



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



**SINTERIZAÇÃO DE CERÂMICAS FELDSPÁTICAS ODONTOLÓGICAS
UTILIZANDO ENERGIA DE MICROONDAS**

Fábia Danielle Sales Cunha Medeiros e Silva

Campina Grande
Fevereiro/2013

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

**SINTERIZAÇÃO DE CERÂMICAS FELDSPÁTICAS ODONTOLÓGICAS
UTILIZANDO ENERGIA DE MICROONDAS**

Fábia Danielle Sales Cunha Medeiros e Silva

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

Orientador: Dr. Romualdo Rodrigues Menezes

Co-Orientadora: Lisiane Navarro de Lima Santana

Campina Grande

Fevereiro/2013

S586s *Silva, Fábila Danielle Sales Cunha Medeiros e.
Sinterização de cerâmicas feldspáticas
odontológicas utilizando energia de microondas /
Fábila Danielle Sales Cunha Medeiros e Silva.--
Campina Grande, 2013.
77f. : il.
Orientador: Romualdo Rodrigues Menezes
Co-orientadora: Lisiane Navarro de Lima
Santana
Tese (Doutorado) – UFCG/CCT
1. Engenharia de Materiais. 2. Cerâmicas
odontológicas. 3. Sinterização de cerâmicas -
microondas. 4. Porcelanas odontológicas -*

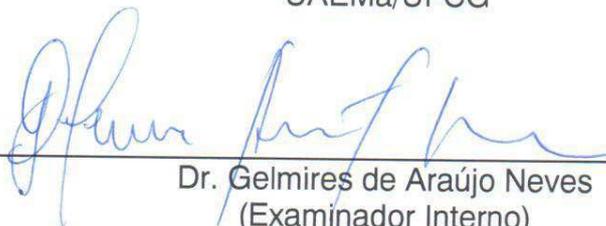
**SINTERIZAÇÃO DE CERÂMICAS FELDSPÁTICAS ODONTOLÓGICAS
UTILIZANDO ENERGIA DE MICROONDAS.**

FÁBIA DANIELLE SALES CUNHA MEDEIROS SILVA

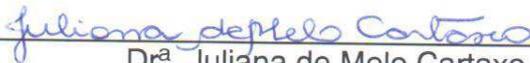
Tese de Doutorado Aprovada em 28/02/2013 pela banca examinadora constituída dos seguintes membros:



Dr. Romualdo Rodrigues Menezes
(Orientador)
UAEMA/UFCG



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



Drª. Juliana de Melo Cartaxo
(Examinadora Externa)
Pesquisadora PNPd/UFCG



Drª. Rosângela Marques Duarte
(Examinadora Externa)
UFPB



Drª. Danielle Guedes de Lima Cavalcante
(Examinador Externo)
UFPB

CURRICULUM VITAE

- Cirurgiã-dentista pela UFPB (1998).
- Especialização em Prótese Dentária pela UFPB (2001).
- Especialização em Saúde Coletiva pela UFPB (2003).
- Mestre em Odontologia pela UFPB (2006).
- Professora Substituta do Departamento de Odontologia Restauradora (CCS/UFPB) nos períodos de 1998-2000, 2002-2004, 2006-2007.
- Professora da Escola Técnica de Saúde (CCS/UFPB) desde 2007.

***Dedico este trabalho
a todos que amo e são a minha fonte de vida:***

À minha família por estar sempre presente me incentivando e apoiando em todos os momentos e conquistas;

Aos meus pais Francisco e Amarilda pelo amor e apoio incondicional que me permitiu chegar até aqui;

Ao meu esposo Péricles pelo estímulo, compreensão e companheirismo durante toda esta caminhada;

Aos meus amados filhos Raphael, Marcella e Nathália razão da minha vida.

Agradecimentos Especiais

A Deus, pelo dom da vida e por todas as graças que são derramadas constantemente sobre mim.

Ao meu orientador Prof. Dr. Romualdo Rodrigues Menezes pela competência, paciência, simplicidade e compreensão que nunca o fizeram perder o bom humor; por ter me acolhido, compreendido minhas limitações e contribuído para o meu amadurecimento profissional na área de Engenharia de Materiais. Enfim, por sempre ter agido de forma humana e sensata.

Ao corpo docente do Programa de Pós-Graduação Ciência e Engenharia de Materiais da UFCG pelos conhecimentos transmitidos, fundamentais à minha formação.

Ao Prof. Dr. Gelmires de Araújo Neves coordenador do programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, pela compreensão e disponibilidade em sempre ajudar.

A professora Lisiane Navarro por ter me acolhido desde o início desta caminhada, pelos ensinamentos e sugestões para o desenvolvimento desta pesquisa.

Ao Prof. Dr. Severino Jackson Guedes de Lima pela confiança, paciência e ensinamentos na realização de ensaios mecânicos e de caracterização, mesmo antes desta jornada. Por ter aberto as portas do Laboratório de Solidificação Rápida/CT/UFPB e fornecido todo apoio para realização dos ensaios desta pesquisa.

A professora Rosangela Marques Duarte, eterna professora, exemplo de conduta ética e comprometida com o trabalho, por ter me colocado no caminho da pesquisa científica na área de materiais dentários e por toda contribuição depositada na minha formação até os dias de hoje.

A Direção e aos Professores da Escola Técnica de Saúde da UFPB pelo apoio e incentivo para o desenvolvimento e conclusão deste trabalho.

Aos professores Tibério Andrade Passos e Danielle Guedes de Lima Cavalcante pela valiosa contribuição nos ensaios de Microscopia Eletrônica de Varredura.

Aos técnicos em laboratório André (LSR/UFPB/CT) e Manoel Rufino (ETS/CCS/ UFPB) pela disponibilidade e atenção.

A todos, familiares e amigos, que compartilharam comigo alegrias e angústias no decorrer desta caminhada, e que direta ou indiretamente contribuíram para a realização deste trabalho.

Muito obrigada!

SINTERIZAÇÃO DE CERÂMICAS FELDSPÁTICAS ODONTOLÓGICAS UTILIZANDO ENERGIA DE MICROONDAS

RESUMO

Cerâmicas odontológicas são materiais conhecidos na odontologia por sua elevada dureza, biocompatibilidade e excelentes propriedades ópticas, que as tornam capazes de reproduzir artificialmente os dentes naturais. Estes materiais são sinterizados em fornos de queima rápida convencional em elevadas temperaturas e com rápidas taxas de aquecimento. A utilização da energia de microondas no aquecimento destes materiais é algo novo, sendo comprovada escassez de estudos na literatura. O objetivo deste trabalho foi avaliar e comparar propriedades e características de cerâmicas odontológicas de cobertura sinterizadas em forno convencional e através de energia de microondas. Neste estudo foram utilizadas cinco porcelanas dentárias: EX-3 (Noritake), Starlight Ceram (Dentsply), VMK 95, VM 7, e VM 13 (Vita) que foram inicialmente caracterizadas através das técnicas de difração de raio X (DRX), espectrometria de fluorescência, granulometria a laser e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Em seguida foram confeccionados corpos de prova de cada material (n=30), segundo a normalização ISO 6872 e indicações do fabricante. Dez corpos de prova foram sinterizados de forma convencional e os outros 20 sinterizados através de energia de microondas, sendo 10 sinterizados em um tempo estabelecido como ideal para cada material, e os outros 10 subdivididos em dois grupos de 5 e sinterizados com variação de um minuto a menos e um minuto a mais. Em seguida, os corpos de prova foram submetidos à caracterização física e mecânica através de determinação da absorção de água, densidade e porosidade aparente, resistência à flexão e microdureza Vickers. A identificação de fases e características microestruturais dos materiais sinterizados foi realizada através de DRX e MEV, respectivamente. Os resultados foram submetidos a Análise de Variância (ANOVA), Teste de Tukey e Teste t, ao nível de 5% de probabilidade. Os resultados entre os tipos de sinterização (convencional e microondas no tempo ideal) mostraram para as cerâmicas EX-3, VMK 95 e VM7 valores de absorção de água e porosidade aparente semelhantes entre si, porém os valores de densidade aparente destes materiais foram significativamente maiores para sinterização convencional. Os valores de resistência à flexão e microdureza Vickers dos materiais avaliados foram semelhantes entre si ($p < 0,05$), exceto a cerâmica EX-3 que apresentou melhor desempenho na sinterização convencional para resistência à flexão. Os materiais sinterizados através de energia de microondas com variação de tempo mostrou comprometimento de propriedades físicas e mecânicas. As análises dos materiais sinterizados através de DRX e MEV evidenciaram diferenças microestruturais entre os tipos de sinterização avaliados para todos os materiais. Pode-se concluir que a sinterização através de energia de microondas produziu peças com propriedades mecânicas similares àquelas obtidas pela sinterização convencional.

MICROWAVE SINTERING OF DENTAL FELDSPATHIC PORCELAIN

ABSTRACT

Dental porcelains are known in dentistry due to high hardness, biocompatibility and excellent optical properties, which make them able to artificially reproduce the natural teeth. These materials are sintered in the conventional fast firing furnace at high temperatures and faster heating rates. The possibility of the microwave processing for heating these materials is something new, and proven lack of research in the literature. The purpose of this study was to evaluate and compare microstructure, mechanical and physical properties obtained by dental porcelains sintering in a conventional furnace versus microwave furnace. Five coverage dental porcelains were selected: EX-3 (Noritake), Starlight Ceram (Dentsply), VMK 95, VM 7, and VM 13 (Vita) that were characterized for X-ray diffraction (XRD), fluorescence spectrometry, granulometry and scanning electron microscopy (SEM). Thirty specimens of each material were prepared, according to ISO 6872 and directions of the manufacturer. Ten specimens were sintered in a conventional furnace and 20 sintered using microwave energy, which 10 sintered at a time established as optimal for each material, and the remaining 10 subdivided into two groups which five were sintered with variation less than one minute and one more minute. The specimens were submitted to physical and mechanical tests of determining water absorption, apparent density and porosity, flexural strength and Vickers microhardness. The phase composition was examined by using X-ray diffraction and microstructure characteristics were studied with scanning electron microscopy. Data were statistically analyzed using ANOVA, Tukey's test ($\alpha=0.05$) and independent t test ($\alpha=0.05$). The results of water absorption and apparent porosity showed similar values between conventional and optimal microwave sintering for the groups: EX-3, VMK 95 and VM7, however significant differences for the groups: Starlight ceram and VM 13. No significant differences for microhardness and flexural strength were found, except for EX-3 group flexural strength which was higher for conventional sintering. Microstructural differences between the types of microwave sintering were examined with scanning electron microscopy and XRD. The results showed that microwave sintering produced specimens with mechanical properties similar to those obtained by conventional sintering.

PUBLICAÇÕES

SILVA, F.D.S.C.M.; PIRES, A.C.; LIMA, D.F.; LIMA, D.G.; MENEZES, R.R. Análise da porosidade de amostras de cerâmica odontológica. In: XII Reunião da Sociedade Nordestina de pesquisa Odontológica. Pesquisa Brasileira em Odontopediatria e Clínica Integrada, v. 10. 2010.

SILVA, F.D.S.C.M.; PIRES, A.C.; LIMA, D.F.; LIMA, D.G.; MENEZES, R.R. Avaliação da resistência à flexão de duas porcelanas odontológicas. In: XIX Mostra de Iniciação Científica em Odontologia. Anais da XIX Mostra de Iniciação Científica em Odontologia, v. 9. 2011.

SILVA, F. D. S. C. M.; PIRES, A. C.; FERREIRA, H. S.; MENEZES, R.R. Fast Sintering of Dental Porcelains Using Microwave Energy. In: 90th IADR General Session & Exhibition: Journal of Dental Research, v. 91, 2012.

SILVA, F.D.S.C.M; MENEZES, R.R; SANTANA, L.N.L.; PIRES, A.C.; FERREIRA, H.S.; LIMA, S.J.G. Utilização da energia de microondas na sinterização de porcelanas dentárias. Revista Eletrônica de Materiais e Processos, v.7, n.2, p.139-143, 2012.

SUMÁRIO

	AGRADECIMENTOS	i
	RESUMO.....	iii
	ABSTRACT.....	iv
	PUBLICAÇÕES.....	v
	SUMÁRIO.....	vi
	ÍNDICE DE TABELAS.....	viii
	ÍNDICE DE FIGURAS.....	ix
	SÍMBOLOS E ABREVIATURAS.....	xi
1	INTRODUÇÃO.....	01
1.1	Objetivo Geral.....	03
1.2	Objetivos Específicos.....	03
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	04
2.1	Cerâmica odontológica.....	04
2.1.1	Composição e classificação.....	05
2.2	Cerâmicas Feldspáticas Odontológicas.....	08
2.2.1	Propriedades.....	13
2.2.2	Processamento	15
2.3	Energia de microondas.....	19
2.3.1	Interação material-microondas.....	21
2.3.2	Sinterização utilizando energia de microondas.....	23
3	MATERIAIS E MÉTODO.....	30
3.1	Materiais.....	30
3.2	Método.....	31
3.2.1	Caracterização das matérias primas.....	32
3.2.1.1	Espectrometria de fluorescência de raios x.....	32
3.2.1.2	Análise de difração de raios x.....	33
3.2.1.3	Granulometria a laser.....	33
3.2.1.4	Microscopia eletrônica de varredura.....	34
3.2.2	Confecção dos corpos de prova.....	31

3.2.3	Sinterização dos materiais.....	36
3.2.4.	Caracterização das cerâmicas	39
3.2.4.1	Determinação das propriedades físicas.....	40
3.2.4.2	Ensaio de resistência à flexão.....	40
3.2.4.3	Ensaio de microdureza superficial.....	41
3.2.4.4	Microscopia eletrônica de varredura.....	41
3.3	Análise dos resultados.....	41
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	43
4.1	Caracterização das matérias primas.....	43
4.2.	Caracterização das cerâmicas	50
5	CONCLUSÕES.....	76

REFERÊNCIAS

ÍNDICE DE TABELAS

	Pag.
Tabela 3.1- Marcas comerciais, fabricantes, lote, indicação e classificação quanto ao ponto de fusão dos materiais utilizados no estudo.....	30
Tabela 3.2- Ciclo de queima convencional das cerâmicas utilizadas.....	37
Tabela 3.3- Tabela com os tempos de sinterização incompleta, sinterização ideal e super queima.....	39
Tabela 4.1- Resultados da Espectrometria de Fluorescência de Raios-X das cerâmicas EX-3; Starlight Ceram; VMK 95; VM 7 e VM 13.....	43
Tabela 4.2- Características Granulométricas das Amostras Estudadas...	47
Tabela 4.3- Absorção de água, porosidade aparente e densidade aparente (\pm desvio padrão) das cerâmicas sinterizadas em forno convencional (Teste de Tukey, $p<0,05$).....	52
Tabela 4.4- Absorção de água, porosidade aparente e densidade aparente das cerâmicas sinterizadas em forno microondas (Teste de Tukey, $p<0,05$).....	53
Tabela 4.5- Comparação da absorção de água, porosidade aparente e densidade aparente (\pm desvio padrão) das cerâmicas sinterizadas em forno convencional e de microondas (Teste t, $p<0,05$).....	54
Tabela 4.6- Comparação da absorção de água, porosidade aparente e densidade aparente (\pm desvio padrão) das cerâmicas sinterizadas em forno de microondas com variação de tempo.....	57
Tabela 4.7- Valor médio (\pm desvio padrão) de resistência à flexão das cerâmicas sinterizadas no método convencional e através de energia de microondas (Teste t, $p<0,05$).....	70

Tabela 4.8-	Resistência à flexão das cerâmicas sinterizadas através de energia de microondas com variação de tempo: sinterização incompleta, sinterização no tempo ideal e super queima (Teste de Tukey, $p < 0,05$).....	73
Tabela 4.9-	Comparação entre valores de microdureza Vickers (HV) das cerâmicas sinterizadas em microondas e em forno convencional (Teste t, $p < 0,05$).....	75

ÍNDICE DE FIGURAS

	Pag.
Figura 2.1- Figura 2.1- Exemplo de duas próteses parciais fixas (coroas) confeccionadas sobre infraestrutura metálica: preparo dos dentes incisivos centrais (A); subestruturas metálicas sobre modelo de gesso (B); inserção das primeiras camadas de cerâmica dentária sobre o metal (C); trabalho concluído e integrado na boca do paciente.	09
Figura 2.2- Diagrama ternário $K_2O-Al_2O_3-SiO_2$	10
Figura 2.3- Espectro eletromagnético e frequências utilizadas no processamento com microondas.	20
Figura 2.4- Esquema exemplificando o aquecimento utilizando susceptor.	25
Figura 3.1- Fluxograma do delineamento experimental.	31
Figura 3.2- Amostras preparadas para análise de Espectrometria de Fluorescência de Raios X.	32
Figura 3.3- Confeção dos corpos de prova: mistura do pó com a água e obtenção de uma massa cerâmica (A); conformação da massa cerâmica no interior da matriz(B); superfície obtida após a secagem e acabamento com pincel (C); corpo de prova pronto para sinterização (D.	35
Figura 3.4- Divisão dos grupos experimentais para cada um dos materiais estudados.	36
Figura 3.5 - Forno de queima rápida convencional para cerâmicas odontológicas (A) e corpos de prova sinterizados através de queima rápida convencional (B).	37
Figura 3.6 - Corpos de prova posicionados sobre base de alumina, envolvidos pelo susceptor (a) e pela manta térmica (b) imediatamente antes da sinterização através de energia de microondas.	38

Figura 4.1 – Padrão de difração de raio x das amostras de cerâmicas. ...	45
Figura 4.2 – Distribuição granulométrica das cerâmicas estudadas.	46
Figura 4.3- Fotomicrografia da microestrutura dos pós da cerâmica EX-3 em nas escalas de 100µm (A); 20 µm (B); 10 µm (C) e 2 µm (D).	48
Figura 4.4- Fotomicrografia da microestrutura dos pós da cerâmica Star light ceram nas escalas de 100µm (A); 20 µm (B); 10 µm (C) e 2 µm (D).	49
Figura 4.5- Fotomicrografia da microestrutura dos pós da cerâmica VMK 95 nas escalas de 100µm (A); 20 µm (B); 10 µm (C) e 2 µm (D).	49
Figura 4.6 Fotomicrografia da microestrutura dos pós da cerâmica VM 13 nas escalas de 100µm (A); 20 µm (B); 10 µm (C) e 2 µm (D).	49
Figura 4.7- Fotomicrografia da microestrutura dos pós da cerâmica VM 7nas escalas de 100µm (A); 20 µm (B); 10 µm (C) e 2 µm (D).	50
Figura 4.8- Corpos de prova sinterizados através de sinterização convencional (a) e através de energia de microondas (b). ...	51
Figura 4.9- Vista frontal (A) e lateral(B) dos corpos de prova sinterizados através de energia de microondas: sinterização com 1 minuto a menos (a); sinterização com tempo ideal (b) e sinterização com 1 minuto a mais (c).	56
Figura 4.10- Fotomicrografia da cerâmica EX-3 sinterizadas: convencional (A); microondas no tempo ideal(B); super queima(C).	60
Figura 4.11- Fotomicrografia da cerâmica Starlight ceram sinterizadas: convencional (A); microondas no tempo ideal(B); super queima(C).	61
Figura 4.12- Fotomicrografia da cerâmica VMK 95 sinterizadas: convencional (A); microondas no tempo ideal(B); super queima(C).	62

Figura 4.13-	Fotomicrografia da cerâmica VM 13 sinterizadas: convencional (A); microondas no tempo ideal(B); super queima(C).	63
Figura 4.14-	Fotomicrografia da cerâmica VM 7 sinterizadas: convencional (A); microondas no tempo ideal(B); super queima(C).	64
Figura 4.15-	Padrão de difração de raio x da cerâmica EX-3 após a sinterização.	66
Figura 4.16-	Padrão de difração de raio x da cerâmica Starlight ceram após a sinterização.	67
Figura 4.17-	Padrão de difração de raio x da cerâmica VMK após a sinterização.	67
Figura 4.18-	Padrão de difração de raio x da cerâmica VM 13 após a sinterização.	68
Figura 4.19-	Padrão de difração de raio x da cerâmica VM 7 após a sinterização.	68
Figura 4.20-	Fotomicrografia da cerâmica Ex-3 exemplificando um tipo de fratura frágil.	73

SÍMBOLOS E ABREVIACÕES

CAD-CAM - Computer Aided Design - Computer Aided Manufacturing.

μm- micrometro

CTE- coeficiente de expansão térmica

mm- milímetro

m- metro

MHz- Mega Hertz

GHz- Giga Hertz

ε- épsilon

ω- omega

σ - sigma

p= probabilidade

MPa= Mega Pascal

1. INTRODUÇÃO

A população brasileira vem apresentando melhoria na qualidade de saúde bucal, principalmente com relação à redução da doença cárie. No entanto, o Brasil ainda apresenta uma grande quantidade de pessoas parcialmente ou totalmente edêntulas, sobretudo entre a população de idosos. Esta perda de dentes tem impactos na saúde do indivíduo, não só em virtude da deficiência do seu sistema mastigatório, mas também nas suas características psicossociais, acarretando diminuição ou perda de autoestima, afetando de forma direta a integração sócio-cultural, interpessoal e afetiva.

Como alternativa para sanar estes problemas tem-se a indicação de próteses dentárias, que podem ser confeccionadas utilizando-se diversos tipos de materiais, segundo os tipos de perdas dentais apresentadas. Dentre os tipos de materiais possíveis tem-se a cerâmica odontológica. A cerâmica odontológica representa um grupo de materiais que vem sendo aplicado há décadas com relativo sucesso neste tipo de tratamento e, desde sua introdução na odontologia, sua utilização tem ganhado cada vez mais espaço ao longo dos anos.

A cerâmica odontológica é um material que apresenta características peculiares diante dos outros materiais para utilização em prótese dentária, como: translucidez, fluorescência, opalescência, coeficiente de expansão térmica próximo ao dente natural, estabilidade química, biocompatibilidade, boa resistência à compressão e a abrasão.

A indústria voltada à produção de cerâmicas odontológicas tem disponibilizado aos cirurgiões-dentistas e técnicos em prótese dentária uma grande variedade de materiais cerâmicos, dentre os quais podem se destacar as porcelanas odontológicas convencionais ou feldspáticas e as cerâmicas reforçadas por leucita.

O processamento das cerâmicas odontológicas convencionais, compostas basicamente por feldspato, acontece em fornos específicos com ciclos de queima rápida, que apresenta como vantagem a redução significativa do tempo de processamento e do gasto de energia associado. Estes fornos são

equipados com bombas à vácuo para que os ciclos de queima aconteçam sem a presença do ar, a fim de se obterem melhores propriedades físicas e mecânicas. Por outro lado, o constante avanço tecnológico tem suscitado nos pesquisadores a busca por alternativas no processo de aquecimento de materiais e, com isso, estudos envolvendo a utilização da energia de microondas vêm ganhando mais adeptos.

O processamento de cerâmicas utilizando energia de microondas é algo relativamente novo, e vem sendo estudado em todo o mundo. Diversas pesquisas têm evidenciado o enorme potencial para a queima rápida de cerâmicas utilizando este tipo de energia, pois nesse caso, o aquecimento acontece de forma rápida e mais homogênea comparado aos métodos convencionais de aquecimento rápido, produzindo peças uniformes e com menor custo operacional (NIGHTINGALE, 2001; MENEZES et al., 2007a; MENEZES et al., 2008; PRASAD et al., 2009; ALMAZDI et al., 2012).

Todavia, observa-se na literatura uma escassez de estudos envolvendo o uso de energia de microondas aplicada ao processamento de cerâmicas porcelânicas, mais precisamente sobre cerâmicas odontológicas feldspáticas, fazendo com que não haja conhecimento de propriedades e características destes materiais quando sinterizadas através deste tipo de energia.

Portanto, fica evidente a necessidade de pesquisas envolvendo a sinterização de porcelanas odontológicas feldspáticas utilizando a energia de microondas, frente a lacuna científica observada na literatura atual e o enorme potencial tecnológico e socioeconômico que pode representar a utilização deste tipo de tecnologia. Ademais, o desenvolvimento de estudos e geração de conhecimentos envolvendo o processamento de porcelanas feldspáticas usando microondas, com a finalidade de melhor compreender sua evolução microestrutural e melhor avaliar a influência do ciclo de aquecimento nas características do produto final, é vital para o estabelecimento de uma tecnologia confiável com subsídios científicos que a respaldem e possibilitem sua aplicação em largo aspecto por técnicos e odontólogos. Deste modo, este trabalho se propõe a estudar a sinterização de porcelanas odontológicas utilizando energia de microondas de forma a analisar suas propriedades e microestruturas alcançadas com essa forma de aquecimento.

1.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo deste estudo é sinterizar cerâmicas odontológicas feldspáticas, indicadas para confecção de próteses unitárias (facetas laminadas, inlays e onlays) e recobrimento de próteses fixas (com subestrutura metálica ou de cerâmica) utilizando energia de microondas.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- 1.2.1. Caracterizar as cerâmicas feldspáticas indicadas para confecção de próteses unitárias e para recobrimento de próteses fixas;
- 1.2.2. Utilizar a energia de microondas no processamento de cerâmicas porcelânicas feldspáticas;
- 1.2.3. Avaliar a influência do tempo de irradiação de energia de microondas na microestrutura obtida;
- 1.2.4. Determinar propriedades físicas e mecânicas dos materiais sinterizados;
- 1.2.5. Comparar as características microestruturais de cerâmicas odontológicas sinterizadas através de energia de microondas e em forno convencional;
- 1.2.6. Caracterizar a microestrutura das cerâmicas processadas.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. CERÂMICAS ODONTOLÓGICAS

Historicamente tem se verificado uma grande preocupação do homem em repor elementos dentais perdidos e, ao longo dos anos, uma grande variedade de materiais tem sido usada para confecção de próteses odontológicas, incluindo dentes de animais, ossos e dentes humanos, marfim, conchas, cerâmicas e metais. Existe evidência documentada da utilização de materiais como implantes odontológicos datada de 700 a.C., já o primeiro material cerâmico artificial (porcelana) patenteada para uso como material dentário remonta ao final do século XVIII, enquanto a primeira utilização de porcelanas como prótese dentária propriamente dita ocorreu no início do século XIX (CHAIN et al., 2000; ANUSAVICE, 2005; BOHJALIAN et al., 2006; GOMES et al., 2008).

Atualmente muitos materiais têm sido utilizados na confecção de próteses dentárias, quais sejam: metais, cerâmicas, polímeros e compósitos, sendo observada uma evolução gradual e constante nas suas características e propriedades. No entanto, pesquisadores e cientistas de materiais continuam a busca pelo material de restauração ideal, que seja biocompatível, interaja facilmente com a estrutura do dente ou osso (permitindo elevada adesão), tenha a aparência e propriedades similares ao dente natural (O'BRIEN, 2002; ANUSAVICE, 2005; DENRY, 2013).

Os materiais cerâmicos vêm sendo aplicados com relativo sucesso na confecção de próteses odontológicas, apresentando como grande atrativo propriedades ópticas, que as tornam materiais de excelente estética e lhes conferem estabilidade de cor (CELIK et al., 2008). Estes materiais apresentam compatibilidade biológica, estabilidade química, resistência à compressão e ao desgaste, condutibilidade térmica semelhante aos elementos dentais (PAGANI et al., 2003; SATO et al., 2004; SINMAZISIK & ÖVECOGLU, 2006; SOUZA et al., 2007; PELAEZ-VARGAS et al., 2011), além da possibilidade de ser

modelada em formas bem específicas na temperatura ambiente (FREDERICCI et al., 2011).

Por outro lado, as cerâmicas são materiais frágeis, apresentando de forma geral baixa tenacidade à fratura, baixa resistência à tração e ao cisalhamento, baixa capacidade de absorver impactos, resultando comumente em fraturas dos trabalhos, antes mesmo de sua cimentação na boca (ALBAKRY et al., 2003; PAGANI et al., 2003; PAN & RAVEV, 2004; SOUZA et al., 2007; PRASAD et al., 2009; GARCIA et al., 2011), além de dificuldade de adaptação marginal, excessivo desgaste do dente antagonista e trabalhosa técnica de confecção (OLIVA et al., 2009).

2.1.1. COMPOSIÇÃO E CLASSIFICAÇÃO

Cerâmicas são cientificamente definidas como sólidos inorgânicos não metálicos compostos por elementos metálicos (ou semimetálicos) e não metálicos, apresentando ligações de natureza iônica e/ou covalente. As cerâmicas são muito resistentes à corrosão, em meio ácido ou básico, geralmente não reagem com a maioria dos líquidos, gases e álcalis, permanecendo estáveis por longos períodos de anos (ANUSAVICE, 2005; CHEVALIER & GREMILLARD, 2009).

As cerâmicas utilizadas na odontologia envolvem principalmente as porcelanas, cerâmicas vítreas ou estruturas altamente cristalinas que apresentam propriedades físicas, químicas, mecânicas e térmicas que as tornam materiais distintos de outros utilizados na odontologia como resinas e metais e podem ser utilizadas para confeccionar toda ou parte de uma prótese odontológica (KHAJOTIA et al., 1999; MCLEAN, 2001).

De acordo com Anusavice (2005) muitos tipos de cerâmicas odontológicas estão disponíveis aos laboratórios de prótese dentária segundo sua região de aplicação, quais sejam: cerâmica para núcleo, para forramento, marginal, opaca, para dentina, para esmalte, para pigmentação (ou stain), o glaze cerâmico, além de aditivos cerâmicos.

Todos estes produtos podem ser agrupados ou classificados de diversas maneiras, quer de acordo com seu uso ou indicações, de acordo com a composição química, com o método de produção, com a temperatura de queima, com a microestrutura, com a translucidez, com a resistência à fratura, com a abrasividade. Estas cerâmicas podem ainda ser categorizadas como: cerâmica convencional contendo leucita, cerâmica enriquecida de leucita, cerâmica de ponto de fusão ultrabaixo que pode conter leucita, vitro-cerâmicas, cerâmicas especializadas para núcleos (aluminizada, aluminizada infiltrada por vidro, espinélio ou “spinel” infiltrada por vidro e zircônia infiltrada por vidro) e cerâmicas para o sistema CAD-CAM (Computer Aided Design - Computer Aided Manufacturing) (MCLEAN, 2001; TSETSEKOU et al., 2002; ANUSAVICE, 2005; CONRAD et al., 2007; CHEVALIER & GREMILLARD, 2009).

Para Pagani et al. (2003) atualmente a classificação mais adequada para as cerâmicas odontológicas divide os materiais segundo os procedimentos laboratoriais de fabricação em cinco categorias: convencional, fundidas, prensadas, infiltradas e computadorizadas. As cerâmicas convencionais correspondem àquelas que são confeccionadas através da técnica de condensação; as cerâmicas fundidas são confeccionadas através da fusão de blocos cerâmicos; nas cerâmicas prensadas ocorre a conformação da cerâmica sobre o coping sob pressão; nas cerâmicas infiltradas são confeccionados copings cerâmicos (de alumina ou zircônia) que recebem a infiltração de vidros; e por fim, as cerâmicas computadorizadas compreendem àquelas em que os preparos são escaneados e fresadoras confeccionam a peça através do desgaste de blocos cerâmicos, os conhecidos sistemas CAD/CAM.

Outros autores preferem, no entanto, classificá-las apenas em porcelânicas ou a base de feldspato (incluindo as vítreas anteriormente mencionadas), vitro cerâmicas e cristalinas (que incluem as cerâmicas infiltradas) (KELLY, 2004; O'BRIEN, 2002).

De acordo com a norma ISO 6872 (2008) as cerâmicas odontológicas são classificadas como cerâmicas do tipo I e cerâmicas do tipo II. As primeiras

são caracterizadas pelos produtos que se apresentam na forma de um pó fino que deve ser misturado com aglutinante e submetido à queima em fornos de queima rápida apropriados para cerâmicas odontológicas, são subdivididas em oito itens de acordo com o emprego e incluem as cerâmicas de cobertura; já as segundas, são representadas por todas as outras apresentações de cerâmicas (blocos, pastilhas, etc.) e são subdivididas em duas outras categorias: indicadas para confecção de subestruturas de cerâmicas ou sistemas “livres de metal”.

Kelly (2004) acrescenta ainda que as cerâmicas que mimetizam as propriedades óticas do esmalte e da dentina (utilizadas como cobertura) são predominantemente vidros, enquanto àquelas utilizadas como subestruturas necessitam fornecer mais resistência ao trabalho e por isso são mais fortes em consequência do aumento de fases policristalinas.

As cerâmicas podem também ser classificadas segundo a temperatura de queima em: cerâmicas de alto ponto de fusão ($\approx 1301^{\circ}\text{C}$ a 1400°C), médio ponto de fusão ($\approx 1101^{\circ}\text{C}$ a 1300°C) e de baixo ponto de fusão (650°C a 1100°C) (O'BRIEN, 2002). Anusavice (2005) refere-se a cerâmicas com ponto de fusão baixo como àquelas com ponto de fusão de 850°C a 1100°C e acrescenta cerâmicas com ponto de fusão ultrabaixo com temperaturas de 650°C a 850°C . Estas últimas representam atualmente uma nova família de materiais cerâmicos para cobertura, reduzindo o desgaste do dente antagonista, em virtude de fatores microestruturais, como uma boa dispersão, pequenas partículas cristalinas e/ou pouco ou nenhum cristal, dependendo da utilização.

Assim, em virtude da diversidade de materiais cerâmicos tem se evidenciado certa dificuldade de classificação na odontologia. Outrossim, é importante salientar que a correta escolha de qual cerâmica utilizar em determinada situação clínica não é dependente exclusivamente da classificação, devendo o profissional levar em consideração fatores como: necessidade estética, adaptação marginal, resistência, facilidade de fabricação e até mesmo o custo (GARCIA et al., 2011).

2.2.CERÂMICAS FELDSPÁTICAS ODONTOLÓGICAS

As cerâmicas a base de feldspato ou porcelanas dentárias para aplicações odontológicas são consideradas uma subdivisão das cerâmicas e são caracterizadas pelo elevado teor de vidro em sua composição. Apresentam elevada translucidez, são formuladas a partir de massas cerâmicas triaxiais, de estrutura amorfa, derivadas principalmente de um grupo de minerais denominados de feldspatos cuja composição é a base de sílica (óxido de silício) e alumina (óxido de alumínio), fazendo com que sejam comumente chamadas de vidros alumino silicatos. O feldspato de potássio ($K_2O \bullet Al_2O_3 \bullet 6SiO_2$) e de sódio ($Na_2O \bullet Al_2O_3 \bullet 6SiO_2$) representam os maiores constituintes destes materiais (CHAIN et al., 2000; KELLY, 2004; PELAEZ-VARGAS et al., 2011; NOHUT & LU, 2012).

As cerâmicas feldspáticas odontológicas são compostas por uma variedade de óxidos, incluindo o SiO_2 (52-62% em peso), Al_2O_3 (11-16% em peso), K_2O (9-11% em peso), Na_2O (5-7% em peso), aditivos, pigmentos, opacificadores e vidros com a finalidade de controlar as temperaturas de fusão e de sinterização, coeficiente de expansão térmica (CET) e conferir cor a estes materiais. A denominação porcelana está relacionada à presença de uma matriz vítrea translúcida e impermeável com absorção de água inferior a 0,5% (BARREIRO et al., 1989; KELLY, 2004; ANUSAVICE, 2005; YU et al., 2006; GOMES et al., 2008).

Podem ser utilizadas de forma isolada, porém restrita, para confecção de facetas, *inlays*, *onlays* ou como cerâmica de cobertura em associação com sistemas metálicos (próteses metalocerâmicas) ou mesmo cerâmicos (próteses de cerâmica pura ou livres de metal) (GARCIA et al., 2011). A necessidade de uma subestrutura de reforço está relacionada a fragilidade destes materiais que limita sua utilização de forma isolada em reabilitações extensas (BARREIRO et al., 1989; KELLY, 2004; YU et al., 2006; GOMES et al., 2008). A Figura 2.1 exemplifica uma restauração protética de dois elementos dentais (Vita VM13 – Manual de Instruções, 2008).

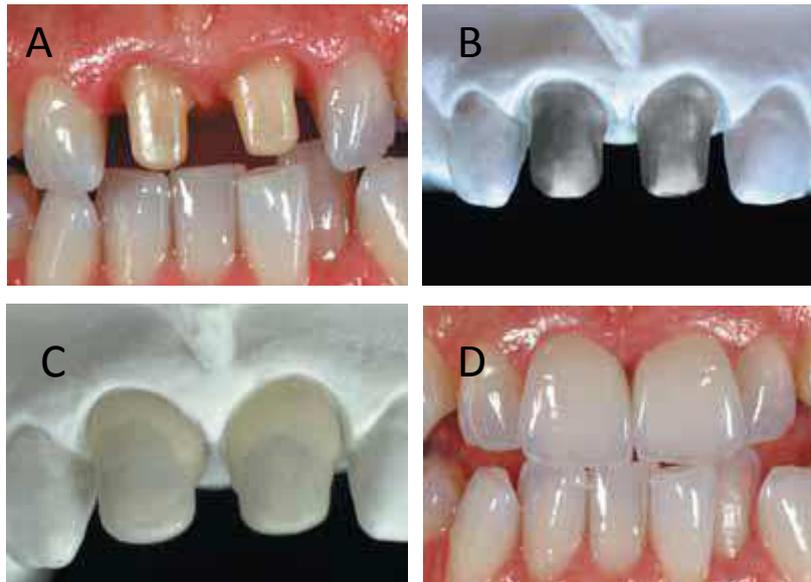


Figura 2.1- Exemplo de duas próteses parciais fixas (coroas) confeccionadas sobre infraestrutura metálica: preparo dos dentes incisivos centrais (A); subestruturas metálicas sobre modelo de gesso (B); inserção das primeiras camadas de cerâmica dentária sobre o metal (C); trabalho concluído e integrado na boca do paciente.

Fonte: Vita VM13- Manual de Instruções, 2008.

Segundo Isgro et al. (2005) a resistência destes materiais compromete a longevidade destas restaurações e para superar este problema, é necessário a combinação de dois materiais: um material de interno mais resistente e um material de cobertura mais fraco, do ponto de vista mecânico, porém com melhores propriedades estéticas.

Em função disso, fases cristalinas são adicionadas na composição das cerâmicas feldspáticas tanto para aumentar propriedades mecânicas como também para controlar efeitos óticos como opalescência, cor e opacidade. Estas partículas são em geral cristalinas, podendo também ser vidros. É importante salientar que o conhecimento destas partículas, suas quantidades, o porquê de sua adição e como elas podem interferir na microestrutura dos vidros, facilita o estudo destes materiais (KELLY, 2004).

Tem sido descrito a presença de fases cristalinas de sílica (cristobalita, tridimita e quartzo) de alumínio silicatos (mulita), ou feldspatos potássicos (leucita, sanidine, ortoclase ou microline) (QUIN et al., 2012). Podem ainda ser identificadas, em massas de dentina, pequenas quantidades de cassiterita

(SnO_2), baddeleyita ou zircônia monoclinica (ZrO_2) e/ ou rutila (TiO_2), dependendo do fabricante, que agem como agentes opacificadores. O tamanho destas partículas, em geral, é da ordem de $1\mu\text{m}$ (BARREIRO et al., 1989).

Os feldspatos quando misturados com os óxidos constituintes e aquecidos em elevadas temperaturas podem propiciar o desenvolvimento de leucita ($\text{K}_2\text{O}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 4\text{SiO}_2$) e de uma fase líquida, cuja viscosidade decresce com o decorrer do ciclo de queima. Essa fase líquida possibilita a sinterização via fase líquida do material com o coalescimento das partículas e posteriormente sua dissolução nessa mesma fase, sendo a força motriz para esse processo a redução da energia superficial do sistema (SEGADÃES, 1987; GOMES et al., 2008). A composição destes materiais pode ser delineada no diagrama de fase ternário $\text{K}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ (Figura 2.2).

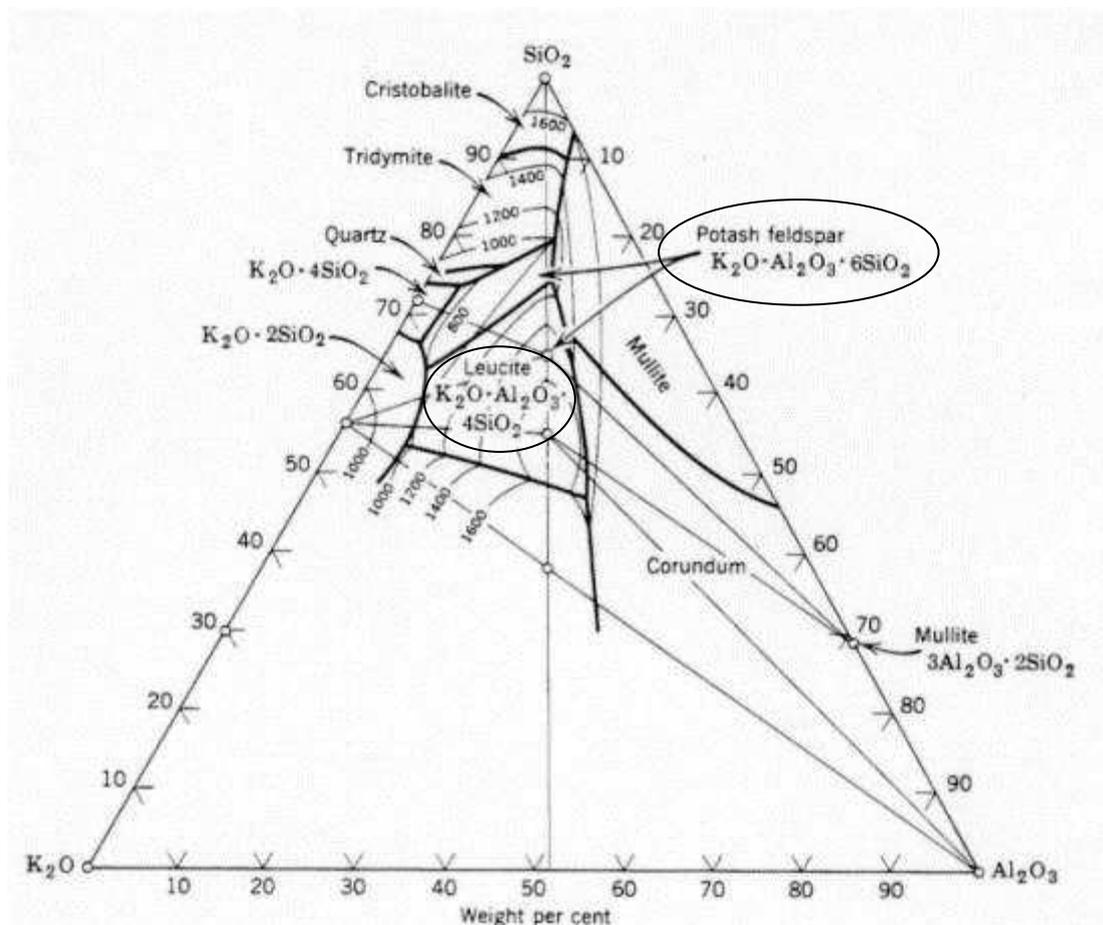


Figura 2.2- Diagrama ternário $\text{K}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$.

Fonte: <http://www.dentaria.com/pics/upload/prensa9.jpg>. Acessado em 14/12/2012.

A leucita é um sílico-aluminato de potássio associado a fusão incongruente (reação peritética) do feldspato potássico (ortoclásio), onde o feldspato dá origem a uma fase líquida e a outro sólido. Ela representa uma das primeiras partículas contidas nas cerâmicas dentárias e possui elevado coeficiente de expansão térmica, contrariamente a matriz vítrea (fase líquida após o resfriamento) formada após a queima da cerâmica que possui um baixo coeficiente de expansão térmica. A utilização desta fase tem, portanto, a finalidade de aumentar o coeficiente de expansão térmica da cerâmica como um todo e conseqüentemente melhorar suas propriedades mecânicas, inclusive sua tenacidade à fratura (MACKERT et al., 1995; TSETSEKOU et al., 2002; KELLY, 2004; CESAR et al., 2005; CESAR et al., 2008; FREDERICCI et al., 2011).

Autores reportaram que a leucita corresponde a uma fase cristalina de alta expansão e, conseqüentemente, de alta contração e que pode afetar de forma marcante o CET da cerâmica. A combinação do baixo coeficiente de expansão térmica da matriz vítrea e do elevado coeficiente de expansão térmica da leucita permite que a cerâmica dentária apresente um coeficiente que seja compatível para utilização sobre substratos metálicos e de cerâmicas reforçadas (alumina e/ou zircônia). Diferenças extremas entre os CET podem gerar tensões de tração durante o resfriamento, que por sua vez, por conduzem a formação de microtrincas no interior do material (LI & SHAW, 2007; NOHUT & LU, 2012).

Na atual composição das cerâmicas feldspáticas, há aproximadamente 78-94% de feldspatos de sódio e/ou potássio e 6-22% de leucita, dependendo da marca comercial (CESAR et al., 2005; SOUZA et al., 2007). No entanto, nem sempre a leucita provém da decomposição do feldspato, ocorrendo por vezes sua adição nas formulações. Vale, ainda, ressaltar que trabalhos indicam que o óxido de lítio estimula a cristalização da leucita, sendo sua adição ao sistema uma forma de aumentar a quantidade de leucita na cerâmica (CESAR et al., 2008; CHEVALIER & GREMILLARD, 2009; HÖLAND et al., 2009).

É importante ressaltar que a leucita foi utilizada na composição destes materiais no início da década de 60 com a finalidade de compatibilizar o

coeficiente de expansão térmica entre a cerâmica feldspática e as ligas metálicas utilizadas para confeccionar a infraestrutura na época, sem a intenção de prover qualquer reforço a cerâmica de cobertura. Atualmente, sabe-se que este mineral atua como fase de reforço, melhorando a resistência à fratura (GUAZZATO et al., 2004; CESAR et al., 2005; SINMAZISIK & ÖVECOGLU, 2006; MARTINS et al., 2010; FREDERICCI et al., 2011).

Resfriamentos lentos podem provocar um aumento de 11 a 56% no teor de leucita na maioria das cerâmicas. Aumento este, suficiente para provocar alterações consideráveis nos coeficientes de expansão térmica destes materiais, evidenciando, ainda mais, a importância do ciclo de queima no desenvolvimento microestrutural das cerâmicas dentárias e conseqüentemente nas suas propriedades (KELLY & CAMPBELL, 1996; MCLEAN, 2001; ISGRO et al., 2005; BENETTI et al., 2010).

Barreiro et al.(1989) observaram que na temperatura ambiente a cerâmica feldspática é formada por pequenos cristais de leucita (tetragonal) envolvidos por uma matriz vítrea. Por outro lado, tem sido apontado que as cerâmicas dentais tendem a cristalizar ou mudar o CET sob alguns tratamentos térmicos, dentre eles o controle do resfriamento. O resfriamento lento auxilia na nucleação e crescimento do feldspato potássico.

Estes mesmos autores afirmaram que devido à elevada viscosidade dos líquidos no sistema, é muito difícil se atingir o equilíbrio. O líquido geralmente se torna um vidro e os cristais de leucita não seriam dissolvidos se o resfriamento fosse muito rápido.

Estudos afirmaram que o processamento da cerâmica dental através de vários ciclos de queima (ou ciclos de queima rápida), como é o caso do processamento convencional das cerâmicas odontológicas, provoca o aparecimento de trincas microestruturais em decorrência das diferenças entre coeficiente de expansão térmica da matriz vítrea e da leucita, comprometendo propriedades das cerâmicas dentárias (BARREIRO et al., 1989; MACKERT et al., 1995; CESAR et al., 2008; HÖLAND et al., 2009; NOHUT & LU, 2012; QUIN et al., 2012).

2.2.1. PROPRIEDADES

As cerâmicas odontológicas feldspáticas, de uma maneira geral, têm sua aplicabilidade limitada decorrente de propriedades mecânicas relacionadas fragilidade destes materiais. Em geral, estes materiais exibem baixos valores de resistência à tração e a flexão, quando comparadas com outros materiais cerâmicos cristalinos, e, quando ultrapassados seus limites progridem para o fracasso do trabalho através de uma fratura frágil, com pouca ou nenhuma absorção de energia. O mecanismo da fratura frágil resulta da formação e da propagação de trincas ao longo da secção transversal do material, perpendicularmente à carga aplicada (PRASAD et al., 2009; NOHUT & LU, 2012).

A presença de porosidades e de defeitos superficiais são fatores importantes na determinação da resistência das cerâmicas, de forma que quanto menos defeitos ou menores os seus tamanhos melhor a resistência do material. O crescimento da trinca nestes materiais pode ser tanto através dos grãos como ao longo dos contornos de grãos, dependendo de sua distribuição ao longo do material (JAGER et al., 2000; CHEUNG & DARVELL, 2002; GUAZZATO et al., 2004; YOSHIMURA et al., 2005; BOHJALIAN et al., 2006; FREDERICCI et al., 2011).

Segundo Nohut & Lu (2012) as porosidades, além de comprometerem a resistência das cerâmicas, também interferem nas propriedades óticas do material, influenciando de forma negativa a estética do material. Para estes autores, cerâmicas feldspáticas são materiais porosos e que a maioria das falhas está associada a defeitos superficiais e não internos, entretanto, quando o número e o tamanho dos poros aumenta a probabilidade de fratura também aumenta. Estes autores enfatizam que, em um grupo de amostras de um mesmo material, podem-se identificar falhas causadas tanto pelos defeitos superficiais (relacionados a propagação de trincas) quanto por defeitos internos (número e volume de poros).

Nesse sentido, a fragilidade das cerâmicas pode ser compreendida considerando-se a concentração de tensões ao redor de poros e defeitos

superficiais e como estes materiais não são passíveis de sofrer deformações plásticas sem fratura, as trincas propagam-se mesmo com baixos níveis de tensões (ALBAKRY et al., 2003; BOHJALIAN et al., 2006; FREDERICCI et al., 2011; QUIN et al., 2012).

É importante considerar que os defeitos que representam pontos concentradores de tensões são descritos como microtrincas superficiais ou internas, poros internos e vértices de grãos, os quais são praticamente impossíveis de serem suprimidos ou mesmo controlados (CHEUNG & DARVELL, 2002; PRASAD et al., 2009; NOHUT & LU, 2012). Defeitos de processamento, como: aspereza superficial, inclusão de impurezas, além de defeitos inerentes ao material, também relacionados ao tamanho da partícula e a tensão residual também podem suscitar no aparecimento de trincas (JAGER et al., 2000; KELLY, 2004; SINMAZISIK & ÖVECOGLU, 2006).

Tem sido relatada também na literatura a fratura de restaurações cerâmicas por fadiga. Para cerâmica dentária este tipo de fratura pode estar associado tanto a propagação lenta de trincas, como pela exposição do material a períodos longos de tensões repetidas, como é o caso da mastigação de alimentos. Além disso, sabe-se que este tipo de fratura é sensível às condições do ambiente, sobretudo a presença de umidade (BORBA et al., 2011b). Estudos tem demonstrado que clinicamente, a maioria das fraturas que ocorre em próteses dentárias é o resultado da falha por fadiga (SATO et al., 2004; MARTINS et al., 2010).

A resistência à fratura de um material cerâmico depende da existência ou não de um defeito que seja capaz de iniciar uma trinca, do tamanho e do volume da amostra. Já existência de defeitos varia de uma amostra para outra dentro de um mesmo material, como também da técnica de fabricação e da realização de tratamentos posteriores. A resistência à flexão também tem sido relacionada com a composição do material (BORBA et al., 2011b; DENRY, 2013).

Sob tensões de compressão as cerâmicas exibem comportamento contrário ao anterior, ou seja, são materiais que suportam bem cargas compressivas. Ademais, tem sido relatado que o limite de resistência de uma

cerâmica frágil é aumentado consideravelmente através da inserção de tensões residuais de compressão, mecanismo que ocorre pela diferença entre os CET da infraestrutura e da cerâmica de cobertura. Normalmente, em restaurações metalocerâmicas e de cerâmica pura, o CTE da cerâmica é ligeiramente menor que o material da subestrutura produzindo tensões compressivas na superfície da cerâmica e forças de tração compensatórias na subestrutura, diminuindo as falhas nesta interface (PAN & RAVAEV, 2004; BORBA et al., 2011a,b).

Com relação a dureza, sabe-se que ela é uma propriedade mecânica de utilidade na odontologia, pois os dentes suportam constantemente ações de abrasão e polimento oriundas tanto da mastigação quanto da própria escovação. Os valores de microdureza dos materiais aplicados na odontologia devem ser compatíveis com a dureza do esmalte dental (variável de 350 a 500 HV), para se evitar tanto o desgaste da peça protética quanto o desgaste do dente antagonista. As cerâmicas são conhecidas por apresentarem elevados valores de dureza (ALBAKRY et al., 2003; ANUSAVICE, 2005).

2.2.2. PROCESSAMENTO

A cerâmicadentária feldspática odontológica é fornecida na forma de um pó fino, com distribuição granulométrica específica, que é ser misturado com água ou outro veículo aglutinante e condensado de maneira bem compactada, de forma que proporcione uma menor contração de queima e menor porosidade na cerâmica sinterizada (YU et al., 2006; CONRAD et al., 2007). Tem sido descrito que o tamanho das partículas de pó interfere tanto no grau de condensação da cerâmica como na solidez e densidade aparente do material sinterizado (ALVES et al., 2012).

Uma adequada condensação (conformação) pode ser obtida utilizando uma leve vibração com a finalidade de compactar o pó úmido, removendo-se o excesso de água com papel absorvente ou pincel, ou pela inserção através de uma espátula com posterior alisamento (SINMAZISIK & ÖVECOGLU, 2006;

BORBA et al., 2011a).Rasmussen et al. (1997) sugerem ainda a adição de pó seco na superfície úmida para que o mesmo absorva o excesso de água.

Pelaez-Vargas et al., (2011) relataram a existência de duas técnicas laboratoriais para o preparo de pastas de cerâmica dental: a adição gradual de água a uma determinada quantidade de pó colocada aleatoriamente e outra através da adição de quantidades pré determinadas de pó e a água através de uma única mistura. Segundo os autores, quando uma relação água/pó é obtida, o líquido ocupa pequenos espaços entre as partículas de cerâmica, agindo como um lubrificante e produzindo corpos no estado verde altamente densificados e mais homogêneos após a sinterização. Anusavice (2005) acrescenta que a tensão superficial da água é a força motriz no processo de condensação e que a cerâmica nunca deve ser desidratada até que a condensação esteja concluída.

Isgro et al.(2005) relataram que a aplicação da cobertura cerâmica sobre a infraestrutura cerâmica é idêntica à técnica de metalo-cerâmica, por exemplo, massas de dentina e de esmalte são aplicados em camadas sobre o substrato metálico a fim de conferir forma e estética semelhantes ao dente natural. Para produção de substratos cerâmicos de alta resistência (150-650 MPa) são utilizados dissilicato de lítio, alto teor de leucita, óxido de alumínio e cristais de óxido de zircônia.

Após a etapa de conformação (condensação), a cerâmica é seca, em geral, sendo colocada próxima a um forno pré aquecido, permitindo que a água se dissipe em forma de vapor de água. A partir de então se inicia o ciclo de queima rápida com o intuito de prevenir a cristalização e consequente porosidade interna, que empregam temperaturas da ordem de 750 a 1100°C, de acordo com o fabricante de cada material (CHEUNG & DARVELL, 2002; FREDERICCI et al., 2011).

É importante relatar que a cerâmica odontológica comercial (pó) não é apenas uma mistura de componentes, pois, durante o processo produção industrial desse pó, os constituintes foram misturados, fundidos (ou sinterizados) e resfriados de forma a produzir uma frita. Ao sinterizar o “pó” comercial de cerâmica ocorre uma “re-fusão” do vidro (frita) sem provocar

aumento significativo na reação entre os componentes da formulação. Assim, o “pó” comercial responde rapidamente a temperatura de queima, destacando-se novamente a grande influência do ciclo de queima nas características do produto final (BARREIRO et al., 1989; RASMUSSEN et al., 1997).

Para a dentária o objetivo da queima é tão somente sinterizar as partículas de pó para a conformação da prótese, uma vez que as reações termoquímicas entre os componentes são realizadas no processo de manufatura original. Neste caso, as mudanças mais representativas estão associadas as alterações no teor de leucita (ANUSAVICE, 2005).

Durante o processo de sinterização, no início do aquecimento, as porosidades são ocupadas pela atmosfera do forno e a medida que a temperatura aumenta as partículas se unem pelos seus pontos de contato, e, logo em seguida, o vidro fundido gradualmente escoar para preencher os espaços vazios. Os espaços que não são completamente preenchidos constituirão as porosidades (ALVES et al., 2012).

Com relação as cerâmicas feldspáticas (objeto deste estudo), quando o feldspato é misturado com vários óxidos metálicos e queimado em elevadas temperaturas, pode formar leucita e uma fase vítrea que “amolece” e escoar rapidamente, permitindo o coalescimento das partículas do pó de cerâmica. A força motriz para a sinterização é a queda da energia decorrente da diminuição da área de superfície (RASMUSSEN et al., 1997; ISGRO et al., 2005; CONRAD et al., 2007).

O inconveniente da presença de porosidades no interior das cerâmicas dentárias tem sido descrito por diversos autores, e uma maneira que a indústria encontrou para minimizá-las foi através do emprego da queima a vácuo, que atua de forma quantitativa, diminuindo o número de poros, e qualitativa, reduzindo o tamanho do poro (ANUSAVICE, 2005; PRASAD et al., 2009; FREDERICCI et al., 2011; DENRY, 2013).

Cheung & Darvell (2002) estudaram o efeito do tempo e da temperatura de sinterização na porosidade cinco cerâmicas, dentre elas três cerâmicas de cobertura. Os materiais foram sinterizados nos tempos de 24 e 30s; 1, 3, 6, e 30 minutos; e 1, 5, 10, 15 e 20 horas, com temperaturas de 800-1050°C. Os

autores avaliaram porcentagem de porosidade, tamanho médio e distribuição do poro, e concluíram que uma quantidade mínima de porosidade é obtida quando se utilizam condições muito estreitas, com elevadas temperaturas e curtos tempos de sinterização, ou seja, rápidas taxas de aquecimento.

Fredericci et al. (2011) avaliaram a influência da variação do tempo e taxa de aquecimento em cerâmicas dentais contendo leucita. Foram avaliadas quatro cerâmicas, sendo duas com pontos de fusão em torno de 1000°C e duas em torno de 850°C. As taxas de aquecimento sofreram alteração em 10°C/mim e as temperaturas variaram de 600°C a 1050°C. Os autores enfatizaram principalmente a influência sobre a densidade e afirmaram que a temperatura de sinterização afeta diretamente a densidade do material, porém nenhuma amostra obteve uma densificação completa o que foi atribuído a porosidade residual.

Apesar de observações que a sinterização rápida convencional pode conduzir a cerâmica a elevadas densificações em curto período de tempo, são relatados inconvenientes como o desenvolvimento de tensões térmicas na peça, oriundas de gradientes de temperatura presentes no processo, que levam à formação de trincas e deterioração das propriedades mecânicas do material. Adicionalmente, gradientes térmicos podem gerar heterogeneidades microestruturais em decorrência do crescimento irregular dos cristais ao longo da peça (CHEUNG & DARVELL, 2002).

É importante ainda referir que durante processo de confecção de próteses, as cerâmicas são submetidas, em média, até cinco queimas e ao final de cada uma, durante o resfriamento, diferentes comportamentos dos materiais envolvidos podem introduzir tensões que podem ser transitórias e/ou residuais, elevadas o suficiente, para causar fraturas imediatas ou, no caso de tensões residuais, diminuir a longevidade do material (KHAJOTIA et al., 1999; ISGRO et al., 2005; CONRAD et al., 2007).

No entanto, Øilo et al. (2008) demonstraram em corpos cerâmicos que apenas após uma primeira queima a resistência à flexão e a microdureza diminuíram, e as subseqüentes não causaram efeitos adicionais, evidenciando a necessidade de mais estudos na área. Celik et al. (2008) avaliaram o efeito

de repetidas queimas na coloração das cerâmicas odontológicas e concluíram que quanto maior o número de queimas maior a interferência na coloração das cerâmicas.

Ademais, frente às várias reações químicas identificadas durante o processo de queima da cerâmica, os ciclos de queima rápida podem alterar a quantidade de leucita presente nas peças (nos materiais em que há o desenvolvimento dessa fase), afetando o coeficiente de contração térmica da cerâmica, provocando o aparecimento de trincas imediatamente ou tardiamente na cerâmica (CHEUNG & DARVELL, 2002; ISGRO et al., 2005).

Deve-se ressaltar ainda que a sinterização de cerâmicas odontológicas não é um processo de aquecimento uniforme e que o calor aplicado à superfície da cerâmica, atinge o núcleo por condução térmica, resultando na produção de altos gradientes de temperatura e tensões no interior do material. Em vista disso, pesquisadores tem buscado investigar outros mecanismos de aquecimento, dentre eles a utilização da energia de microondas (PRASAD et al., 2009).

2.3.ENERGIA DE MICROONDAS

Microondas é o nome dado a radiação eletromagnética que tem sido utilizada para uma variedade de aplicações a mais de 50 anos. Este tipo de energia apresenta uma gama de frequência compreendida entre 300 MHz e 300 GHz, com comprimentos de ondas que variam entre 1mm e 1m (Figura 2.3) (KATZ, 1992; CLARK & SUTTON, 1996; AGRAWAL, 1998; CHATTERJEE et al., 1998; KEYSON et al., 2006; MENEZES et al., 2007a,b; OGHBAEI & MIRZAEI, 2010).

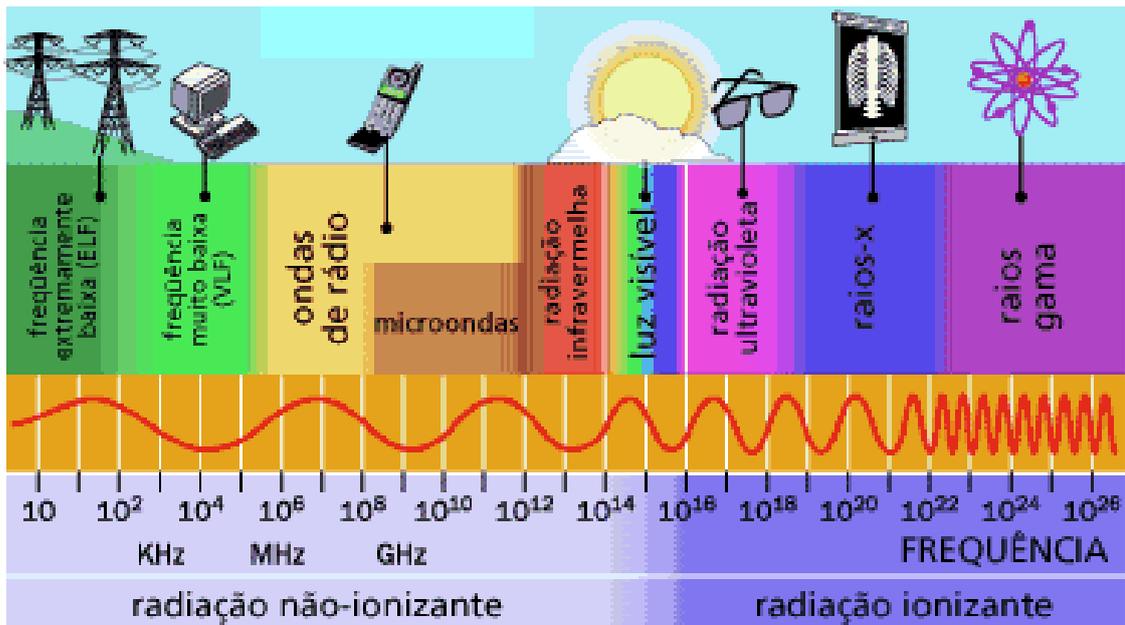


Figura 2.3- Espectro eletromagnético e frequências utilizadas no processamento com microondas.

Fonte: <http://ciencia.hsw.uol.com.br/enlargeimage.htm?terms=espectro+eletromagn%C3%A9tico&page=7>

Pode-se afirmar que o aquecimento de materiais através de energia de microondas é um processo em que os materiais absorvem volumetricamente a energia eletromagnética e a transformam em calor, diferentemente dos métodos convencionais nos quais a energia elétrica ou o vapor aquecido, são transferidos aos materiais através de mecanismos de condução, radiação e convecção (AGRAWAL, 1998; CHENG et al., 2002; MENEZES et al., 2008; HUANG et al., 2009; HAO et al., 2009; ALMAZDI et al., 2012).

A utilização da energia de microondas possibilita ultrapassar limitações do processo de queima rápida convencional, pois os mecanismos de geração de calor envolvidos na utilização das microondas permitem especificidade na absorção da energia de microondas, um rápido aquecimento volumétrico do material, fornecendo peças mais homogêneas em relação à queima convencional (CLARK & SUTTON, 1996; NIGHTINGALE, 2001; WANG et al., 2006; DAS et al., 2008; HEMANTHAKUMARI & SATAPATHY, 2008; PRASAD et al., 2009). A energia de microondas transforma-se em calor dentro do material, o que resulta, geralmente, em significativa economia de energia e redução no tempo de processamento (CHATTERJEE et al., 1998; BROSAN

et al., 2003; MENEZES et al., 2007a,b). Tem sido reportada uma economia de energia de 25% a 95% com relação ao forno convencional (ALMAZDI et al., 2012).

Adicionalmente, o baixo consumo de energia também é atribuído ao fato do próprio material quando aquecido por microondas funcionar como fonte de calor, pois as mesmas interagem diretamente com o material evitando assim o aquecimento de outras partes que não estão envolvidas diretamente no processo. Por este motivo, afirma-se que este tipo de processamento é seletivo (CHATTERJEE et al., 1998; OGHBAEI & MIRZAEI, 2010).

2.3.1. INTERAÇÃO MATERIAL-MICROONDAS

A interação de materiais e microondas pode ser descrito por dois parâmetros importantes: poder de absorção e profundidade de penetração de microondas, que determinam a uniformidade de aquecimento pelo material. Elevadas frequências e grandes valores de propriedades dielétricas resultam no aquecimento da superfície, enquanto que baixas frequências e pequenos valores de propriedades dielétricas resultam em mais aquecimento volumétrico (SUTTON, 1989; CHATTERJEE et al., 1998).

O mecanismo de aquecimento do material pode ser entendido como o resultado de perdas elétricas, isto porque, quando as microondas penetram no material e se propagam, é formado um campo elétrico que induz ao movimento translacional de cargas livres e ligadas. Estas cargas então começam a se movimentar, tentando se realinhar (ou seja, atingir o equilíbrio) e o atrito entre elas gera rapidamente o calor (KRIEGSMANN, 1997; MENEZES et al., 2007a).

A interação microondas-materiais depende das propriedades dielétricas dos materiais a serem processados, estando intimamente relacionadas com a constante dielétrica e tangente de perda (CHATTERJEE et al., 1998; WANG et al., 2006; LI et al., 2009; PRASAD et al., 2009). A constante dielétrica pode ser entendida como uma medida da polaridade do material em um campo elétrico, enquanto que a tangente de perda mede a absorção de microondas pelo material. A constante dielétrica pode ser definida pela permissividade complexa

ϵ^* que, por sua vez, é composta por uma parte real, ϵ' (constante dielétrica) e por uma parte imaginária, ϵ'' (fator de perda dielétrica), que pode ser dada pela fórmula apresentada na equação (1) abaixo:

$$\epsilon^* = \epsilon' - i\epsilon'' = \epsilon^0 (\epsilon_r - i \epsilon_{eff}) \quad (1)$$

onde $i = (-1)^{1/2}$, ϵ^0 representa a permissividade livre no espaço ($\epsilon_0 = 8,86 \times 10^{-12}$ F/m), ϵ_r a constante dielétrica relativa, ϵ_{eff} o fator de perdas dielétricas relativas (KATZ, 1992; KRIEGSMANN, 2001). Menezes et al. (2007a) acrescentam ainda que a equação acima está relacionada com a frequência angular (ω).

Em outras palavras, a constante dielétrica pode ser entendida como uma medida da quantidade de energia armazenada no material na forma de campo elétrico, enquanto que o fator de perdas é uma medida da energia dissipada na forma de calor dentro do material (MENEZES et al., 2007a). Pode-se afirmar ainda que o fator de perda mede a capacidade de o material transformar a energia de microondas em calor e a constante dielétrica mede a capacidade de polarização do material (OGHBAEI & MIRZAEI, 2010).

A tangente de perda, por sua vez é o resultado do tempo transcorrido entre a aplicação do campo eletromagnético e a polarização do material, ou seja, representa a resposta do material em forma de “perda” de energia devido ao tempo transcorrido para a polarização do material. Além do mais, tem sido relatado que os mecanismos de polarização dependem da frequência e do tempo. Sendo assim, a tangente de perda pode ser representada pela seguinte expressão(2):

$$tg\delta = \frac{\epsilon_{eff}}{\epsilon_r} \quad (2)$$

onde $tg\delta$ representa a tangente de perdas e ϵ_{eff} representa as perdas efetivas (HENCH & WEST, 1990; KATZ, 1992; KRIEGSMANN, 2001; MENEZES, 2007a).

Segundo Van Hippel *apud* Menezes et al. (2007a) à medida que as microondas penetram e se propagam dentro do material, existe uma atenuação do campo elétrico, que é descrita pela distância a partir da superfície onde o

campo elétrico é reduzido a 1/e do seu valor inicial, sendo conhecida como Profundidade de Penetração ou Distância de Atenuação (D_p), representado na equação (3) abaixo:

$$D = \frac{c}{\omega} \sqrt{\frac{2}{\epsilon_r' (\sqrt{1 + \tan^2 \delta} - 1)}} \quad (3)$$

onde c é a velocidade da luz no vácuo e ω é a frequência da radiação

Com relação a interação microondas/material, as cerâmicas representam materiais com baixas perdas dielétricas, fazendo com as ondas atravessem completamente o material, sem induzir qualquer tipo de perda. Apesar disso, atualmente a utilização de energia de microondas na sinterização de cerâmicas tem si mostrado eficaz, pois muitos estudos têm mostrado que é possível o processamento de cerâmicas com o uso da energia de microondas, quer seja na síntese de materiais, secagem, ou mesmo na sinterização, sendo necessário, no entanto, a observância de algumas particularidades, como por exemplo, características dielétricas (HENCH & WEST, 1990; KATZ, 1992; AGRAWAL, 1998; XIE, et al., 1998; BROSNAN et al., 2003; PAN & RAVAEV, 2004; MENEZES et al., 2007a,b; DAS et al., 2008; JUNG & KIM, 2010).

2.3.2. SINTERIZAÇÃO UTILIZANDO ENERGIA DE MICROONDAS

A sinterização de cerâmicas através da energia de microondas, diferentemente da convencional é composta por três processos incluindo a ativação do aquecimento de materiais, polarização iônica e emparelhamento e promoção da difusão do campo estático. Cada um destes processos tem um efeito diferente na formação de vacâncias e no mecanismo de transferência (KATZ, 1992). A dinâmica do processo de sinterização em microondas de alta frequência aumenta, ainda mais, a concentração de vacâncias (SUTTON, 1989; CHATTERJEE et al., 1998; HEMANTHAKUMARI & SATAPATHY, 2008; HAO et al., 2009).

Xie et al. (1998) afirmaram que para ondas eletromagnéticas interagirem com materiais cerâmicos, conduzindo ao aquecimento volumétrico através de

perdas dielétricas são necessários dois mecanismos principais de perda: o fluxo de corrente condutiva (particularmente a condução iônica) e a reorientação dipolar. Deve-se considerar também que são identificados diferentes níveis de absorção em virtude de diferentes composições e mecanismos de perdas.

O campo eletromagnético entre as partículas da amostra cerâmica processada com microondas é quase 30 vezes maior do que o campo externo, dando origem à ionização na superfície das partículas e resultando na difusão de íons entre as partículas de forma acelerada, promovendo, por fim, a densificação do material. Além disso, em torno do campo eletromagnético intensifica-se a união com íons e contornos de grãos, estimulando a difusão de íons inter grãos para frente e acelerando o crescimento de grãos durante a sinterização. Em muitos casos, tem-se concluído que a utilização de microondas produz materiais com distribuição do tamanho de grão mais uniforme e acelerada (MENEZES et al., 2008; OGHBAEI & MIRZAEI, 2010).

Via de regra, como já mencionado, as cerâmicas são transparentes às microondas na frequência de 2,45GHz, porém, quando aquecidas acima de uma determinada temperatura (temperatura crítica), passam a absorver mais eficientemente a radiação de microondas. Para que isso ocorra, é necessário alterar a frequência da radiação de microondas incidente para uma frequência na qual o material absorva a radiação mais eficientemente e aqueça, ou se utilizar uma forma de aquecimento indireto até determinada temperatura, a partir da qual, o material interagindo eficientemente com as microondas aquecerá, pois, em elevadas temperaturas, a absorção de microondas na maioria dos materiais aumenta intensamente (SUTTON, 1989; NIGHTINGALE, 2001; MENEZES et al., 2007a; MENEZES et al., 2008; PRASAD et al., 2009; ALMAZDI et al., 2012).

Em virtude disso, estudos têm sido realizados com o intuito de minimizar os inconvenientes que surgem neste tipo de processamento, tendo a sinterização híbrida aparecido com uma alternativa eficaz, pois mescla mecanismos do aquecimento direto através de energia de microondas com o mecanismos de aquecimento convencional. Este tipo de aquecimento é

denominado de “híbrido” e seu êxito tem sido relatado, sobretudo, na sinterização de materiais com baixas perdas dielétricas em baixas temperaturas, com predomínio de sinterização convencional, e grandes perdas em elevadas temperaturas que possibilitam a absorção de microondas (GOLDSTEIN et al., 1998; MENEZES et al., 2007a,b; HUANG et al., 2009; OGHBAEI & MIRZAEI, 2010).

Este tipo de sinterização só pode ser obtido com o uso de um material chamado de susceptor que apresenta elevadas perdas dielétricas em baixas temperaturas. Quando em baixas temperaturas, o susceptor absorve a energia de microondas e atinge altas temperaturas que são, então, transferidas ao material através de mecanismos de aquecimento convencionais. A partir de daí, o material que tem elevadas perdas dielétricas em elevadas temperaturas desencadeia o processo de absorção de microondas (Figura 2.4). Portanto, pode-se deduzir que o aquecimento híbrido ocorre tanto de fora para dentro como de dentro para fora (GOLDSTIEN et al., 1998; DAS et al., 2008; OGHBAEI & MIRZAEI, 2010; ALMAZDI et al., 2012).

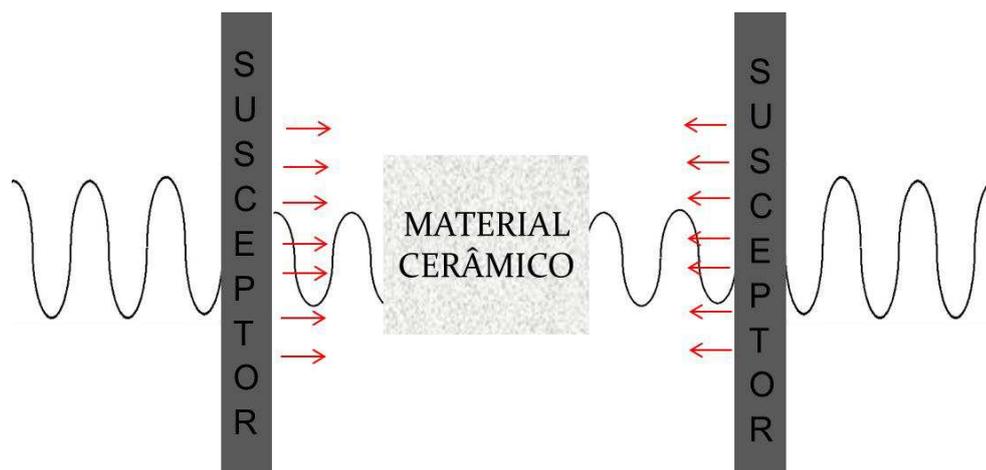


Figura 2.4- Esquema exemplificando o aquecimento utilizando susceptor.

O mecanismo de ação do susceptor torna-se relativamente simples, pois ele aquece a peça cerâmica em baixas temperaturas e após atingir uma determinada temperatura (variável de acordo com o material) a peça cerâmica passa a absorver de forma mais eficiente a energia de microondas e rapidamente aquece o material (NIGHTINGALE, 2001; MENEZES et al.,

2007a).Em outras palavras, são materiais capazes de absorverem energia eletromagnética e a converterem em calor (ALMAZDI et al., 2012).

Para Keyson et al. (2006) o susceptor nada mais é que uma pastilha densa de SiC que funciona como conversor de microondas em calor. Este material apresenta propriedade de alta perda dielétrica e tempo de excitação/relaxamento de dipolos concordantes com a mudança de sentido dos dipolos das microondas de um forno de microondas (2.450.000 vezes por segundo), atuando como um eficiente conversor destas oscilações eletromagnéticas em calor.

Autores têm referido que sinterização com microondas pode apresentar um sério inconveniente, o “thermal runaway” que está relacionado a mudanças nas propriedades dielétricas da cerâmica. Conforme mencionado, durante o aquecimento por microondas, os materiais apresentam aumentos na constante de perdas que, por sua vez, aumentam a interação com a radiação e, por conseguinte, elevam sua temperatura. No entanto, à medida que a temperatura aumenta, a perda dielétrica também se eleva fazendo com que os óxidos (constituintes da cerâmica) absorvam a energia de microondas de forma mais eficaz e crescente refletindo em uma super queima ou mesmo na fusão do material (KRIEGSMANN, 1997; BYKOV et al., 2001; NIGHTINGALE, 2001; MENEZES et al., 2007b; OGHBAEI & MIRZAEI, 2010).

Xie et al. (1998) concluíram que o fenômeno “thermal runaway” e as trincas nos corpos cerâmicos podem ser evitados através do controle da potência e do uso de uma estrutura de aquecimento híbrido, como é o caso dos susceptores. Segundo estes autores, o aquecimento híbrido aumenta a densificação e reduz o tempo de sinterização, sendo estes ganhos mais evidentes em materiais com elevadas perdas dielétricas.

Segundo Hwang & Kim (2007), há três maneiras para reduzir a temperatura de sinterização da cerâmica através da utilização de microondas: adição de fase vítrea de baixa fusão, processamento químico e partículas de menor tamanho. Nesse sentido, o mecanismo de sinterização via fase líquida, com a formação de uma fase vítrea é algo que torna o método atrativo, porém, deve-se atentar para que não sejam empregadas grandes quantidades de fritas

contendo sílica, uma vez que elas podem absorver profundamente a energia de microondas em elevadas frequências, degradando a qualidade final do material.

Pesquisas sobre sinterização de alumina, para diversas aplicações industriais, com frequência de 2,45GHz tem mostrado que, além da redução no tempo de sinterização, têm-se obtido uma maior densificação do material, com obtenção de grãos com tamanhos semelhantes aqueles obtidos através da sinterização convencional, especialmente para materiais com elevadas perdas dielétricas (GOLDSTEIN et al. 1998; BROSNAN et al., 2003; HAO et al., 2009).

Chatterjee et al. (1998) analisaram o mecanismo de sinterização de alumina com energia de microondas e não encontraram diferenças entre o tempo de sinterização, taxas de densificação e crescimento de grãos. Xie et al. (1998) acrescentam, ainda, resultados similares com relação a resistência à flexão e microdureza superficial.

Pan & Ravaev (2004) sinterizaram cerâmicas dentais enriquecidas com leucita sobre um substrato metálico (níquel – cromo) utilizando energia de microondas e verificaram valores de resistência de união na interface metal/cerâmica em torno de 20MPa, ou seja, pelo menos duas vezes maior com relação a sinterização convencional que atingiu valores da ordem de 9 a 9,5 MPa. Porém, os autores observaram comportamento anormal do cromo sob ação do microondas com relação a distribuição espacial, sugerindo o desenvolvimento de novas pesquisas.

Hwang & Kim (2007) estudaram o efeito do tamanho de fritas nas propriedades de dielétricas de vitrocerâmicas de baixa fusão e comprovaram que o tamanho da frita é capaz de controlar a morfologia, contração, densidade relativa, e propriedade dielétricas do material. Dentre as vantagens oferecidas pela combinação vidro + cerâmica inclui estabilidade de forma depois da sinterização, propriedades dielétricas melhoradas, resistência mecânica e controle da expansão térmica.

Menezes et al. (2007b) sinterizaram uma cerâmica dental experimental através de energia de microondas na temperatura de 1200°C durante 6, 7 e 8 minutos e em forno convencional de queima rápida, sem vácuo, durante 30

minutos. Foram observadas: absorção de água, densidade aparente e resistência à flexão. Os resultados para absorção de água foram menores para o grupo sintetizado através de energia de microondas e similares para a densidade aparente. Quanto a resistência à flexão os materiais sinterizados em microondas apresentaram valores maiores (variando de 78 a 98MPa) em comparação à sinterização convencional (em torno de 50MPa). Os autores reportam ainda diferenças de fases após a análise por difração de raios-x, sendo encontradas mais fases cristalinas na sinterização por microondas.

Das et al. (2008) avaliaram o efeito da energia de microondas sobre vidro-cerâmicos compostos por $MgO-Al_2O_3-TiO_2$ para aplicação industrial e constataram na análise de difração de raios-X a presença das mesmas fases cristalinas para sinterização convencional e com microondas. Porém, quando observados através de microscopia eletrônica de varredura foi verificado que esta produziu cristais de tamanho mais reduzido que os obtidos na sinterização convencional, além de um ligeiro aumento da dureza e diminuição da rugosidade superficial.

Prasad et al. (2009) estudaram o efeito da energia de microondas sobre o acabamento superficial de cerâmicas dentárias (glaze) sobre rugosidade superficial e resistência à flexão. Duas cerâmicas feldspáticas para cobertura foram selecionadas e submetidas aos seguintes tratamentos superficiais: polimento manual, glaze em forno convencional (com vácuo) e glaze através de microondas (frequência de 2,45GHz), com a utilização de um susceptor. Os resultados evidenciaram diferenças estatísticas nos valores de rugosidade superficial no grupo sinterizado através de energia de microondas o que foi atribuído a maior densificação do material e redução no número de porosidades. Porém, não foi verificada diferença para a resistência à flexão nos três grupos avaliados. Os autores observaram as superfícies através de microscopia eletrônica de varredura e constataram uma menor quantidade de poros nas cerâmicas tratadas com microondas.

Almazdi et al. (2012) sinterizaram barras de zircônia para aplicações odontológicas em forno de microondas e em forno comercial e avaliaram resistência à flexão e densidade. Os resultados não mostraram diferenças

entre os grupos, nem para os ensaios mecânicos nem para o tamanho de grão e porosidade visualizados através de microscopia eletrônica de varredura.

Como pode ser visto, apesar da sinterização de cerâmicas através de energia de microondas está sendo estudada por muitos autores, observa-se que a grande parte destes estudos está voltada às cerâmicas constituídas predominantemente por fases cristalinas (alumina, zircônia, etc.) e de aplicações diversas, não diretamente relacionadas à odontologia. Observam-se poucos relatos utilizando a energia de microondas para a sinterização rápida de cerâmicas feldspáticas odontológicas (MENEZES et al., 2007) e alguns outros envolvendo análises particulares da tecnologia de materiais dentários, como a vitrificação da superfície de próteses de cerâmica e a melhoria na interação cerâmica-suporte metálico (PAN & RAVAEV, 2004; PRASAD et al., 2009), sempre comparando com o aquecimento convencional. Portanto, este estudo reflete-se como de real importância para a odontologia, considerando a lacuna existente na literatura.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. MATERIAIS

Os materiais utilizados neste trabalho foram cerâmicas feldspáticas de cobertura indicadas para confecção de próteses metalocerâmicas e de cerâmica pura, classificadas segundo a temperatura de fusão como de baixo ponto de fusão. A Tabela 3.1 apresenta as marcas comerciais e respectivos fabricantes, lote e indicação das cerâmicas utilizadas neste estudo. Foram utilizados pós de dentina na cor A2 segundo a escala Vita ou o correspondente mais próximo, para as cerâmicas que não utilizavam este tipo de escala.

Tabela 3.1- Marcas comerciais, fabricantes, lote, indicação e classificação quanto ao ponto de fusão dos materiais utilizados no estudo.

Marca Comercial	Fabricante	Lote	Indicação
EX-3	Noritake	019354	Próteses Metalocerâmicas
Starlight ceram	Denstsply	1109000543	Próteses Metalocerâmicas
VMK 95	Vita	13380	Próteses Metalocerâmicas
VM 13	Vita	23160	Próteses Metalocerâmicas
VM 7	Vita	26470	Próteses de cerâmica pura

3.2. MÉTODO

A metodologia desta pesquisa compreendeu, tal como ilustrado na Figura 3.1., a caracterização da matéria prima, o processamento dos corpos utilizando aquecimento convencional e energia de microondas e caracterização corpos cerâmicos obtidos.

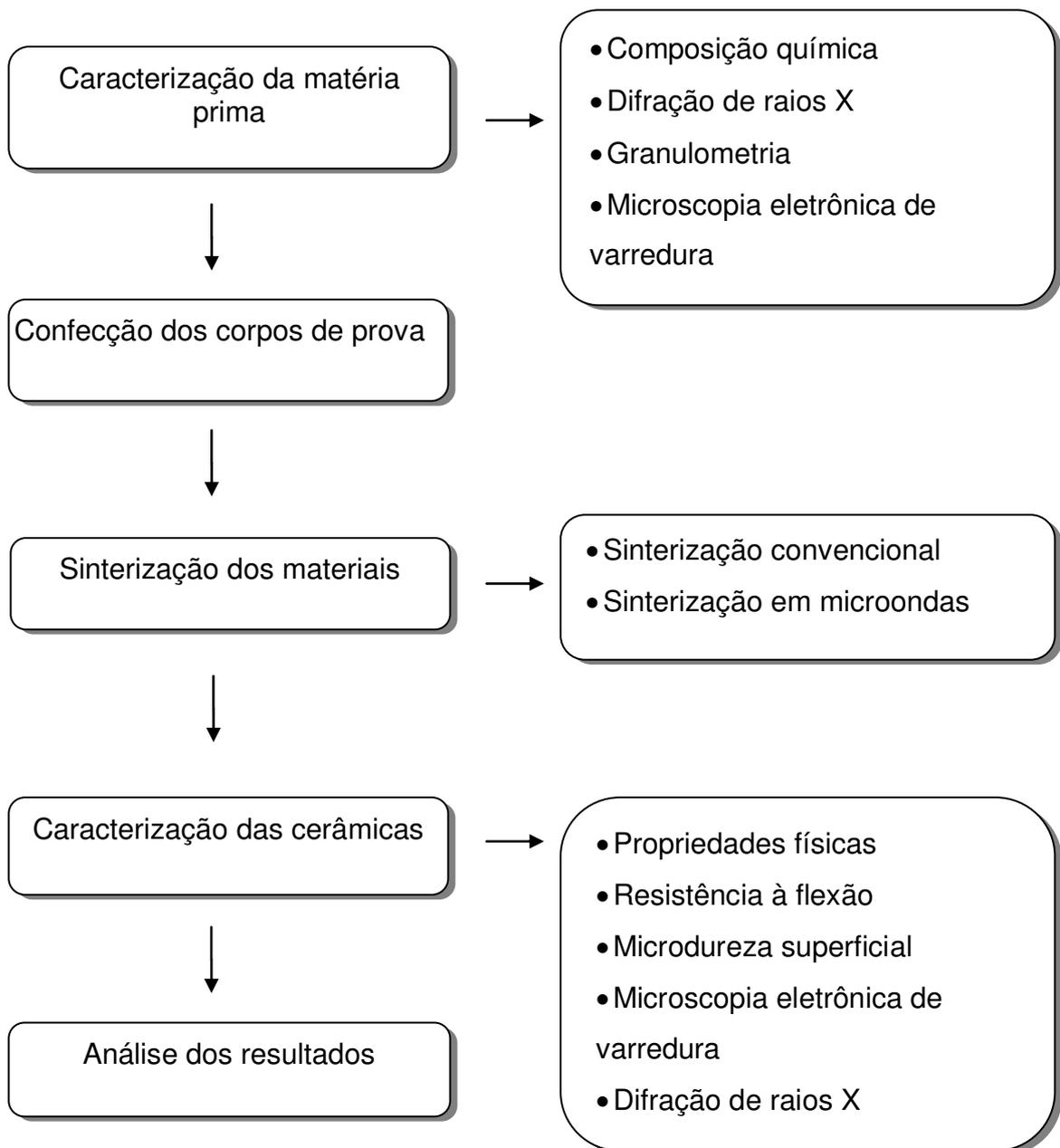


Figura 3.1 - Fluxograma do delineamento experimental.

3.2.1- CARACTERIZAÇÃO DA MATÉRIA PRIMA

Os pós foram submetidos à caracterização através de análises física, morfológica e mineralógica. As caracterizações foram realizadas no Laboratório de Solidificação Rápida CT/UFPB e no Laboratório de Caracterização CCT/UFCG.

3.2.1.1- ESPECTROMETRIA DE FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X

A determinação da composição química dos pós foi realizada através da espectrometria de fluorescência de raios X. Nesta técnica, raios X são utilizados para estimular a radiação característica dos elementos presentes no material.

O preparo das amostras ocorreu em uma matriz cilíndrica de 15 mm de diâmetro (Figura 3.2). A análise foi realizada utilizando-se equipamento Shimadzu WDX 750, com detector WDS (detector de comprimento de onda dispersivo).

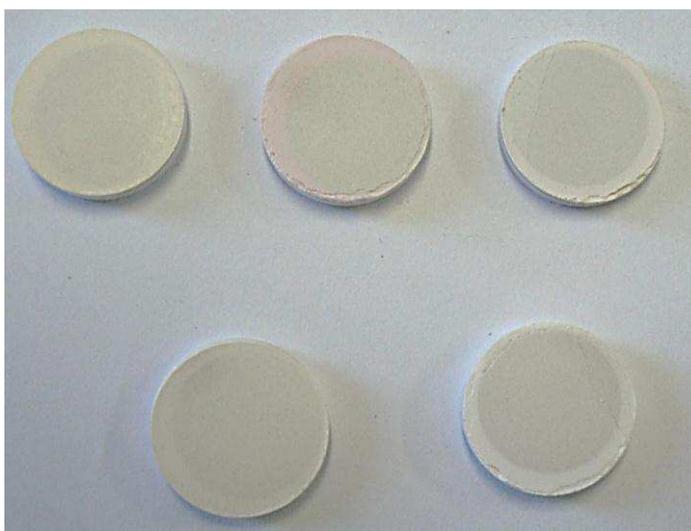


Figura 3.2 – Amostras preparadas para análise de Espectrometria de Fluorescência de Raios X.

3.2.1.2- ANÁLISE DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX)

Os pós foram submetidos à análise mineralógica para identificação dos componentes cristalinos presentes nas amostras através de difração de raios X. Este método de análise baseia-se no princípio de difração sofrido por um feixe monocromático de raios X ao incidir sobre um material cristalino. Alguns destes feixes espalhados se anulam, porém, quando os raios-X atingem determinados planos cristalográficos em ângulos específicos, ocorre uma interferência construtiva e tal fenômeno é chamado de difração de raios X.

As análises foram realizadas em um equipamento de difração de raios X da marca SIEMENS, onde uma pequena quantidade de pó, passado em peneira de 200 (abertura de $74\mu\text{m}$), foi colocada em porta amostra para realização da análise. Nesse ensaio utilizou-se um tubo de $\text{Cu K}\alpha$ ($1,54056 \text{ \AA}$), voltagem 40KV e corrente de 30mA, com passos de $0,02^\circ$ e tempo de contagem de 0,6s por passo. A varredura foi realizada para o ângulo 2θ na faixa de 5° a 60° .

Este ensaio também foi realizado para a cerâmica sinterizada segundo os parâmetros de sinterização utilizados neste estudo (descritos posteriormente no item 3.2.3). Os corpos de prova foram moídos e peneirados em peneira 200 e em seguida executado o ensaio de difração de raios X nas mesmas condições experimentais indicadas acima.

3.2.1.3- GRANULOMETRIA A LASER

A caracterização da distribuição do tamanho das partículas dos pós foi realizada através de granulometria a laser com um analisador de partículas CILAS modelo 1064. O meio dispersante foi a água e o tempo de ultrassom de 720s. Neste ensaio, uma pequena quantidade do pó em estudo, foi dispersa em água destilada, em concentração que obtenha uma contagem de 150 unidades de difração por área de incidência, em seguida bombeada continuamente através de uma célula com paredes de vidro, onde sofreu a interferência com o feixe de laser.

Este método de análise granulométrica foi realizado com base na metodologia de difração de laser, que utiliza o método de dispersão de partículas em fase líquida associado com um processo de medida óptica através de difração de laser. Assim, é combinada a relação proporcional entre a difração do laser e a concentração e o tamanho de partículas.

3.2.1.4- MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura foi utilizada para visualização da morfologia do pó e para a análise da microestrutura (tamanho de poros) dos corpos sinterizados.

No ensaio envolvendo os pó, foi realizado sua mistura com álcool para formação de uma dispersão, sob agitação de ultrassom, que foi, então, vertida sobre uma lamínula de vidro. Esperou-se até a completa secagem das amostras, para em seguida serem submetidas a metalização com uma fina camada de ouro 24 quilates, depositados via vaporização. Em seguida as amostras foram analisadas em um microscópio LEO 130 com detectores SE/BSE.

3.2.2. CONFECÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Os corpos de prova foram confeccionados um a um, misturando-se o pó com água destilada sobre uma placa de vidro, até a obtenção de uma massa cerâmica. A quantidade de pó e água foi padronizada para todos os corpos de prova, de cada grupo de material, utilizando-se uma colher medida para o pó e um conta gotas para a água destilada.

Neste estudo optou-se pela confecção de corpos de prova utilizando-se água destilada para que os materiais avaliados tivessem as mesmas condições de estudo, sem interferência do líquido aglutinador (PELAEZ-VARGAS et al., 2011).

A massa obtida foi, então, inserida com o auxílio de uma espátula no interior de uma matriz metálica vazada, apoiada sobre uma placa de vidro.

O excesso de água foi removido como o auxílio de um papel absorvente, e o acabamento superficial foi realizado com um pincel para cerâmicas odontológicas. Após a conformação, os corpos de prova foram removidos da matriz e mantidos em um umidificador até o momento da sinterização, que ocorria no mesmo dia. A Figura 3.3 ilustra as principais etapas de confecção dos corpos de prova.

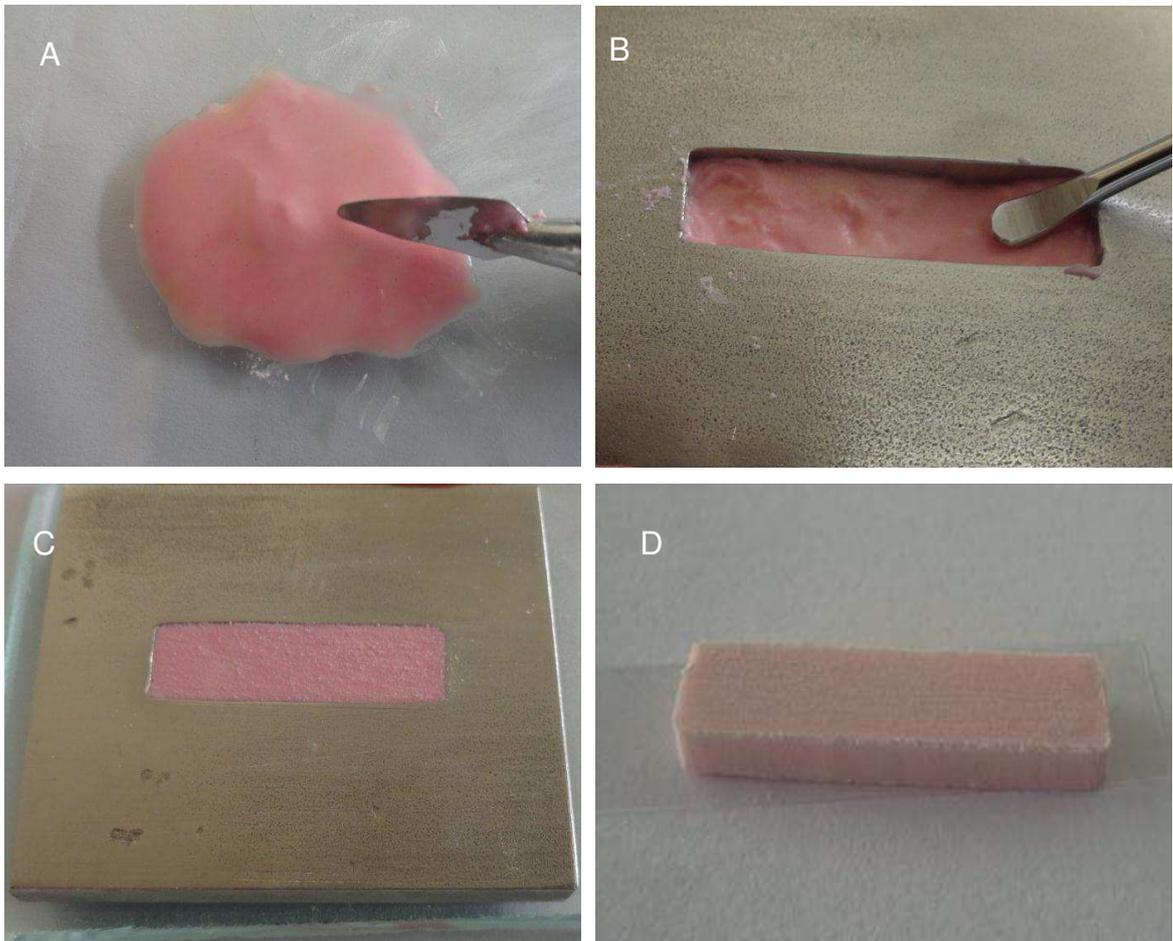


Figura 3.3 – Confecção dos corpos de prova: mistura do pó com a água e obtenção de uma massa cerâmica (A); conformação da massa cerâmica no interior da matriz(B); superfície obtida após a secagem e acabamento com pincel (C); corpo de prova pronto para sinterização (D).

3.2.3. SINTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS

Para sinterização os corpos de prova de cada um dos materiais foram organizados em grupos como pode ser observado na Figura 3.4.

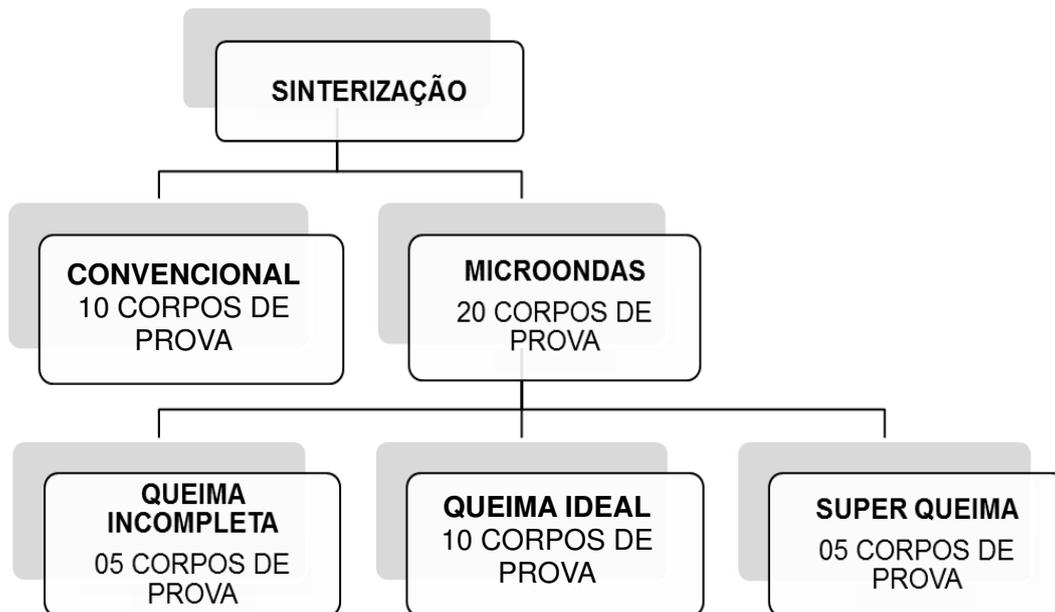


Figura 3.4 – Divisão dos grupos experimentais para cada um dos materiais estudados.

Os corpos a serem sinterizados através da queima rápida convencional foram removidos do umidificador, posicionados sobre uma base refratária lisa e plana e então levados para o forno utilizado para cerâmica odontológica (Alumini 50- EDG), conforme mostrado na Figura 3.5.

A sinterização ocorreu de acordo com o ciclo de queima indicado para cada material pelo fabricante, conforme a Tabela 3.2. Para todas as cerâmicas o processo de aquecimento da temperatura inicial até a temperatura final era feita sob vácuo, assim como o tempo de queima (permanência na temperatura final), segundo as recomendações do fabricante. O aspecto final a ser obtido correspondia a “brilho com textura”, de acordo com a orientação dos fabricantes.

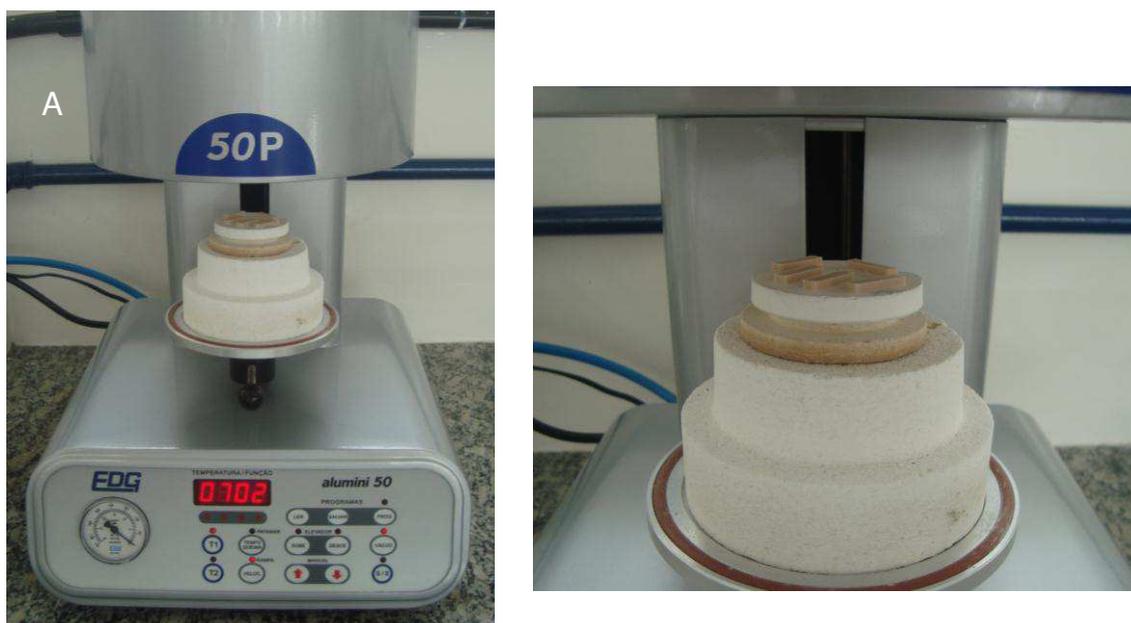


Figura 3.5 - Forno de queima rápida convencional para cerâmicas odontológicas (A) e corpos de prova sinterizados através de queima rápida convencional (B).

Tabela 3.2 - Ciclo de queima convencional das cerâmicas utilizadas.

Amostra	Secagem (min)	Temperatura Inicial (°C)	Taxa de Aquecimento (°C/min)	Temperatura Final (°C)	Tempo de manutenção no forno (min)
Ex-3	8	600	45	930	-
Starlight Ceram	6	575	55	910	1
VMK 95	6	600	55	930	1
VM 13	4	500	55	880	1
VM 7	9	500	55	910	1

A sinterização utilizando energia de microondas foi realizada no Laboratório de Cerâmica (CT/UFCG), utilizando-se um forno de microondas adaptado em laboratório, com potência total de 1,8kW, composto por dois magnetrons, e uma manta térmica. Os corpos de prova foram posicionados dentro da manta térmica sobre uma barra de alumina e por se tratar de materiais cerâmicos foi necessária a utilização de um suscepter (Figura 3.6).

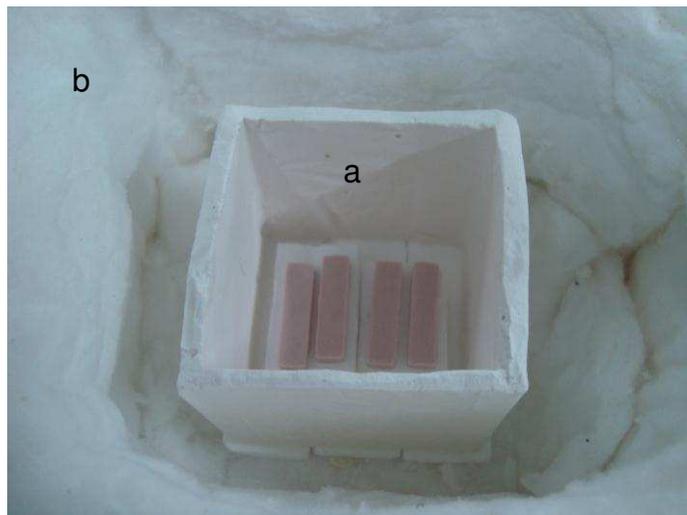


Figura 3.6 - Corpos de prova posicionados sobre base de alumina, envolvidos pelo susceptor (a) e pela manta térmica (b) imediatamente antes da sinterização através de energia de microondas.

A sinterização através de energia de microondas foi inicialmente realizada através do método de tentativas. Convencionou-se a potência de 80% (1,44kW), e variou-se o tempo, até que fosse atingida a mesma característica superficial obtida através da sinterização convencional, para cada material, que passou a ser denominada “queima ideal”. A partir de então, foram feitos 20 corpos de prova de cada material sendo 10 sinterizados no tempo “ideal”, 05 sinterizados com 1 minuto a menos (sinterização incompleta) e 05 sinterizados com 1 minutos mais (super queima) que o tempo estabelecido como “ideal”, a fim de verificar a influência da variação de tempo na microestrutura e propriedades de cerâmicas sinterizadas através de energia de microondas (Tabela 3.3). O resfriamento ocorreu de forma lenta assim como estabelecido para queima convencional.

Tabela 3.3 – Tabela com os tempos de sinterização incompleta, sinterização ideal, super queima.

Amostra	Tempo (minutos)		
	Sinterização Incompleta	Sinterização Ideal	Super queima
Ex-3	10'	11'	12'
Starlight Ceram	11'	12'	13'
VMK 95	11'	12'	13'
VM 13	12'	13'	14'
VM 7	10'	11'	12'

3.2.3. CARACTERIZAÇÃO DAS CERÂMICAS

As porcelanas dentárias obtidas foram submetidas a ensaios para determinação de propriedades físicas e mecânicas, e a caracterização através de análise morfológica dos poros e mineralógica. As caracterizações foram realizadas no Laboratório de Solidificação Rápida CT/UFPB e no Laboratório de Caracterização CCT/UFCG.

Para a realização dos ensaios subsequentes, todas as amostras obtidas através de sinterização convencional e sinterização com microondas no tempo ideal, foram lixados com lixas resistentes à água de granulações 600, 800, 1000 e 1200 (3M- Brasil) e posteriormente polidos com pastas diamantadas de granulações média e fina até a obtenção de uma superfície vítrea (Norma ISO 6872; PELAEZ-VARGAS et al., 2011). Estes procedimentos não puderam ser realizados nos corpos de prova obtidos “fora do padrão” (sinterização incompleta e sinterização com super queima).

3.2.3.1- DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS

Os corpos de prova da cerâmica foram colocadas em estufa a 60°C durante 24 horas para, em seguida, serem determinadas sua absorção de água, porosidade aparente e densidade aparente, utilizando-se o princípio de Arquimedes com imersão em água. A caracterização física foi realizada com uma balança analítica com precisão de 0,001g.

Inicialmente, foi obtido o peso seco de cada corpo de prova (PS) que em seguida era posicionado sobre um aparato para obtenção do peso imerso (PI). Logo em seguida, todos os corpos de prova foram imersos em água destilada por um período de 24 horas, para realização do ensaio de absorção de água. Após esse tempo, cada corpo foi retirado do recipiente onde estava imerso, removido o excesso de água através de um tecido levemente úmido e submetido a pesagem para obtenção de sua massa saturada em água, peso úmido (PU). Este ensaio foi realizado antes e depois do polimento dos corpos de prova.

3.2.3.2- ENSAIO DE RESISTÊNCIA À FLEXÃO

O ensaio de resistência à flexão foi realizado segundo a norma ISO 6872 para cerâmicas odontológicas. O diâmetro e a espessura de cada corpo de prova foram aferidos com um paquímetro digital antes da realização do ensaio. Foi utilizada uma máquina de ensaio universal (Shimatzu, AGX). Cada corpo de prova foi posicionado sobre dois apoios cilíndricos distantes 14 mm entre si, e aplicada uma força no centro do corpo de prova por um dispositivo cilíndrico na porção superior. A velocidade de deslocamento do braço de aplicação de carga foi de 0,5mm/min até o rompimento do corpo de prova. O resultado determinado foi o módulo de ruptura à flexão dos corpos sinterizados.

3.2.3.3- ENSAIO DE MICRODUREZA SUPERFICIAL

O ensaio de microdureza Vickers é o teste adequado para a determinação de dureza de materiais frágeis. Para realização deste ensaio foi destinada uma metade de cada corpo de prova utilizado no ensaio anterior. As metades foram limpas em ultrassom e secas para, então, serem embutidas em resina de poliéster.

A realização do ensaio foi feita em um Microdurômetro HVM com um microscópio mensurador acoplado (Shimadzu, Japão). O aparelho foi calibrado com uma carga de 100g por 15 segundos. Em seguida, o corpo de prova foi posicionado para realização da indentação, que posteriormente era visualizada através do microscópio. As diagonais de cada indentação foram medidas e então o valor de microdureza foi determinado. Foram consideradas cinco indentações de acordo com a norma ASTM C1327-08 em cada corpo de prova.

3.2.2.4- MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura foi novamente realizada, porém neste momento, com a finalidade de analisar a microestrutura (tamanho de poros) dos corpos sinterizados.

Foi selecionada, de forma aleatória, uma metade de cada uma das cerâmicas avaliadas, nas seguintes sinterizações: convencional, microondas com tempo ideal e super queima.

Os corpos de prova foram lavados em ultrassom e secos, para, em seguida serem submetidos aos procedimentos descritos no item 3.2.1.4.

3.2.4. ANÁLISE DOS RESULTADOS

Todos os dados foram tabulados e submetidos a análises estatísticas. Para as avaliações quanto as propriedades físicas, resistência a flexão e microdureza superficial dos grupos experimentais, comparou-se a sinterização convencional com a sinterização no tempo ideal através de energia de

microondas, como também foi observado o desempenho dos materiais em cada tipo de sinterização utilizada. Foram utilizados o Teste t, Análise de Variância e Teste de Tukey (5% de probabilidade) com arranjo fatorial 5X2 (material x tipo de sinterização), com 10 repetições.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS PRIMAS

A Tabela 4.1 mostra as composições químicas das amostras estudadas. Pode ser observado que as mesmas são constituídas predominantemente por SiO_2 , K_2O , Al_2O_3 , e Na_2O , constatando-se a composição típica de cerâmicas odontológicas para cobertura corroborando os estudos encontrados na literatura (BARREIRO et al., 1989; ANUSAVICE, 2005; LI & SHAW, 2007; HAMOUDA et al., 2010; FREDERICCI et al., 2011; PELAEZ-VARGAS et al., 2011).

Tabela 4.1 - Resultados da Espectrometria de Fluorescência de Raios-X das cerâmicas EX-3; Starlight Ceram; VMK 95; VM 13 e VM 7.

COMPOSIÇÃO	Marca Comercial				
	Ex-3 (%)	Starlight Ceram (%)	VMK 95 (%)	VM 7 (%)	VM13 (%)
SiO_2	72,7	72,9	66,9	74,7	67,4
K_2O	12,6	16,7	11,4	10,5	12,0
Na_2O	8,3	5,0	5,3	7,1	5,1
Al_2O_3	3,5	3,5	7,4	4,3	7,1
BaO	-----	-----	3,0	-----	2,3
CaO	1,2	1,1	2,2	2,5	2,1
ZrO_2	0,7	0,3	1,4	0,6	1,9
MgO	0,7	-----	0,6	-----	0,4
SnO_2	-----	-----	1,3	-----	1,1
Y_2O_3	0,1	0,2	0,1	0,2	0,2
Fe_2O_3	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1
TiO_2	-----	-----	0,1	-----	0,1

O óxido de potássio (K_2O) e o óxido de sódio (Na_2O), presentes em todas as composições estudadas, são vidros modificadores e tendem a

diminuir a viscosidade do material em baixas temperaturas, com o intuito de melhorar sua densificação (FREDERICCI et al., 2011).

Os outros óxidos presentes na análise química estão possivelmente relacionados a aditivos utilizados na formulação dessas composições. Os feldspatos utilizados na composição de cerâmicas odontológicas apresentam um elevado grau de pureza e são praticamente transparentes, por isso existe a necessidade de se adicionarem óxidos para viabilizar sua utilização como material restaurador (BARREIRO et al., 1989).

A presença de óxidos (CaO , TiO_2 , MgO , SnO , BaO_2 e LiO_2) em pequenas proporções também foi descrito no estudo de Pelaez-Vargas et al. (2011). Óxidos metálicos fornecem a estes materiais uma grande variedade de cores e nuances oferecendo aos técnicos em prótese dentária a possibilidade de confecção de próteses praticamente semelhantes aos dentes naturais (ANUSAVICE, 2005; HAMOUDA et al., 2010). Li & Shaw (2007) apontaram em seu estudo que Na_2O , CaO e MgO são simples óxidos modificadores do sistema e são equivalentes ao K_2O .

Na Figura 4.1 podem-se verificar os padrões de difração de raios X dos materiais utilizados na pesquisa. Observa-se que as cerâmicas estudadas apresentaram uma ou mais fases cristalinas quais foram: leucita e sílica (cerâmica EX-3), leucita e albita (cerâmica VM 13) ou somente leucita (cerâmicas Starlight ceram e VMK 95). Por outro lado, verifica-se que a cerâmica VM 7 era composta por uma grande quantidade de fase vítrea, sendo detectada somente a fase cristalina albita. Borba et al. (2011a,b.) detectaram somente fase vítrea para a cerâmica VM7.

A detecção de leucita nos pós cerâmicos (Figura 4.1) comprova que as cerâmicas odontológicas feldspáticas atuais apresentam em sua composição leucita, seja ela oriunda da decomposição do feldspato no momento da sinterização e ou acrescida à formulação dos materiais. A leucita, como ressaltado anteriormente, é importante por aumentar o coeficiente de expansão térmica da cerâmica possibilitando sua aplicação sobre um substrato metálico, como por ter a finalidade de melhorar propriedades mecânicas do material

(MACKERT et al., 1995; TSETSEKOU et al., 2002; KELLY, 2004; CESAR et al., 2005; CESAR et al., 2008; FREDERICCI et al., 2011).

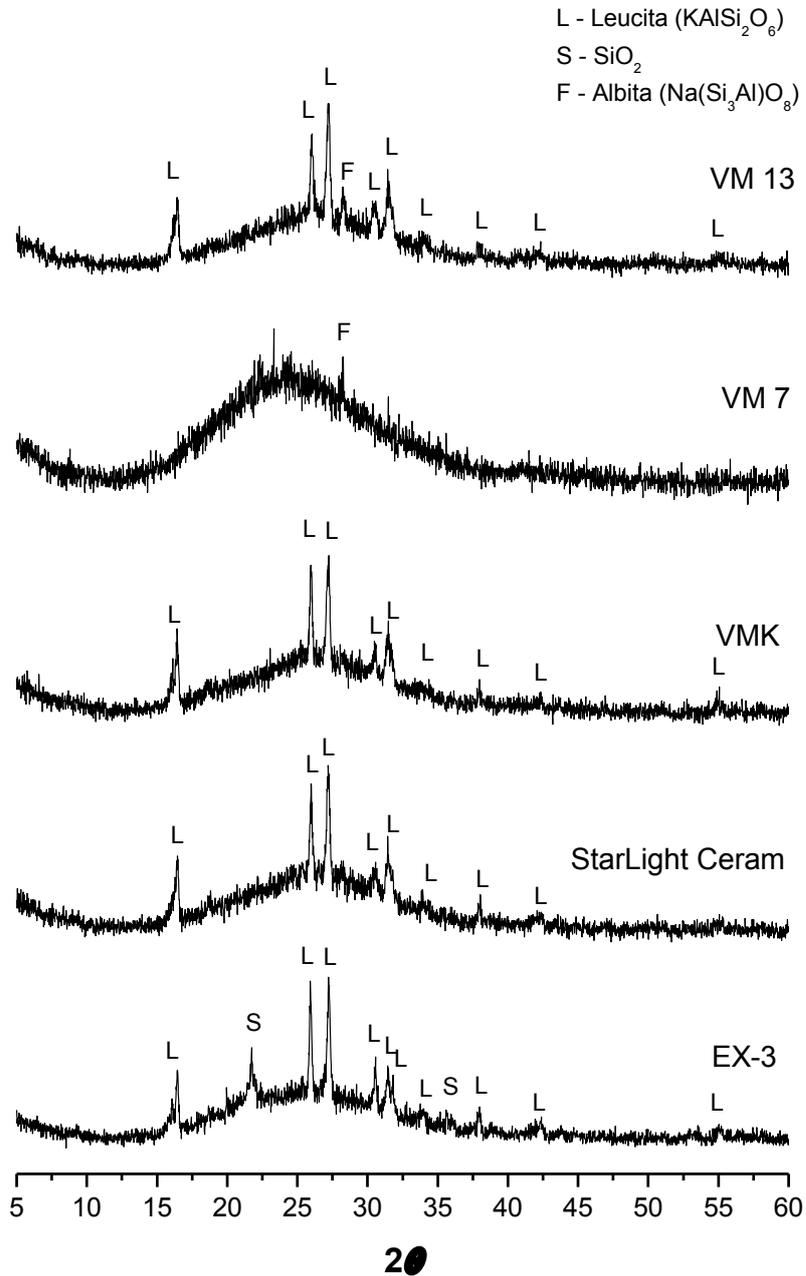


Figura 4.1- Padrão de difração de raios X das amostras de cerâmicas.

A presença de fases cristalinas da sílica quer seja a cristobalita, tridimita ou quartzo foi descrita no estudo de Barreiro et al. (1989). Estes cristais representam formas polimórficas de sílica e possivelmente tem a função de

aumentar a viscosidade do sistema, diminuindo a contração da peça durante o resfriamento.

A Figura 4.2 ilustra as distribuições granulométricas dos materiais analisados, enquanto a Tabela 4.2 mostra os valores de diâmetro médio, D_{10} , D_{50} e D_{90} das distribuições. O padrão de distribuição granulométrica dos pós foi muito semelhante, com distribuição bimodal em todos os casos. O tamanho de partícula variou basicamente de 10 a 90 μm , com concentrações das partículas nos intervalos de 2 a 10 e de 20 a 60 μm .

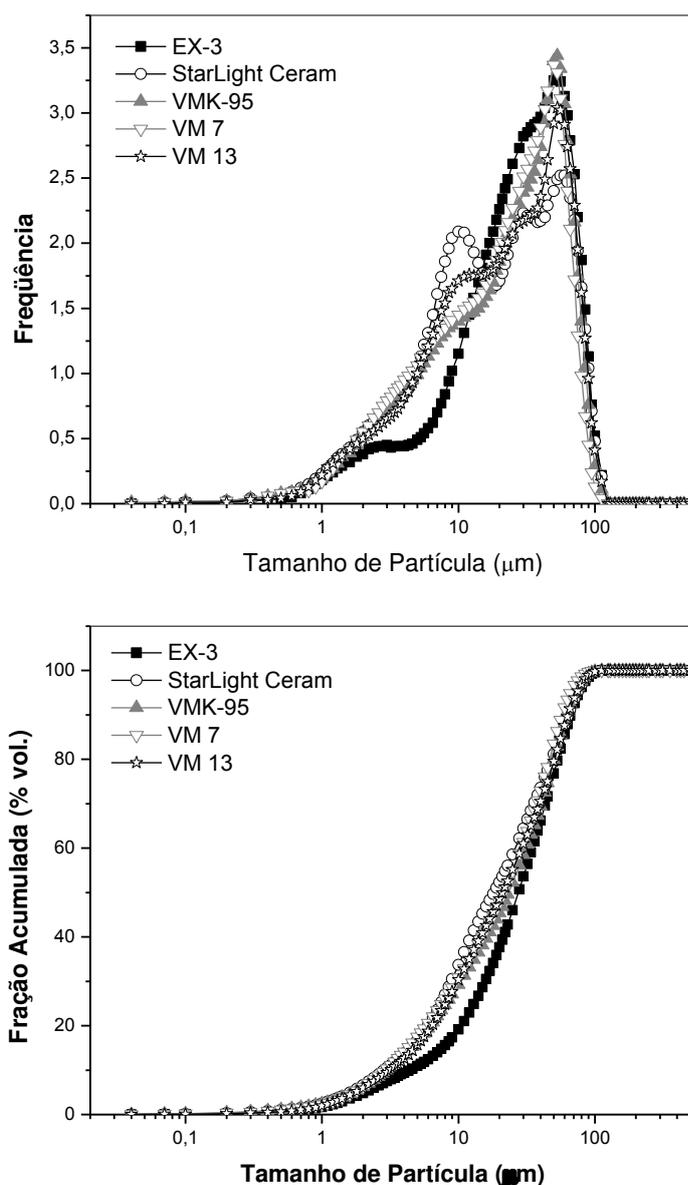


Figura 4.2- Distribuição granulométrica das cerâmicas estudadas.

Tabela 4.2- Características Granulométricas das Amostras Estudadas

Amostras	Características Granulométricas (μm)			
	D _{Médio}	D ₁₀	D ₅₀	D ₉₀
EX-3	32,21	4,37	27,53	66,28
StarLight Ceram	26,65	2,86	18,21	63,70
VMK-95	28,49	3,01	23,33	61,77
VM 7	26,49	2,91	21,59	57,59
VM 13	28,15	3,17	21,07	63,15

A comparação da análise granulométrica dos pós constatou um maior diâmetro médio para a cerâmica EX-3, seguido das cerâmicas VMK 95 > VM 13 > Starlight Ceram > VM 7. Entretanto, verificou-se que a cerâmica Starlight Ceram apresentou uma maior quantidade de partículas com dimensões inferiores a $10\mu\text{m}$.

Tem sido reportado que o tamanho das partículas de pó influencia no grau de empacotamento da cerâmica influenciando diretamente a densidade do material sinterizado, pois pós mais finos habitualmente são mais reativos, além de reduzirem o tamanho e a quantidade de poros. Muitas das propriedades físicas e mecânicas das cerâmicas odontológicas estão associadas ao denso empacotamento de suas partículas (RASMUSSEN et al., 1997; ANUSAVICE, 2005).

As Figuras 4.3 a 4.7 mostram as fotomicrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura das partículas analisadas. Observa-se que as partículas apresentaram morfologias irregulares, indicativas de fraturas frágeis, com tamanhos que variavam de aproximadamente $1\mu\text{m}$ a $100\mu\text{m}$, que se apresentavam dispersas ou formando aglomerados (Figuras 4.3 a 4.7).

A distribuição granulométrica e a morfologia dos pós corroboram a evidência de que os pós cerâmicos utilizados na odontologia são provenientes de um processamento industrial onde os componentes principais são fundidos em elevadas temperaturas, formando “fritas”, que posteriormente são moídas e misturadas com outros óxidos (RASMUSSEN et al., 1997; BARREIRO et al., 1989).

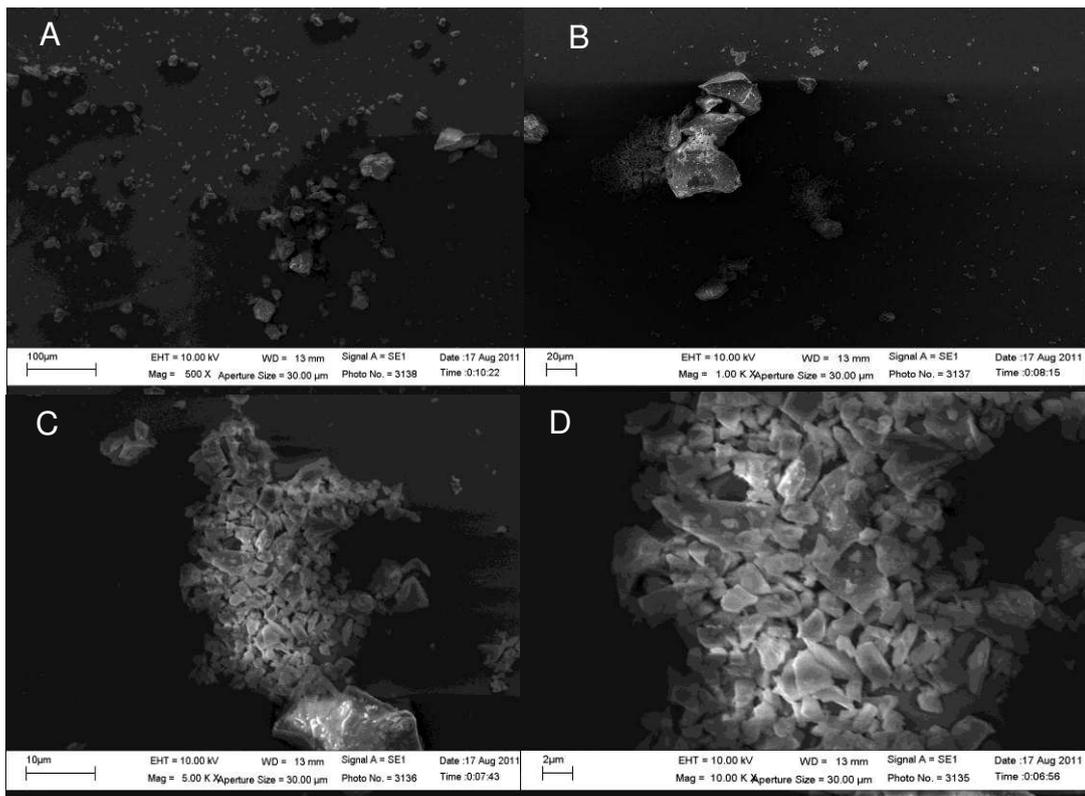


Figura 4.3- Fotomicrografia da microestrutura dos pós da cerâmica EX-3 em nas escalas de 100µm (A); 20 µm (B); 10 µm (C) e 2 µm (D).

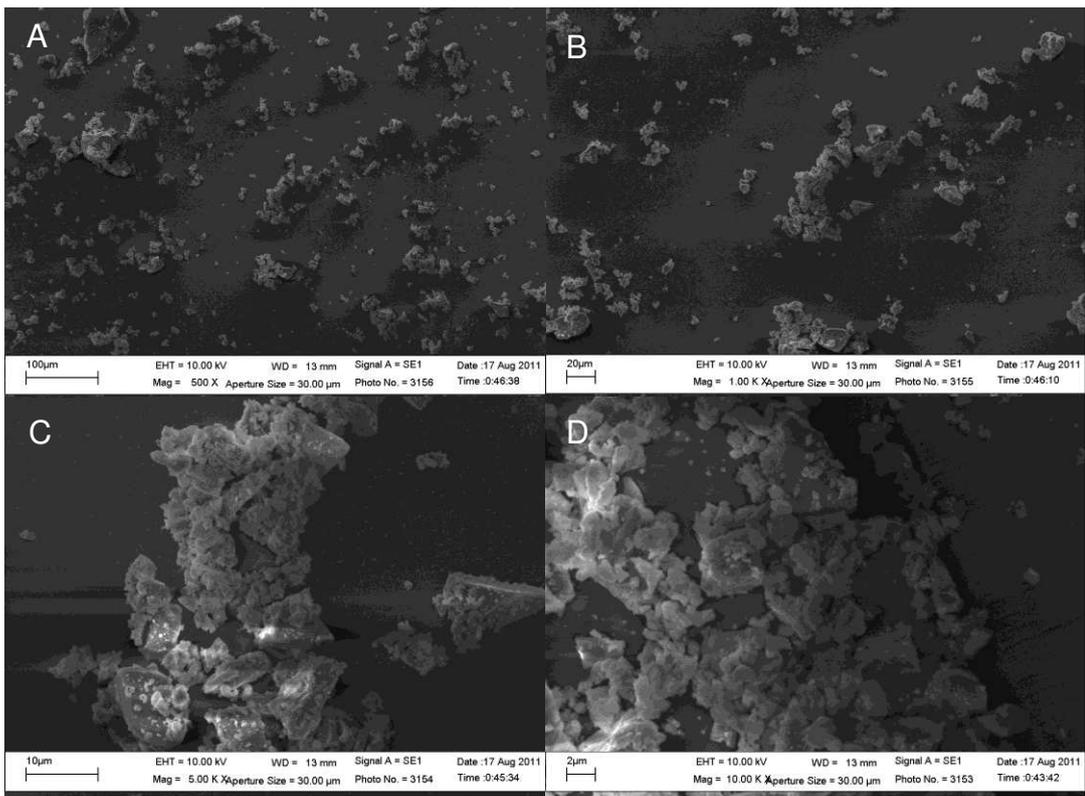


Figura 4.4- Fotomicrografia da microestrutura dos pós da cerâmica Star light ceram nas escalas de 100µm (A); 20 µm (B); 10 µm (C) e 2 µm (D).

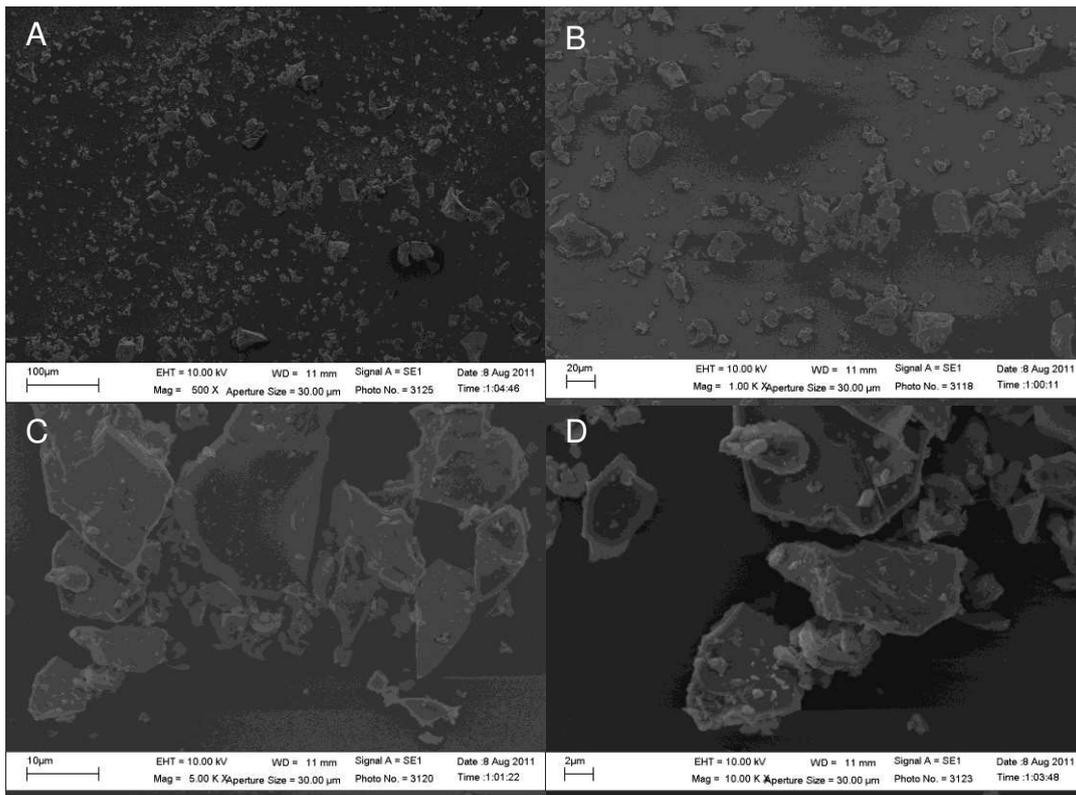


Figura 4.5- Fotomicrografia da microestrutura dos pós da cerâmica VMK 95 nas escalas de 100µm (A); 20 µm (B); 10 µm (C) e 2 µm (D).

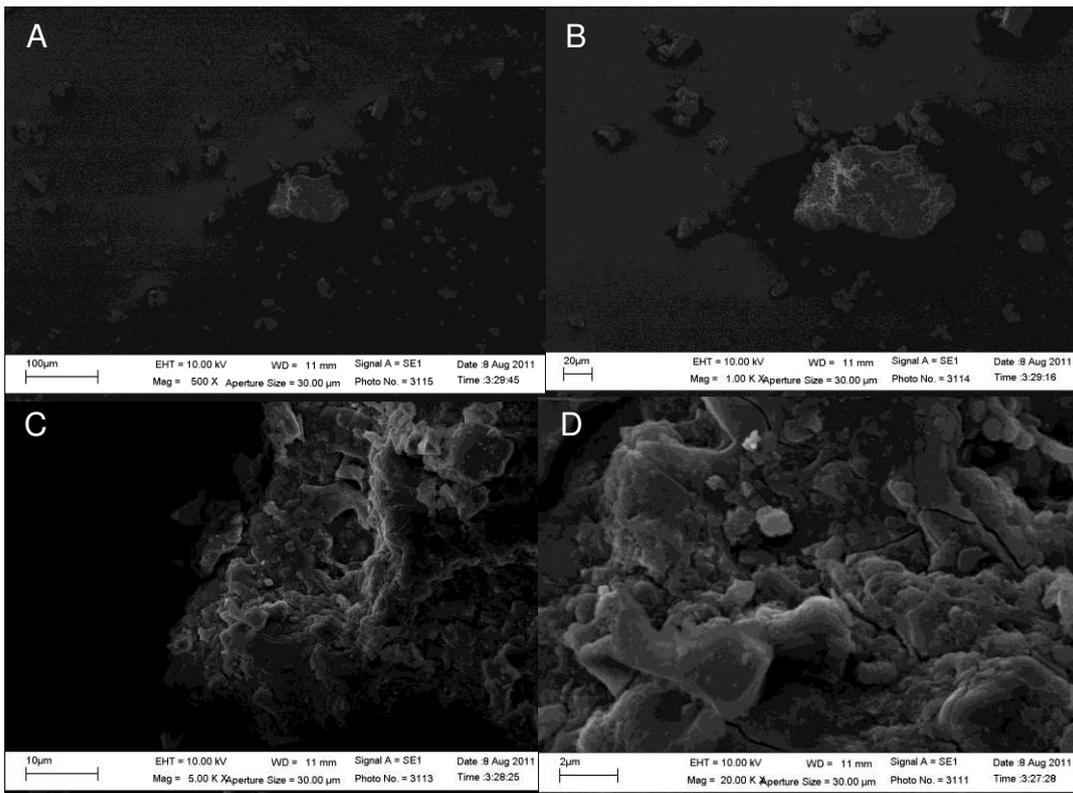


Figura 4.6- Fotomicrografia da microestrutura dos pós da cerâmica VM 13 nas escalas de 100µm (A); 20 µm (B); 10 µm (C) e 2 µm (D).

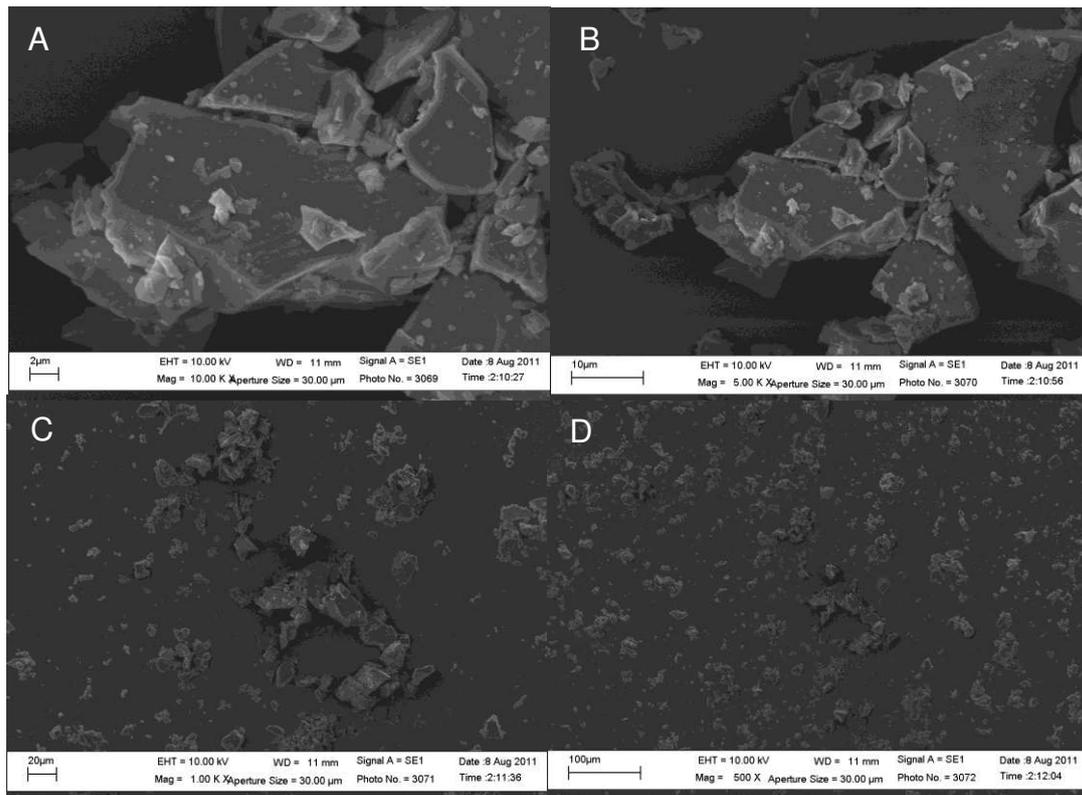


Figura 4.7- Fotomicrografia da microestrutura dos pós da cerâmica VM 7 nas escalas de 100μm (A); 20 μm (B); 10 μm (C) e 2 μm (D).

4.2. CARACTERIZAÇÃO DAS CERÂMICAS

No procedimento de sinterização deste estudo, verificou-se que a sinterização através de energia de microondas além de possível, após a determinação do tempo e potência, proporcionou a confecção de corpos de prova com aspecto superficial semelhante aos materiais sinterizados em fornos de queima rápida convencional. Verificam-se na Figura 4.8 corpos de prova sinterizados através de energia de microondas e através do aquecimento convencional.



Figura 4.8- Corpos de prova sinterizados através de sinterização convencional (a) e através de energia de microondas (b).

As Tabelas 4.3 e 4.4 exibem os valores médios de absorção de água, porosidade aparente e densidade aparente das cerâmicas sinterizadas de forma convencional e através de energia de microondas no tempo ideal, respectivamente. Pode ser observado que os materiais obtidos tanto pela sinterização convencional como através de energia de microondas apresentaram valores absorção de água inferior a 0,5% e baixa porosidade aberta, característico de materiais porcelânicos (BARREIRO et al., 1989; KELLY, 2004; ANUSAVICE, 2005; YU et al., 2006; GOMES et al., 2008).

Quando comparados os valores das propriedades físicas dos materiais entre si, em cada tipo de sinterização, observa-se para sinterização convencional, Tabela 4.3, que os valores de absorção de água dos materiais Starlight ceram e VMK 95 foram semelhantes entre si e diferiram estatisticamente da cerâmica VM13, enquanto que os materiais EX-3 e VM7 foram semelhantes entre si e não diferiram estatisticamente dos outros materiais. Nos valores de porosidade aparente, os materiais Starlight ceram e VM 13 apresentaram diferenças estatísticas entre si, enquanto as cerâmicas VMK 95, EX-3 e VM7 foram semelhantes tanto a Starlight ceram quanto a VM 13. Os valores de densidade aparente, por sua vez, mostraram que a cerâmica EX-3 apresentou valores de densidade aparente semelhantes aos materiais VMK 95 e VM 13 e diferiu estatisticamente das cerâmicas Starlight ceram e VM7 (Teste de Tukey, $p < 0,05$).

Tabela 4.3- Absorção de água, porosidade aparente e densidade aparente (\pm desvio padrão) das cerâmicas sinterizadas em forno convencional (Teste de Tukey, $p < 0,05$).

Propriedades Físicas	Material				
	EX-3	Starlight Ceram	VMK 95	VM 13	VM7
Absorção de Água (%)	0,10 ^{ab} ($\pm 0,15$)	0,03 ^a ($\pm 0,07$)	0,07 ^a ($\pm 0,07$)	0,20 ^b ($\pm 0,10$)	0,19 ^{ab} ($\pm 0,17$)
Porosidade Aparente (%)	0,27 ^{ab} ($\pm 0,38$)	0,07 ^a ($\pm 0,16$)	0,17 ^{ab} ($\pm 0,17$)	0,46 ^b ($\pm 0,23$)	0,44 ^{ab} ($\pm 0,39$)
Densidade Aparente (g/cm ³)	2,45 ^a ($\pm 0,13$)	2,34 ^{bc} ($\pm 0,05$)	2,43 ^{ab} ($\pm 0,04$)	2,39 ^{ab} ($\pm 0,08$)	2,29 ^c ($\pm 0,04$)

*Letras diferentes indicam que houve diferenças significativas entre os grupos enquanto letras iguais indicam que não houve. Comparação na horizontal.

Quando analisados os materiais entre si, obtidos através da sinterização através de microondas, conforme Tabela 4.4, constata-se que os valores de absorção de água exibiram o mesmo comportamento que a porosidade aparente. Os valores destes ensaios mostram que as cerâmicas EX-3, VM13, VMK 95 e Starlight ceram foram semelhantes entre si, e que a cerâmica VM7 apresentou maiores valores de absorção de água e porosidade aparente, sendo diferente dos materiais VM 13 e EX-3. O valor de densidade aparente (Tabela 4.4) do material VM 7 foi menor do que os outros materiais estudados, diferindo estatisticamente (Teste de Tukey, $p < 0,05$).

Tabela 4.4- Absorção de água, porosidade aparente e densidade aparente (\pm desvio padrão) das cerâmicas sinterizadas em forno microondas (Teste de Tukey, $p < 0,05$).

Propriedades Físicas	Material				
	EX-3	Starlight Ceram	VMK 95	VM 13	VM7
Absorção de Água (%)	0,04 ^a ($\pm 0,10$)	0,14 ^{ab} ($\pm 0,13$)	0,11 ^{ab} ($\pm 0,11$)	0,04 ^a ($\pm 0,10$)	0,22 ^b ($\pm 0,15$)
Porosidade Aparente (%)	0,09 ^a ($\pm 0,23$)	0,32 ^{ab} ($\pm 0,30$)	0,26 ^{ab} ($\pm 0,27$)	0,10 ^a ($\pm 0,23$)	0,49 ^b ($\pm 0,34$)
Densidade Aparente (g/cm ³)	2,30 ^b ($\pm 0,02$)	2,33 ^b ($\pm 0,01$)	2,34 ^{ab} ($\pm 0,06$)	2,37 ^a ($\pm 0,02$)	2,24 ^c ($\pm 0,03$)

*Letras diferentes indicam que houve diferenças significativas entre os grupos enquanto letras iguais indicam que não houve. Comparação na horizontal.

O comportamento da cerâmica VM 7 comparativamente ao demais materiais, principalmente com relação a densidade que diferiu estatisticamente em ambas as sinterizações (Teste de Tukey, $p < 0,05$), possivelmente está associada a composição do material, considerando que o ensaio de difração de raio-X mostrou a presença de grande quantidade de fase vítrea. Fredericci et al. (2011) relataram em seu estudo que cerâmicas com grandes quantidades de fases vítreas apresentam menores valores de densidade quando comparadas a materiais com a presenças de fases cristalinas.

A Tabela 4.5 mostra a comparação dos valores obtidos, para cada material, com a sinterização convencional e através da energia microondas. Quando comparados os tipos de sinterização (convencional e microondas) é possível verificar para absorção de água e porosidade aparente que praticamente todos os grupos foram estatisticamente semelhantes entre si (Teste t, $p < 0,05$). Porém, para a densidade constata-se que a sinterização convencional possibilitou a obtenção de valores de densidade aparente semelhantes ou superiores (em um nível de significância de 5%) aos obtidos com a sinterização através de energia de microondas (Teste t, $p < 0,05$).

Estes resultados evidenciam que os corpos de prova após sinterização, seja em forno convencional ou através de energia de microondas,

apresentaram características físicas muito semelhantes, podendo ser enquadradas em dois grupos. Um composto pelas amostras EX-3, VMK 95 e VM 13 e outro pelas amostras Starlight Ceram e VM 7.

Tabela 4.5- Comparação da absorção de água, porosidade aparente e densidade aparente (\pm desvio padrão) das cerâmicas sinterizadas em forno convencional e de microondas (Teste t, $p < 0,05$).

Material	Tipo de Aquecimento	Propriedades Físicas		
		Absorção de Água (%)	Porosidade Aparente (%)	Densidade Aparente (g/cm ³)
EX-3	Convencional	0,10 ($\pm 0,15$) ^a	0,27 ($\pm 0,38$) ^a	2,45 ($\pm 0,13$) ^a
	Microondas	0,04 ($\pm 0,10$) ^a	0,09 ($\pm 0,23$) ^a	2,30 ($\pm 0,02$) ^b
Starlight Ceram	Convencional	0,03 ($\pm 0,07$) ^a	0,07 ($\pm 0,16$) ^a	2,34 ($\pm 0,05$) ^a
	Microondas	0,14 ($\pm 0,13$) ^b	0,32 ($\pm 0,30$) ^b	2,33 ($\pm 0,01$) ^a
VMK 95	Convencional	0,07 ($\pm 0,07$) ^a	0,17 ($\pm 0,17$) ^a	2,43 ($\pm 0,04$) ^a
	Microondas	0,11 ($\pm 0,11$) ^a	0,26 ($\pm 0,27$) ^a	2,34 ($\pm 0,06$) ^b
VM13	Convencional	0,20 ($\pm 0,10$) ^a	0,46 ($\pm 0,26$) ^a	2,39 ($\pm 0,08$) ^a
	Microondas	0,04 ($\pm 0,10$) ^b	0,10 ($\pm 0,23$) ^b	2,37 ($\pm 0,02$) ^a
VM 7	Convencional	0,19 ($\pm 0,17$) ^a	0,44 ($\pm 0,39$) ^a	2,29 ($\pm 0,04$) ^a
	Microondas	0,22 ($\pm 0,15$) ^a	0,49 ($\pm 0,34$) ^a	2,24 ($\pm 0,03$) ^b

*Letras diferentes indicam que houve diferenças significativas entre os grupos enquanto letras iguais indicam que não houve. Comparação na horizontal.

Os dados também destacam que os corpos de prova obtidos em ambas sinterizações apresentaram características físicas semelhantes dependendo do tipo de cerâmica. Entretanto, não foi observada nenhuma correlação entre a similaridade de comportamento frente ao tipo de aquecimento e a composição química ou as características mineralógicas dos materiais.

Verificou-se que a sinterização através de energia de microondas apresentou uma elevada sensibilidade das amostras ao tempo de aquecimento, evidenciando a suscetibilidade de materiais com elevada fase

vítrea para sinterização através de microondas, bem como o rápido acoplamento (“couple”) da radiação com a fase líquida que se forma durante a sinterização.

Isso é observado ao se utilizarem tempos de aquecimento inferiores ou superiores ao ideal em apenas um minuto, acarretando em sinterização incompleta e super queima, respectivamente, nas amostras. A sinterização incompleta é caracterizada por peças contendo elevada quantidade de porosidade aberta, baixa densidade e resistência mecânica, enquanto que a super queima (em materiais com elevada quantidade de fase vítrea/líquida) é caracterizada por peças contendo pirodeformação, inchamentos, aumento de porosidade e/ou a presença de grandes poros (devido a coalescência de poros menores) (CHEUNG & DARVELL, 2002; FREDERICCI et al., 2011). A Figura 4.9 ilustra a sensibilidade das amostras frente ao ciclo de queima através de energia de microondas, com peças de sinterização incompleta, ideal e após super queima.

Os materiais sinterizados com um tempo inferior apresentaram uma superfície áspera, opaca, com áreas mais sinterizadas que outras e deformada, como pode ser visto na Figura 4.9. Todos os copos de prova deste estudo sinterizados com o tempo de um minuto a menos que o tempo ideal apresentaram as extremidades ligeiramente deformadas, fazendo com que os corpos de prova apresentassem aspecto curvado quando visto lateralmente (Figura 4.9 B). A deflexão sofrida por estes materiais possivelmente está associada às tensões residuais ocasionadas por diferenças entre os CTE das fases presentes e gradientes térmicos produzidos durante resfriamento (KHAJOTIA et al., 1999; ISGRO et al., 2005; CONRAD et al., 2007; BENETTI et al., 2010).

Por outro lado, a alteração no tempo de processamento através de energia de microondas, em um minuto a mais, promoveu um superaquecimento nos materiais, levando-os a formação de superfície altamente vitrificada, porém com indícios de deformações piropásticas, conforme ilustrado na Figura 4.5. Isso pois, as cerâmicas feldspáticas são materiais que apresentam pequenas perdas dielétricas na temperatura

ambiente, no entanto, após o início do aquecimento e o desenvolvimento de fase líquida, suas perdas dielétricas aumentam acentuadamente. A fase líquida dos materiais porcelânicos interage intensamente com a radiação de microondas absorvendo-a, aumentando sua temperatura rapidamente, elevando suas perdas dielétricas e absorvendo ainda mais radiação, podendo assim, ocorrer um aquecimento descontrolado do material (KRIEGSMANN, 1997; NIGHTINGALE, 2001; MENEZES et al., 2007b; OGHBAEI & MIRZAEI, 2010).

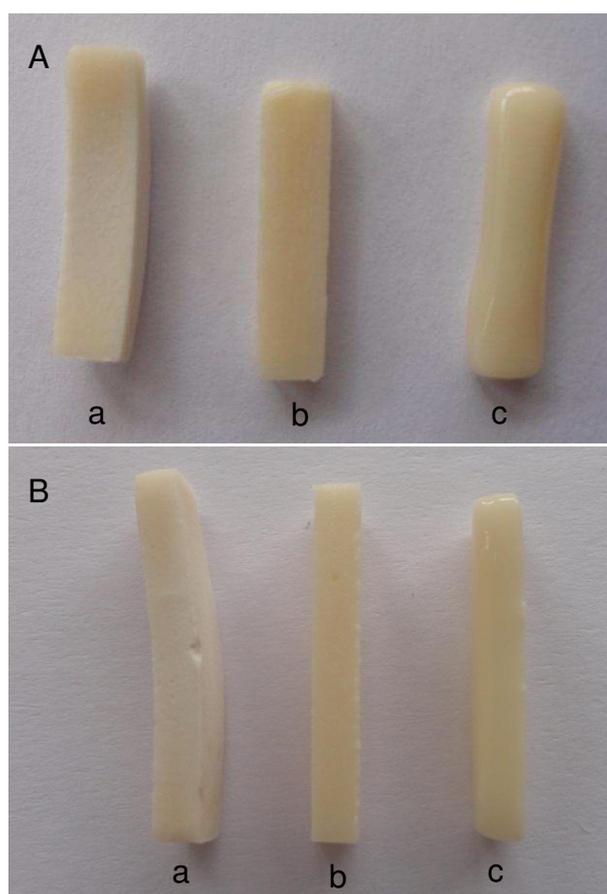


Figura 4.9- Vista frontal (A) e lateral (B) dos corpos de prova sinterizados através de energia de microondas: sinterização com 1 minuto a menos (a); sinterização com tempo ideal (b) e sinterização com 1 minuto a mais (c).

É possível observar na Tabela 4.6 os valores de absorção de água, porosidade aparente e densidade aparente dos materiais sinterizados através de energia de microondas de forma incompleta e dos submetidos a super queima. Verifica-se uma variação abrupta nos valores de absorção de água e

porosidade aparente de praticamente todas as cerâmicas, evidenciando a elevada sensibilidade dos corpos ao ciclo de queima.

Tabela 4.6- Comparação da absorção de água, porosidade aparente e densidade aparente (\pm desvio padrão) das cerâmicas sinterizadas em forno de microondas com variação de tempo (Teste de Tukey, $p < 0,05$).

Material	Sinterização	Propriedades Físicas		
		Absorção de Água (%)	Porosidade Aparente (%)	Densidade Aparente (g/cm ³)
EX-3	Incompleta	6,49 ($\pm 1,21$) ^a	12,80 ($\pm 2,19$) ^a	1,98 ($\pm 0,03$) ^a
	Ideal	0,04 ($\pm 0,10$) ^b	0,09 ($\pm 0,23$) ^b	2,30 ($\pm 0,02$) ^b
	Super Queima	0,23 ($\pm 0,22$) ^b	0,51 ($\pm 0,49$) ^b	2,25 ($\pm 0,05$) ^b
Starlight Ceram	Incompleta	3,70 ($\pm 1,01$) ^a	7,71 ($\pm 2,03$) ^a	2,09 ($\pm 0,04$) ^a
	Ideal	0,14 ($\pm 0,13$) ^b	0,32 ($\pm 0,30$) ^b	2,33 ($\pm 0,01$) ^b
	Super Queima	0,22 ($\pm 0,19$) ^b	0,52 ($\pm 0,43$) ^b	2,31 ($\pm 0,01$) ^b
VMK 95	Incompleta	7,36 ($\pm 2,06$) ^a	14,60 ($\pm 3,41$) ^a	2,00 ($\pm 0,09$) ^a
	Ideal	0,11 ($\pm 0,11$) ^b	0,26 ($\pm 0,27$) ^b	2,34 ($\pm 0,06$) ^b
	Super Queima	0,23 ($\pm 0,09$) ^b	0,52 ($\pm 0,31$) ^b	2,31 ($\pm 0,02$) ^b
VM13	Incompleta	10,9 ($\pm 0,94$) ^a	20,18 ($\pm 1,48$) ^a	1,85 ($\pm 0,02$) ^a
	Ideal	0,04 ($\pm 0,10$) ^b	0,10 ($\pm 0,23$) ^b	2,37 ($\pm 0,02$) ^b
	Super Queima	0,26 ($\pm 0,19$) ^b	0,60 ($\pm 0,44$) ^b	2,33 ($\pm 0,02$) ^c
VM 7	Incompleta	1,14 ($\pm 0,36$) ^a	2,45 ($\pm 0,79$) ^a	2,15 ($\pm 0,01$) ^a
	Ideal	0,22 ($\pm 0,15$) ^b	0,49 ($\pm 0,34$) ^b	2,24 ($\pm 0,03$) ^b
	Super Queima	0,00 ($\pm 0,00$) ^b	0,00 ($\pm 0,00$) ^b	2,22 ($\pm 0,02$) ^b

*Letras diferentes indicam que houve diferenças significativas entre os grupos enquanto letras iguais indicam que não houve. Comparação na vertical.

Observa-se também um aumento da densidade aparente, seguido por um decréscimo conforme se aumentou o tempo de queima na sinterização

através de energia de microondas (nas faixas de tempos utilizadas), o que está associado, provavelmente, ao coalescimento de poros (fenômeno de “Ostwald Ripening”), característico da super queima (MENEZES et al., 2007b).

As cerâmicas feldspáticas, e todos os materiais que desenvolvem elevadas quantidades de fase líquida durante sua queima são muito sensíveis aos ciclos de aquecimento através de energia de microondas, no entanto as variações observadas nas características físicas (Tabela 4.6) são muito mais intensas que as observadas na literatura em estudos que processaram cerâmicas dentárias utilizando feldspato, quartzo e argila ao invés de fritas (MENEZES et al., 2007b).

As cerâmicas odontológicas porcelânicas atuais são constituídas por fritas, como mencionado anteriormente, sendo projetadas para responder rapidamente aos ciclos de aquecimento rápido utilizados no seu processamento por técnicos e odontólogos. Isso pode ser a causa da elevada sensibilidade desses materiais ao tempo de aquecimento através de energia de microondas.

Quanto a densidade aparente, propriedade estudada por vários pesquisadores, verifica-se que a densidade dessas cerâmicas corrobora estudos da literatura para cerâmicas dentárias, e seus valores são indicativos de elevada quantidade de porosidade fechada (CHEUNG & DARVELL, 2002; HWANG & KIM, 2007; MENEZES et al., 2007b; FREDERICCI et al.; 2011).

É possível observar nas Figuras 4.10 a 4.14 as fotomicrografias obtidas através microscopia eletrônica de varredura dos materiais sinterizados de forma convencional, e através de energia de microondas no tempo ideal e com super queima. As fotomicrografias evidenciam a presença de poros fechados para todos os materiais analisados, porém uma maior quantidade de porosidade nos corpos obtidos com a sinterização através de energia de microondas. A porosidade residual é um problema frequentemente observado na sinterização via fase líquida e aponta para dificuldade de se obter uma completa densificação do material (GUAZZATO et al., 2004; FREDERICCI et al., 2011).

As fotomicrografias evidenciam também o comportamento esperado, com base nos resultados de caracterização física. As amostras sinterizadas em forno convencional apresentaram, de forma geral, maior densidade aparente, o que está relacionado a uma menor quantidade de porosidade fechada nos materiais, uma vez que os corpos sinterizados em forno convencional e através de energia de microondas apresentaram basicamente a mesma absorção de água. Essa maior densidade aparente está de acordo com as fotomicrografias observadas (Figuras 4.10 a 4.14) onde se comprova que os corpos obtidos com sinterização de microondas apresentam maior porosidade e, de forma geral, maior tamanho de poros.

As fotomicrografias (Figuras 4.10 e 4.14) exibem ainda as alterações microestruturais ocasionadas pela super queima dos corpos cerâmicos, submetidos um tempo demasiado quando da sinterização através de energia de microondas. Verifica-se nestas amostras, de forma geral, uma maior quantidade de poros “grandes” em comparação os materiais sinterizados através de energia de microondas no tempo ideal, o que é característico de super queima.

Estudos da literatura afirmaram que a densidade do material influencia propriedades mecânicas como dureza, resistência à flexão e tenacidade à fratura. Em geral, materiais cerâmicos sinterizados com maior densidade relativa demonstram melhores propriedades mecânicas, pois os poros representam áreas concentradoras de tensões, além da diminuição da área resistente (CHEUNG & DARVELL, 2002; HEIJMAN, 2002; ALBAKRY et al., 2003; BOHJALIAN et al., 2006; FREDERICCI et al., 2011; QUIN et al., 2012). Assim, espera-se que essas microestruturas influenciem o comportamento mecânico dos materiais, provocando a diminuição da resistência mecânica, principalmente a flexão, dos corpos sinterizados através de energia de microondas.

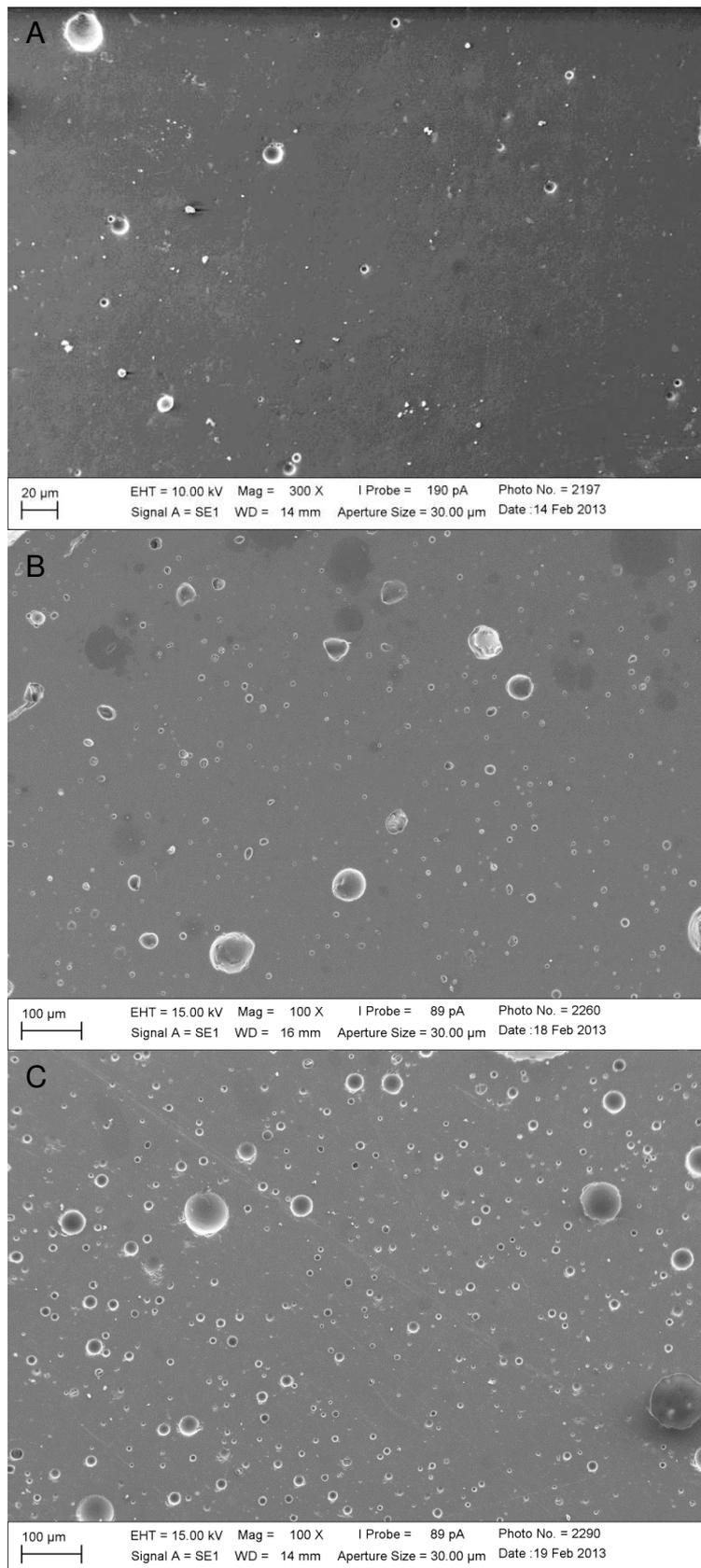


Figura 4.10- Fotomicrografia da cerâmica EX-3 sinterizadas: convencional (A); microondas no tempo ideal(B) e super queima(C).

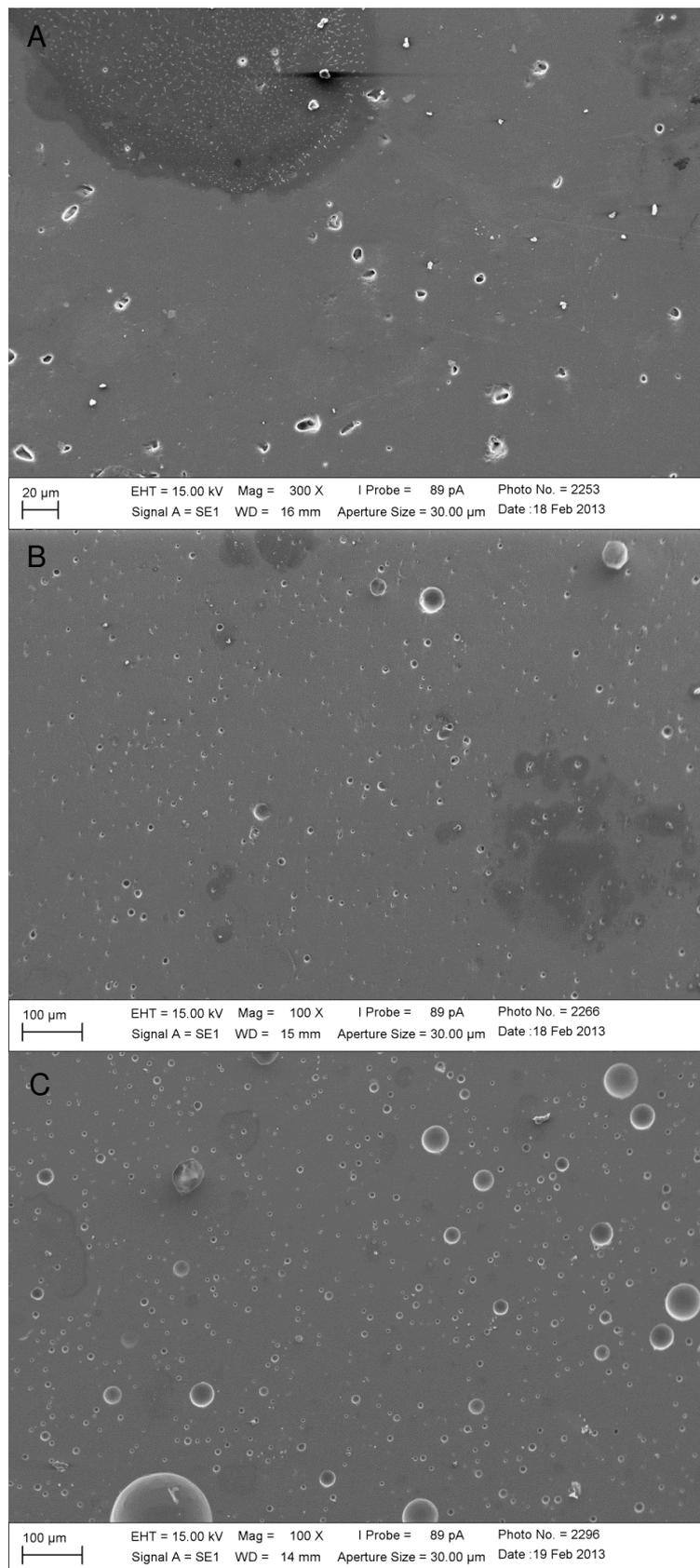


Figura 4.11-Fotomicrografia da cerâmica Starlight ceram sinterizadas: convencional (A); microondas no tempo ideal(B) e super queima(C).

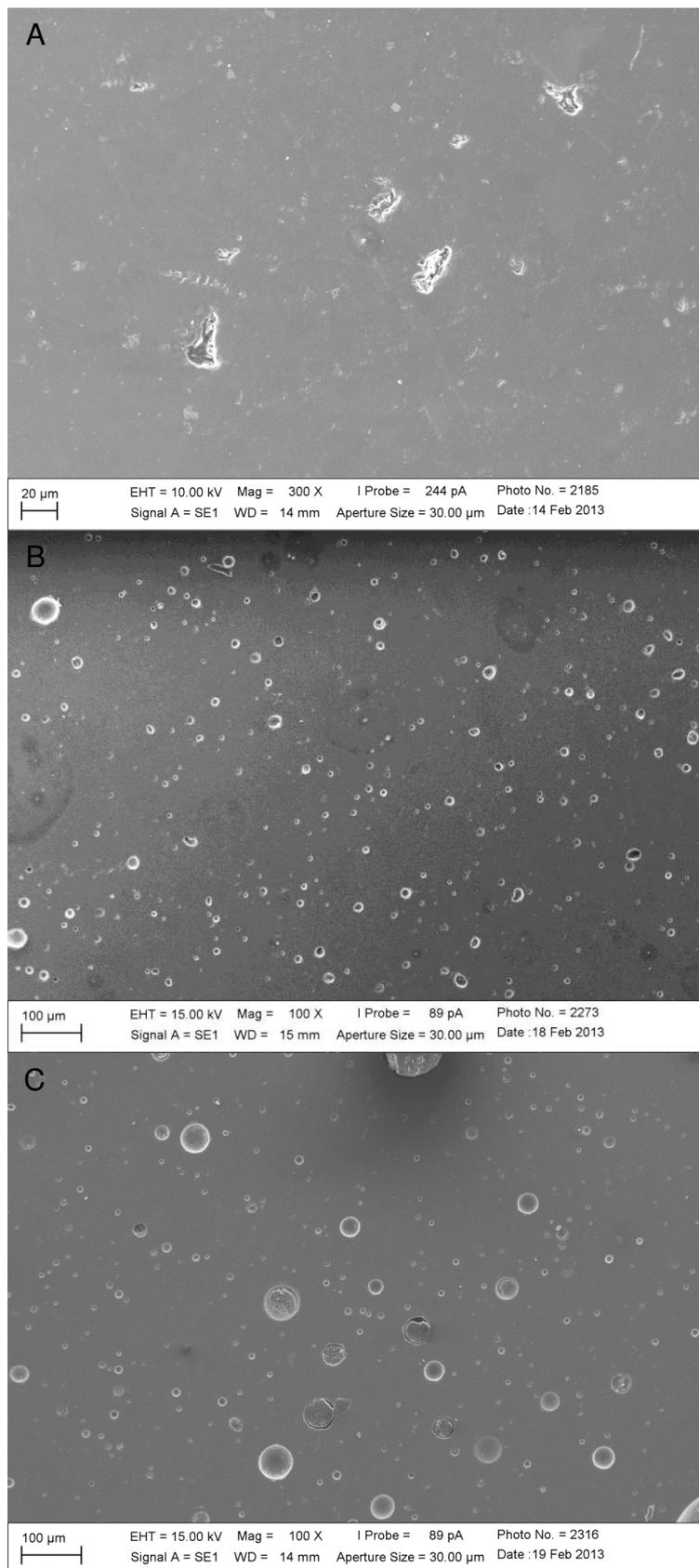


Figura 4.12- Fotomicrografia da cerâmica VMK 95 sinterizadas: convencional (A); microondas no tempo ideal(B) e super queima(C).

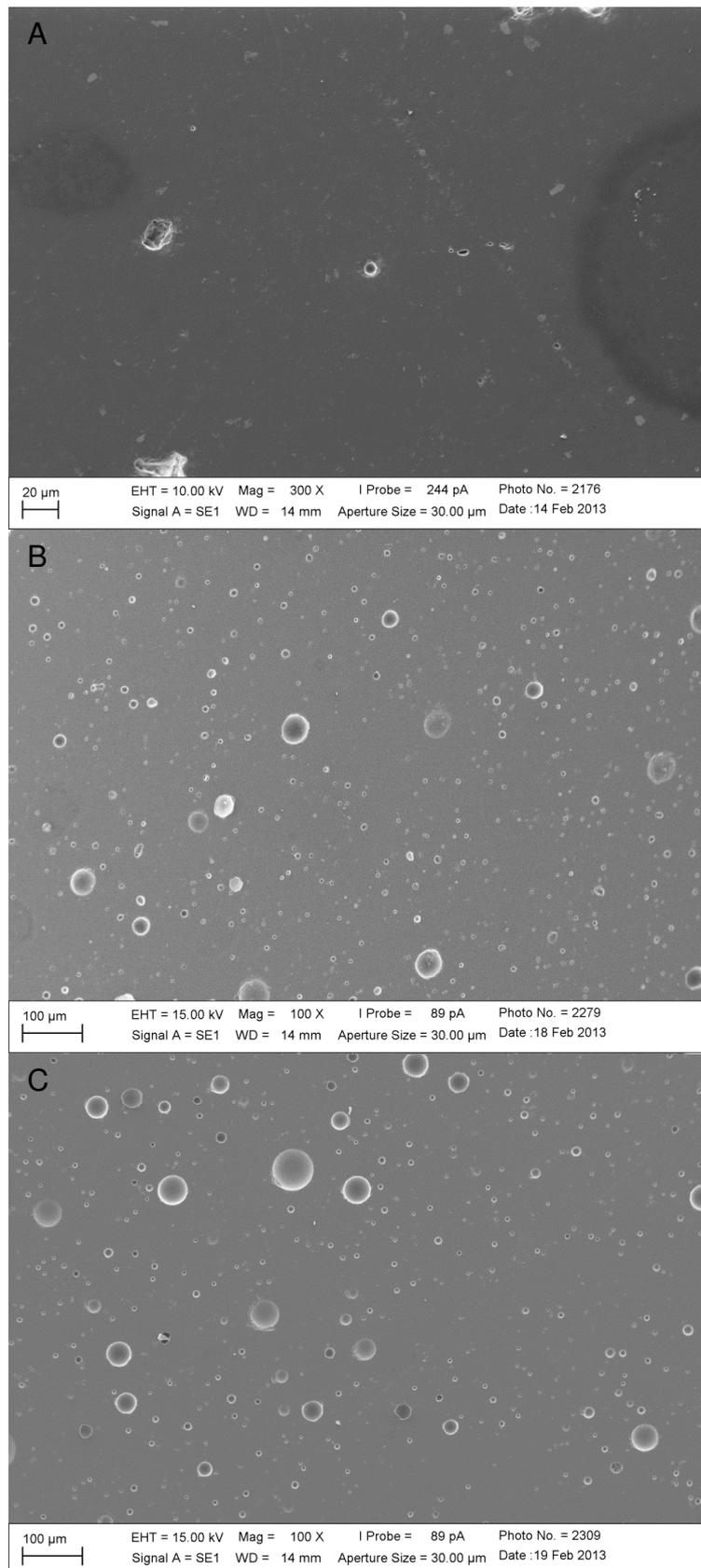


Figura 4.13- Fotomicrografia da cerâmica VM 13 sinterizadas: convencional (A); microondas no tempo ideal(B) e super queima(C).

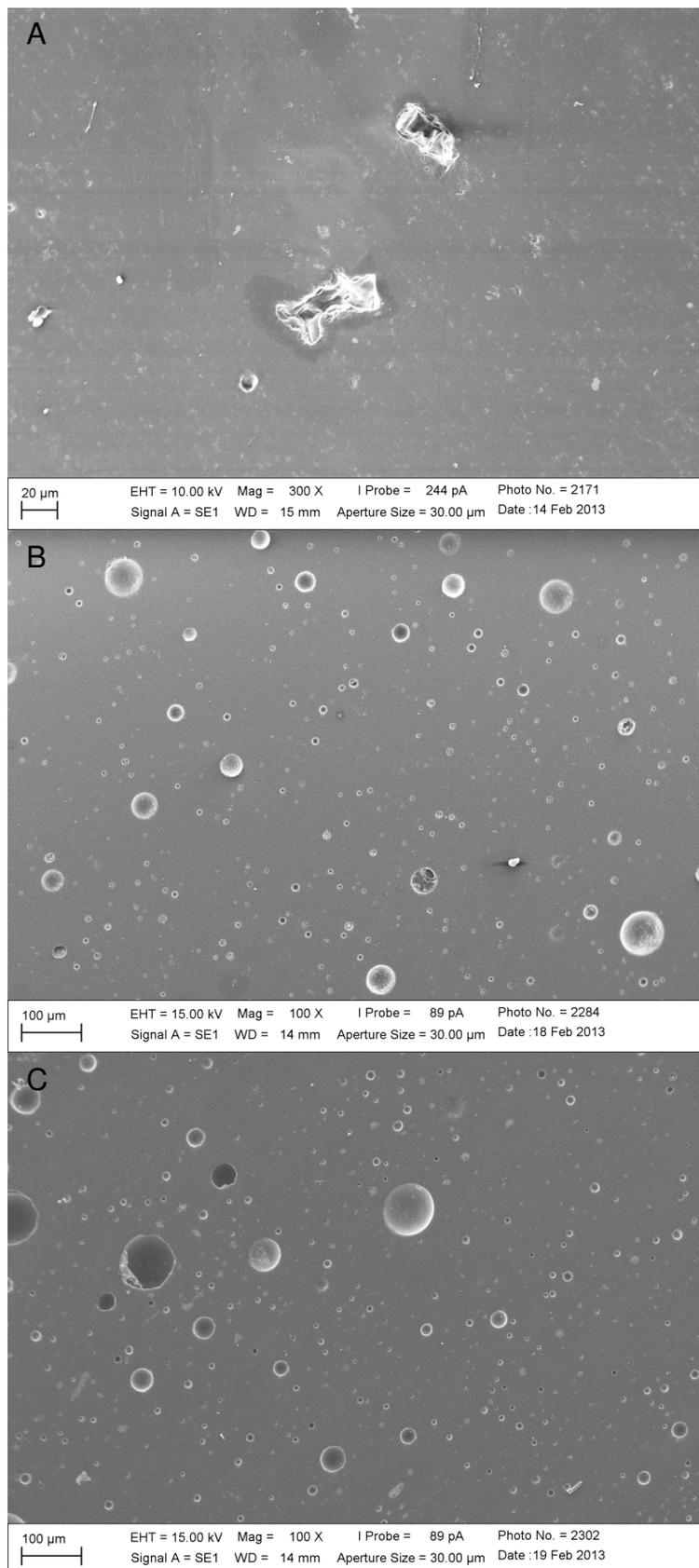


Figura 4.14- Fotomicrografia da cerâmica VM 7 sinterizadas: convencional (A); microondas no tempo ideal(B) e super queima(C).

Tem sido relatado, na tecnologia de cerâmicas odontológicas, que a presença de porosidades repercute diretamente sobre as propriedades óticas e mecânicas destes materiais. Sua origem pode estar associada desde fatores relacionados a distribuição granulométrica quanto ao método de processamento que advém da mistura de um pó em um meio aglutinante (em geral a água) ou mesmo do ciclo de queima empregado. Durante a queima inicial as porosidades são preenchidas pela atmosfera do forno, seguido da coalescência das partículas tendendo a preencher os vazios. Porém, em virtude da elevada viscosidade da massa fundida, há, frequentemente, o aprisionamento de ar no interior da massa formando porosidades (RASMUSSEN et al., 1997; YOSHIMURA et al., 2005; DENRY, 2013).

A sinterização de forma convencional é realizada sob vácuo com a finalidade de diminuir a formação de porosidades, enquanto a sinterização através de energia microondas realizada neste estudo não empregou este artifício. Assim, a elevada porosidade fechada obtida com a sinterização através da energia de microondas pode não está relacionada intrinsecamente com o uso de energia de microondas, mas com a atmosfera de sinterização. Sabe-se na tecnologia cerâmica, que o uso de vácuo reduz a quantidade de poros no material final, principalmente quando da sinterização de materiais via fase líquida, como é o caso do processamento das cerâmicas odontológicas feldspáticas (ANUSAVICE, 2005; PRASAD et al., 2009).

Para Cheung & Darwel (2002) a porosidade no interior de cerâmicas dentárias pode ser aumentada pela produção de bolhas durante o processo de aquecimento, uma vez que a viscosidade diminui com o aumento da temperatura. A redução do volume do poro depende do tempo de sinterização da pressão atmosférica, da viscosidade da mistura, da temperatura e da composição.

Pesquisas tem mostrado que rápidas taxas de aquecimento favorecem a redução na porosidade final do material quando o material é uniformemente aquecido no menor tempo possível. Tendo sido observado que a maior parte da redução da porosidade ocorre durante o processo de sinterização, quando

altas temperaturas são alcançadas rapidamente (SONI PRASAD, 2009; MENEZES, 2007).

Quinn et al. (2012) identificaram poros simétricos (lisos e esféricos) e bem distribuídos, da ordem de 20-50µm de diâmetro, e afirmaram que eles surgiram como resultado do gás aprisionado durante o processo de sinterização, destacando ser esse um fato muito comum quando se avaliam cerâmicas dentárias.

Os poros observados nas micrografias das Figuras 4.10 a 4.14 são esféricos e lisos, corroborando os dados da literatura. No entanto, o tamanho de poros para as amostras sinterizadas através de energia de microondas no tempo ideal, estimado com base nas micrografias, atinge valores da ordem de 80µm.

As Figuras 4.15 a 4.19 mostram os padrões de difração de raios X das amostras estudadas. É possível observar para os corpos sinterizados através do método convencional que as fases cristalinas detectadas foram as mesmas quando da análise dos pós, com exceção da cerâmica VM7. Nesta foi detectada a presença de albita em seu pó (Figura 4.1), o que não foi observado após a sinterização convencional (Figuras 4.1 e 4.19).

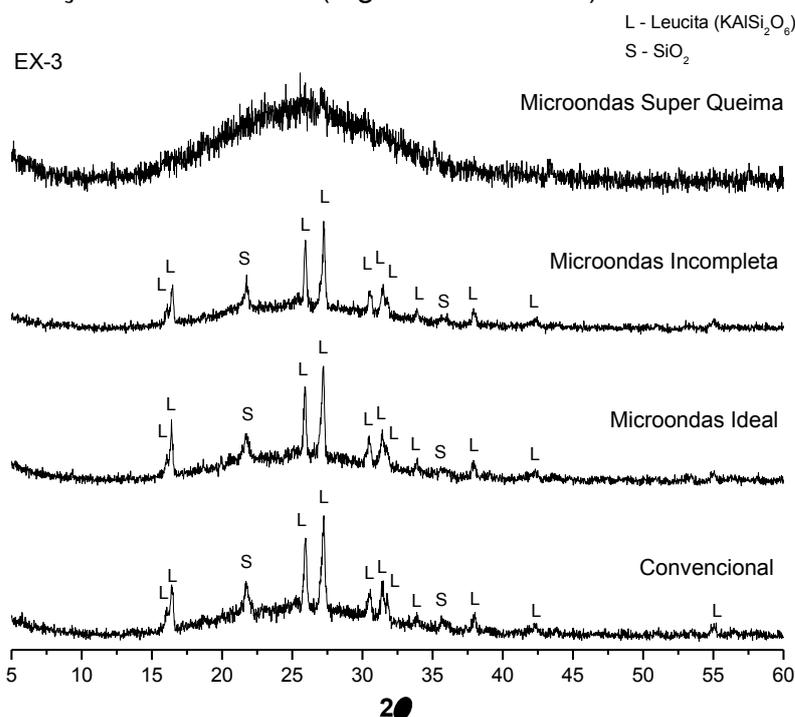


Figura 4.15- Padrão de difração de raios X da cerâmica EX-3 após a sinterização.

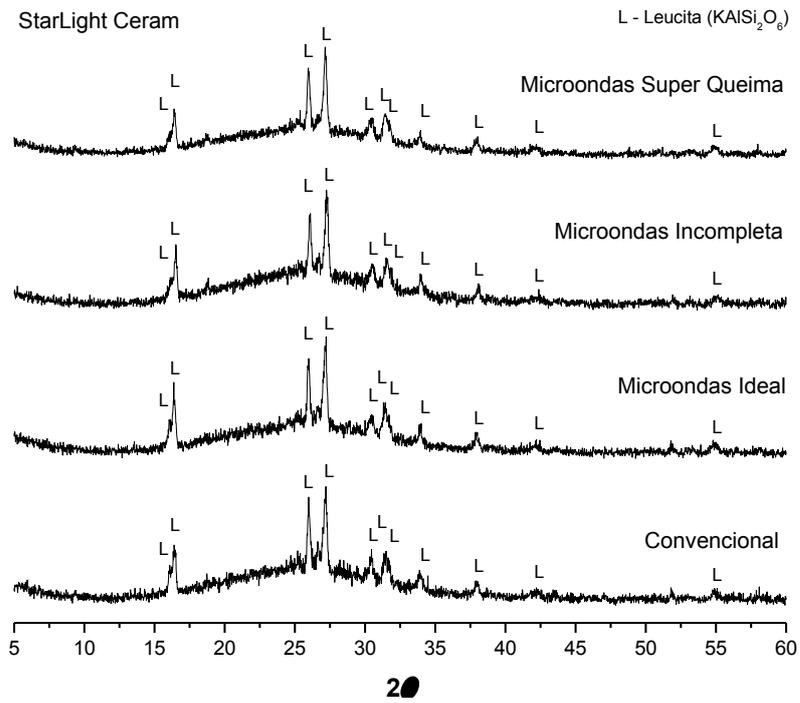


Figura 4.16- Padrão de difração de raios X da cerâmica Starlight ceram após a sinterização.

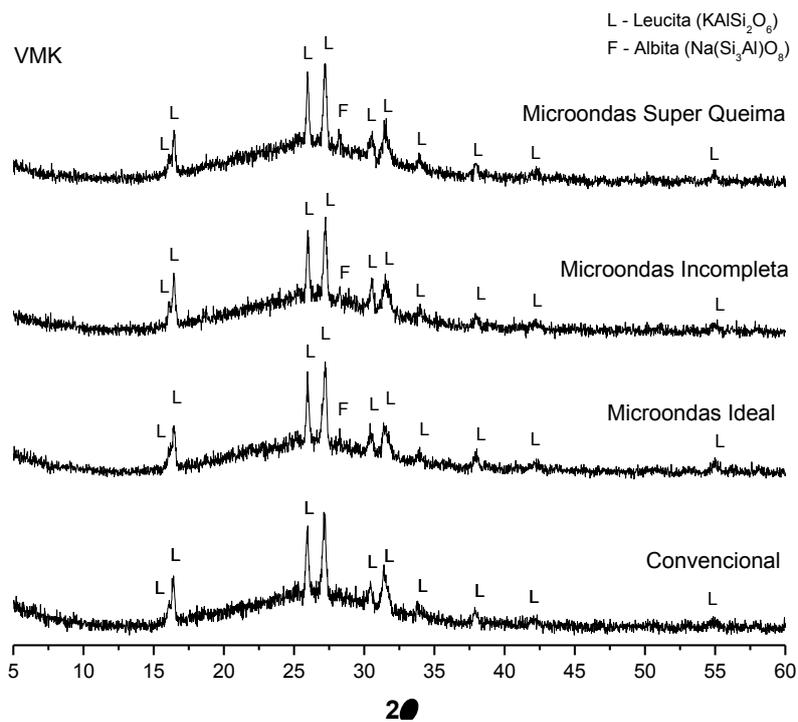


Figura 4.17- Padrão de difração de raios X da cerâmica VMK após a sinterização.

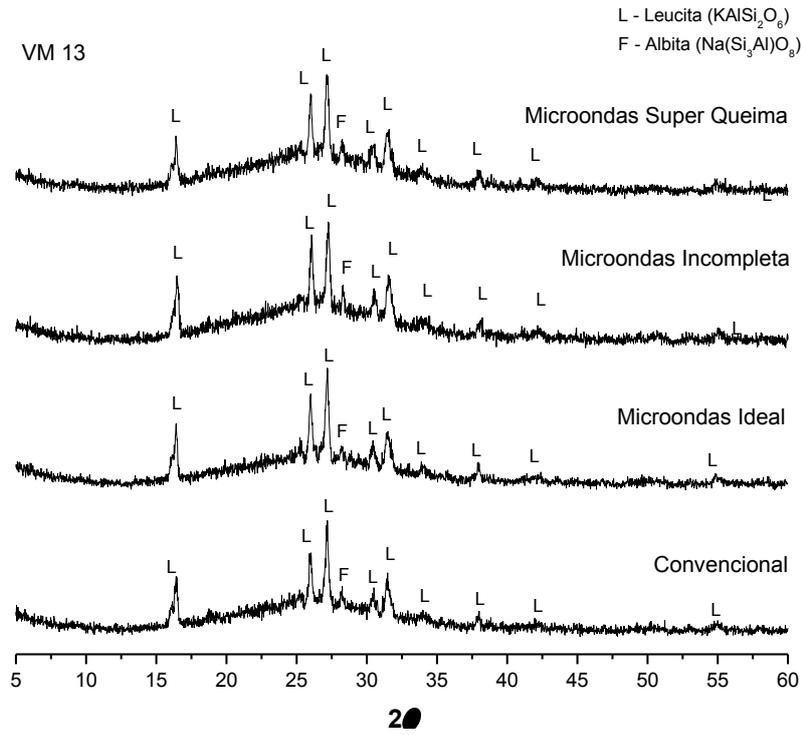


Figura 4.18- Padrão de difração de raios X da cerâmica VM 13 após a sinterização.

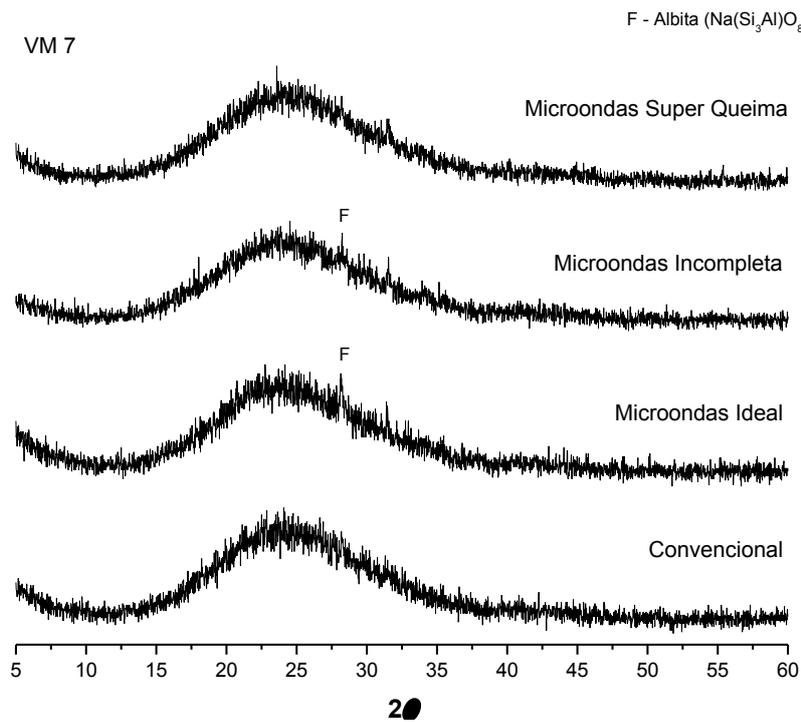


Figura 4.19- Padrão de difração de raios X da cerâmica VM 7 após a sinterização.

Na sinterização através de energia de microondas verificou-se que não ocorreu o desenvolvimento de novas fases para as cerâmicas EX-3, Starlight, VM 13 e VM7, entretanto, a cerâmica VMK95 desenvolveu uma nova fase, o feldspato sódico. O feldspato sódico está associado à cristalização da leucita através de uma reação peritética entre a leucita e a fase líquida. Esse comportamento diferenciado quando da sinterização através de energia de microondas, pode estar relacionado ao efeito de aceleração de cinética de reação, reportado na literatura, quando do processamento com energia de microondas (AGRAWAL, 1998; CLARK & SUTTON, 1996; WANG et al., 2006).

Como relatado anteriormente neste trabalho, a presença de leucita é comum nas cerâmicas odontológicas feldspáticas para controlar o coeficiente de expansão térmica e para melhorar a resistência mecânica do sistema. Já o feldspato como forma cristalina presente no material sinterizado através de microondas, não é tão comum e possivelmente está associado a uma fusão incompleta desse material durante o processamento ou a sua cristalização durante o resfriamento. Vale salientar, que o material que apresentou feldspato na sua constituição após queima (microondas e convencional) foi aquele com maior teor de alumina, fato que provavelmente favoreceu a cristalização do feldspato. A cerâmica VMK 95 apresentou feldspato no corpo cerâmico após sinterização com microondas, e não possuía essa fase no seu pó, representa a amostra com maior teor de Al_2O_3 , assim, esse maior teor e a possível aceleração de cinética podem ter sido os responsáveis por sua presença após queima com microondas.

Quinn et al. (2012) analisaram a composição de uma cerâmica feldspática de cobertura e identificaram picos distintos de feldspatóides: sanidine e ortoclase ($KAlSi_3O_8$), albita ($NaAlSi_3O_8$) e nefeline ($NaAlSiO_8$), como também de tridimita (Si_2O). A diferença entre os resultados obtidos por Quinn et al. (2012) e os presentes nesse trabalho pode ser sido atribuído ao fato dos materiais (marcas e especificações) estudados na sua pesquisa serem diferentes dos deste estudo, o que afeta diretamente suas propriedades nas características microestruturais dos corpos após queima.

Os materiais sinterizados através de energia de microondas com variação de tempo para menos, sinterização incompleta, apresentaram a mesma constituição de fases cristalinas que os materiais sinterizados no tempo ideal, com exceção da cerâmica VMK 95, comentado anteriormente. Esse comportamento também foi observado nos corpos submetidos a super queima, exceto para as amostras EX-3 e VM7 onde se observou que na super queima houve fusão das fases cristalinas constituintes dos materiais. Esse fato pode está relacionado ao comportamento dessas cerâmicas frente ao aquecimento por microondas, em decorrência da interação muito acentuada com a radiação, fazendo com que ocorra um aumento intenso e pontual de temperatura nas fases cristalinas desses materiais, a semelhança de um “hot spot” ou de um “pequeno” “thermal runaway” (BYKOV et al., 2001; MENEZES et al., 2007b).

A Tabela 4.7 mostra os valores de resistência à flexão, módulo de ruptura, dos corpos sinterizados em forno convencional e em forno de microondas, no tempo ideal. Observa-se que os valores de resistência à flexão dos corpos sinterizados através de energia de microondas e convencional foram iguais ao nível de significância de 95% (Teste t, $p < 0,05$), para todas as cerâmicas, com exceção da cerâmica EX-3. Estes, por sua vez, apresentaram valor médio de resistência à flexão após sinterização através de energia de microondas inferior ao valor obtido com a sinterização convencional.

Tabela 4.7- Valor médio (\pm desvio padrão) de resistência à flexão das cerâmicas sinterizadas no método convencional e através de energia de microondas (Teste t, $p < 0,05$).

Material	Resistência à Flexão (Mpa)	
	Convencional	Microondas
EX-3	92,65 ($\pm 13,98$) ^a	63,70 ($\pm 5,81$) ^b
Starlight Ceram	50,94 ($\pm 4,96$) ^a	52,25 ($\pm 7,16$) ^a
VMK-95	70,88 ($\pm 8,03$) ^a	65,11 ($\pm 6,24$) ^a
VM 13	74,91 ($\pm 10,56$) ^a	82,38 ($\pm 11,59$) ^a
VM 7	69,12 ($\pm 7,62$) ^a	71,94 ($\pm 10,97$) ^a

*Letras diferentes indicam que houve diferenças significativas entre os grupos enquanto letras iguais indicam que não houve. Comparação na horizontal.

A cerâmica EX-3 foi a que apresentou a maior diferença nos valores de densidade aparente entre os corpos sinterizados através de energia de microondas ($2,30\text{g/cm}^3$) e os sinterizados em forno convencional ($2,45\text{g/cm}^3$), o que pode justificar o menor valor de resistência para os seus corpos sinterizados usando microondas. Entretanto, deve-se destacar que as cerâmicas VMK95 e VM7 que apresentaram maiores valores de densidade aparente na sinterização convencional (Test t, $p < 0,05$), não evidenciaram diferenças estatisticamente significativas para os valores de resistência à flexão (Tabela 4.7).

Isso é importante porque destaca que os corpos obtidos com a sinterização através de energia de microondas mesmo tendo uma menor densidade aparente (maior porosidade total) e, de forma geral, um maior tamanho de poros apresentaram valores de resistência similares ao da sinterização convencional. Estudos têm mostrado a homogeneidade de tensões térmicas quando do aquecimento rápido em microondas, comparativamente ao aquecimento rápido convencional (HUANG et al., 2009; OGHBAEI & MIRZAEI, 2010). Portanto, valores de resistência à flexão similares podem estar correlacionados a uma maior uniformidade de aquecimento e menores tensões térmicas no corpo (a queima convencional também é uma queima rápida), que contrabalancearia a menor densidade e o maior tamanho de poros.

Para materiais cerâmicos existe uma variação e uma dispersão considerável no limite de resistência à fratura, isto porque a resistência à fratura depende da existência ou não de um defeito que seja capaz de iniciar uma trinca. Já a existência deste defeito varia de uma amostra para outra dentro de um mesmo material, como também da técnica de fabricação e da realização de tratamentos subsequentes. Assim, os elevados valores de desvio padrão estão relacionados a características intrínsecas das cerâmicas, de uma maneira geral, associadas à elevada suscetibilidade a presença de defeitos por falta de deformação plástica (BORBA et al., 2011b).

A norma ISO 6872 (2008) determina que as cerâmicas de cobertura devem exibir resistência à flexão acima de 50MPa, assim, diante dos

resultados deste estudo a energia de microondas foi capaz de sinterizar peças com resistência suficiente para aplicação clínica. Ademais, a cerâmica EX-3 sinterizada através de energia de microondas apesar de apresentar valor de resistência inferior ao convencional possui valor superior ao indicado na normatização.

Por outro lado, deve-se ressaltar que a cerâmica Starlight ceram apresentou, em ambas as sinterizações, valores de resistência à flexão em torno de 50MPa, ou seja, muito próximo dos valores mínimos exigidos, o que segundo Borba et al. (2011b), representa um fator preocupante para a cerâmica de cobertura, podendo comprometer o desempenho clínico do material através de uma fratura prematura.

Os resultados deste trabalho corroboram o estudo de Borba et al. (2011a) que avaliaram cerâmicas de cobertura, dentre elas a VM 7, que mostrou valores de densidade aparente e de resistência a flexão, 2.34g/cm^3 ($\pm 0,08$) e de 69,8 MPa ($\pm 12,0$), respectivamente, ou seja, bem próximo dos valores encontrados neste estudo. Estes autores também identificaram porosidades internas através de microscopia eletrônica de varredura na cerâmica VM7, similarmente ao obtido no presente estudo.

Para todos os materiais foi possível observar superfície de fratura do tipo frágil, não indicando nenhum tipo de deformação, tal como esperado. A Figura 4.20 apresenta uma superfície de fratura, cerâmica EX-3 sinterizada convencionalmente, evidenciando o caráter frágil da fratura.

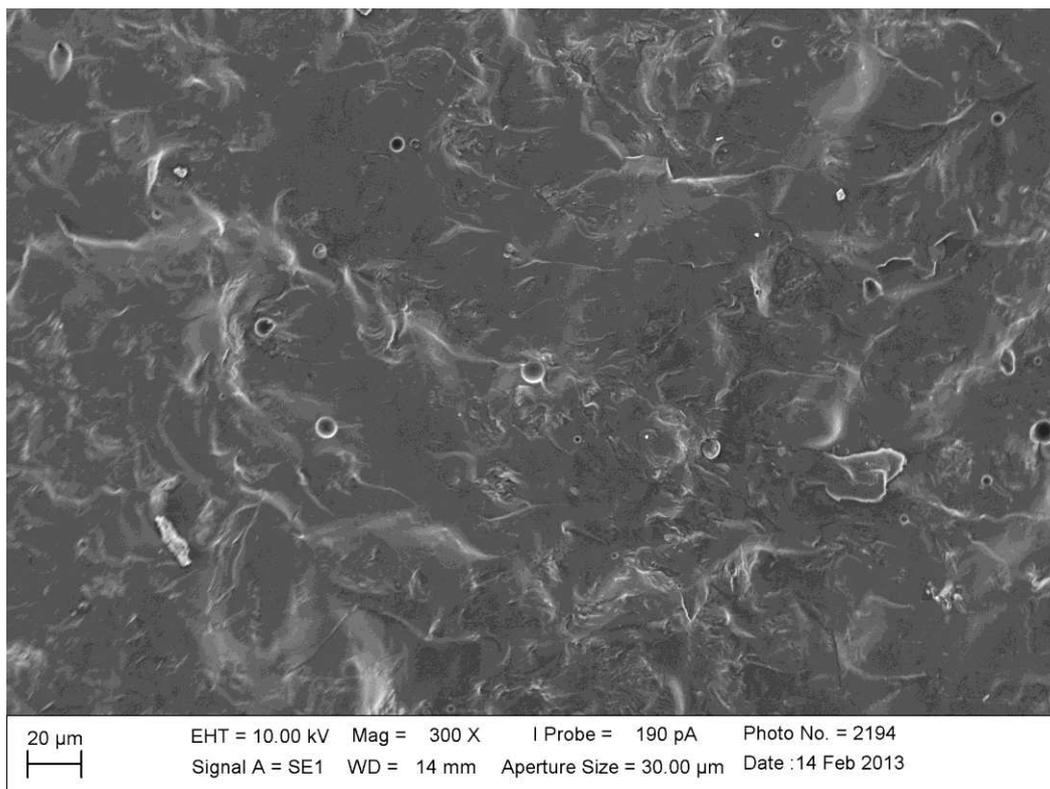


Figura 4.20- Fotomicrografia da cerâmica Ex-3 exemplificando um tipo de fratura frágil.

A Tabela 4.8 mostra os resultados referentes a resistência à flexão com variação de tempo na sinterização de microondas (Teste de Tukey, $p < 0,05$). Pode-se observar que há uma diferença significativa nos valores de resistência à flexão ao se variar o tempo de queima em um minuto. Observa-se ainda que a resistência aumenta significativamente em todas as cerâmicas e que em seguida, de forma geral, decrescem. O que é esperado em virtude da super queima que resulta na diminuição da densidade e a presença de poros grandes. A exceção desse comportamento é a cerâmica EX-3 que mesmo com a super queima apresentou valor de resistência semelhante.

Tabela 4.8- Resistência à flexão das cerâmicas sinterizadas através de energia de microondas com variação de tempo: sinterização incompleta, sinterização no tempo ideal e super queima (Teste de Tukey, $p < 0,05$).

Material	Resistência à Flexão (MPa) (\pm desvio padrão)		
	Sinterização Incompleta	Ideal	Super queima
EX-3	13,70 ($\pm 2,69$) ^a	63,70 ($\pm 5,81$) ^b	60,72 ($\pm 10,81$) ^b
Starlight Ceram	10,56 ($\pm 3,09$) ^a	52,25 ($\pm 7,16$) ^c	43,55 ($\pm 1,45$) ^b
VMK-95	16,51 ($\pm 7,78$) ^a	65,11 ($\pm 6,24$) ^c	42,11 ($\pm 18,38$) ^b
VM 13	6,28 ($\pm 1,13$) ^a	82,38 ($\pm 11,59$) ^c	49,88 ($\pm 5,95$) ^b
VM 7	18,14 ($\pm 14,52$) ^a	71,94 ($\pm 10,97$) ^c	48,23 ($\pm 7,68$) ^b

*Letras diferentes indicam que houve diferenças significativas entre os grupos enquanto letras iguais indicam que não houve. Comparação na horizontal.

A Tabela 4.9 mostra os valores de microdureza Vickers das cerâmicas sinterizadas em forno de microondas e em forno convencional. Pode-se observar que os valores de microdureza tanto da sinterização convencional quanto da sinterização através de energia de microondas evidenciam a confecção de peças com dureza superficial semelhante, sem diferenças estatísticas significativas (Teste t, $p < 0,05$). É importante ressaltar que a dureza foi determinada superficialmente e não na secção transversal.

Esse comportamento indica que superficialmente não ocorreram alterações de porosidade ou nas características elásticas dos materiais sinterizados de forma convencional e através de energia de microondas. O que está de acordo com o observado na absorção de água das peças (que apresentaram valores iguais ou muito próximos) e na difração de raios X (que não evidenciou o aparecimento de novas fases cristalinas). Os valores de microdureza encontrados são compatíveis com os valores de microdureza de cerâmicas odontológicas para cobertura que variam de 400-500HV (ANUSAVICE, 2005).

Pode-se observar ainda que quando variado o tempo em um minuto a mais (super queima) os valores de microdureza tendem a diminuir, exceto para cerâmica VMK 95 que apresentou valores semelhantes (Teste de Tukey, $p < 0,05$).

Tabela 4.9- Comparação entre valores de microdureza Vickers (HV) das cerâmicas sinterizadas através de energia de microondas e em forno convencional (Teste t Tukey, $p < 0,05$).

Material	Valores de Microdureza Vickers (Hv) (\pm desvio padrão)		
	Convencional	Microondas Tempo Ideal	Microondas Super Queima
EX-3	499,8 ($\pm 25,5$) ^a	501,3 ($\pm 14,0$) ^a	454,7 ($\pm 15,3$) ^b
Starlight Ceram	504,4 ($\pm 27,2$) ^a	480,3 ($\pm 28,1$) ^a	395,4 ($\pm 24,8$) ^b
VMK-95	504,2 ($\pm 37,0$) ^a	512,1 ($\pm 27,25$) ^a	495,9 ($\pm 31,0$) ^a
VM 13	503,2 ($\pm 30,7$) ^a	508,5 ($\pm 26,2$) ^a	459,6 ($\pm 28,8$) ^b
VM 7	505,3 ($\pm 33,8$) ^{ab}	527,6 ($\pm 21,7$) ^a	485,2 ($\pm 14,7$) ^b

*Letras diferentes indicam que houve diferenças significativas entre os grupos enquanto letras iguais indicam que não houve. Comparação na horizontal.

O ensaio de microdureza Vickers não pode ser realizado nos corpos sinterizados no microondas com o tempo de um minuto a menos que o estabelecido como ideal, em virtude dos materiais com sinterização incompleta apresentarem elevada porosidade aparente, irregularidades superficiais e baixa resistência abrasão detectada no momento do preparo dos corpos de prova para o ensaio, inviabilizando o teste.

De uma maneira geral, pode-se constatar uma redução de propriedades físicas e/ou mecânicas apresentadas pelos materiais com alteração de tempo tanto para mais como para menos, alertando para a elevada sensibilidade destes materiais quando da sinterização utilizando energia de microondas.

5. CONCLUSÕES

A sinterização de cerâmicas feldspáticas odontológicas através de energia de microondas ainda é algo pouco explorado pelos pesquisadores. Este estudo, além de sinterizar cerâmicas feldspáticas através de energia de microondas em um tempo estabelecido como ideal, avaliou também o efeito da variação de tempo sobre características microestruturais e propriedades destes materiais, comparando-as com o método de sinterização na odontologia.

Com base nos resultados obtidos, pode-se concluir que:

- 1- As cerâmicas feldspáticas estudadas eram constituídas predominantemente por SiO_2 , Al_2O_3 , K_2O e Na_2O , apresentando a leucita como a principal fase cristalina e com distribuição do tamanho de partículas variando de 3 a 60 μm .
- 2- Foi possível sinterizar cerâmicas feldspáticas através de energia de microondas na frequência de 2.45GHz.
- 3- O tempo de irradiação determinado como “ideal” para sinterização através de energia de microondas depende das características físico-mineralógicas de cada cerâmica.
- 4- Tempos de sinterização além do “ideal”, em apenas um minuto, provocaram super queima nos materiais sinterizados através de energia de microondas.
- 5- Os materiais sinterizados através de energia de microondas apresentaram propriedades físicas (absorção de água, porosidade aparente e densidade aparente) ora semelhantes ora inferiores com relação a sinterização convencional, dependendo da cerâmica.
- 6- As cerâmicas avaliadas apresentaram valores estatisticamente semelhantes para resistência à flexão (exceto a cerâmica EX-3) e microdureza superficial, para os dois tipos sinterização.
- 7- Os materiais sinterizados através de energia de microondas apresentaram, de forma geral, maior quantidade de porosidade fechada e poros com maiores dimensões.

- 8- A evolução cristalina dos materiais sinterizados em microondas foi diferente, em parte das cerâmicas estudadas, apresentando cristalização de fases não observadas na queima convencional.
- 9- A sinterização através de energia de microondas de cerâmicas feldspáticas permitiu a obtenção de corpos de prova com características físicas e mecânicas similares ou próximas às obtidas com a sinterização convencional, apesar de suas microestruturas apresentarem uma elevada quantidade de poros com grandes dimensões.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS:

AGRAWAL, D.K. Microwave processing of ceramics. **Current Opinion in Solid State & Material Science**, v. 3, p. 480-483, 1998.

ALBAKRY, M.; GUAZZATO, M.; SWAIN, M.V. Fracture toughness and hardness evaluation of three pressable all-ceramic dental materials. **Journal of Dentistry**, v.31, p.181–188, 2003.

ALMAZDI, A.A.; KHAJAH, H.M.; MONACO JR, E.A.; KIM, H. Applying microwave technology to sintering dental zircônia. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v.108, n.5, p. 304-309, nov. 2012.

ALVES H.J.; MELCHIADES, F.G.; BOSCHI ,A.O. Effect of feldspar particle size on the porous microstructure and stain resistance of polished porcelain tiles. **Journal of the European Ceramic Society**, v.32, p. 2095-2102, 2012.

ANUSAVICE, J.K. **Phillips: Materiais Dentários**. Rio de Janeiro: Tradução da 11ª Ed. Elsevier, 2005. 764p.

BARREIRO, B. M.M.; RIESGO, O.; VICENTE, E.E. Phase identification in dental porcelains for ceramo-metallic restorations. **Dental Materials**, v. 5, p. 51-57, 1989.

BENETTI P.; DELLA BONNA A.; KELLY J.R. Evaluation of thermal compatibility between core and veneer dental ceramics using shear bond strength test and contact angle measurement. **Dental Materials**, v.26, p.743-750, 2010.

BOHJALIAN, A.; FRONER, E.E.; ZANETTI, A.L.; SANTOS, V.M.A. Resistência à fratura de sistemas cerâmicos empresl, II e in-ceram. Estudos sobre fatores envolvidos nos testes. **RGO**. Porto Alegre, v. 54, n.2, p. 185-190, 2006.

BORBA, M; ARAÚJO, M.D.; HUKUSHIMA, 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, p.710-721, 2011.

BORBA, M; ARAÚJO, M.D.; LIMA,E.; YOSHIMURA, H.N.; CESAR,P.F.; GRIGGS, J.A.; DELLA BONA, A. Flexural strenght and failure modes of layered ceramic structures. **Dental Materials**, v.27, p.1259-1266, 2011.

BROSNAN, K.H.; MESSING, G.L.; AGRAWAL, D. K. Microwave Sintering of Alumina at 2.45 GHz. **Journal American Ceramic Society**, v.86, n.8, p. 1307-1312, 2003.

BYKOV, Y. V.; RYBAKOV, K. I.; SEMENOV, V. E. High-temperature microwave processing of materials. **Journal of Physics D: Applied Physics**, v. 34, p. R55-R75, 2001.

CELIK, G.; ULUDAG, B.; USUMEZ, A.; SAHIN, V.; OZTURK, O.; GOKTUG, G. The effect of repeated firings on the color of an all-ceramic system with two different veneering porcelain shades. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 99, n.3, p.203-208, mar. 2008.

CESAR, P. F., SOKIA, F.N., YOSHIMURA, H. N., Gonzaga, C.C.; Styopkinc, V. Influence of leucite content on slow crack growth of dental porcelains. **Dental Materials**, v.18, p.1114-1122, 2008.

CESAR, P. F., YOSHIMURA, H. N., MIRANDA JR., W. G., OKADA, C. Y. Correlation between fracture toughness and leucite content in dental porcelains. **Journal of Dentistry**, v.33, p.721-729, 2005.

CHAIN, M.C.; ARCARI, G.M.; LOPES, G.C. Restaurações cerâmicas estéticas e próteses livres de metal. As novas alternativas possibilitadas pelas novas porcelanas. **RGO**. Porto Alegre, v. 48, n.2, p. 67-70, 2000.

CHATTERJEE, A.; BASAK, T.; AYAPPA, K. G. Analysis of Microwave Sintering of Ceramics. **Materials, Interfaces, and Electrochemical Phenomena**, v.44, n. 10, p.2302-2311, 1998.

CHENG, J.; ROY, R.; AGRAWAL, D. K. Radically different effects on materials by separated microwave electric and magnetic fields. **Materials Research Innovations**, v.5, p.170–177, 2002.

CHEUNG, K. C., DARVELL, B. W., Sintering of dental porcelain: effect of time and temperature on appearance and porosity. **Dental Materials**, v.18, p.163-73, 2002.

CHEVALIER, J.; GREMILLARD, L. Ceramics for medical applications: A picture for the next 20 years. **Journal of the European Ceramic Society**. v.29, p.1245–1255, 2009.

CLARK, D. E.; SUTTON, W. H. Microwave processing of materials. **Annual Review in Materials Science**, v. 26, p. 299-331, 1996.

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, n.5, p.389-404, nov. 2007.

DAS, S.; MUKHOPADHYAY, A.K.; DATT S.; DAS, G.C.; BASU, D. Hard glass-ceramic coating by microwave processing. **Journal of the European Ceramic Society**, v.28, p.729–738, 2008.

DENRY, I. How and when does fabrication damage adversely affect the clinical performance of ceramic restorations? **Dental Materials**. v. 29, p. 85-96, 2013.

Diagrama ternário $K_2O-Al_2O_3-SiO_2$. Disponível em: <http://www.dentaria.com/pics/upload/prensa9.jpg>. Acessado em 14/12/2012.

Espectro da radiação de microondas. Disponível em: <http://ciencia.hsw.uol.com.br/enlargeimage.htm?terms=espectro+eletromagn%C3%A9tico&page=7>. Acessado em 10/07/2011.

FREDERICCI, C.; YOSHIMURA, H.N.; MOLISANI, A.L.; PINTO, M.M.; CESAR, P.F. Effect of temperature and heating rate on the sintering of leucite-based dental porcelains. **Ceramics International**, v.37, p.1073–1078, 2011.

GARCIA, L.F.R.; CONSANI, S.; CRUZ, P.C.; PIRES DE SOUZA, F.C.P. Análise crítica do histórico e desenvolvimento das cerâmicas odontológicas **RGO**. Porto Alegre, v.59, p. 67-73, jan./jun., 2011

GOLDSTEIN, A.; GIEFMAN, L.; BAR ZIV, S. Susceptor assisted microwave sintering of $MgAl_2O_4$ powder at 2.45 GHz. **Journal of Materials Science Letters**, v.17, p. 977-979, 1998

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

GUAZZATO, M.; ALBAKRY, M.; RINGER, S.P.; SWAIN, M.V. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part I. Pressable and alumina glass- infiltrated ceramics. **Dental Materials**, v. 20, p. 441- 448, 2004.

HAO, H.; XU, L.; HUANG Y.; ZHANG, X.; XIE Z. Kinetics mechanism of microwave sintering in ceramic materials. **Science in China Series E: Technological Sciences**, v.52, n.9, p. 2727-2731, 2009.

HEMANTHAKUMARI, P. N.; SATAPATHY, L. N. A Comparison of the Effects of Microwave Versus Conventional Drying on the Mechanical Properties Distribution of Dried Green Porcelains. **International Journal Applied Ceramic Technology**, v.5, n.1, p. 94–100, 2008.

HENCH, L. L., WEST, J. K. **Principles of electronic ceramics**. New York: John Wiley & Sons, 1990.

HÖLAND, W.; RHEINBERGER, V.; APEL, E.; RITZBERGER C.; ROTHBRUST, F.; KAPPERT, H.; KRUMEICH, F.; NESPER, R. Future perspectives of biomaterials for dental restoration. **Journal of the European Ceramic Society**. v.29, p. 1291-1297, 2009.

HUANG, J.; GOTOHB, M.; HIROSEB, Y. Improving sinterability of ceramics using hybrid microwave heating. **Journal of Materials Processing Technology**, v.209, p.2446–2452, 2009.

HWANG, S.; KIM, H. Effect of frit size on microwave properties of glass–ceramic in low temperature co-fired ceramics. **Thermochimica Acta**, v.455, p. 119-122, 2007.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, **Dentistry - Ceramic materials**, ISO 6872, 2008.

ISGRO, G.; KLEVERLAAN, C. J.; WANG,H.; FEILZER, A. J. The influence of multiple firing on thermal contraction of ceramic materials used for the fabrication of layered all-ceramic dental restorations. **Dental Materials**, v. 21, p. 557-564, 2005.

JUNG, S.; KIM, J.H. Sintering characteristics of TiO₂ nanoparticles by microwave processing. **Korean Journal of Chemistry Engineering**, v.27, n.2, p.645-650, 2010.

KATZ, J. D. Microwave sintering of ceramics. **Annual Review of Materials Science**, v.22, p.153-170, 1992.

KELLY, J. R. Dental ceramics: current thinking and trends. **The Dental Clinical of North America**, v.48, p.513–530, 2004.

KELLY, J. R.; CAMPBELL, S. D., Ceramics in dentistry: historical roots and current perspectives. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v.75, p. 18-32, 1996.

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

KHAJOTIA, S.S.; MACKERT JR J.R.; TWIGGS, S.W.; RUSSELL, C.M.; WILLIAMS, A.L. Elimination, via high-rate laser dilatometry, of structural relaxation during thermal expansion measurement of dental porcelains. **Dental Materials**, v.5, p. 390--396, 1999.

KRIEGSMANN, G. A. Hot spot formation in microwave heated ceramic fibres **IMA Journal of Applied Mathematics**, v.59, p.123-148,1997.

KRIEGSMANN, G.A. Pattern formation in microwave heated ceramics: cylinders and slabs. **IMA Journal of Applied Mathematics**, v.66, p.1-32, 2001.

LI, X; SHAW, L.L. Formation of leucite-free zone in laser densified porcelains **Materials Letters**, v.61, p. 3946--3950, 2007.

LI, Y.Z.; BIAN, J. J.; YUAN, L. L. A new glass-free low-temperature fired microwave ceramic. **Journal Material Science**, v.44, p. 328-330, 2009.

MACKERT JR., J. R., TWIGGS, S. W., EVANS-WILLIAMS, A. Isothermal anneal effect on leucite content in dental porcelain. **Journal of Dental Research**, 74, p. 1259-1265, 1995.

MARTINS, L. M.; LORENZONI, F. C.; FARIAS, B. C.; LOPES, L. D. S.; BONFANTE, G., RUBO, J. H. Comportamento biomecânico das cerâmicas odontológicas: revisão. **Cerâmica**, v.56, p. 148-155, 2010.

MCLEAN, J. W., Evolution of dental ceramics in the twentieth century, **The Journal of Prosthetic Dentistry**, 85, p. 61-66, 2001.

MENEZES, R. R.; KIMINAMI, R. H. G. A., Microwave sintering of alumina-zirconia nanocomposites, **Journal of Materials Processing Technology**, v.203, p. 513-517, 2008.

MENEZES, R. R.; SOUTO, P. M.; KIMINAMI, R. H. G. A. Sinterização de cerâmicas em Microondas. Parte I: Aspectos fundamentais. **Cerâmica**, v.53, p. 1-10, 2007a.

MENEZES, R. R.; SOUTO, P. M.; KIMINAMI, R. H. G. A., Microwave hybrid fast sintering of porcelain bodies, **Journal of Materials Processing Technology**, v.190, p. 223-229, 2007b.

NIGHTINGALE, S.A. Interfacial Phenomena in Microwave Sintering. **Ionics**, v.7, p.327-331, 2001.

NOHUT, S.; LU, C. Fracture statistics of dental ceramics: Discrimination of strength distributions. **Ceramics International**, v. 38, p.4979- 4990, 2012.

O'BRIEN, W.J. Dental Materials and Their Selection. **Quintessence Publishing** 3rd Ed., 2002.

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

ØILO, M; GJERDET, N.R.; TVINNEREIM, H.M. The firing procedure influences properties of a zirconia core ceramic. **Dental Materials**, v. 24, p.471-475, 2008.

OLIVA, E.A.; CHAVES, C.A.L.; MEDEIROS F.R.M.; CRUZ, C.A.S. Resistência à flexão de porcelanas feldspáticas convencionais processadas por injeção. **Revista de Odontologia da UNESP**, Araraquara, v. 38, n. 5, p.318-323, set/out. 2009.

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

PAN, E. G., RAVAEV, A. A., Microwave synthesis of advanced dental ceramic-alloy materials. **Materials Letters**, v.58, p.2679-2683, 2004.

PELAEZ-VARGAS, A.; DUSSAN, J.A.; RESTREPO-TAMAYO, L.F.; PAUCAR, C.; FERREIRA, J.A.; MONTEIRO, F.J. The effect of slurry preparation methods on biaxial flexural strength of dental porcelain. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v.105, n. 5, p.308-314, 2011

PRASAD, S.; MONACO, E.A.; KIM, H.; DAVIS, E.L.; BREWER, J.D. Comparison of porcelain surface and flexural strength obtained by microwave and conventional oven glazing. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v.101, n. 1, p.20-28, jan. 2009.

QUINN, G.D.; HOFFMAN, K.; QUINN, J.B. Strength and fracture origins of a feldspathic porcelain. **Dental Materials**, v. 28, p. 502-511, 2012.

RASMUSSEN, S.T.; NGAJI-OKUMU, W.; BOENKE, K.; O'BRIEN, W.J. Optimum particle size distribution for reduced sintering shrinkage of a dental porcelain. **Dental Materials**, v.13, p.43-50, jan. 1997.

SATO, T.; TSUJIA, K.; KAWASHIMAA, N.; SATO, S.; NAKAMURAC, Y. Effect of defect size on fracture strength of dental low fusion porcelain. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, v.38, p.77-82, 2004.

SINMAISIK, G.; ÖVEÇOĞLU, M.L. Physical properties and microstructural characterization of dental porcelains mixed with distilled water and modeling liquid. **Dental Materials**, v. 22, p.735-745, 2006.

SOUZA, J. C. M. de; NASCIMENTO, R. M. do; MARTINELLI, A. E.. Efeito da condensação e queima na formação de defeitos microestruturais em cerâmicas feldspáticas dentárias. **Cerâmica**, São Paulo, v. 53, 288-294, 2007 .

SUTTON, W. H. Microwave processing of ceramic materials. **American Ceramic Society Bulletin**, 68, p. 376-386, 1989.

TSETSEKOU, T.; PAPADOPOULOS, O.; ABAMOPOULOS. Microstructure effect on the properties of a commercial low fusing dental porcelain. **Journal of Materials Science: Materials in Medicine**, 13, p.407-416, 2002.

WANG, J.; BINNER, J.; VAIDHYANATHAN, B.; JOOMUN, N.; KILNER, J.; DIMITRAKIS, G. et al. Evidence For The Microwave Effect During Hybrid Sintering. **Journal of The American Ceramic Society**, 2006; 89: 1977-1982.

XIE,Z.; YANG, J; HUANG, X.; HUANG, Y. Microwave Processing and Properties of Ceramics with Diferent Dielectric Loss. **Journal of the European Ceramic Society**, v.19, p. 381-387, 1999.

YOSHIMURA, H.N.; MOLISANI, A.L.; SIQUEIRA, G.R.; CAMARGO, A.C.; NARITA, N.E.; CESAR, P.F.; GOLDENSTEIN, H. Efeito da porosidade nas propriedaes mecânicas de uma alumina de elevada pureza. **Cerâmica**, São Paulo, v. 51, p.239-251, 2005 .

YU, H.Y.; CAI, Z.B.; REN, P.D.; ZHU, M.H.; ZHOU, Z.R. Friction and wear behavior of dental feldspathic porcelain. **Wear**, v.261, p.611–621, 2006.