALLISTER, 2002). O penetrador tem formato piramidal, com seção quadrada. A microdureza do material é calculada através da Equação:

$$Hv = \frac{2P \operatorname{sen}(T/2)}{a^2} \quad (7)$$

onde:

Hv = dureza Vickers (HV)

P = carga aplicada pelo penetrador (kgf)

T = ângulo de inclinação do penetrador

a = comprimento médio da diagonal da impressão (cm)

O ensaio de microdureza Vickers (HV) foi realizado em um equipamento de microdureza da Shimadzu, modelo HMV – G21DT pertencente ao Laboratório de Ensaio Mecânicos, da UFCG, com carga de endentação de 9,8 N e tempo de endentação de 5 s. Os corpos de prova foram submetidos a 10 endentações por grupos analisados. Os ensaios foram executados segundo a norma ASTM C 1327-08, visando estudar as durezas mecânicas das cerâmicas sinterizadas. Na comparação dos valores de microdureza dos corpos produzidos foi utilizado o teste t e de Tukey de comparação de médias, utilizando-se um nível de significância de 5%.

a) Embutimento e lixamento dos corpos de prova

O embutimento é uma técnica empregada com amostras pequenas para garantir um lixamento e polimento mais adequados.

Neste trabalho os corpos de prova foram colocados sobre a superfície de um molde de silicone, com 30,0 mm de diâmetro x 15,0 mm de altura, onde foi inserido resina acrílica, da qual foi preparada seguindo as recomendações do fabricante e colocada, lentamente, dentro do cilindro.

Após a polimerização da resina, os cilindros de silicone foram removidos e os corpos de prova, embutidos na resina acrílica, foram lixados com o objetivo de nivelar sua superfície. O lixamento foi realizado com o auxílio de uma lixadeira elétrica circular ou politriz (APL4D). As lixas utilizadas foram de carbetto de silício com numeração, 600 e 1200 Mesh. A cada mudança de lixa, o corpo de prova embutido em resina foi lavado em água corrente e, em seguida, foram secos sob ar atmosférico.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Caracterização da matéria prima

A Figura 30 (a, b, c, d) apresenta os espectros de difração de raios X do pó microparticulado da alumina Alcoa, Aglass, In Ceram e Vitro Ceram. A partir das posições dos picos com relação ao ângulo teta e suas respectivas intensidades pode-se inferir que os picos obtidos são referentes a uma alumina alfa (ficha padrão JCPDS 10-0173). No entanto, para amostra Vitro Ceram (Figura 30d) observa-se, também, picos de menor intensidade, estes representam a zircônia dopada de ítrio.

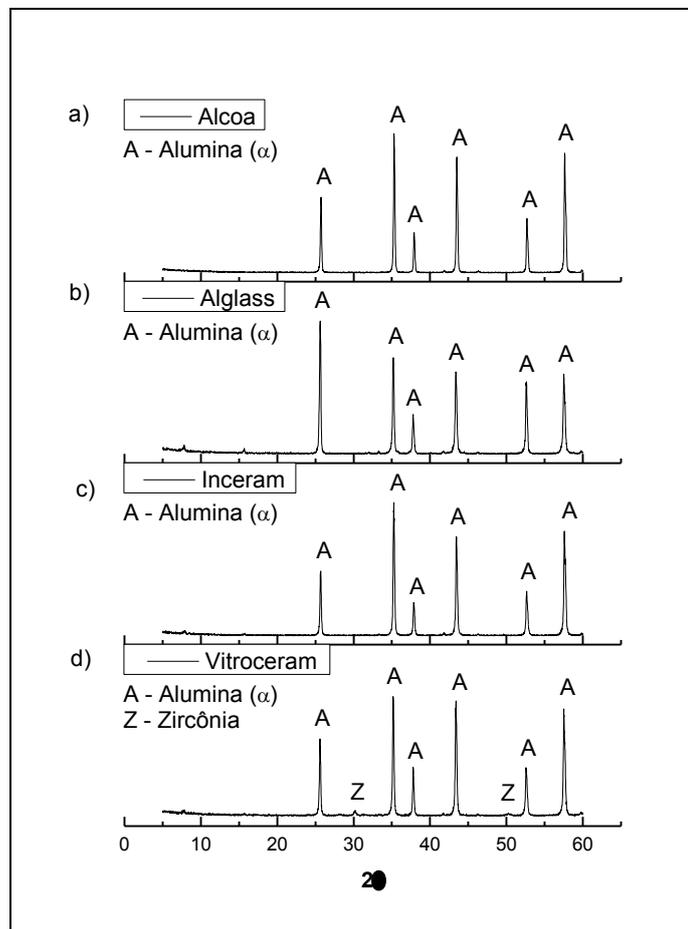


Figura 30 – Espectros de difração de raios X das amostras de alumina a) Alcoa, b) Aglass, c) In Ceram e d) Vitro Ceram.

Na Tabela 2 tem-se a análise química semiquantitativa das amostras de alumina. Observa-se que ambas as amostras têm como constituinte principal a alumina. Há também presença de vários outros óxidos, mas em quantidades

discretas. Portanto, as aluminas AC, AG, IC e VC apresentam significativa pureza, no entanto as amostra da AC, IC e VC são discretamente mais puras em relação à Alglass. Na alumina VC há presença de zircônia e ítrio na sua composição.

Tabela 2 – Espectroscopia de fluorescência de raio X (EDX)

AMOSTRA	(%)									
	Al ₂ O ₃	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	Ag ₂ O	Y ₂ O ₃	V ₂ O ₅	P ₂ O ₅	ZrO ₂	CaO	Outros Óxidos
AC	99.8	0.0	0.0	0.0	–	–	–	–	–	0.0
AG	99.6	0.2	0.0	–	–	–	–	–	–	0.0
IC	99.8	0.0	0.0	–	–	0.0	–	–	–	0.0
VC	98.9	–	0.0	–	0.0	0.0	0.5	0.3	0.0	0.0

Nota: 0,0 – Valores igual a zero resultante de arredondamento.

Fonte: Próprio Autor (2015).

Observa-se na Figura 31 (a e b) o histograma e distribuição tamanhos de partículas das aluminas Alcoa, Alglass, In Ceram e Vitro Ceram. A Alumina Alcoa apresenta diâmetro de partículas variando de 0,04 a 23 µm, configurando-se em uma faixa menos larga de distribuição de tamanho de partícula, cujo diâmetro médio tem máximos em 0,9 e 8 µm com uma distribuição bimodal, embora com uma porção reduzida de partículas com diâmetros em torno de 1 µm. A alumina Alglass apresenta uma faixa larga de distribuição do tamanho de partículas, em que o diâmetro de partículas varia de 0,07 e 112 µm e diâmetro médio de partículas com máximos em 0,5 e 50 µm. Esse tipo de alumina apresenta uma distribuição heterogênea e trimodal, o que pode contribuir para uma maior compactação no processo de prensagem e sinterização. A alumina In Ceram, apresenta diâmetro de partículas que variou de 0,07 a 30 µm, onde o maior percentual de partículas tem diâmetro médio de 8,61 µm. Nota-se ainda a presença de uma variação na curva na faixa de diâmetro de 0,2 a 1,25 µm. Sendo assim, a amostra In Ceram segue distribuição bimodal de tamanho de partículas. A alumina Vitro Ceram apresenta também distribuição bimodal de partículas, com máximos de 0,3 e 5,6 µm. E apresenta diâmetro de partículas variando de 0,04 a 11 µm. Percebe-se, também, a distribuição menos larga de tamanhos médios de partículas. Este resultado indica uma maior quantidade de vazios proporcionados pelo menor empacotamento de partículas de diâmetros médios próximos. A existência e a mistura de vários diâmetros pode favorecer a ocupação dos interstícios vazios entre as partículas,

com as menores partículas ocupando os espaços vazios que ficam entre as partículas maiores. Sistemas compostos por larga faixa de diâmetros médios densificam de forma mais significativa (PANDOLFELLI et al., 2000).

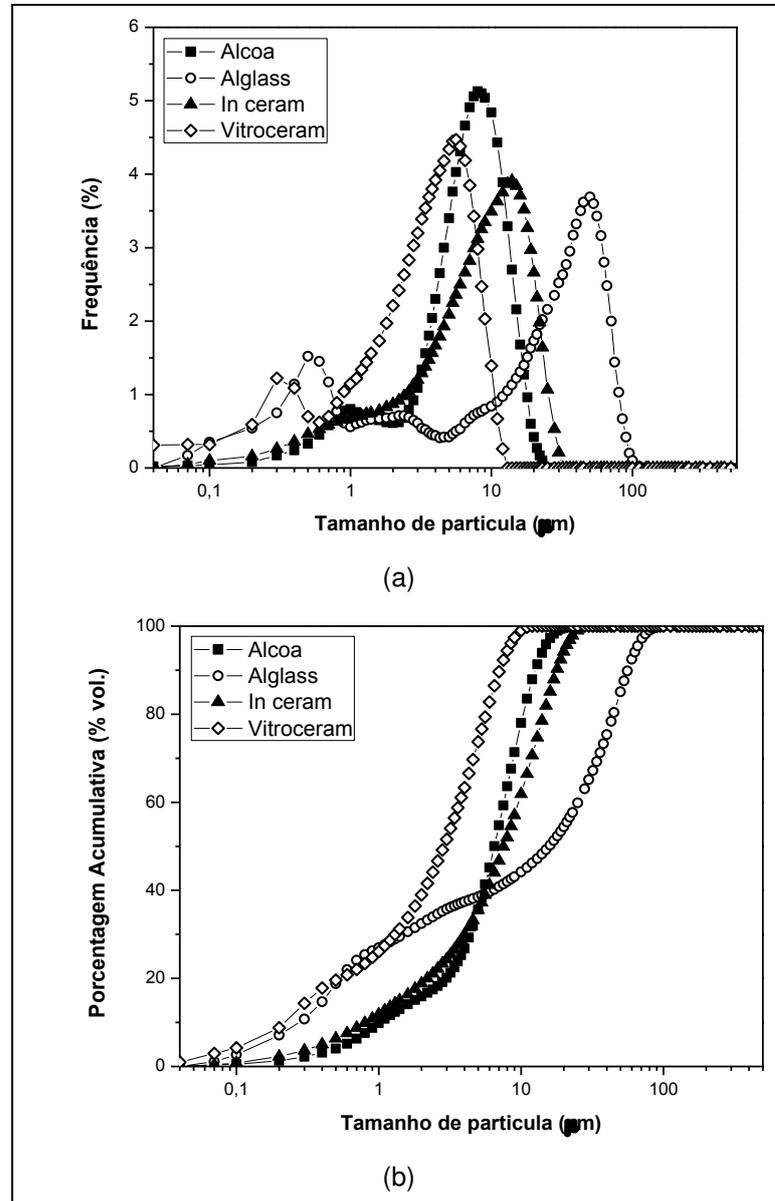


Figura 31 – Distribuição granulométrica do pó das aluminas Alcoa, Alglass, In Ceram e Vitro Ceram.

A Figura 32 apresenta as imagens de microscopia eletrônica de varredura da alumina comercializada pela Alcoa 5000(a) e 500(b). Pode-se observar a partir das imagens que as amostras apresentaram morfologia com aglomerados irregulares na forma de placas finas e de diferentes tamanhos. Este tipo de aglomerado é característico da $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. A Figura 33 apresenta as imagens de microscopia eletrônica de varredura da alumina Alglass 5000(a) e 500(b). Pode-se observar a

partir das imagens que as amostras apresentaram morfologia com tamanhos de partículas bem distintos e espaços intergranulares reduzidos. A Figura 34 apresenta as imagens de microscopia eletrônica de varredura da alumina Vitro Ceram 1000X (a) e 2000X (b). Pode-se observar a partir das imagens que as amostras apresentaram morfologia com tamanhos de partículas com espaços intergranulares mais reduzidos e presença de partículas menores. A Figura 35 apresenta as imagens de microscopia eletrônica de varredura da alumina InCeram 1000X (a) e 2000X (b). Pode-se observar a partir das imagens que as amostras apresentaram morfologia com tamanhos de partículas regulares e mais próximas.

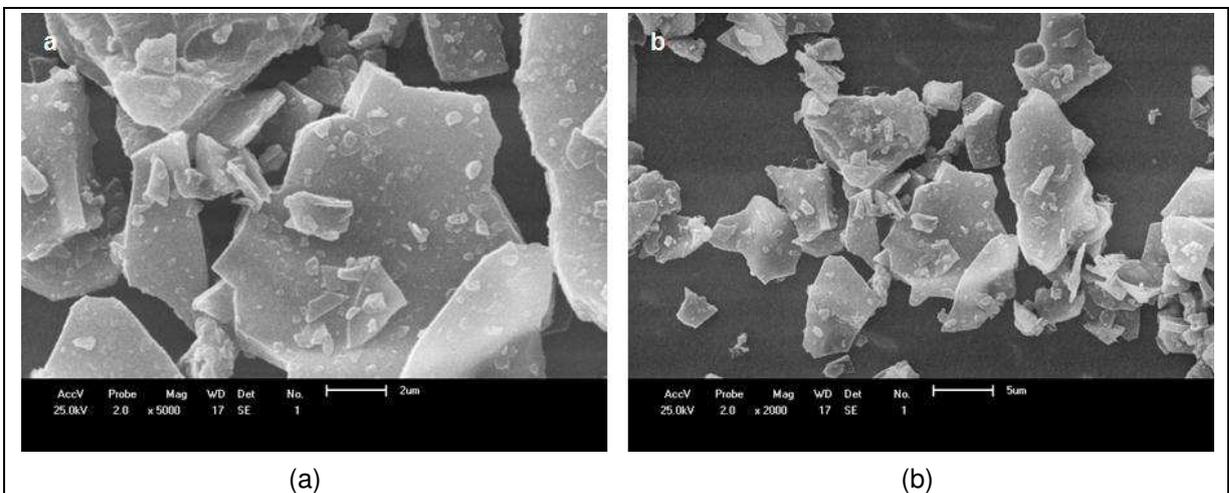


Figura 32– Imagens de MEV (a e b) pó alumina Alcoa (APC-3017G) com pureza de 99.7%

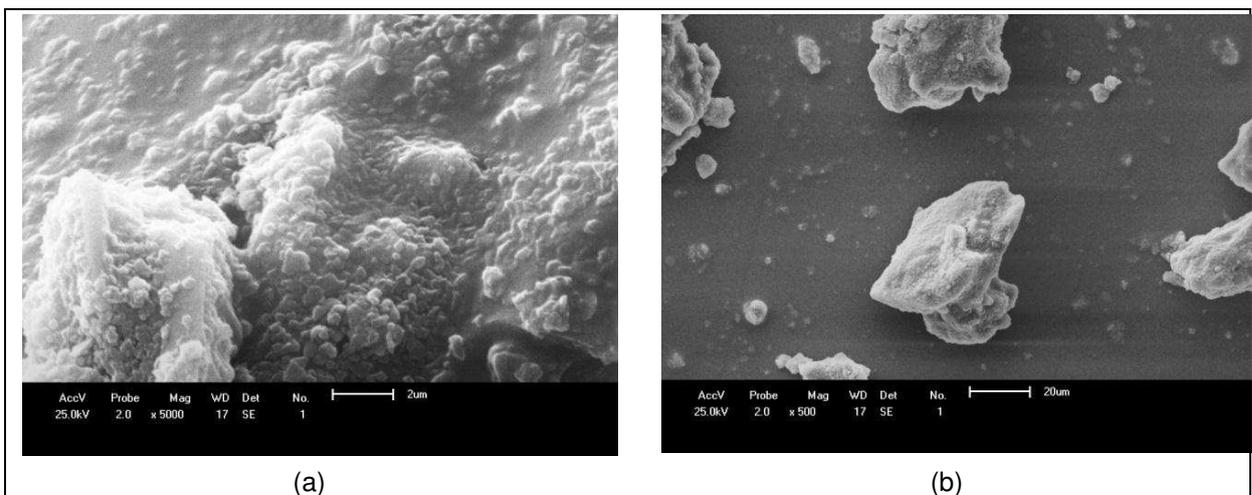


Figura 33 – Imagens de MEV (a e b) pó alumina Alglass

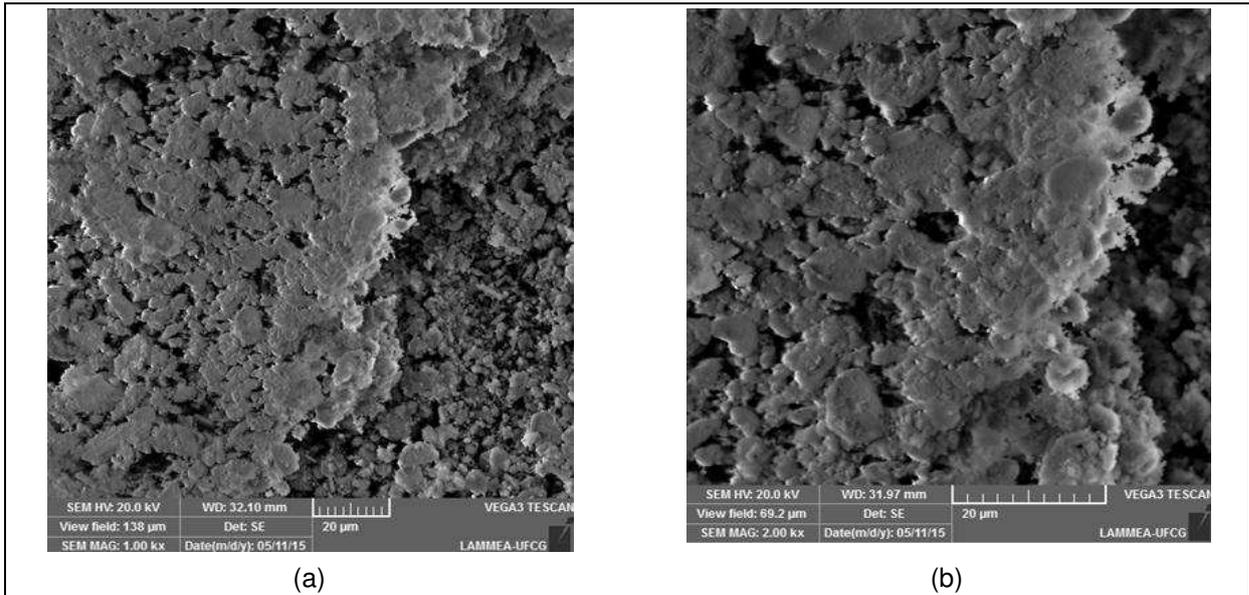


Figura 34 – Imagens de MEV (a e b) pó alumina Vitro Ceram.

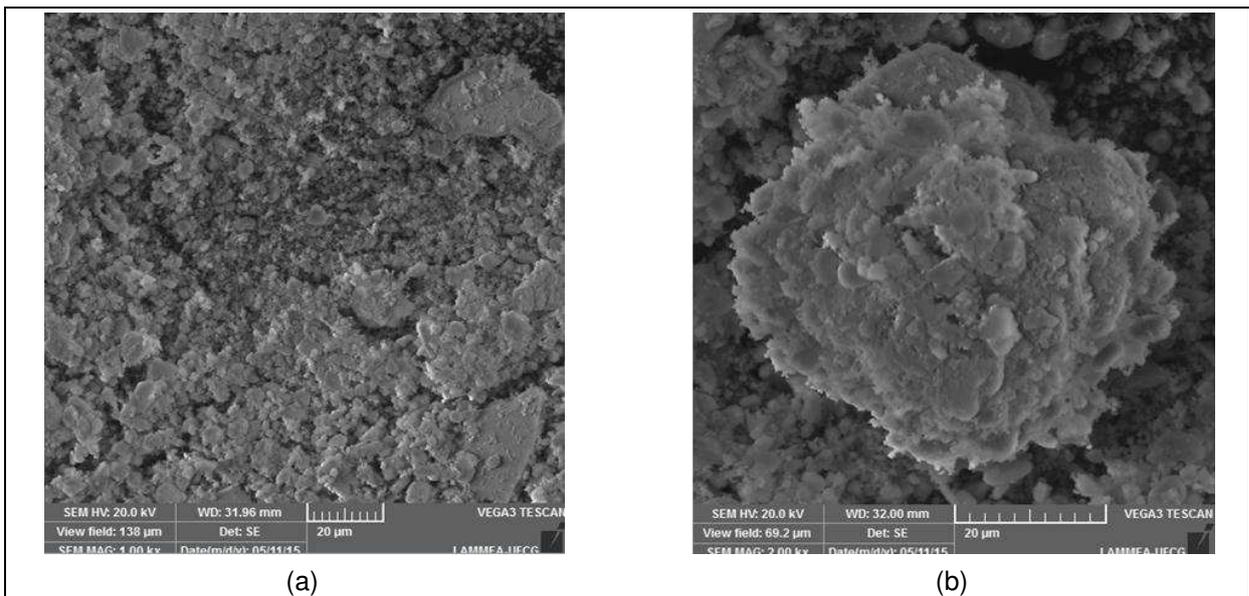


Figura 35 – Imagens de MEV (a e b) pó alumina In Ceram.

5.2 Caracterizações das amostras após compactação e infiltração

A Tabela 4 e 6 apresentam os dados estatísticos das caracterizações físicas e mecânicas em que foi aplicado o teste de Tukey onde se obtém a comparação de média ao nível de significância de 5%. As letras sobrescritas iguais significam valores estatisticamente iguais e letras diferentes significam valores estatisticamente diferentes. Nas Tabelas 3 e 5 não foram realizados a estatística de Tukey e apresenta dados obtidos através das médias e desvio padrões dos grupos estudados com o resultado das suas referidas caracterizações.

A Tabela 3 apresenta os dados obtidos para a absorção de água, porosidade, densidade aparente e retração linear das amostras de alumina sinterizadas a 1400 °C e com infiltração de PMMA.

Tabela 3 – Dados obtidos para a absorção de água, porosidade, densidade aparente e retração linear das amostras de alumina sinterizadas à 1400 °C e com infiltração de PMMA

Amostras	Tempo de infiltração (h)	Condições de infiltração	Densidade (g/cm ³)	Porosidade (%)	Absorção de água (%)	Retração linear
Alcoa	SI	Sem infiltração	2,2 ± 0,16	43,8 ± 4,0	16,5 ± 2,1	0,8 ± 0,4
	12	Pressão á vácuo	2,1 ± 0,17	40,0 ± 10,4	19,0 ± 6,4	0,6 ± 0,09
	12	Pressão 2 Bar	2,1 ± 0,04	41,2 ± 2,5	19,2 ± 1,5	0,7 ± 0,02
	6	Pressão baixa e alta	2,4 ± 0,13	25,5 ± 13,1	9,5 ± 5,0	0,7 ± 0,17
	12	Pressão baixa e alta	2,5 ± 0,016	14,6 ± 3,4	5,4 ± 0,9	0,6 ± 0,06
Alglass	SI	Sem infiltração	2,6 ± 0,03	29,4 ± 0,6	9,9 ± 0,2	1,7 ± 5,8
	6	Pressão baixa e alta	2,8 ± 0,04	16,1 ± 3,9	5,4 ± 1,3	0,8 ± 0,04
	12	Pressão baixa e alta	2,8 ± 0,04	13,4 ± 2,6	4,5 ± 0,8	1,2 ± 1,1
In Ceram	SI	Sem infiltração	2,6 ± 0,08	33,1 ± 2,2	11,1 ± 1,0	2,2 ± 1,03
	6	Pressão baixa e alta	2,6 ± 0,23	21,0 ± 11,7	7,3 ± 4,3	2,4 ± 1,1
	12	Pressão baixa e alta	2,8 ± 0,06	13,6 ± 11,6	4,5 ± 3,8	2,4 ± 0,17
Vitro Ceram	SI	Sem infiltração	2,8 ± 0,01	28,1 ± 2,8	9,0 ± 0,09	2,8 ± 0,05
	6	Pressão baixa e alta	2,5 ± 0,34	18,8 ± 5,5	6,9 ± 1,6	2,2 ± 1,01
	12	Pressão baixa e alta	2,6 ± 0,07	0,2 ± 0,1	0,14 ± 0,07	3,3 ± 0,13

Verifica-se na Tabela 3 que os corpos de prova imersos no monômero por 3 h e utilizando uma condição à vácuo (600 mmHg) por 30 min e pressão de 2 bar em panela de pressão não reduziu a porosidade aparente em relação a infiltração do monômero no substrato poroso da alumina Alcoa. Tal fato pode estar ligado a baixa pressão aplicada, não sendo suficiente para preencher os poros com o polímero. Quando a infiltração do monômero no substrato poroso foi realizada utilizando vácuo seguido de alta pressão em um mesmo recipiente, ou seja, primeiramente um vácuo (750 mmHg) por 30 min. e, posteriormente, submetido a alta pressão de 7 bar por um período de 6 h, verificou-se uma redução na porosidade aparente na alumina Alglass de 29,4 ± 0,6 para 16,1 ± 3,9. A infiltração do monômero por um período de 12 h, nas mesmas condições anteriormente descritas, apresentou uma melhor redução da porosidade aparente (0,2 ± 0,1) da alumina vitro Ceram com infiltração de 12 h em relação à porosidade dos demais grupos, pelo fato deste monômero apresentar alta fluidez e ser aplicada sobre alta pressão o mesmo flui para os interstícios das partículas de alumina através da força capilar reduzindo a porosidade.

A Tabela 4 apresenta as características dos pós-cerâmicos, no que diz respeito ao tamanho de partícula, distribuição de tamanho, condições dos aglomerados e homogeneidade química que são fundamentais na busca da alta densidade.

Tabela 4 – Comparação de médias para absorção de água, porosidade aparente e densidade aparente de amostras independentes, pelo teste de Tukey ao nível de 5% de significância estatística

Amostras	Tempo de infiltração (h)	Médias de Densidade	Medias de porosidade	Médias de absorção de água
Alcoa	SI	2,2 b	43,8 ^a	16.5a
	6	2,4ab	25,5b	9.5b
	12	2,5 a	14,6b	5.4b
		P 0,02	P 0,002	P0.002
Alglass	SI	2,6 b	29,4 a	9,9 ^a
	6	2,8 a	16,1 b	5,4b
	12	2,8a	13,4 b	4,5b
		P 0,002	P <,0,001	P <,0001
In Ceram	SI	2,6a	33,1a	11,1 ^a
	6	2,6 a	21,0 b	7,3ab
	12	2,8 a	13,6 b	4,5 b
		P 0,04	P <,0,001	P 0,0023
Vitro Ceram	SI	2,8 a	28,1 a	9,0 a
	6	2,5 a	18,8 b	6,9b
	12	2,6 a	0,2 c	0,1c
		P0,68	P <,0,001	P <,0001

Nota: Letras sobrescritas iguais significa valores estatisticamente iguais e letras diferentes significam valores estatisticamente diferentes em um nível de significância de 5%.

Com base na Tabela 4 observa-se que a alumina Alcoa apresenta uma maior porosidade, menor retração, maior absorção de água e conseqüentemente menor densidade, em relação as demais aluminas, no entanto a alumina Vitro Ceram foi a que apresentou a maior densidade aparente, pelo fato de haver uma maior faixa de distribuição granulométrica com diferentes tamanhos de partículas, contribuindo, desta forma para um melhor empacotamento. Um empacotamento monomodal de partículas (partículas com o mesmo tamanho) deixa vazios (poros) entre as partículas e na maioria dos casos essa densidade de empacotamento pode ser melhorada pela adição aleatória de partículas menores. A condição necessária é que os espaços vazios sejam preenchidos sem o aumento do volume total. De acordo com a literatura (GERMAN, 1989) o empacotamento de partículas com distribuição bimodal de tamanhos (partículas com dois tamanhos diferentes) resulta

em densidades maiores do que o empacotamento de partículas com distribuição monomodal de tamanhos. A alumina Alcoa mesmo apresentando uma distribuição bimodal a faixa de distribuição das partículas é menos larga e com isso resulta em mais vazios e menor densidade em relação as outras aluminas estudadas. O sistema In Ceram apresenta espaços intergranulares mais regulares enquanto nos sistemas Alglass e Vitro Ceram esses espaços são mais reduzidos, no entanto a alumina Alglass apresenta uma faixa larga e trimodal de distribuição de diâmetro de partículas e a Vitro Ceram apresenta uma faixa de distribuição de partículas menos larga, mas com maior presença de partículas menores que contribuem para um melhor empacotamento. Na Figura 35 pode-se observar que a microscopia eletrônica de varredura dos sistemas In-Ceram se apresenta com grãos mais regulares e tamanhos mais próximos, o vitro-Ceram Figura 34 apresenta uma estrutura semelhante, no entanto com maior quantidade de grãos menores. De acordo com o teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade (Tabela 4) pode-se constatar que a densidade da alumina Vitro Ceram e In Ceram não apresentou diferença estatística entre si nos tempos de 6 e 12 h e grupo controle, no entanto a Alcoa e Alglass não apresentaram diferença estatística entre si quando infiltrada por 6 e 12 h, mas apresentaram diferenças em relação ao grupo controle. Em relação à porosidade não houve diferença estatística para os diferentes tempos de infiltrações da alumina Alcoa, Alglass e In Ceram. Diferentemente da Alumina Vitro que apresentou diferença estatística relacionada a todos os tempos, onde houve uma maior redução de porosidade na infiltração de 12 h em relação ao tempo de 6 h. Todas apresentaram-se diferentes, estatisticamente, em relação ao grupo controle. Em relação à absorção de água a Vitro Ceram não apresenta diferença estatística nos tempos infiltrados e nem no grupo controle. Para as aluminas Alcoa, Alglass e In Ceram, não houve influência, estatisticamente, em relação tempo e sim em relação ao grupo controle.

Na Tabela 5 observa-se o resultado mecânico de flexão em três pontos e dureza, dos corpos de prova das aluminas Alcoa, Alglass, Vitro Ceram e In Ceram sinterizadas a 1400 °C com diferentes condições para infiltração do monômero, assim como do PMMA. Os valores observados para as amostras sinterizadas sem infiltração apresentam-se baixos, pois se trata de uma estrutura porosa e como descrito na revisão bibliográfica poros são concentradores de tensões e favorecem a redução da resistência mecânica (CALLISTER, 2002), no entanto os valores de

resistência mecânica após diferentes tempos de infiltrações das aluminas Alcoa, Alglass e In Ceram apresentaram um aumento, mas abaixo dos especificados pela norma ISO 6872 para aplicações na confecção de infraestrutura em prótese fixa. Isso ocorreu pelo fato do substrato poroso ser parcialmente infiltrado pelo monômero, o que pode ser atribuído a formação de trincas que surgem durante a compactação e se propagam devido às diferenças de coeficiente de expansão térmica dos constituintes da mistura, além do rearranjo molecular da fase polimérica, que tendem a provocar retração volumétrica e pode deixar vazios que não contribuem no suporte dos esforços externos aplicados aos corpos cerâmicos.

Tabela 5 – Resistência à flexão e microdureza das aluminas sinterizadas a 1400 °C e infiltradas com PMMA

Amostra	Condições das amostras Tempo de aplicação (H)	Resistência (MPa)	Microdureza (HV)
Alcoa (AC)	SI	14,9 ± 2,0	437,8 ± 60,1
	6	14,5 ± 2,9	454,0 ± 59,3
	12	15,7 ± 1,0	462,6 ± 0,7
Alglass (AG)	SI	9,0 ± 2,1	455,0 ± 36,6
	6	9,4 ± 5,1	468,8 ± 15,5
	12	16,5 ± 5,4	519,1 ± 39,5
In Ceram (IC)	SI	41,0 ± 3,8	458,0 ± 28,2
	6	61,0 ± 7,7	704,0 ± 41,7
	12	75,9 ± 8,0	857,0 ± 55,1
Vitro Ceram (VC)	SI	37,5 ± 17,6	439,0 ± 37,3
	6	78,8 ± 16,6	1030,7 ± 52,3
	12	119,3 ± 23,6	1055,1 ± 111,0
PMMA	–	25,0 ± 5,0	296,0 ± 41,7

Segundo Steier, Koplín e Kailer (2013), durante a conversão de monômero para polímero, ocorre uma redução de volume de aproximadamente 10% de acordo com estudos desenvolvidos por esses autores em que foi utilizado os co polímeros TEGDMA e UDMA com o iniciador peróxido de benzoila para infiltração de um substrato poroso de cerâmica (Al_2O_3 Ceram Tec GmbH). Foi realizado um tratamento de superfície com o silano com a finalidade de uma melhor adesão entre os substratos orgânicos e inorgânicos. Após a infiltração a vácuo em uma câmara com controle de temperatura e pressão os resultados obtidos de resistência a flexão para as amostras infiltradas foi de 187 MPa tendo um aumento significativo em relação as não infiltradas 50 MPa. A pesquisa atual obteve uma resistência de flexão 119,9 MPa nas amostras de alumina Vitro Ceram que foram infiltradas com PMMA obtendo

uma resistência à flexão 119,9 MPa em relação as não infiltradas com valores de flexão 37,5 MPa. Observa-se que este resultado, citado acima, poderá ser comparado com a literatura em que apresenta valores superiores uma vez que foi utilizado diferentes tipos de cerâmicas, polímeros, agentes de união, assim como o método de polimerização em que foram submetidas as amostras(Quadro 4) No monômero puro, a redução de volume é caracterizada por encolhimento isotrópico. Se um fluxo permanente de monômeros em direção aos centros de polimerização for possível, a polimerização ocorre sem a geração de poros. A polimerização que ocorre em direção ao centro das amostras, mas se houver a redução de volume do monômero infiltrado na matriz de alumina, o mesmo gera defeitos na forma de poros dentro das mesmas. Como consequência uma quantidade limitada de monômero é infiltrada e a restrição em relação a sua mobilidade acontece devido a separação espacial entre os dois materiais e as forças de capilaridade capaz de promover a infiltração (STEIER; KOPLIN; KAILER, 2013).

Analisando a curva da distribuição granulométrica Figura 31 (a e b) observa-se que a alumina Alglass apresenta uma distribuição de partículas mais larga, o que favorece ao maior fator de empacotamento, no entanto apresenta uma menor resistência mecânica em relação as demais aluminas o que pode estar relacionado ao fato desse compósito apresentar espaço intergranulares mais reduzidos o que resulta em áreas com defeitos, como também pela diferente composição química e microestrutura, uma vez que o pó desta alumina é composto por grande agregado que irão diminuir a cinética de sinterização e dificultar a densificação do sistema tal como observado nas micrografias das Figuras 33 (a e b), no entanto, quando este tipo de alumina foi submetida com o mesmo infiltrante sobre as mesmas condições, descritas anteriormente, houve uma redução de porosidade em relação a alumina Alcoa, no entanto, verifica-se um aumento na resistência mecânica da alumina Vitro-Ceram quando infiltrada com PMMA por 12 h apresentando uma média $119,3 \pm 23,6$ em relação a In Ceram que apresentou média $75,9 \pm 8,0$ pelo mesmo tempo de infiltração e os demais grupos. Desta forma a alumina Vitro Ceram apresentou uma resistência à flexão de 217,6 % em relação ao grupo controle quando infiltrada por 12 h e 109,7% quando infiltrada por 6 h. O sistema Alglass apresentou propriedades de resistência à flexão inferior aos demais sistemas, necessitando melhoras, provavelmente, com relação a um maior controle dos tamanhos das partículas e melhor infiltração do monômero, podendo utilizar outros métodos para infiltração do

monômero como mencionado em sugestões futuras. Desta forma, a alumina Vitro Ceram pode ser indicada para utilização de estruturas livres de metal para coroas unitárias e prótese parcial fixa de até 3 elementos anteriores, pois a subestrutura porosa desta alumina foram as mais preenchidas pelo monômero infiltrante, pelo fenômeno de capilaridade o que pode ter contribuído para os diferentes resultados mecânicos de flexão e microdureza ($1055,1 \pm 111,0$). A menor média de microdureza e flexão apresentada foi a alumina Alglass.

A Tabela 6 apresenta os resultados dos ensaios de resistência à flexão e microdureza em que foram submetidos ao teste de Tukey ao nível de 5% de significância estatística. Verifica-se que os corpos da Vitro Ceram no teste de microdureza não diferem estatisticamente quando infiltrado por 6 e 12 h, no entanto a In Ceram difere estaticamente entre si nos tempos infiltrados em relação ao grupo controle. A Alglass apresenta diferença estatística quando infiltrada por 12 h e a Alcoa não difere estatisticamente entre si. No teste de flexão tanto a Vitro Ceram como a In Ceram apresenta diferença estatística entre si, enquanto a Alglass e Alcoa não apresenta diferença entre si. Desta forma este estudo condiz com os resultados obtidos na pesquisa de Figueiredo Filho (2012) onde constatou-se que aluminas com microestruturas menos porosas infiltram melhor em relação as mais porosas, no entanto características estruturais e composições químicas interferem nos resultados mecânicos, uma vez que a resistência a flexão de materiais cerâmicos está diretamente relacionada com a presença de defeitos estruturais.

O Quadro 4 apresenta um comparativo dos resultados obtidos no teste de flexão e microdureza referente ao trabalho atual e o da literatura mencionados na referida tese (pagina 44 a 47).

A Figura 36 apresenta as imagens de micrografias óticas das amostras não infiltradas com PMMA (Figura 36a), infiltradas com PMMA sem corante (Figura 36b) e infiltradas com PMMA e corante azul de metileno (Figura 36c). Pode-se observar a penetração do PMMA no substrato poroso de forma homogênea.

Tabela 6 – Comparação da igualdade de médias para os ensaios de resistência à flexão e microdureza de amostras independentes, pelo teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade

Amostras	Tempo de infiltração (h)	Médias de flexão	Medias de microdureza
Alcoa	SI	14 a	437,8 a
	6	14,5 a	454,2 a
	12	15,7 a	462,6 a
		P 0.8775	P 0.1401
Alglass	SI	9,0 a	455,7 b
	6	9,4 a	468,8 b
	12	16,5 a	519,1 a
		P 0.0737	P 0.0003
In Ceram	SI	41,0 c	458,0 c
	6	61,0 b	704,9 b
	12	75,9 a	857,5 a
		P <.0001	P <.0001
Vitro Ceram	SI	37,5 c	439,8 b
	6	7,8,8 b	103,7 a
	12	119,3 a	1055,1 a
		P <.0001	P <.0001

Nota: As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de significância estatística.

Quadro 4 – Comparativo dos resultados obtidos no teste de flexão e microdureza referente ao trabalho atual e o da literatura

Autores	Material da literatura	Material Atual	Trabalho da literatura		Trabalho Atual	
			Microdureza (GPa)	Teste Flexão (MPa)	Microdureza (MPa)	Teste Flexão (MPa)
Steier Koplín et al. (2013)	Cerâmica (Al ₂ O ₃ CeramTec GmbH, Alemanha) Tratamento silano Pressão 200 MPa 12 h	Vitro Ceram	–	50,00 (sem infiltração) 187,00 (com infiltração)		37,58 (sem infiltração) 119,94 (com infiltração)
Steier Koplín et al. (2013)	Co-polímero Trietilenoglicol-dimetacrilato (TEGDMA) e uretano dimetacrilato (UDMA)	PMMA	–	72,00		25,00
Coldea, Swain e Thiel (2013)	Cerâmica Feldspática porosa (59 a 72% densidade e 100% densa) Coldea	Vitro Ceram	1,05 a 2,10 (porosas) e 6,41 (densa)	159,00 à 131,00 MPa (porosas) e 103,36 (densa)	1055,10 (1,05 GPa)	37,58–(sem infiltração) 119,94 (com infiltração)
Coldea, Swain e Thiel (2013)	UDMA TEGMA e peróxido de benzoila Industrias Evonik AG, Essen, Alemanha	PMMA	–	135,00	296,00–	25,00
Li et al. (2014)	Zircônia (3y-PSZ) CAD CAM Agente de acoplamento não mencionado	Vitro Ceram	-	202,00	-	37,58 (sem infiltração) 119,94 (com infiltração)

Quadro 4 – Comparativo dos resultados obtidos no teste de flexão e microdureza referente ao trabalho atual e o da literatura

Autores	Material da literatura	Material Atual	Trabalho da literatura		Trabalho Atual	
			Microdureza (GPa)	Teste Flexão (MPa)	Microdureza (MPa)	Teste Flexão (MPa)
Li et al. (2014)	Metacrilato	PMMA	-			25,00
Nguyenn et al. (2014)	Feldspática (Vita) Agente silano Polimerização alta pressão 300 MPa a180 °C	Vitro Ceram		305,00		37,58 (sem infiltração) 119,94 (com infiltração)
Nguyenn et al. (2014)	UDMA com e sem peróxido de benzoila	PMMA			296,00	25,00

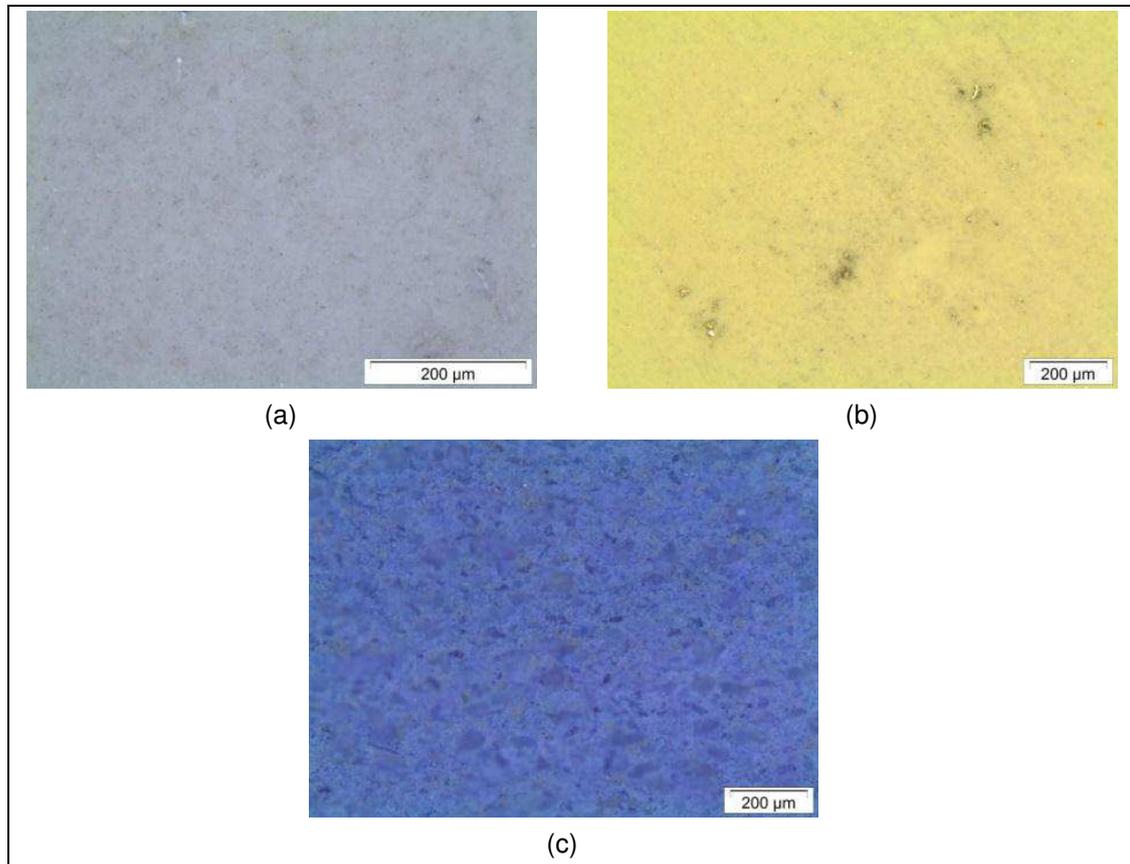


Figura 36 – Micrografias óticas 200X Vitro Ceram sem infiltração PMMA (a), 100X Vitro Ceram com infiltração sem corante (b) e 100X Vitro Ceram com infiltração e corante azul de metileno(c).

A Figura 37 apresenta as imagens de microscopia eletrônica de varredura dos corpos-de-prova sinterizados com a alumina Alcoa (AC) sem infiltração de PMMA com aumento de 1000X (a) e 2000X (b). Verifica-se nestas imagens a presença de poros de grãos uniformes e ausência de trincas na superfície de fratura

analisada. Aparentemente observa-se uma matriz onde as partículas estão sinterizadas de maneira incipiente. A Figura 38 apresenta as imagens de microscopia eletrônica de varredura dos corpos-de-prova sinterizados com a alumina Alglass sem infiltração PMMA, com aumento de 1000X (a) e 2000X (b). Verifica-se nestas imagens a presença de poros e grãos heterogêneos. A Figura 39 apresenta as imagens de MEV, com cortes superficiais e transversais da alumina In Ceram sem infiltração onde verifica-se a presença de espaços intergranulares mais regulares, enquanto que nos sistemas Alglass e Vitro Ceram esses espaços são mais reduzidos. Na Figura 40, pode-se observar as imagens da seção transversais dos substratos porosos de alumina Vitro Ceram sem infiltração com aumento de 500X (a) e 1000X (b) onde verifica-se há presença de porosidade típica do processo de fabricação de corpos de prova desta alumina.

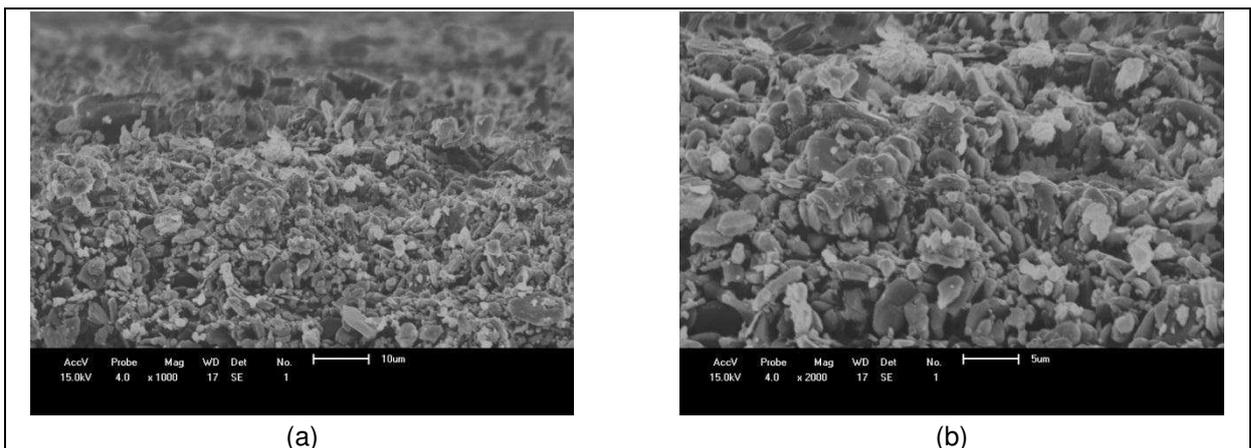


Figura 37 – Imagens de MEV (a e b) corpos de prova da alumina Alumina Alcoa sem infiltração PMMA

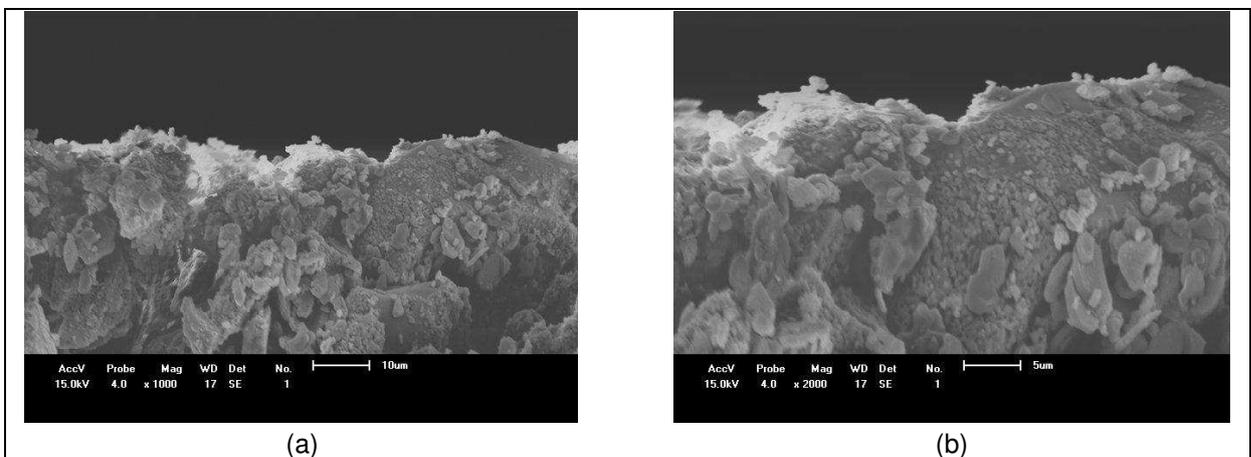


Figura 38 – MEV (a e b) corpos de prova da alumina Alumina Alglass (Celmat) sem infiltração PMMA

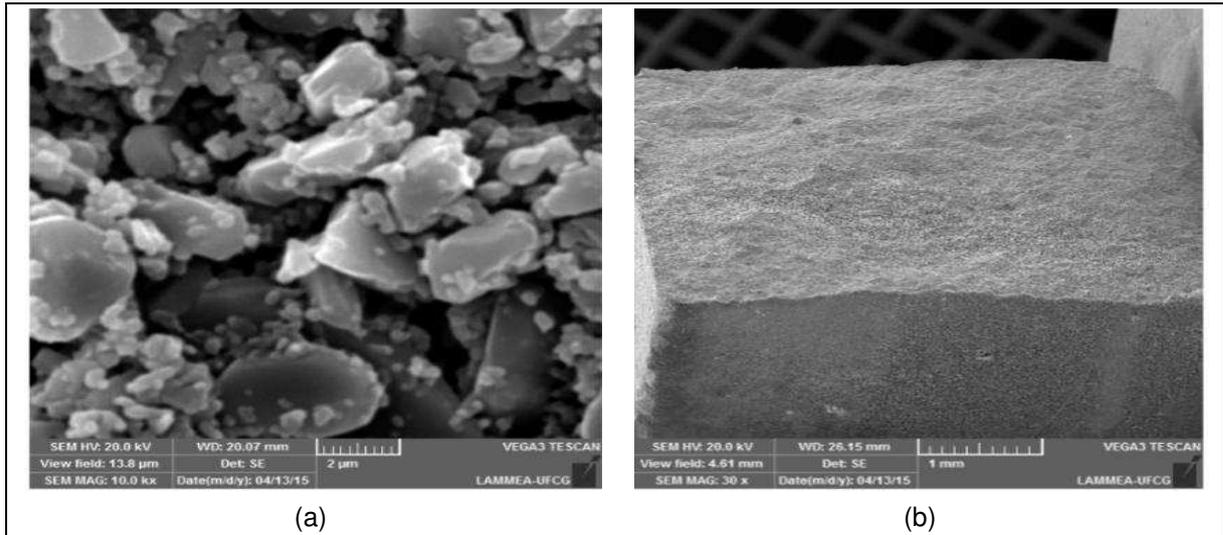


Figura 39 – Imagens de MEV da superfície (a) e da seção transversal (b) de substrato poroso de alumina In Ceram sem infiltração com PMMA (20x)

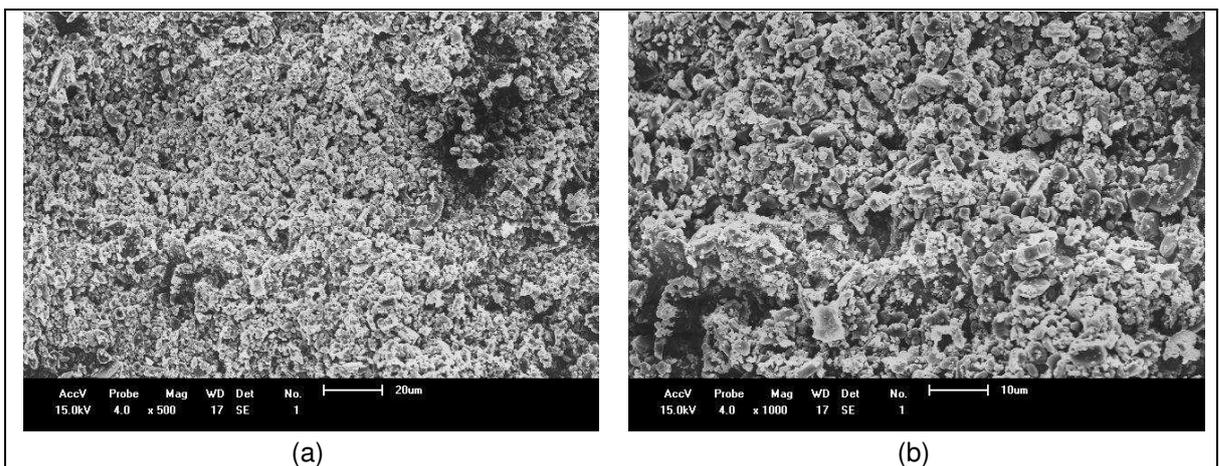


Figura 40 – Imagens das seções transversais dos substratos porosos de alumina Vitro Ceram sem infiltração.

A Figura 41 apresenta imagens de MEV com diferentes aumentos 1000X (a), 300X (b), 500X (c, d) dos substratos de alumina Alcoa (AC) infiltradas por 6 h com PMMA. Observa-se que a matriz de alumina Alcoa não foi preenchida pelo polimetacrilato de metila. As Figuras 41 (a e b) apresentam as imagens de microscopia eletrônica de varredura dos substratos de alumina Alcoa com aumento de 1000X (a) e 500X (b) e a Figura 42 (c) expõe o corte transversal da amostra Alglass (AG) 6 h, com aumento de 50X, em que se observa que não houve infiltração do polímero no corte transversal do substrato poroso do compósito. A Figura 43 com aumento de 500X (a) e 1000X (b) e a Figura 44 com aumento 300X (a, b), 1000X (c), 500X (d) apresentam as imagens de microscopia eletrônica de

varredura com corte de superfície e transversal dos substratos da alumina Alcoa com infiltração PMMA por um período de 12 h em que se observa a infiltração do polímero no corte transversal do substrato poroso do compósito, mas sem o preenchimento total dos poros e com presença de polímero de forma heterogênea. As Figuras 45(a) com aumento de 50X e 46(b) com aumento de 200X, apresentam as imagens de microscopia eletrônica de varredura com corte de superfície e transversal dos substratos da alumina Alglass com infiltração PMMA por um período de 12 h, em que se observa a infiltração do polímero no corte transversal do substrato poroso do compósito. A Figura 46 com aumento de 500X apresenta as imagens de microscopia eletrônica de varredura dos substratos da alumina Alcoa com infiltração PMMA pelo período de 12 h. Pode-se observar que a presença do polímero PMMA na superfície do corte transversal da amostra de alumina, com profundidades de 42,2 μm , 29 μm e 28,4 μm . Nessa amostra foi observada pouca quantidade de polímero infiltrado e formando um filme do polímero na superfície da amostra. A Figura 47 com aumento de 200X apresenta as imagens de microscopia eletrônica de varredura dos substratos da alumina Alglass com infiltração PMMA pelo período de 12 h. Pode-se observar que a infiltração do polímero acontece apenas na superfície do corte transversal da amostra de alumina em que se verifica que foi alcançada a profundidade de 146 μm , e 88,3 μm . A Figura 48 apresenta as imagens de MEV, com cortes superficiais e transversais da alumina In Ceram infiltrada com PMMA por 6 h (Figuras 49) e 12 h (Figuras 50 e 51). O sistema In Ceram apresenta espaços intergranulares mais regulares e não se observa a presença do polímero nas micrografias, enquanto que nos sistemas Alglass e Vitro Ceram esses espaços são mais reduzidos. A Figura 52 apresenta as imagens de MEV da alumina Vitro Ceram com cortes superficiais (a, b) e infiltrada com PMMA pelo período de 6 h e transversais (c, d) infiltrada com PMMA, pelo período 12 h. Percebe-se maior infiltração do PMMA na alumina Vitro Ceram (VC) em relação às aluminas Alcoa e Alglass, conforme Figura 53. A profundidade de polímero infiltrado variou de 173 a 180 μm . Esta profundidade de polímero infiltrado, esta relacionada com o modo de mudança da fratura e com as duas zonas observadas uma densa e outra porosa na secção transversal. Percebe-se maior infiltração do PMMA na alumina Vitro Ceram (VC) em relação às aluminas Alcoa e Alglass (Figuras 46, 47), conforme Figura 53.

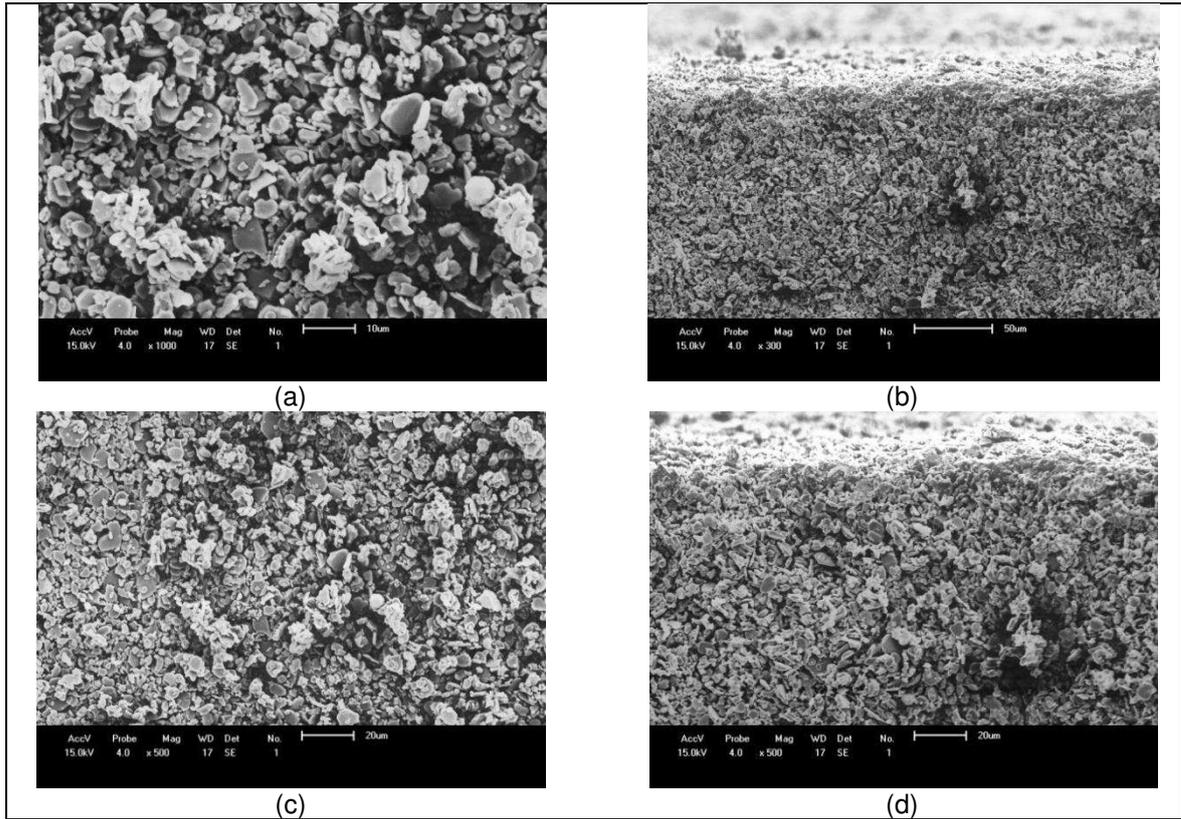


Figura 41 – Imagens de MEV dos substratos de alumina Alcoa com infiltração PMMA pelo período de 6 h. (a) e (c) são cortes superficiais e (b) e (d) cortes transversais.

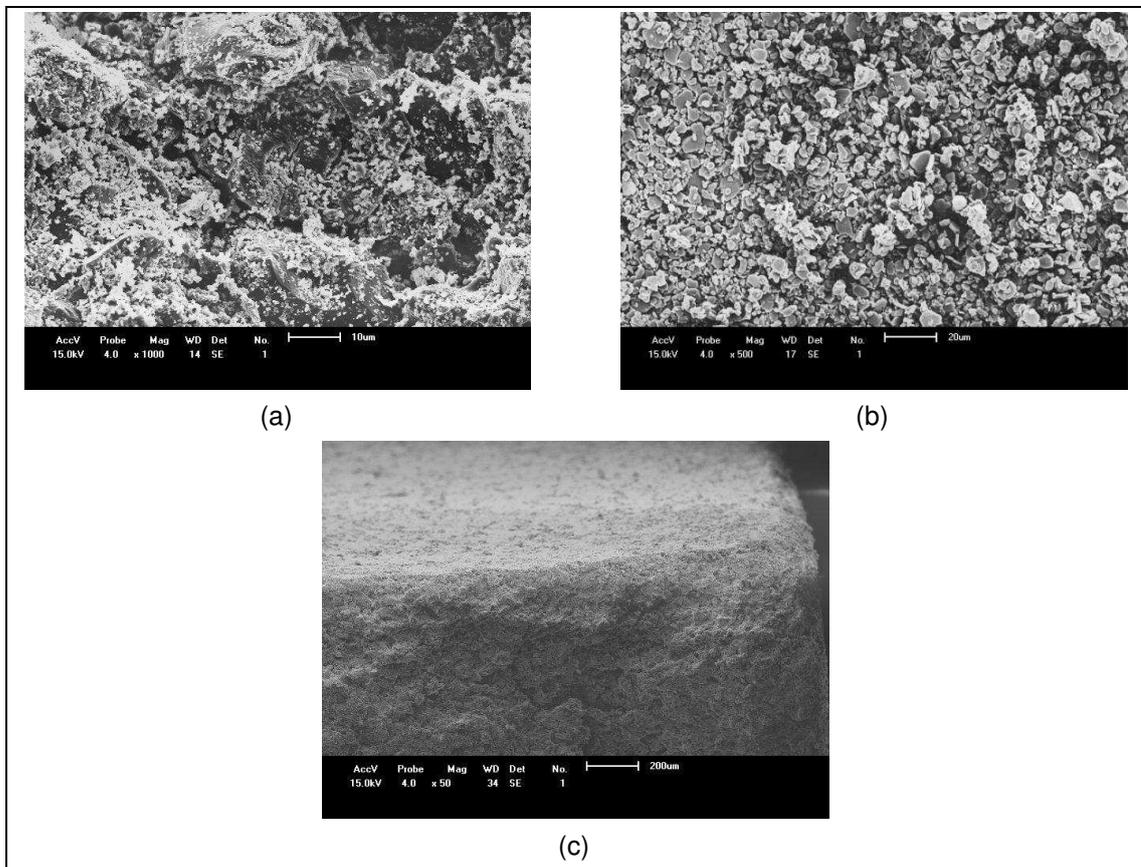


Figura 42 – Imagens de MEV dos substratos de alumina Alglass com infiltração PMMA pelo período de 6 h. (a) e (b) são das superficiais e (c) do corte transversal.

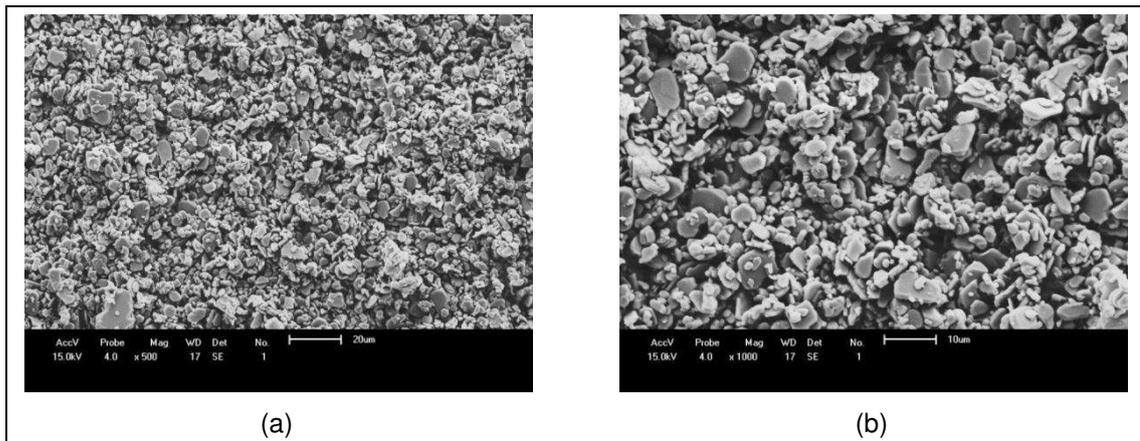


Figura 43 – Imagens de MEV da superfície dos substratos porosos de alumina Alcoa com infiltração de PMMA por um período de tempo de 12 h.

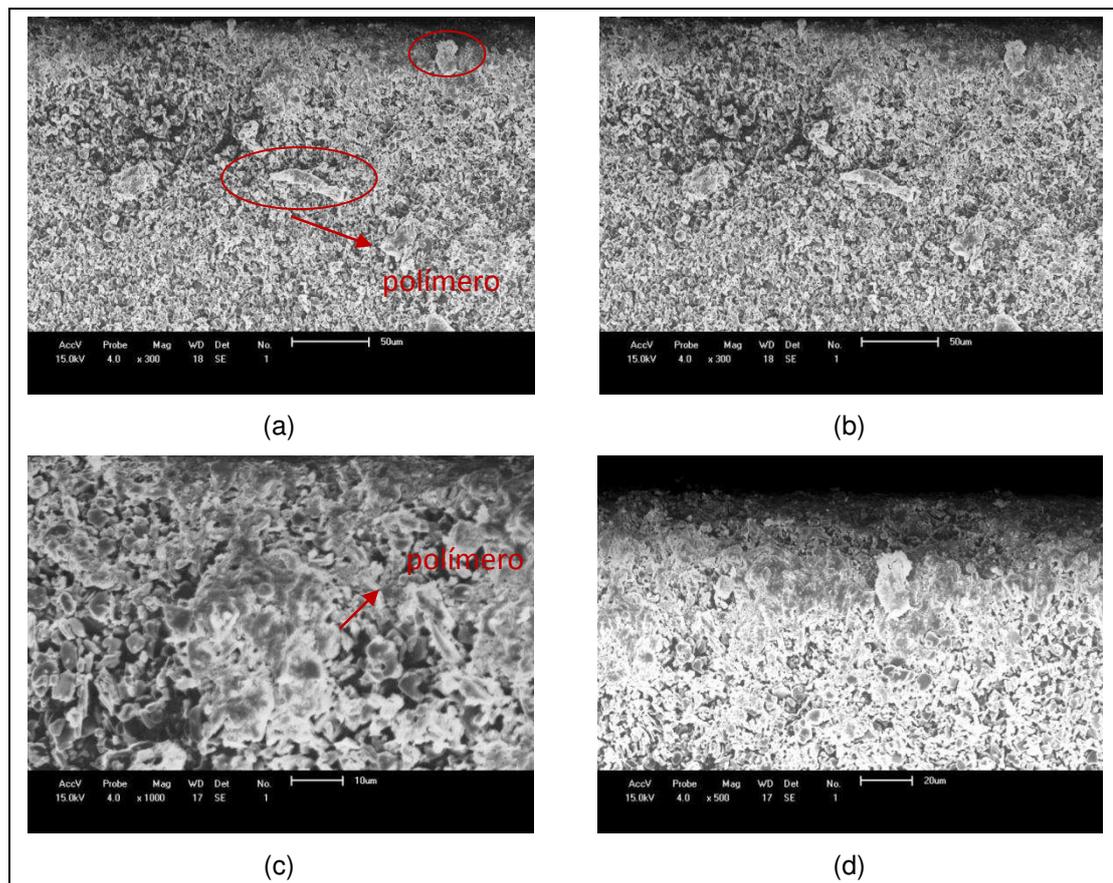


Figura 44 – Imagens de MEV das seções transversais dos substratos porosos de alumina Alcoa com infiltração de PMMA por um período de tempo de 12 h.

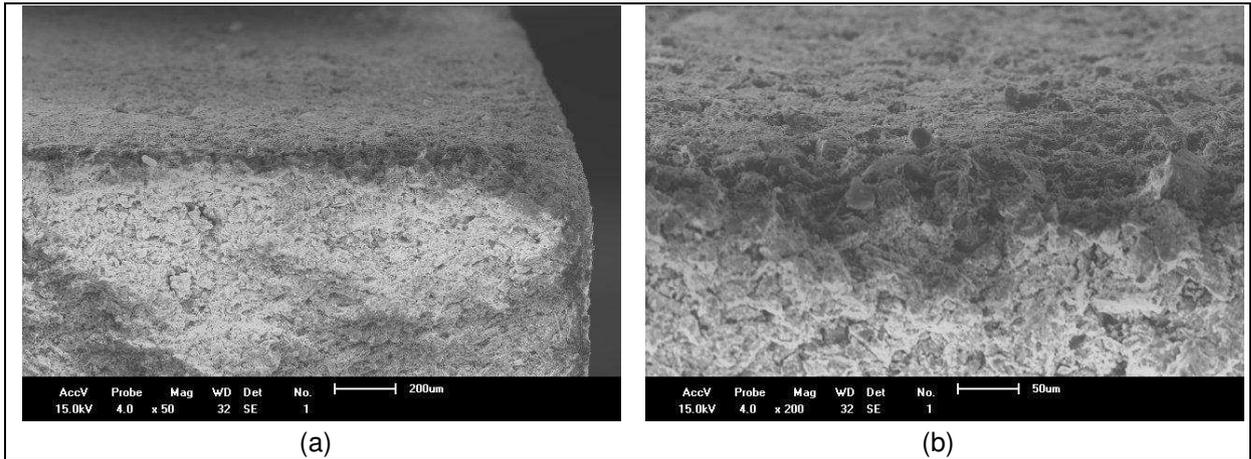


Figura 45 – Imagens de MEV das seções transversais dos substratos porosos de alumina Alglass com infiltração de PMMA por um período de tempo de 12 h.

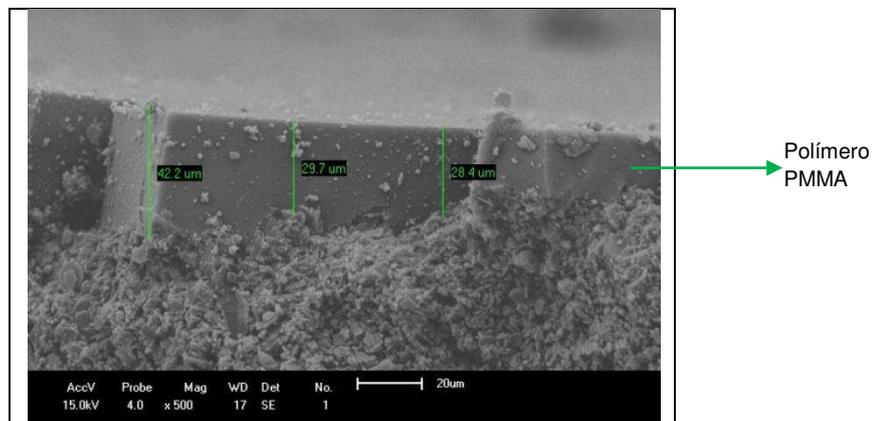


Figura 46 – Imagens de MEV da seção transversal dos substratos obtidos da alumina Alcoa infiltrados por 12 h com PMMA

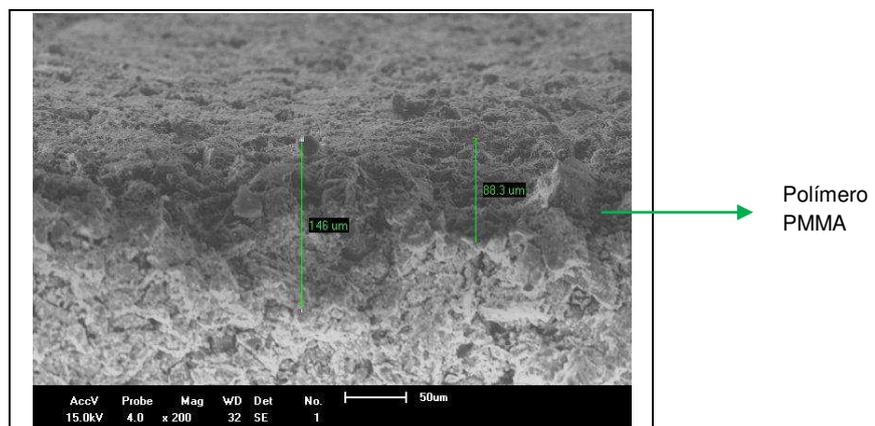


Figura 47 – Imagens de MEV da seção transversal dos substratos obtidos da alumina Alglass infiltrados por 12 h com PMMA

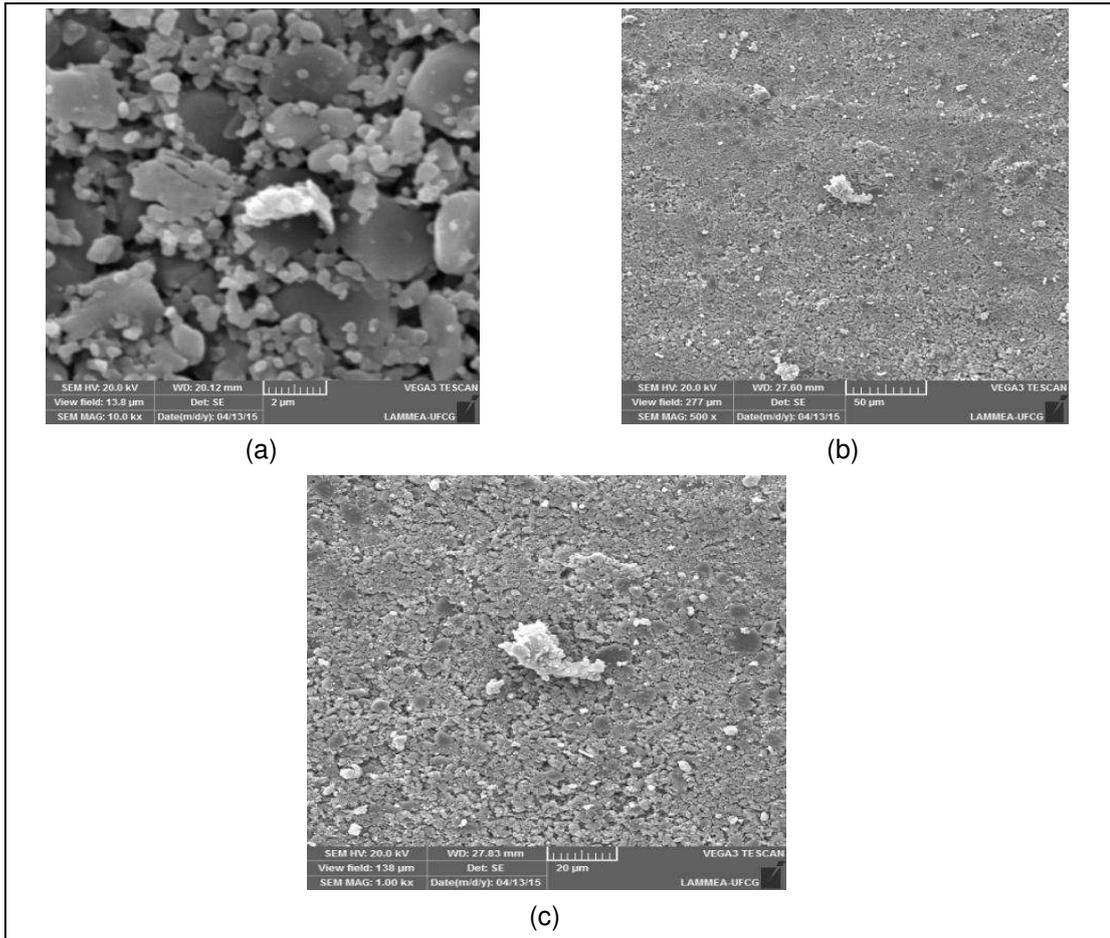


Figura 48 – Imagens de MEV da superfície de substrato poroso de alumina In Ceram com infiltração PMMA 6 h 10X (a) e 500X (b) 1000X (c).

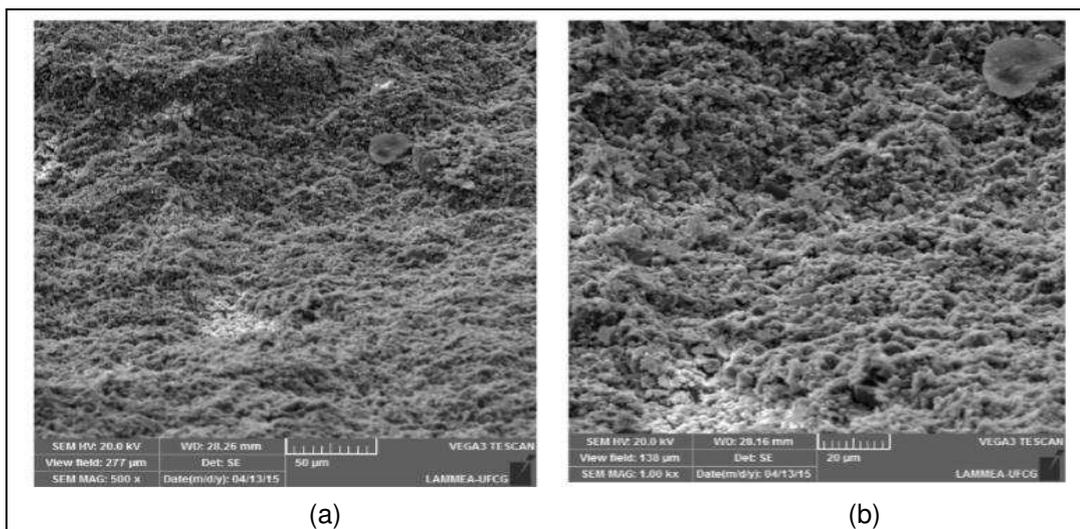


Figura 49 – Imagens de MEV da seção transversal de substrato poroso de alumina In Ceram com infiltração com PMMA 6 h (500X (a) 1000X (b))

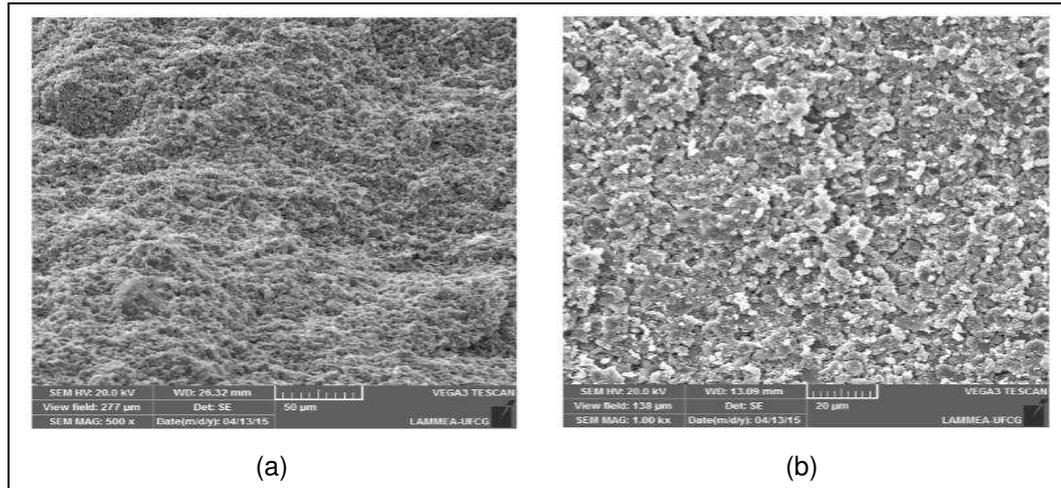


Figura 50 – Imagens de MEV da superfície de substrato poroso de alumina In Ceram com infiltração com PMMA 12 h (500X (a) 1000X (b))

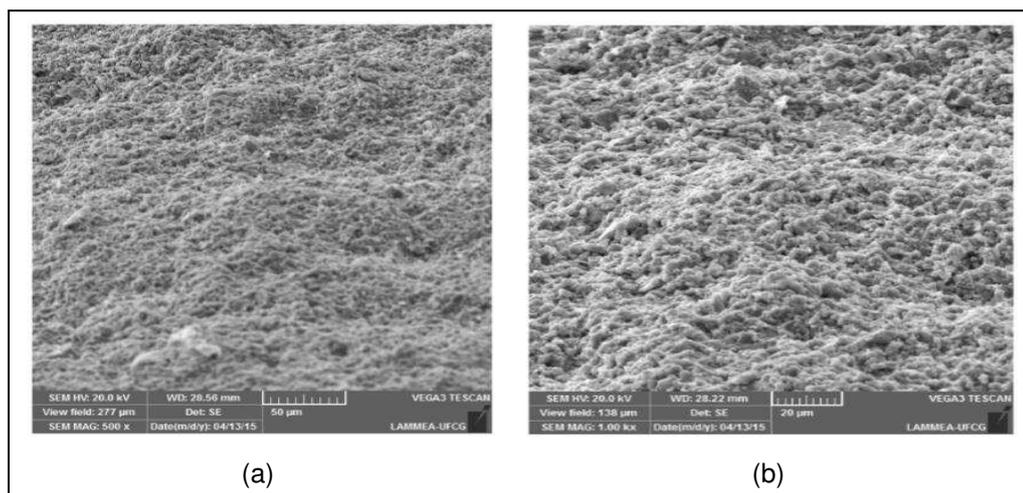


Figura 51 – Imagens de MEV da seção transversal do substrato poroso de alumina In Ceram com infiltração com PMMA 12 h (500X (a) 1000X (b))

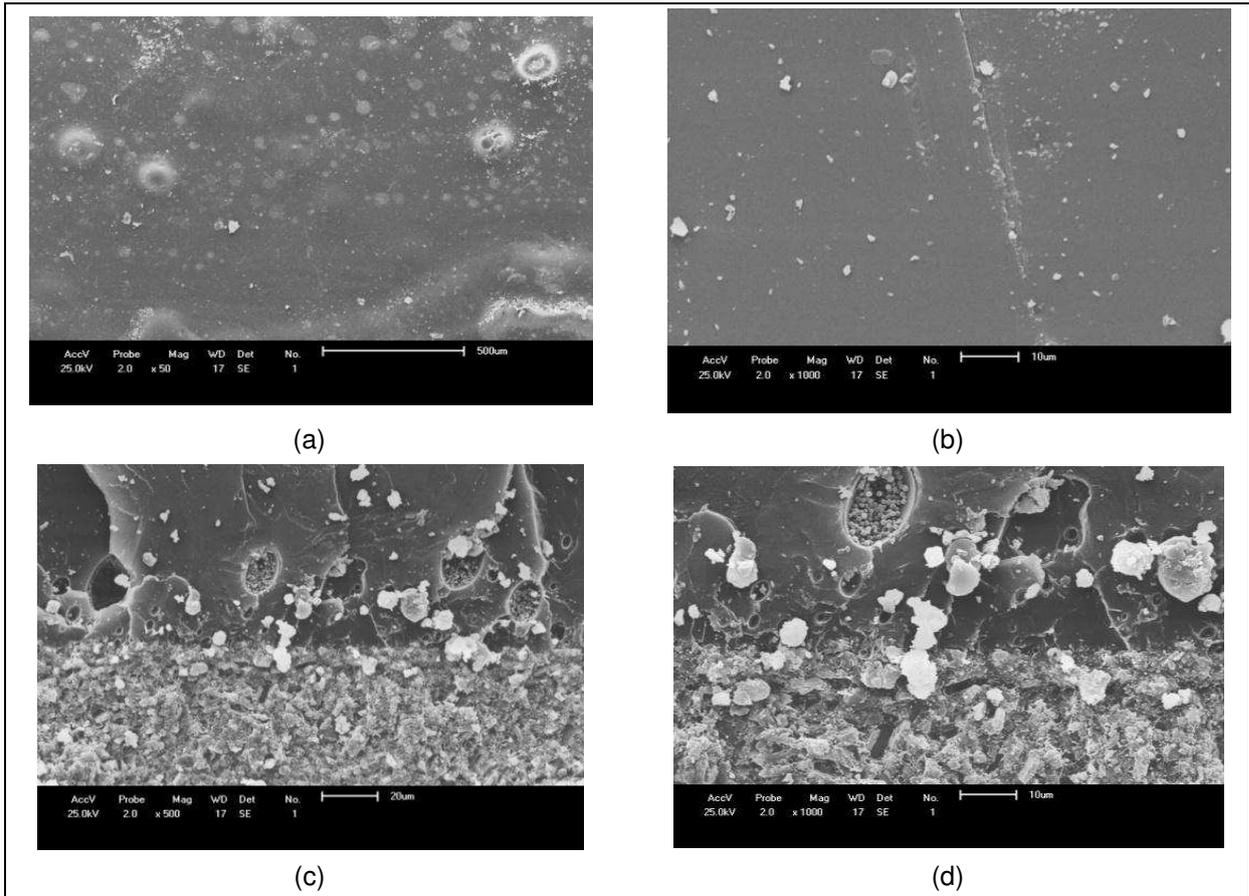


Figura 52 – Imagens de MEV das superfícies 50X (a) e 1000X (b), e das seções transversais (c) 500X e (d) 1000X dos substratos porosos de alumina Vitro Ceram com infiltração PMMA por 12 h (c, d) e 6 h (a, b).

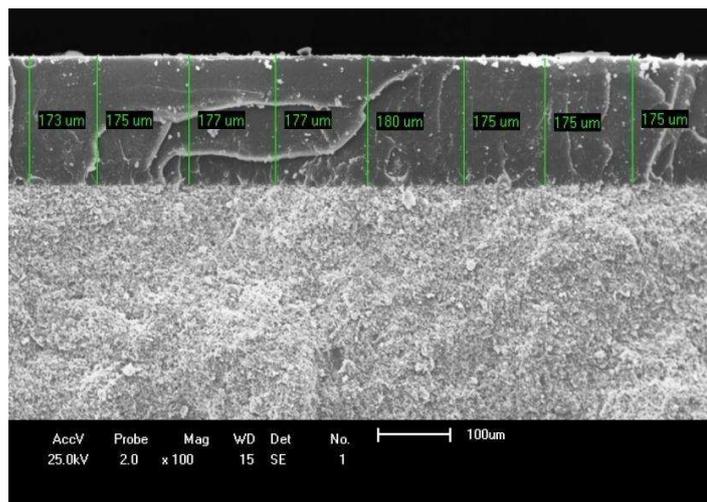


Figura 53 – Imagens de MEV da seção transversal de substrato poroso de alumina Vitro Ceram infiltrado por 12 h com PMMA.

6 CONCLUSÕES

Considerando a metodologia utilizada e os resultados obtidos neste trabalho, pode-se concluir que:

1. Os resultados de difração de raios X dos pós microparticulados das aluminas foram referentes à alumina alfa;
2. A análise granulométrica indicou que a alumina Alglass apresentou uma faixa de distribuição larga, heterogênea e trimodal, enquanto a alumina Alcoa configurou-se em uma estreita faixa de distribuição de tamanho de partícula, em torno de 0,04 μm , com uma distribuição bimodal, embora com uma porção reduzida de partículas com diâmetros em torno de 1 μm ;
3. A Alumina Vitro Ceram apresentou maior redução de porosidade em relação as demais aluminas pesquisadas nesse estudo quando submetida a infiltração com PMMA em condições de alta e baixa pressão por 12 h. A Alumina In Ceram sem infiltração do monômero apresentou valores de resistência à flexão significativamente superiores as demais. Após a infiltração a alumina Vitro Ceram apresentou aumento na resistência mecânica com infiltração de 6 h de 109,73% e com 12 h de 217,64% em relação ao grupo controle. Os resultados de microdureza também foram superiores para esta última amostra;
4. A partir dos resultados encontrados neste estudo, pôde-se concluir que a alumina Vitro Ceram infiltrada com PMMA atende aos valores de resistência à flexão (100 MPa) e a dureza, estabelecida pelo ISO 6872, podendo ser utilizada para aplicações em prótese fixa. A partir dos resultados obtidos outras pesquisas complementares serão sugeridas para trabalhos futuros.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTURO

Diante do estudo realizado verifica-se que é necessário um avanço na pesquisa para obtenção de compósitos cerâmicos infiltrados com polímeros. Desta forma, faz-se necessário os seguintes trabalhos futuro:

- a) Estudos com outras estruturas cerâmicas para ser submetida à infiltração com outros tipos monômeros como trietilenoglicoldimetacrilato e uretanodimetacrilato;
- b) Utilizar câmara de pressão com gás nitrogênio para infiltração do monômero;
- c) Utilização de câmara de pressão com aquecimento e controle de temperatura e pressão para infiltração e polimerização do monômero;
- d) Utilizar prensagem isostática para confecção dos corpos de prova;
- e) Polimerização do monômero infiltrado nos substratos cerâmicos em fornos micro-ondas;
- f) Realizar o tratamento de superfície com silano ou ácido fosfórico nos substratos cerâmicos a serem infiltrados com monômero;
- g) Realizar o teste de porosimetria de mercúrio, assim como microscopia ótica, com o intuito de avaliar a influência da distribuição de tamanhos poros na infiltração do polímero.

REFERÊNCIAS

- ACCHAR, W. **Materiais cerâmicos: caracterizações e aplicações**. Editora da UFRN, 2007.
- ANUSAVICE, K. J. **Materiais dentários**. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 2005. p. 619-68.
- ANUSAVICE, K. J.; TASKONAK, B.; MECHLSKY, J. J. Residual stresses in bilayer dental ceramics. **Biomaterials**, v. 26, n. 16, p. 3235-41, 2005.
- ASTM – American Society for Testing and Materials. Standard Test Method for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics. **ASTM C1327-08**, 1996.
- _____. Standard test Method for Water Absorption, Bulk Density, Apparent Porosity and Apparent Specific Gravity of Fired Whiteware Products, **ASTM - C373/72**, 1977.
- BARATIERI, L. N.; MONTEIRO JÚNIOR, S.; ANDRADA, M. A. C.; VIEIRA, L. C. C.; RITTER, A. V.; CARDOSO, A. C. **Odontologia restauradora: fundamentos e possibilidades**. São Paulo: Santos; 2001. p. 673-722.
- BILLMEYER, F. W. **Textbook of Polymer Science**. 3. ed. New York: John Wiley, 1984. 608p.
- BORBA, M.; ARAÚJO, M. D.; FUKUSHIMA, K. A.; YOSHIMURA, H. N.; CESAR, P. F.; GRIGGS, J. A.; DELLA BONA, A. Effect of the microstructure on the lifetime of dental ceramics. **Dental Materials**, v. 27, n. 7, p. 710–721, 2011.
- BORGES, G. A.; SPOHR, A. M.; SHINKAI, R. S. A.; SOBRINHO, L. C. Cerâmicas hidrotérmicas: o que são? **Revista Odonto Ciência**, v. 18, n. 39, p. 51-54, 2003.
- BOTTINO, M. A.; QUINTAS, A. F.; MIYASHITA, E.; GIANNINI, V. **Estética em reabilitação oral: metal free**. São Paulo: Artes Médicas, 2002.
- BOTTINO, M. A.; QUINTAS, A. F.; MIYASHITA, E.; GIANNINI, V. **Estética em reabilitação oral metal-free**. 1. ed. São Paulo: Artes Médicas, 2001.
- BOTTINO, M. A.; SALAZAR-MAROCHO, S. M.; LEITE, F. P.; VÁSQUEZ, V. C.; VALANDRO, L. F. Flexural strength of glass-infiltrated zirconia/alumina-based ceramics and feldspathic veneering porcelains. **Journal of Prosthodontics**, v. 18, n. 5, p. 417-20, 2009.

CALLISTER, W. D. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**, Cap.13 em Estruturas e Propriedades das Cerâmicas. 5. ed. Rio de Janeiro: Editora LTC, 2002, p. 279-285.

CAMPBELL, S. D.; PELLETIER, L. B.; POBER, R. L.; GIORDANOR, A. Dimensional and formation analysis of a restorative ceramic and how it works. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 74, p. 33-40, 1995.

CHAIN, M. C; ARCARI, G. M; LOPES, G. C. Restaurações cerâmicas estéticas e próteses livres de metal: as novas alternativas possibilitadas pelas novas porcelanas. **Revista Gaúcha de Odontologia**, v. 48, n. 2, p. 67-70, 2000.

CHALLA, G. **Polymer Chemistry – An Introduction**. Ellis Horwood, London, 1993.

CLARKE, D. R. Interpenetrating phase composites. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 75, p. 739-759, 1992.

COLDEA, A.; SWAIN, M. V.; THIEL, N. Hertzian contact response and damage tolerance of dental ceramics. **Journal of the Mechanical Behaviour of Biomedical Materials**, v. 34, p. 124-133, 2014.

_____. Mechanical properties of polymer-infiltrated-ceramic-network materials. **Dental Materials**, v. 29, p. 419-426, 2013.

CONRAD, H. J.; SEONG, W-J; PESUN, I. J. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: A systematic review. **The Journal of prosthetic dentistry**, v. 98, p. 389-404, 2007.

CRAIG, R. G., POWERS, J. M. **Materiais Dentários Restauradores**. 11. ed. São Paulo: Editora Santos, 2004.

DE MIRANDA, C. C. **Coroas metalocerâmicas x ceramocerâmicas**. Anais do 16 conclave internacional de Campinas ISSN, 1678-1899, n. 115, mar./abr., 2005.

_____. “Sistema In-Ceram Alumina”. **Revista Brasileira de Prótese Clínica e Laboratorial**, ano 1, n. 2, 1999.

DELLA BONA, A.; MECHOLSKY, J. J.; BARRETT, A. A.; GRIGGS, J. A. Characterization of glass-infiltrated alumina-based ceramics. **Dental Materials**, v. 24, n. 11, p. 1568-1574, 2008.

DELLA BONA, A.; CORAZZA, P. H.; ZHANG, Y. Characterization of a polymer-infiltrated ceramic-network material. **Dental Materials**, v. 30, p. 564-569, 2014.

FIGUEIREDO FILHO, B. P. Análise da resistência flexural e microdureza de dois sistemas de cerâmica aluminizada infiltrada por vidro. **Revista Brasileira de Odontologia**, v. 69, n. 2, p. 148-53, 2012.

FUNK, J. E.; DINGER, D. R. Particlepacking, part I – Fundamentals of particle packing monodisperses pheres. **Interceram**, v. 41, n. 1, p. 10-14, 1992.

GEARY, R. K. Mc. Mechanical Packing of Spheroidal Particles. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 44, n. 10, p. 513-522, 1961.

GERMAN, R. M. **Particle packing characteristics**. Princenton, New Jersey: Metal Powder Industries Federation, 1989. 458 p.

GONZAGA, C. C.; CESAR, P. F.; MIRANDA, W. G., JR; YOSHIMURA, H. N. Slow crack growth and reliability of dental ceramics. **Dental Materials**, v. 27, n. 4, p. 394-406, 2011.

GORDILHO, A. C.; MORI, M.; CARLOS, G.; IVO, C. A adaptação marginal dos principais sistemas de cerâmica pura. **Revista Odonto (UMESP)**, v. 17, n. 34, p. 82-92, 2009.

HAHN, H.; AVERBACK, R. S. Low-temperature creep of nanocrystalline titanium (IV) oxide. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 74, p. 2918-2921, 1991.

HAHN, H.; PADMANABHAN, K. A. Mechanical response of nanostructured materials. **Nanostructured Materials**, v. 6, n. 1-4, p. 191-200, 1995.

HE, L. H.; SWAIN, M. A novel polymer infiltrated ceramic dental material. **Dental Materials**, v. 26, p. 527-534, 2011.

HEFFERNAN, M. J.; AQUILINO, M. S.; DIAZ-ARNOLD, A. M.; HASELTON, D. R.; STANFORD, C. M.; VARGAS, M. A. Relative translucency of six all-ceramic systems. Part II: Core and veneer materials. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 88, n. 1, p. 10-5, 2002.

HOJJATIE, B.; ANUSAVICE, K. J. Three-dimensional finite element analysis of glass-ceramic dental crowns. **Journal of Biomechanics**, v. 23, n. 11, p. 1157-1166, 1990.

HSIEH, Y. L.; LAI, Y. L.; CHEN, H. L.; HUNG, C. Y.; CHEN, X. L.; LEE, S. Y. Photoconductive method for measuring light transmission to the root of metal-ceramic and all-ceramic restorations. **Dental Materials**, v. 24, n. 9, p. 1230-5, 2008.

ISO standard 6872:2008. **Dentistry – ceramic materials**. January, 2009.

JOÃO, M; NÓBREGA, M. C; LACROIX, S. P. Prensagem uniaxial de cerâmica dental. **Revista Brasileira de Odontologia**, v. 56, n. 1, p. 20-28, 1999.

JONES, D. W. Brief Overview of Dental Ceramics. **Journal of the Canadian Dental Association**, v. 64, p. 648-50, 1998.

KANOPLA, K.; OLSOWKA-MYALSKA, A.; SZAFRAN, M. Ceramic-metal composites with an interpenetrating network. **Materials Chemistry and Physics**, v. 81, p. 329-332, 2003.

KINE, B. B.; NOVAK, R. W. Acrylic and methacrylic ester polymers. In: MARK, H. F. et al. (Coord.). **Encyclopedia of polymer science and engineering**. 2. ed. New York: Wiley Interscience, 1985, v. 1, p. 234-299.

LAND, C. H. Porcelain dental art. Part 1. **Dental Cosmos**, v. 45, p. 437-44, 1903.

LEINFELDER, K. F. An evaluation of casting alloys used for restorative procedures. **The Journal of the American Dental Association**, n. 128, v. 1, p. 37-45, 1997.

LI, S.; ZHAO, Y.; ZHANG, J.-F.; CHENG, X.; ZHAO, X. Machinability of poly (methyl methacrylate) infiltrated zirconia hybrid composites. **Materials Letters**, v. 131, p. 347-349, 2014.

LUNG, C. Y. K.; DARVELL, B. W. Minimization of the inevitable residual monomer in denture base acrylic. **Dental Materials**, v. 21, n. 12, p. 1119-1128, 2005.

MANO, E. B. **Polímeros como materiais de engenharia**. São Paulo: Edgard Blucher Ltda, 2003.

MANO, E. B.; MENDES, L. C. **Introdução a polímeros**. 2. ed. São Paulo: Edgard Blücher, 1998.

MARINUCCI, G. **Materiais compósitos poliméricos: fundamentos e tecnologia**. Editora Artiber, 2011.

MCLEAN, J. W. Evolution of dental ceramics in the twentieth century. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 85, n. 1, p. 61-6, 2001.

MCLEAN, J. W.; HUGHES, T. H. The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides. **British Dental Journal**, v. 119, n. 6, p. 251-67, 1965.

MEYER, G. R.; ERNST, C. P.; WILLERSHAUSEN, B. Determination of Polymerization Stress of Conventional and New "Clustered" Microfill-Composites in Comparison with Hybrid Composites. **Journal of Dental Research**. v. 81, p. 921-928, 2003.

MOHAMMAD, A. B.; MASSIMILIANO, G.; MICHAEL, V. S. Biaxial flexural strength, elastic moduli, and x-ray diffraction characterization of three pressable all-ceramic materials. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 89, n. 4, p. 374, 2003.

MONTE ALTO, R. V. Caracterização de sistemas cerâmicos aluminizados infiltrados por vidro, por meio de microscopia eletrônica de varredura e resistência à flexão. **Revista Brasileira de Odontologia**, v. 69, n. 2, p. 148-53, 2012.

MYERS, M. L.; ERGLE, J. W.; FAIRHURST, C. W.; RINGLE, R. D. Fatigue failure parameters of IPS-Empressporcelain. **The International Journal of Prosthodontics**, v. 7, n. 6, p. 549-53, 1994.

NGUYEN, J. F.; RUSE, D.; PHAN, A. C.; SADOON, M. J. High-temperature-pressure Polymerized Resin-infiltrated Ceramic Networks, **Journal of Dental Research**, v. 93, p. 62-67, 2014.

NOBEL BIOCARE. **Product Catalog 2011**. Complete assortment. Disponível em: <http://files.nobelbiocare.com/FlipPdf/product-catalog-2011/index.html#_ga=1.159135546.1835796041.1433679003>. Acesso em: 15 mar. 2015.

NÓBREGA, M. C.; JOÃO, M.; LA CROIX, S. P. Prensagem uniaxial de cerâmica dental. **Medcenter-Prótese**, 2006.

NOORT, R. V. **Dental ceramics**: introduction to dental materials. 2 ed., p. 231-246, 2002.

OGASAWARA, T.; SILVA, P. T. G.; SILVA, R. C.; PINTO, V. B. B. Caracterização micrográfica de próteses dentais de alumina infiltrada com vidro de lantânio e sua correlação com a resistência à flexão por três pontos. **Revista Matéria**, v. 13, n. 1, p. 231-237, 2008.

PAGANI, C.; MIRANDA, C. B.; BOTTINO, M. C. Avaliação da tenacidade à fratura de diferentes sistemas cerâmicos. **Journal Applied Oral Science**, v. 11, n. 1, p. 69-75, 2003.

PANDOLFELLI, V. C.; OLIVEIRA, I. R.; STUDART, A. R.; PILEGGI, R. G. **Dispersão e empacotamento de partículas**. São Paulo: Fazendo Arte Editorial, 2000.

PEGORARO, L. F. **Prótese fixa**. São Paulo: Artes Médicas, 1998, p. 43-67.

RAIGRODSKI, A. J. Contemporary Materials and Technologies for All-Ceramic Fixed Partial Dentures: A Review of the Literature. **The Journal of the Prosthetic Dentistry**, v. 92, p. 557-562, 2004.

RAIGRODSKI, A. J.; CHICHE, G. J. The Safety and Efficacy of Anterior Ceramic Fixed Partial Dentures: a Review of the Literature. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 86, n. 5, p. 520-525, 2001.

RIZKALLA, A. S.; JONES, D. W. Mechanical Properties of Commercial High Strength Ceramic Core Materials. **Dental Materials**, v. 20, n. 3, p. 207-12, 2004.

RODRIGUES, M. R.; NEUMANN, M. G. Fotopolimerização: princípios e métodos. Polímeros. **Ciência e Tecnologia**, v. 13, n. 4, p. 276-286, 2003.

SADOUN, M. **All-ceramics bridges with slip casting technique**. Presented at the 7th International Symposium on Ceramics. Paris, 1988.

SCHIAVON, M. A.; PARDINI, L. C.; YOSHIDA, I. V. P. Processing of Monolithic Ceramic Bodies from Polysiloxane Precursor. **Key Engineering Materials**, v. 48, p. 189, 2002.

SORENSEN, J. A.; KNODE, H.; TORRES, T, J. In-Ceram all ceramic bridge technology. **Quintessence of Dental Technology**, v. 15, p. 41-46, 1992.

STEIER, V.; KOPLIN, C.; KAILER, A. Influence of pressure-assisted polymerization on the microstructure and strength of polymer-infiltrated ceramics. **Journal of Materials Science**, v. 48, n. 8, p. 3239-3247, 2013.

TRAVITZKY, N. A.; GUTMANAS, E. Y.; CLAUSSEN, N. Mechanical properties Al₂O₃/Si composites fabricated by pressureless infiltration technique. **Materials Letters**, v. 33, n. 1-2, p. 45-70, 1997.

TYSZBLAT, M. Process for the Preparation of a Dental Prosthesis by Slight Solid Phase Fritting of a Metal Oxide Based Infrastructure. **United States Patent**, n. 4, 772, 436, USA, September 20, 1988.

VALLITTU, P. K.; NARVA, K. K.; LASSILA, L. V. The static strength and modulus of fiber reinforced denture base polymer. **Dental Materials**, v. 21, p. 421-428, 2004.

WACHTMAN JR., J. B. **Structural ceramics**. Academic Press Inc., San Diego, 1989.

WARD, I. M. **Mechanical Properties of Solid Polymers**. 2nd edition. New York, Wiley-Interscience, 1983.

WILDGNOOSE, G. D.; JOHNSON, A.; WINSTANLEY, R. B. "Glass/Ceramic/Refractory Techniques, their Development and Introduction into Dentistry: A historical review". **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 91, n. 2, p. 136-43, 2004.

YONDEM, I.; INAN, O. The Effect of Different Surface Finishing Procedures on Surface Roughness and Fracture Toughness in All-Ceramic Restorations. **International Journal of Applied Ceramic Technology**, v. 8, p. 437-445, 2011.

YOUNG, R. J.; LOVELL, P. A. **Introduction to polymers**. 21. ed. New York: Chapman & Hall, 1991, p. 43-68.

ZHANG, J.; LIAO, Y.; LI, W.; ZHAO, Y.; ZHANG, C. Microstructure and mechanical properties of glass-infiltrated $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$ nanocomposites. **Journal of Materials Science: Materials in Medicine**, v. 23, n. 2, p. 239-244, 2012.