



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
CENTRO DE TECNOLOGIA E GEOCIÊNCIAS
CURSO DE PÓS – GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

**DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE CERÂMICAS PARA
FABRICAÇÃO DE PROTESES DENTARIAS.**

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA À UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
PARA OBTENÇÃO DO TÍTULO DE MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA

FERNANDO BEZERRA RAMOS FILHO

RECIFE, FEVEREIRO DE 2008.

R175d

Ramos Filho, Fernando Bezerra.

Desenvolvimento e caracterização de cerâmicas para fabricação de próteses dentárias / Fernando Bezerra Ramos Filho. - Recife: O Autor, 2008.

xi, 68 folhas, il : figs., tabs.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco. CTG. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, 2008.

Inclui Bibliografia.

1. Engenharia Mecânica. 2. Cerâmica Dentária. 3. Prótese Dentária-Desenvolvimento. I. Título.

UFPE

621

CDD (22. ed.)

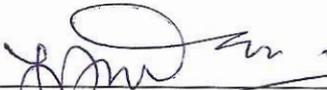
BCTG/2008-087

“DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE CERÂMICAS PARA
FABRICAÇÃO DE PRÓTESES DENTÁRIAS”.

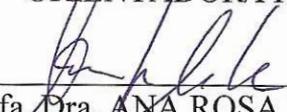
FERNANDO BEZERRA RAMOS FILHO

ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA ADEQUADA PARA OBTENÇÃO DO
TÍTULO DE MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA

ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: MATERIAIS E FABRICAÇÃO
APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO
CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA/CTG/EEP/UFPE

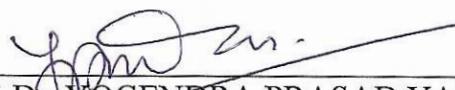


Prof. Dr. YOGENDRA PRASAD YADAVA
ORIENTADOR/PRESIDENTE



Profa. Dra. ANA ROSA MENDES PRIMO
COORDENADORA DO CURSO

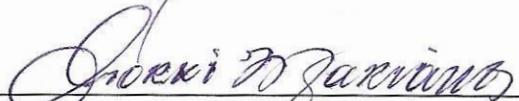
BANCA EXAMINADORA:



Prof. Dr. YOGENDRA PRASAD YADAVA (UFPE)



Prof. Dr. RICARDO ARTUR SANGUINETTI FERREIRA (UFPE)



Prof. Dr. GORKI MARIANO (UFPE)

Dedico este trabalho aos meus familiares e amigos que direta e indiretamente contribuíram para sua conclusão, pois as adversidades foram muitas, mas sempre tive o apoio e compreensão para que ocorresse sua conclusão.

“O trabalho me espera, e quero executá-lo da melhor maneira, do começo ao fim do dia”.

Estou feliz e espero dar a cada tarefa e a cada pessoa a melhor atenção.

Muitos estimariam estar no meu lugar, manipular coisas, estender atenções, ganhar o sustento, esquecer tribulações; mas, não podem. Não têm serviços ou sofrem impedimentos nos seus esforços.

Levo, ao final do dia, boa vontade, alegria e paz no espírito, o que me possibilita ajudar aos outros, distribuírem sorrisos e esperanças.

Rogo proteção a todos os que estão em trabalho, nos labores do pensamento ou das mãos, nos espaços aéreos, na terra ou no mar”.

“Obrigado, Senhor, muito obrigado ”.

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar, agradeço ao criador de tudo que existe, Deus. Pois se estou aqui realizando este trabalho é graças a sua bondade e benevolência com minha pessoa.

Agradeço à minha mãe, Nádia dos Santos Ramos, meu pai, Fernando Bezerra Ramos, minha esposa, Adriana Valeria de Paula Almeida, meus filhos, Rafael, Raíssa e Ananda e às minhas avós Guiomar Ferreira Barbosa e Suzana Bezerra Ramos (*in memoriam*) pelo esteio, pelo apoio incondicional e por suas contribuições em minhas formações pessoal e profissional.

Ao Tio e amigo Pedro Saturnino Barbosa, não somente pela preciosa amizade, como pela motivação, pela ajuda “braçal” e intelectual na execução deste trabalho e pela confiança.

Ao meu professor e orientador Yogendra Prasad Yadava, pela honestidade, por compartilhar seu conhecimento, por crer no meu potencial, pela paciência, pelas lições de vida e pela amizade que um mestre deve ter com seu discípulo.

Aos amigos de república em Aracaju. Pablo e João Ricardo (JR), pelo apoio e companheirismo.

A aluna de Iniciação Científica Daniella Guedes, pelo auxílio nas etapas experimentais.

Aos meus colegas do mestrado, em especial, Camila, Erwin, Janaína, Renata, Carlos, Álvaro, Euclides, Alesio e Aníbal devido o companheirismo e pelos momentos de descontração e tensão compartilhados.

Aos professores Ricardo A. Sanguinetti Ferreira, Noêmia G. de Mattos de Mesquita, Cezar Henrique Gonzalez, Ana Rosa Primo pelos ensinamentos transmitidos, atenção e presteza.

A prof.^a Dulcina M. P. F. de Souza e Dr. Glauber Godói do Departamento de Eng.^a de Materiais da Universidade Federal de São Carlos.

Aos meus amigos que não estão tão próximos assim, mas são verdadeiros. O fato de tê-los já é uma motivação para encarar os desafios que a vida nos reserva.

RESUMO

Atualmente, as qualidades dos produtos e do processamento têm vital importância em quase todos os setores econômicos em nossa sociedade. O desenvolvimento e caracterização de cerâmica para fabricação de próteses dentária vêm sendo buscados através de vários trabalhos ao longo da história. As cerâmicas odontológicas podem consistir principalmente em vidros, porcelanas, cerâmicas vítreas ou estruturas cristalinas. Elas possuem propriedades químicas, mecânicas, físicas e térmicas que a distinguem de outros materiais, tais como metais e resinas acrílicas. As propriedades das cerâmicas são desenvolvidas especialmente para aplicação odontológica por meio de um controle rígido do tipo e quantidade de componentes usados na sua produção. As cerâmicas odontológicas exibem uma resistência à flexão e tenacidade à fratura de moderado a excelente. As cerâmicas odontológicas são estruturas não-metálicas, inorgânicas e contêm principalmente, compostos de oxigênio com um ou mais elementos metálicos ou não-metálicos (alumínio, cálcio, lítio, sódio, titânio e zircônio).

A qualidade das cerâmicas depende, dentre outros fatores, das características físicas e químicas dos materiais usados em sua composição, visando à construção das próteses odontológicas metalo-cerâmicas. Deste modo, neste trabalho estudamos a composição de uma cerâmica, para fabricação de prótese dentária metalo-cerâmicas, as modificações ocorridas com adição de aditivos utilizados pelas indústrias cerâmicas, as reações que ocorre na interface da cerâmica com o metal, a microestrutura e propriedade mecânica (dureza), da respectiva cerâmica que é importada e comercializada em nosso estado, utilizada por vários profissionais, que obtém bons trabalhos. Estudamos as mesmas reações e propriedades após confecção de amostras de próteses com a formulação original (PURA) e as que foram preparadas com aditivos, separadamente, usados na indústria cerâmica tradicionais: CMC, ADCER e TIXOLAM. Suas propriedades foram estudadas por difratometria de raios -X, análise de área superficial (BET), microdureza Vickers e microscopia eletrônica de varredura. Podemos constatar a melhoria na microestrutura, na interface entre a cerâmica e o metal e aumento da dureza nas próteses que usaram os aditivos CMC e ADCER.

Palavras Chaves: prótese dentária, cerâmica dentária, desenvolvimento, caracterização.

ABSTRACT

Currently, the processing and product qualities have vital importance in almost all the economic sectors in our society. Development and characterization of ceramics for manufacture of dental prostheses are being investigated by various workers throughout the history. The dental ceramics can be constituted mainly of glasses, porcelains, vitreous and crystalline ceramics. They possess chemical, mechanical, physical and thermal properties that distinguish them from other materials, such as metals and acrylic resins. The properties of ceramics are especially developed for prostheses applications by means of a rigid control of the type and amount of components used in its production. The dental ceramics present moderate to excellent bending strength and fracture toughness. The dental ceramics possess non-metallic inorganic structures and contain mainly, metallic or non-metallic compounds of oxygen with one or more elements (aluminum, calcium, lithium, sodium, titanium and zirconium etc.).

The quality of ceramics depends, amongst other factors, on the physical and chemical characteristics of the materials used in its composition, aiming to the fabrication of metallo-ceramic prostheses. In this way, in this work we have studied the composition of ceramics for the fabrication of dental metallo-ceramic prostheses, the modifications occurred with the additive addition used by the ceramic industries, the reactions that occur at the interface of ceramics with the metal, the microstructure and mechanical properties (hardness) of the respective ceramic that is imported, commercialized in our state and utilized by various professionals who produce good works. We have studied the same reactions and properties after confection of samples of prostheses with the original formularization (PURE) and the ones that had been prepared with additives, separately, used in the traditional ceramic industries: CMC, ADCEER and TIXOLAM. Their properties were studied by X-ray diffractometry, analysis of superficial area (BET), Vickers microhardness and scanning electron microscopy. We can evidence the improvement in the microstructure, the interface between ceramics and the metal and increase of the hardness in the prostheses that were fabricated by using CMC and ADCER additives.

Key words: dental prostheses, dental ceramics, development, characterization.

ÍNDICE

1. INTRODUÇÃO	1
2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS	2
2.1. Cerâmicas	2
2.1.1 Cerâmicas Tradicionais	3
2.1.2 Cerâmicas Avançadas	3
2.2. Processamentos de Materiais Cerâmicos	4
2.2.1 Sinterização	5
2.2.2 Crescimento do Grão	5
2.2.3 Recristalização Secundária	5
2.2.4 Sinterização no Estado Sólido	6
2.2.5 Densificação	8
2.3. Microestrutura e Propriedades da Cerâmica	9
2.3.1 A Microestrutura	9
2.3.2 Propriedades Mecânicas	11
2.4. Cerâmicas Odontológicas	12
2.4.1 Breve Histórico da Cerâmica Odontológica	12
2.4.2 Classificação das Cerâmicas Odontológicas	15
2.4.3 Porcelana Feldspática	16
2.4.4 Condensação da Porcelana	17
2.4.5 Sinterização da Porcelana	18
3. METODOLOGIA E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	19
3.1 Processos para Confecção do Modelo em Gesso da Dentição do Paciente	19
3.2 Casquetes Fundidos para Prótese Metalocerâmica	21

3.3 Técnicas para Fundição de Casquete de Prótese Metalocerâmica.	22
3.3.1 Ceroplastia	22
3.3.2 A Inclusão e Expansão Térmica do Revestimento	23
3.3.3 Fundição	24
3.3.4 Acabamento	25
3.4 Preparação para Aplicação da Cerâmica no Casquete e sua Queima	27
3.5 Escolhas da Cerâmica e Aditivo	30
3.6 Difratomia de Raios-X	30
3.7. Microscopia Eletrônica de Varredura, Análise do MEV	33
3.8 Análise por fluorescência de raio X com Espectrômetro de fluorescência. (XRF)	34
3.9. Análise de Área Superficial (BET)	35
3.10 Ensaios Mecânico de Microdureza (MH_v)	35
3.11 Preparos da Mistura da Cerâmica com os Aditivos	36
3.12 Confeções das Amostras para Análises e Ensaio	37
3.13 Preparação de Amostras para Ensaios de Microdureza	38
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES	40
4.1. Análise da cerâmica e dos aditivos antes da sinterização	40
4.2. Resultado de Análises Semi-quantitativas da Cerâmica e dos Aditivos pela Caracterização por Difração de Raios-X	40
4.3. Difratomia de Raios – X (DRX) da Cerâmica Pura em Pó	42
4.4 Análise por Dispersão de Energia de Raio-X da Cerâmica Pura em Pó (EDX)	43
4.4.1 Resultados do MEV utilizando 30000 de Magnificação	43
4.4.2 Resultados do MEV utilizando 20000 de Magnificação	44
4.5 Micrografias obtidas pelo MEV do pó da Cerâmica PURA	45
4.6 Análise do BET da Cerâmica Pura em Pó	47

4.7 Análise Visual das próteses confeccionadas	47
4.8 Microdureza Vicker's	50
4.9 Caracterização por Difração de Raios-X das Próteses Confeccionadas (DRX)	51
4.10 Microestrutura	53
4.10.1 Micrografia da Cerâmica PURA	53
4.10.2 Micrografia da Cerâmica com Aditivo CMC	55
4.10.3 Micrografia da Cerâmica com Aditivo ADCER	56
4.10.4 Micrografia da Cerâmica com Aditivo TIXOLAM	58
4.11 Comparações das Micrografias das próteses confeccionadas.	60
4.12 Análise das interfaces das próteses confeccionadas.	61
4.13 Análise por Dispersão de Energia de Raio-X das Próteses Confeccionadas (EDX)	62
4.13.1 Análise efetuada na parte cerâmica da amostra confeccionada com o CMC.	62
4.13.2 Análise efetuada na parte cerâmica da amostra confeccionada com o TIXOLAM.	62
5. CONCLUSÕES	64
6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	65
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	66

ÍNDICE DE FIGURAS

2.2.1 – Principais etapas usualmente envolvidas no processamento de materiais cerâmicos (Pandolfelli, 2000).	4
2.2.4.(a): Mudança na forma dos poros não requer, necessariamente, o encolhimento.	6
2.2.4.(b): Estágio inicial da sinterização por difusão	7
2.2.4.(c): Mudança na forma dos poros não requer, necessariamente, o encolhimento	8

2.2.5 - Microscopia eletrônica de varredura (MEV) mostrando a união entre os grãos na forma de “pescoços”, por onde ocorre difusão atômica (Ohring, 1996)	9
2.3.1 Micrografia de (MEV) mostrando a união entre os grãos na forma de pescoços, por onde ocorre difusão atômica (Ohring, 1996).	10
2.3.2: (a) poros localizados dentro de um grão. (b) Poros localizado são longo dos contornos grãos	13
2.4.2 Gráfico da classificação das cerâmicas odontológicas	15
3.1.1. Molde de uma dentição	19
3.1.2 Placa de cera com molde da oclusão	19
3.1.3. Modelo em gesso da dentição superior e inferior	20
3.3.1. Esquema do padrão de cera, corretamente posicionado na base formadora de cadinho do anel de fundição e pronto para receber revestimento	23
3.3.2 monobloco de ponte	23
3.3.3, vista superior da centrifuga para fundição utilizada por nos.	25
3.3.4 acabamento superficial com brocas de “carbide”	26
3.3.5 Peça fundida pronta para receber o tratamento de queima de oxidação	26
3.4.1 Casquete após o tratamento de oxidação	27
3.4.2 Casquete com a primeira camada de opaco	27
3.4.3 Forno de cerâmica utilizado em nosso trabalho	27
3.4.4 Casquete com 100% de cobertura de opaco	28
3.4.5 Casquete após 2ª queima	28
3.4.6 Aplicação da camada de Dentina Opaca para estabilização das cores, em especial com espaço reduzido	28
3.4.7 Aplicação da massa de Dentina de acordo com a cor escolhida	28
3.4.8 Aplicação de Massa Incisal Transparente (Opcional para otimizar a Transmissão de luz).	29
3.4.9 resultado após levar a prótese para queima no forno para cerâmica, obtemos assim uma superfície brilhante.	29
3.4.10 resultado de correção após aplicação da massa glaze	29

3.4.11 verificação do brilho da peça	30
3.6.1. Diagrama esquemático de um tubo para geração de raios-X	31
3.6.2: Difração de raios-X pelos planos de um sólido cristalino	32
3.7.1: Modo de funcionamento do Microscópio Eletrônico de Varredura	33
Figura 3.10.1: Medida das diagonais de indentação em ensaio de dureza Vickers	36
3.11 Balança analítica modelo FA2104N	36
3.12.1. Bancada para aplicação da porcelana no casquete metálico	37
3.12.2. Aplicação da porcelana no casquete para confecção das amostras.	37
3.12.3 Colocação das amostras no forno para queima	38
3.13 Amostra de CMC, ADCER e PURA	39
3.13.1 Equipamento de microscopia para análise Metalografica de fabricação da Reichert nº de serie 319914	39
4.2.1 Gráfico de análise da cerâmica pura por fluorescência de raio-X	41
4.2.2 Gráfico da análise dos aditivos	41
4.2.3 Gráfico dos percentuais da Carboximetilcelulose	42
4.3.1-Difratograma da amostra do pó da cerâmica utilizada	43
4.4.1 Resultado do espectro utilizando o MEV	43
4.4.2 Resultado do espectro utilizando o MEV	44
4.4.3. Observamos cinco micrografias acima(a, b)	45
4.4.3. Observamos cinco micrografias acima (c, d, e)	46
Fig. 4.6.1 micrografias da granulometria, cerâmica PURA.	47
4.7.1 Amostra das próteses confeccionada com 1% de PURA	47
4.7.2. Amostra das próteses confeccionadas com 1% de CMC	48
4.7.3. Amostra das próteses confeccionadas com 1% de ADCER	48
4.7.4. Amostra das próteses confeccionadas com 1% de Tixolam.	49
4.7.5 Amostras das proteses confeccionadas	49

.4.8.1 gráfico da Microdureza Vickers	50
4.9.1 Espectro de difração de raio-X da Cerâmica PURA	51
4.9.2 Espectro de difração de raio-X da Cerâmica ADCER	51
4.9.3 Espectro de difração de raio-X da Cerâmica com CMC	52
4.9.4 Espectro de difração de raio-X da Cerâmica com TIXOLAM	52
4.10.1(a) Micrografia da Cerâmica PURA, no modo (elétron secundário-SE)	53
4.10.1(b) , Micrografia da Cerâmica PURA ,no modo (elétrons retro espalhados -BSE)	53
4.10.1(c) Micrografia da Cerâmica PURA, no modo MIX	54
4.10.2 (b) Micrografia da Cerâmica com Aditivo CMC, no modo (elétrons retro espalhados -BSE)	55
4.10.2(c) Micrografia da Cerâmica com Aditivo CMC, no modo (SE)	56
4.10.2(d) Micrografia da Cerâmica com Aditivo CMC, no modo MIX	56
4.10.3(a), Micrografia da Cerâmica com Aditivo ADCER , no modo (elétrons retro espalhados -BSE)	57
4.10.3(b) Micrografia da Cerâmica com Aditivo ADCER, no modo (SE)	57
4.10.3(c) Micrografia da Cerâmica com Aditivo ADCER, no modo MIX	58
4.10.4 (a) Micrografia da Cerâmica com Aditivo TIXOLAM, no modo (elétron secundário-SE)	58
4.10.4 (b) Micrografia da Cerâmica com Aditivo TIXOLAM, no modo (elétrons retro espalhados -BSE)	59
4.10.4(c) Micrografia da Cerâmica com Aditivo TIXOLAM, no modo MIX	59
4.11-Comparação das micrografias das próteses confeccionadas	60
4.12 Micrografias das interfaces das próteses confeccionadas.	61
4.13.1 Espectro da análise com CMC	62
4.13.2 Espectro da análise com TIXOLAM	62
4.13.3 Gráfico com os percentuais da composição dos elementos das próteses confeccionadas	63

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 2.3 Classificação das propriedades em função de sua dependência da microestrutura	11
Tabela 4.2-Composições da Cerâmica e Aditivos pela Caracterização por microfluorescência de Raios-X (μ -XRF)	43

1. INTRODUÇÃO

As cerâmicas constituem uma vasta classe de materiais cujas principais características - que as tornam materiais interessantes para diversas finalidades -, são elevada capacidade térmica, resistência à corrosão, o fato de poderem ser, isolantes, condutoras ou supercondutoras, apresentarem propriedades magnéticas ou ausência de magnetismo e de serem duras e resistentes, mas frágeis. Muito das novas tecnologias incorporam componentes cerâmicos devido a suas propriedades químicas, elétricas, mecânicas, térmicas e estruturais.

As cerâmicas odontológicas consistem especialmente em vidros, porcelanas, cerâmicas vítreas ou estruturas cristalinas. Possuindo propriedades químicas, mecânicas, físicas e térmicas que nos possibilita distingui-las de outros materiais, tais como metais e resinas acrílicas muito utilizadas em próteses odontológicas. O desenvolvimento das propriedades das cerâmicas odontológicas é feito através de pesquisas e por meio de um rigoroso controle do tipo e quantidade de compostos usados na sua produção. Sendo as cerâmicas mais resistentes à corrosão que os plásticos, e os metais mais tenazes que as cerâmicas e os plásticos. As cerâmicas normalmente não reagem com a maioria dos líquidos, gases, substâncias alcalinas e ácidas, e permanecem estáveis por um longo período. As cerâmicas odontológicas possuem uma resistência à flexão e tenacidade à fratura de moderada a excelente. Uma das cerâmicas mais resistentes, o dióxido de zircônio, possui uma resistência à flexão similar à do aço, embora a tenacidade à fratura dos metais seja muito maior do que a da zircônia. Apesar das cerâmicas terem alta resistência às temperaturas e baixa resiliência, elas são friáveis e podem sofrer fratura quando submetidas a flexões ou expostas seguidamente ao calor e ao frio. Sendo a grande parte das cerâmicas compostos de oxigênio com metais leves ou semi-metais (metalóides) que possuem algumas propriedades dos metais e dos não-metais, mas geralmente são de natureza não-metálica.

Abordaremos em nosso trabalho uma cerâmica utilizada na produção de próteses dentária, em especial, próteses metalo-cerâmicas. Iremos verificar a composição da cerâmica, as modificações ocorridas com adição de aditivos utilizados pelas indústrias cerâmicas tradicionais, as reações que ocorre na interface da cerâmica com o metal, tamanho dos grãos e propriedade mecânica (dureza). Para realizarmos este estudo iremos utilizar a cerâmica pura e fazer a mistura da mesma, cerâmica, com os três aditivos a 1% separadamente, percentual utilizado na indústria por orientação dos fabricantes, e confeccionar as próteses com quatro peças de cada composição para proceder aos ensaios e análises.

Esperamos com este trabalho poder ajudar aos pesquisadores e profissionais que fazem uso de cerâmica para próteses com um melhor conhecimento da sua composição e na possibilidade de melhoria das mesmas com o uso de aditivos usados na indústria tradicional de cerâmicas.

2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

2.1 Cerâmicas

As cerâmicas constituem uma vasta classe de materiais presentes nos mais diversos setores da sociedade. A aplicabilidade da cerâmica no cotidiano está relacionada a aspectos como acabamento, estética, higiene, durabilidade e conforto (acústico, por exemplo).

Trata-se de uma das atividades técnicas mais antigas do Homem. Há cerca de 25.000 anos, antes de dominar os metais, usando ferramentas e armas de ossos e pedras e usando roupas de pele, ele já havia iniciado a manufatura de artigos cerâmicos primitivos. As relíquias pré-históricas mais antigas contêm fragmentos de cerâmica crua e pedras lascadas. Provavelmente, a cerâmica foi descoberta pelo homem pouco tempo após a descoberta do fogo, quando ele criou os primeiros utensílios com a argila queimada. Posteriormente, os produtos cerâmicos tornaram-se mais variados e melhor adaptados a finalidades específicas (Ryshkewitch, 1960), de modo que hoje a indústria cerâmica tem a característica de ser básica para muitas outras indústrias, por exemplo: Refratários é a base para a indústria metalúrgica, abrasivos são fundamentais para ferramentas, vidros são fundamentais para a indústria automobilística, bem como a construção civil e as indústrias elétricas e eletrônicas, e assim sucessivamente. Muito das novas tecnologias incorporam componentes cerâmicos devido a suas propriedades químicas, elétricas, mecânicas, térmicas e estruturais. Deste modo, pode-se atribuir a importância das cerâmicas não só ao fato de serem básicas a outras indústrias, mas também ao fato de possuírem propriedades críticas a muitas aplicações (Kingery, 1960).

A Cerâmica tem um papel importante para a economia do país, com participação no PIB (Produto Interno Bruto) estimado em 1%, correspondendo a cerca de 6 bilhões de dólares (Preserve Projetos Ambientais, 2003). O setor industrial da cerâmica é bastante diversificado e pode ser dividido em diversos segmentos: cerâmica vermelha, materiais de revestimento, materiais refratários, louça sanitária, isoladores elétricos de porcelana, louça de mesa, cerâmica artística (decorativa e utilitária), filtros cerâmicos de água para uso doméstico, cerâmica técnica e isolantes térmicos. No Brasil existem todos estes segmentos, com maior ou menor grau de desenvolvimento e capacidade de produção, além disso, dos fabricantes de matérias-primas sintéticas para cerâmica (alumina calcinada, alumina eletro fundida, carbetto de silício e outras), de vidrados e corantes, gesso, equipamento e alguns produtos químicos auxiliares.

Tecnicamente, cerâmica (do grego “Keramos”, que significa material queimado), pode ser definida como a arte e ciência da produção e utilização de artigos sólidos que têm como componentes essenciais materiais inorgânicos e não metálicos (Kingery, 1960). Esta é uma definição ampla, na qual estão incluídos materiais como porcelana, refratários, abrasivos, esmaltes, cimento e vidro, materiais magnéticos não metálicos, ferroelétricos, monocristais manufaturados e uma grande variedade de outros produtos recentemente desenvolvidos.

Dentre as principais características das cerâmicas que as tornam materiais interessantes para diversas finalidades podem citar a elevada capacidade térmica, resistência à corrosão, o fato de poderem ser isolantes, condutoras ou supercondutoras, apresentarem propriedades magnéticas ou ausência de magnetismo e de serem duras e resistentes, porém frágeis. Tais propriedades estão relacionadas aos tipos de ligação existente no material. Nos materiais cerâmicos ocorrem dois tipos de ligação interatômica: as ligações iônicas e as covalentes, em geral, coexistindo num mesmo composto. As características finais do material dependem do mecanismo de ligação

dominante, mas o caráter forte e direcional destas ligações requer elevadas temperaturas para o rompimento, dificultando o deslocamento relativo entre os átomos vizinhos, reduzindo drasticamente a sua capacidade de deformação plástica (Ohring, 1992). Assim, as cerâmicas apresentam alta dureza e sua fratura tem caráter frágil.

A classe de materiais cerâmicos pode ser subdividida em duas: cerâmicas tradicionais e cerâmicas avançadas. Esta classificação leva em conta, basicamente, fatores de processamento, matéria – prima e área de aplicação.

2.1.1 Cerâmica Tradicional

As cerâmicas tradicionais são as que envolvem as indústrias do silicato: produtos argilosos, cimento e vidros silicatos (Kingery, 1960). Isto significa, em termos práticos: cerâmica vermelha (materiais com coloração avermelhada empregados na construção civil, tais como tijolos, e telhas, além de utensílios domésticos e de adorno), cerâmica ou materiais de revestimento (azulejos, placas ou ladrilhos para piso e pastilhas), cerâmica branca (materiais constituídos por um corpo branco, em geral, recobertos por uma camada vítrea, tais como louça sanitária, louça de mesa, adornos), materiais refratários, abrasivos, vidro, cimento e cal. O processamento das cerâmicas tradicionais requer um controle menos rigoroso sem o comprometimento da qualidade do produto final. As principais matérias – primas empregadas são: argila, caulim, quartzo, feldspato, filito, talco, calcita, dolomita, magnesita, cromita, bauxita, grafita e zirconita, quase sempre de origem natural.

2.1.2 Cerâmicas Avançadas

As cerâmicas avançadas envolvem processamentos rigorosamente controlados de matérias – primas sintéticas de elevada pureza (Callister, 1999), de onde se obtêm produtos de propriedades controladas, com inúmeras funções: eletrônica, magnética, óptica, química, térmica, mecânica, biológica, nuclear.

Em geral utilizam-se como precursores para cerâmicas avançadas óxidos, nitretos, carbonatos e boratos na forma de pó. Estes óxidos e sais são obtidos por via sintética, de modo a assegurar a pureza, a morfologia e o tamanho de partículas (Ohring, 1992), que serão de grande importância na determinação das propriedades finais do produto.

A alta tecnologia tem com as cerâmicas avançadas uma relação de mão dupla: muitas novas tecnologias se desenvolvem e/ou se aprimoram em função de suas vantajosas e bem determinadas propriedades (alto ponto de fusão, estabilidade térmica, entre outras) e, por outro lado, o avanço na ciência e nas pesquisas em novos materiais permite o desenvolvimento de novos materiais para atender a determinadas exigências de projeto. Por estas razões, a utilização dos produtos deste segmento é intensa e a cada dia tende a ampliar-se. Como alguns exemplos, podem-se citar: naves espaciais (isoladores térmicos), encapsuladores de chips, satélites, centrais nucleares, implantes em seres humanos, componentes eletrônicos de aparelhos de som e de vídeo, suporte de catalisadores para automóveis, sensores (umidade, gases e outros), ferramentas de corte, brinquedos, varistores, pára-raios.

2.2 Processamentos de Materiais Cerâmicos

As propriedades das cerâmicas, bem como dos demais materiais, são fundamentalmente influenciadas pela qualidade das matérias-primas a partir das quais as mesmas são fabricadas e pela microestrutura final. Assim sendo, qualquer tentativa de controle das propriedades de um produto deve passar pelo entendimento das propriedades básicas dos materiais, bem como pelo processo de fabricação durante o qual a microestrutura se desenvolve.

O processamento de materiais cerâmicos segue uma série de etapas. De início, conforma-se uma peça cerâmica a partir de sistemas particulados (ou pós). Diversas técnicas podem ser empregadas para conformar os pós-cerâmicos. Com o produto conformado faz-se a secagem, depois a queima e obtêm-se os produtos cerâmicos como mostrado na Figura 2.2.1

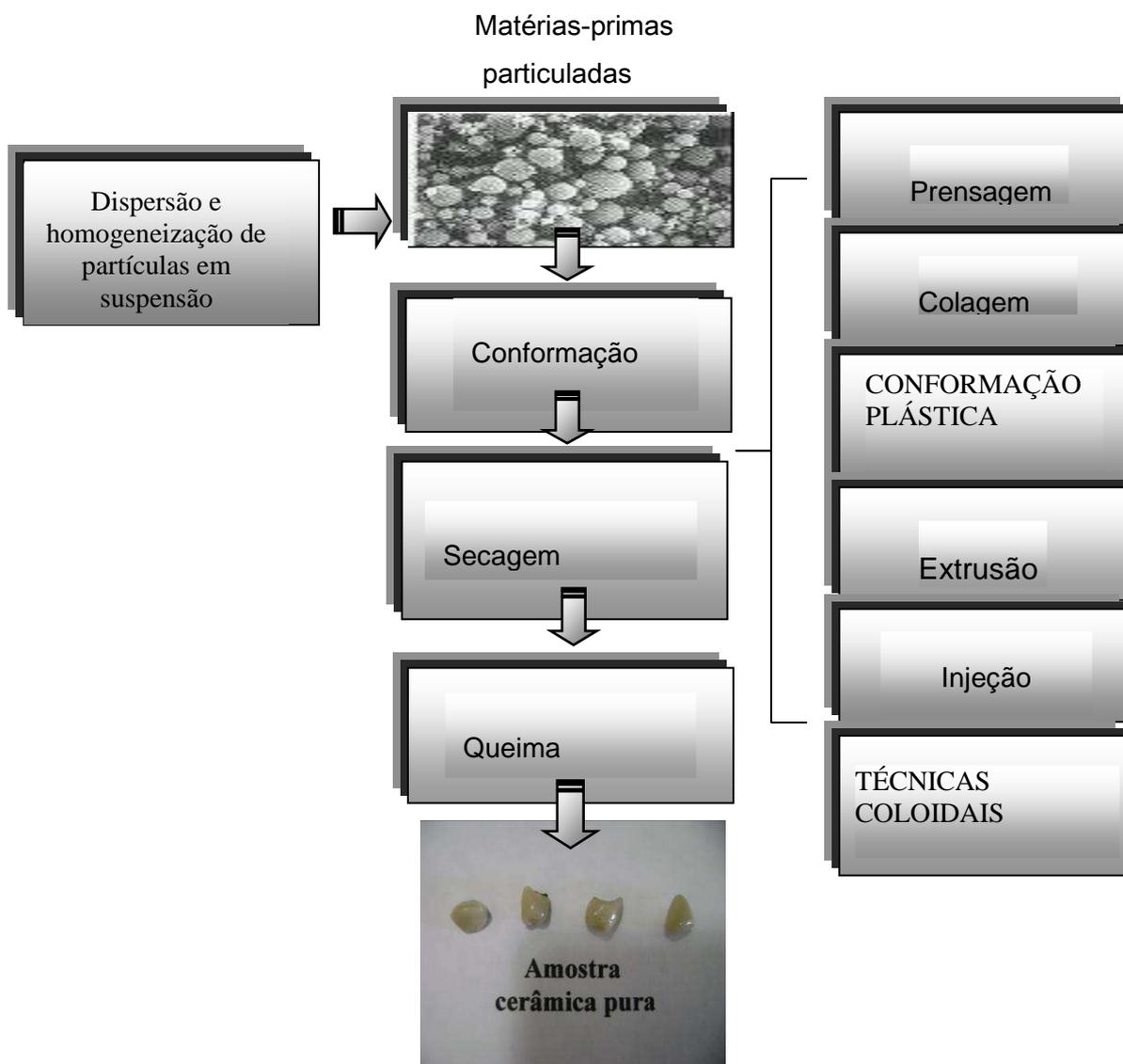


Figura 2.2.1 – Principais etapas usualmente envolvidas no processamento de materiais cerâmicos (Pandolfelli, 2000).

2.2.1 Sinterização

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

No zero absoluto de temperatura os átomos encontram-se no seu mais baixo nível de energia. A elevação da temperatura provoca um aumento em suas vibrações, dando início ao processo de difusão, mecanismo pelo qual ocorre transporte atômico através da matéria. A difusão é a migração paulatina dos átomos de um ponto a outro da rede quando duas condições são satisfeitas: a existência de um sítio adjacente vazio e energia suficiente do átomo para quebrar as ligações com átomos vizinhos, causando, desta maneira, distorção na rede durante o deslocamento (Callister, 1999).

2.2.2 Crescimento de Grão

O aumento da mobilidade atômica durante o processo de queima (promovido pelo aumento da temperatura) permite que as forças de tensão superficial consolidem o “corpo” do objeto e reduzam a porosidade. Se a retração ocorre de maneira irregular, podem surgir tensões, deformações e trincas, o que torna necessário o controle de uniformidade da temperatura: um rápido encolhimento ou contração da superfície pode gerar tensões suficientemente grandes para provocarem falhas. Durante o processo de queima, podem ocorrer mudanças inicialmente em decorrência da decomposição ou transformações de fase em alguma das fases presentes. Com a continuidade do aquecimento, três fenômenos principais podem ocorrer: aumento do tamanho dos grãos, mudança no formato dos poros e mudança no tamanho dos mesmos, geralmente com redução da porosidade (Kingery, 1960).

2.2.3 Recristalização Secundária

A recristalização secundária é um processo muito comum, ocorrendo quando o crescimento contínuo dos grãos é inibido pela presença de impurezas ou poros. Nesta situação, os únicos contornos habilitados a se mover são aqueles com curvatura muito maior que a média, ou seja, os grãos exagerados com contornos altamente curvados estão habilitados a crescer, enquanto o material da matriz permanece com tamanho de grãos uniforme (Chiang, 1997). A força motriz da recristalização secundária está diretamente relacionada com a diferença entre a menor energia de superfície dos grãos grandes e a grande energia de superfície dos grãos de pequenos raios de curvatura adjacentes. A recristalização secundária afeta tanto a sinterização de cerâmicas quanto as propriedades resultantes. O crescimento excessivo de grãos é freqüentemente danoso às propriedades mecânicas, pois aumenta a tensão nos contornos de grãos.

Nas cerâmicas policristalinas as inclusões mais comuns são poros, que geralmente não são, nem imóveis, nem esféricos, nem de tamanho constante ou de fração volumétrica constante, devido à densificação durante o tratamento térmico. Desta maneira, o crescimento de grãos em cerâmicas porosas é complexo.

Alguns fatores relativos ao crescimento descontínuo dos grãos – variações locais na taxa de crescimento - são não uniformidade no conteúdo de impurezas, fase líquida e porosidade. A heterogeneidade no empacotamento do corpo verde pode levar a variações na taxa de densificação, com as regiões mais densas exibindo,

subseqüentemente um crescimento de grãos mais rápido. Essas desuniformidades são, geralmente, irreversíveis (Kingery, 1960).

2.2.4 Sinterização no Estado Sólido.

O estudo da sinterização consiste na relação entre o aspecto estrutural da peça sinterizada (porosidade residual, fases presentes, tamanho médio de grão e distribuição de tamanho de grão, homogeneidade estrutural, etc.) e as características do pós utilizados, levando-se em conta as condições de sinterização (temperatura, tempo, atmosfera). A faixa de temperatura na qual ocorre a sinterização é de 0,5 a 0,8 vezes a temperatura de fusão do material (Ohring, 1992).

Na sinterização no estado sólido ocorre o transporte de materiais sem a existência de qualquer fase líquida. A figura (2.2.4.1) resume o princípio da sinterização em fase sólida, onde inicialmente há duas partículas, entre as quais existem suas superfícies (contornos de alta energia). Posteriormente, as partículas se unem em um contorno de menos energia.

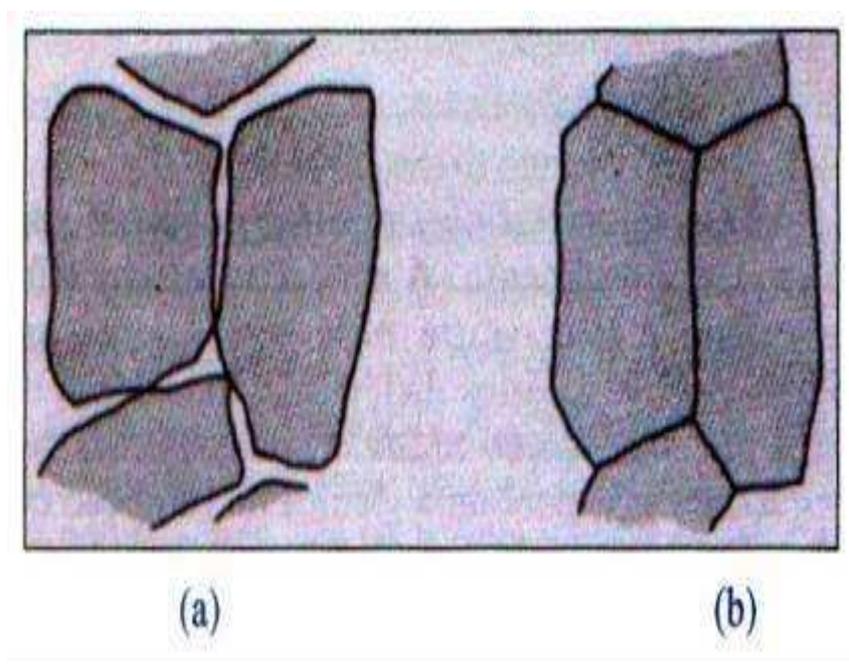


Figura 2.2.4.1: Sinterização em estado sólido (a) Partículas antes da sinterização com duas superfícies adjacentes (b) Após a sinterização os grãos são delimitados por um contorno (Barros, 2003)

Alguns destes processos conduzem à densificação através da aproximação dos centros das partículas, enquanto outros conduzem ao coalescimento. Neste último há um aumento do pescoço entre grãos, o qual leva a uma redução da área superficial específica, sem encolhimento. Geralmente a densificação é desejada, de modo que se procura promover os mecanismos que conduzem a ela, em detrimento dos demais (Chiang, 1997).

De todos os mecanismos citados, a difusão parece ser o mais significativo (Van Vlack, 1964). Neste caso, a diferença de energia livre ou potencial químico entre a área

do pescoço e a superfície da partícula representa uma força motriz que provoca a transferência de material da maneira mais rápida possível. A figura 2.2.4.2 mostra os estágios iniciais do mecanismo de sinterização por difusão.

O material migra do limite entre duas partículas em direção à região do pescoço com um movimento equivalente ao dos centros das partículas, um em direção ao outro, provocando mudanças no tamanho e na forma dos poros com uma correspondente redução da porosidade.

A primeira lei de Fick da difusão postula que o fluxo atômico, J , dado em átomo/cm².s, é proporcional ao gradiente de concentração da espécie dc/dx , e se relaciona a essa grandeza por meio do coeficiente de difusão D , dado em (cm²/s):

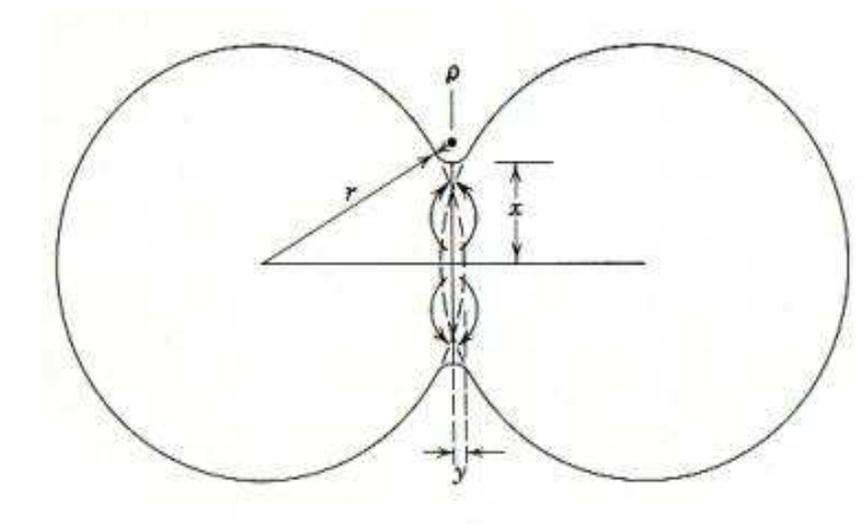


Figura 2.2.4.2: Estágio inicial da sinterização por difusão

$$J = -D \frac{dc}{dx} \quad (2.2.4)$$

O coeficiente de difusão, por sua vez, é dependente de três fatores: natureza do soluto (menor raio atômico, maior coeficiente de difusão), tipo de estrutura (menor fator de empacotamento, maior coeficiente de difusão) e temperatura (o processo de difusão é termicamente ativado e pode ser considerado um caso típico de fenômeno de transporte) (Barros, 2003; Sanguinetti Ferreira, 2002).

Conforme dito anteriormente, o processo difusional é termicamente ativado e o coeficiente de difusão, como regra geral, obedece à lei de Arrhenius:

$$D = D_0 \exp\left[-\frac{E_A}{kT}\right] \quad (2.2.5)$$

onde D_0 é o fator de frequência (cm²/s), E_A é a energia de ativação empírica (Joules/mol) e k é a constante de Boltzmann, cujo valor é $1,38 \times 10^{-23}$ Joules/mol. K

As mudanças que ocorrem durante o processo de queima são relacionadas a três fatores:

1. Mudanças no tamanho e na forma dos grãos;
2. Mudanças na forma dos poros;
3. Mudanças no tamanho dos poros.

Os tipos de mudanças que podem ocorrer estão ilustrados na figura 2.2.4.3, que mostra que os poros inicialmente presentes podem mudar de forma, tornando-se canais ou esferas isoladas, sem necessariamente mudar de tamanho. É mais comum, entretanto, ambos os fenômenos ocorrerem durante a queima, de modo que os poros se tornam menores e mais esféricos (Kingery, 1960; Callister, 1999):

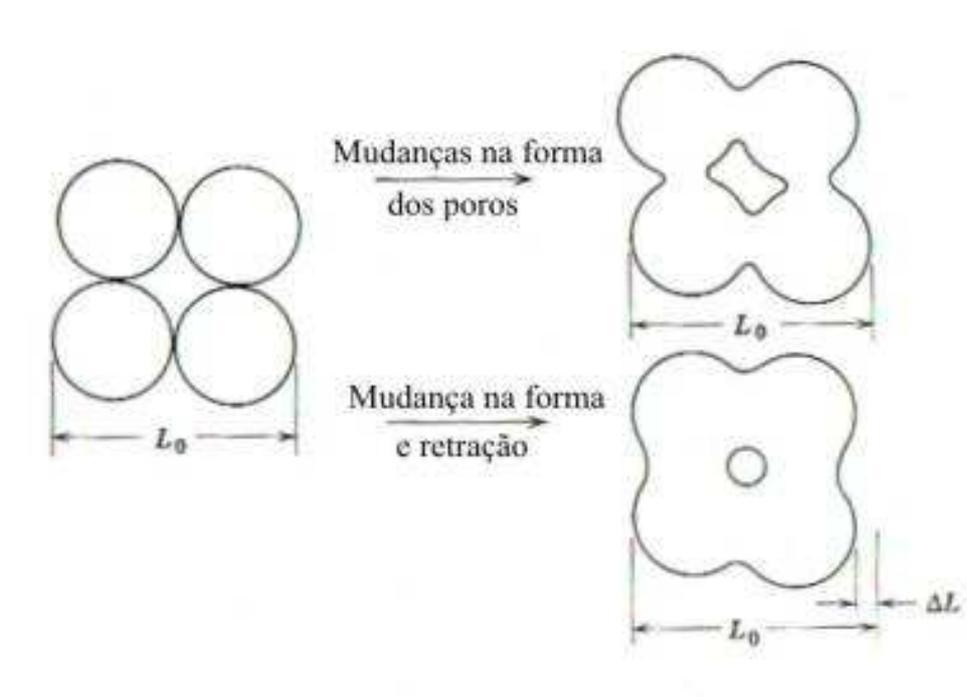


Figura 2.2.4.3: Mudança na forma dos poros não requer, necessariamente, o encolhimento.

2.2.5 Densificação

De acordo com dois processos de transporte de material são possíveis: evaporação-condensação e difusão superficial. Ambos são mecanismos de

coalescimento que movem material da superfície da partícula para o pescoço, conduzindo à redução de energia superficial. Nenhum dos dois processos causa densificação, uma vez que não há remoção de massa do plano entre as partículas.

Os mecanismos de densificação (na ausência de escoamento viscoso e de deformação plástica) são aqueles nos quais o plano de contorno de grãos serve como fonte para o transporte difusional e o pescoço como um absorvedouro ou repositório para átomos. O transporte pode ocorrer ao longo do contorno de grão ou através da rede. Em ambos os casos, a força motriz é o gradiente de tensão entre a superfície do pescoço e o plano de contorno de grão (Chiang, 1997, Reed, 1982). O mecanismo de difusão é o único de sinterização em estado sólido que é prioritariamente responsável pela densificação em sistemas sinterizados sem a presença de fase líquida (Kingery, 1960).

Os processos de evaporação–condensação, difusão superficial, difusão em contorno de grãos e difusão em rede são vias concorrentes de transporte. Na queima, o mecanismo que conduzir a uma maior taxa de crescimento de pescoço será o mecanismo dominante e causará coalescimento ou densificação. Ver a micrografia por MEV Fig. 2.2.5.

De um modo geral, a densificação continua ocorrendo pelo processo de difusão até que se atinja aproximadamente 10% de porosidade. A partir deste ponto começa um rápido crescimento dos grãos por recristalização secundária e a taxa de densificação reduz bruscamente. Para continuar a densificação acima deste nível, faz-se necessário prevenir a recristalização secundária. A maneira mais eficiente é o uso de **aditivos finamente particulados** uniformemente disperso na estrutura que, previne, ou ao menos reduz, a migração de contornos a um ponto em que é possível obter a eliminação de poros.

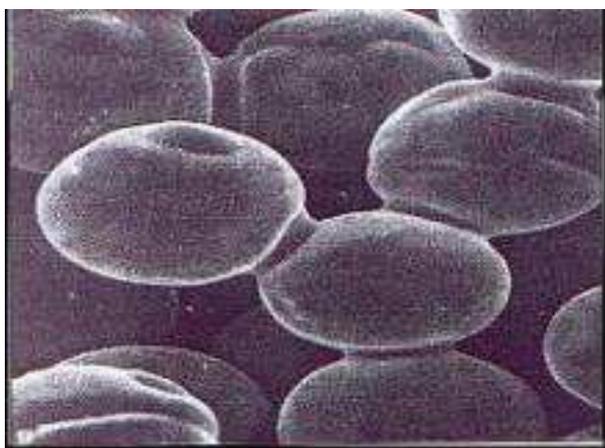


Figura 2.2.5 - Microscopia eletrônica de varredura (MEV) mostrando a união entre os grãos na forma de “pescoços”, por onde ocorre difusão atômica (Ohring, 1996).

2.3 Microestrutura e Propriedades

2.3.1. A Microestrutura

A microestrutura de um material é constituída das fases presentes e dos defeitos cristalinos (no caso da fase não ser amorfa) existentes na mesma (Padilha, 1998).

Presumindo-se que a densificação ocorre nos estágios iniciais da sinterização, a microestrutura de um pó compactado entra em um estágio intermediário, onde os vazios formam canais porosos contínuos ao longo de três junções de grãos, como mostra a figura 2.3.1 (Chiang, 1997).

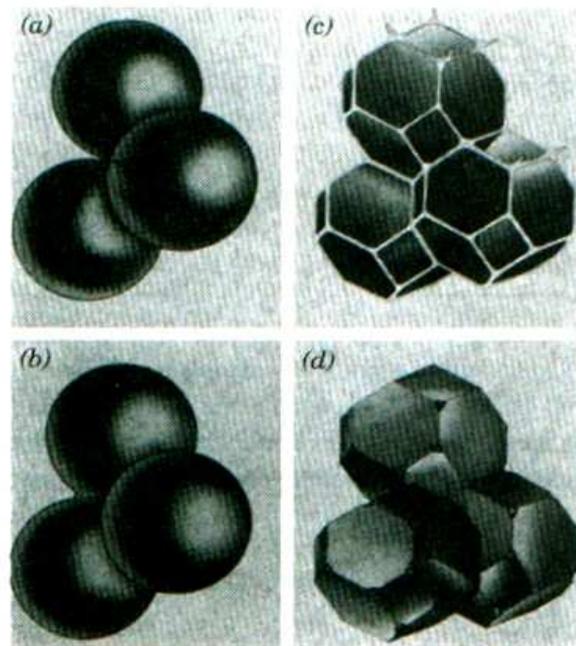


Figura 2.3.1: Estágios da sinterização: (a) Estágio inicial modelo de estrutura representado por esferas em contato tangencial; (b) Etapa final do estágio inicial: as esferas começam a coalescer. O crescimento de pescoço é para um encolhimento de centro a centro de 4%; (c) Estágio intermediário: os grãos adotam formato poliédrico, encerrando canais porosos nas arestas dos grãos; (d) Estágio final: os poros são inclusões tetraédricas nas quinas de quatro grãos (Chiang, 1997)

Estes canais porosos tornam-se mais pontuais à medida que a densificação transcorre, formando, às vezes, poros discretos quando resta um pequeno percentual de porosidade. No estágio final de sinterização estes poros isolados são eliminados por meio de transporte de massa do grão para o poro, como ilustrado na figura 2.3.2.

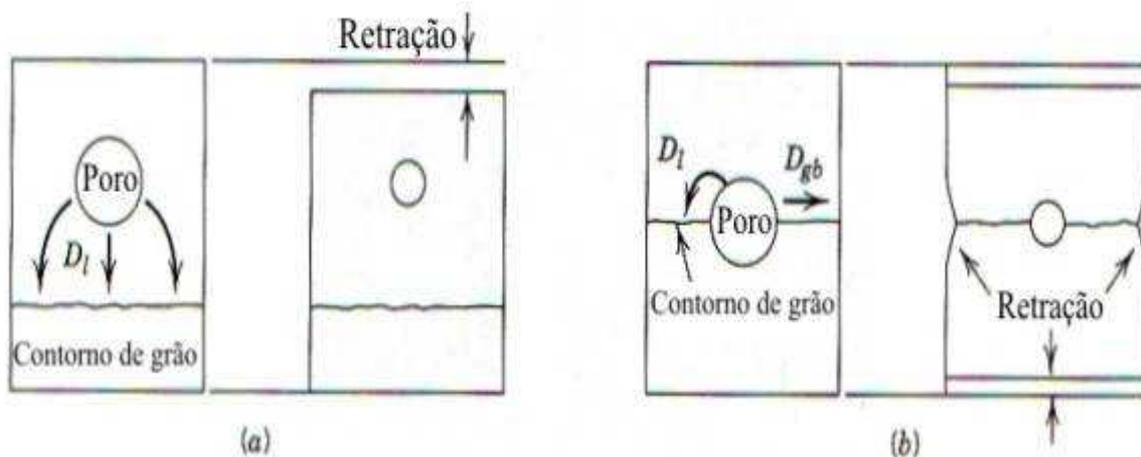


Figura 2.3.2: (a) poros localizados dentro de um grão podem encolher por difusão de lacunas da superfície do poro para o contorno de grão, onde são aniquilados. A difusão na rede é a limitante. (b) Poros localizados ao longo dos contornos grãos podem encolher por difusão de lacunas da superfície do contorno de grão por difusão de contorno de grão ou por difusão de rede (Chiang, 1997)

As propriedades dos materiais são fortemente dependentes da sua microestrutura, como por exemplo, o limite de escoamento dos sólidos policristalinos que é fortemente dependente do tamanho dos grãos. De uma maneira geral, as propriedades fortemente dependentes da microestrutura são determinadas pela quantidade, forma e distribuição das fases e dos defeitos cristalinos. Por outro lado, existem propriedades pouco ou nada dependentes da microestrutura, como, por exemplo, a densidade, que depende basicamente da natureza (natureza dos átomos e tipo de ligação química e de estrutura cristalina) e da quantidade das fases presentes. Tamanho, forma e distribuição das fases praticamente não influenciam a densidade de um material. A tabela 2.1 classifica algumas propriedades dos materiais em função de sua dependência da microestrutura (Padilha, 1998):

Tabela 2.3: Classificação das propriedades em função de sua dependência da microestrutura, dos materiais cerâmicos e metais.

Propriedades fortemente dependentes da microestrutura	Propriedades pouco dependentes da microestrutura (mantendo-se constantes as frações volumétricas das fases)
Limite de escoamento	Módulo de elasticidade
Limite de resistência	Módulo de cisalhamento
Alongamento	Coefficiente de Poisson
Tenacidade	Módulo de compressibilidade
Temperatura de transição dúctil – frágil	Densidade
Resistência ao impacto	Calor específico
Condutividade elétrica	Coefficiente de dilatação térmica
Força coerciva	
Resistência à corrosão	
Resistência ao desgaste	

2.3.2. Propriedades Mecânicas

A idéia geral que se tem das propriedades mecânicas das cerâmicas é que são materiais frágeis. e que sua aplicabilidade é comprometida devido ao fato de serem, em muitos aspectos, mecanicamente inferiores aos metais. Ainda assim, são utilizadas em diversas aplicações estruturais (Van Vlack, 1964; Padilha, 1998).

Considerando a classe de materiais, as cerâmicas são relativamente frágeis e apresentam grande diferença entre suas resistências à tração e à compressão. Devido ao caráter iônico e covalente de suas ligações, muitos materiais cerâmicos são duros e apresentam baixa resistência ao impacto (Smith, 1998).

Todos os materiais sofrem deformação quando da aplicação de tensões. No caso de tensões suficientemente pequenas ou aplicadas em um curto intervalo de tempo, a deformação desaparece quando a tensão é removida. Esta é a deformação elástica. A deformação plástica ocorre quando o excesso de tensão provoca deslocamentos atômicos irreversíveis (Van Vlack, 1964). O processo de fratura frágil consiste na formação e propagação de trincas ao longo da seção transversal do material em uma direção perpendicular à de aplicação da carga. Em geral, o crescimento das trincas é transgranular e ao longo de planos cristalográficos específicos – planos de clivagem -, que apresentam elevada densidade atômica (Callister, 1999).

A falha dos materiais cerâmicos ocorre fundamentalmente a partir de defeitos na estrutura, sendo que as principais fontes de fratura em cerâmicas policristalinas são fendas superficiais (originadas durante o acabamento superficial), poros, inclusões e

grãos grandes gerados no processamento. Esses elementos funcionam como concentradores de tensão e são responsáveis pela redução da resistência em relação ao valor teoricamente previsto. A porosidade é particularmente prejudicial. Além de funcionarem como fontes de trincas, os poros reduzem a área de seção transversal através da qual é aplicada a carga, reduzindo a capacidade do material de suportar tensões. No caso das cerâmicas, a propagação das trincas é inevitável, uma vez que nelas não há mecanismos absorvedores de energia semelhantemente ao que ocorre com metais dúcteis (Smith, 1998; Callister, 1999).

A presença de fissuras é um outro fator importante na determinação da resistência de materiais cerâmicos. Na ausência de poros, o tamanho das fissuras está relacionado ao tamanho dos grãos. Deste modo, a resistência dos materiais cerâmicos policristalino é determinada por diversos fatores, dentre eles os principais são composição química, a microestrutura e as condições de superfície, assim como o ambiente, o tipo e o modo como a tensão é aplicada (Smith, 1998). A presença de fase vítrea e porosidade reduzem consideravelmente a resistência mecânica (Padilha, 1998).

A resistência de um material é limitada por sua suscetibilidade à ruptura decorrente da deformação. Uma vez que os materiais cerâmicos são frágeis, a ruptura produzida pelo mecanismo de clivagem é o mecanismo mais comum para a maioria dos materiais cerâmicos (Van Vlack, 1964).

2.4 Cerâmicas Odontológicas

2.4.1 Breve Histórico

Há aproximadamente 700 a.C., os etruscos confeccionavam dentes de marfim e ossos que eram levados em posições por uma estrutura de ouro. Após esta época, o osso animal e o marfim de hipopótamos ou elefantes foram utilizados ainda por muitos anos. Mais tarde, utilizaram-se dentes humanos vendidos por aqueles com poucos recursos e dentes obtidos de mortos, mas os dentistas geralmente repugnavam esta opção.

O primeiro dente de porcelana foi patenteado em 1789 por um dentista francês (de Chemant) em associação com um farmacêutico francês (Duchateau). O produto, uma versão melhorada dos “dentes de pasta mineral”, que foi produzido em 1774 por Duchateau, foi introduzido logo depois na Inglaterra por Chemant. Porém, este composto cozido em forno não foi empregado na produção de dentes individuais, porque naquele tempo não existia um meio eficaz para prender os dentes à base da prótese.

Em 1808, Fronzi, um dentista italiano, inventou um dente de porcelana “terrométrico”, que era preso no lugar por um alfinete ou armação de platina. Planteau, um dentista francês, introduziu os dentes de porcelana nos Estados Unidos em 1817, e Peale, um artista, desenvolveu, na Filadélfia, em 1822, um processo de cocção para estes dentes. A produção comercial foi iniciada em 1825 por Stockton. Na Inglaterra, em 1837, Ash desenvolveu uma versão melhorada de dente de porcelana. Em 1756, na Alemanha, Pfaff desenvolveu uma técnica de moldagem da boca com gesso. Paris, só utilizava até 1839, quando ocorreu a invenção da borracha vulcanizada, que viabilizou, de modo eficaz, o uso dos dentes de porcelana na base da prótese. Em 1844, o sobrinho de Stockton fundou a empresa S.S White Company, e, com isso, houve uma melhora do desenho e da produção em massa de dentes de porcelana para prótese.

O Dr. Charles Land, em 1903, introduziu uma das primeiras próteses unitárias cerâmicas na odontologia. Land, que era o avô do aviador Charles Lindbergh, descreveu uma técnica de fabricação de próteses unitárias cerâmicas que usava uma matriz de folha platina e porcelana feldspática de alta temperatura de fusão. Essas próteses

unitárias apresentavam uma excelente estética, mas a sua baixa resistência à flexão resultou em um alto índice de fracasso.

Desde então, as porcelanas feldspática com uma adesão química confiável tem sido utilizadas em restaurações metalo-cerâmicas por mais de 35 anos. Infelizmente, as porcelanas feldspáticas têm-se mostrado muito fracas mecanicamente para serem usadas com segurança para confecção de próteses unitárias de cerâmica pura, sem a presença de um núcleo metálico fundido ou um casquete metálico. Além disso, a contração decorrente da queima causa discrepâncias significativas em seu ajuste e na adaptação das margens, a menos que sejam feitas outras queimas para correções.

Duas das mais importantes inovações responsáveis pela manutenção do ótimo desempenho estético e vida clínica das restaurações metalo-cerâmicas foram às patentes de Weinstein et al. (1962). Uma dessas patentes descreveu a formulação da porcelana feldspática, que permitiu o controle sistemático da temperatura de sinterização e do coeficiente de expansão térmico. A outra descreveu os componentes que poderiam ser usados para produzir ligas que se unissem quimicamente e fossem termicamente compatíveis com as porcelanas feldspáticas. A primeira porcelana comercial foi desenvolvida por Vita Zahnfabrik em aproximadamente 1963. Embora os primeiros produtos de porcelana da Vita fossem reconhecidos por suas propriedades estéticas, houve, logo depois, a introdução da porcelana Ceramco, que se apresentava mais versátil graças ao seu comportamento de expansão térmica, que permitia o uso seguro da porcelana com uma maior variedade de ligas.

Com relação à resistência à fratura das próteses unitárias de porcelana, um avanço significativo foi registrado por McLean e Hughes, em 1965, quando foi utilizado um **núcleo cerâmico** aluminizado que consistia em uma matriz vítrea com aproximadamente 40% e 50% em peso de Al_2O_3 , em virtude da translucidez inadequada (aparência opaca, esbranquiçada semelhante a giz) **da porcelana aluminizada** para núcleo, era necessária a aplicação de uma camada de porcelana feldspática sobre o núcleo, a fim de alcançar uma estética aceitável. A resistência à flexão (módulo de ruptura) do material para o núcleo era de aproximadamente 131 MPa. McLean (1979) relatou uma baixa taxa de falhas de 2% após cinco anos para próteses unitárias anteriores, porém uma taxa inaceitavelmente alta de fracassos, em torno de 15%, quando a porcelana aluminizada foi usada para próteses unitárias de molares. Além disso, por causa da grande contração ocorrida durante a sinterização da estrutura de porcelana aluminizada em temperatura elevada (aproximadamente 15%-20%), e o uso de uma lâmina de platina com espessura de 20 a 25 μm , era difícil alcançar uma excelente adaptação marginal, exceto por técnicos de laboratório altamente qualificados. Em virtude de índice relativamente alto de fraturas nas regiões posteriores, a indicação principal das porcelanas aluminizada é para a restauração de próteses unitárias de dentes anteriores superiores, quando a estética é de importância suprema e quando nenhum outro produto cerâmico estiver disponível.

Desde a introdução da porcelana aluminizada para próteses unitárias, no início de 1900, e dos métodos para confecção de próteses unitárias metalo-cerâmicas duráveis, nos anos de 1960; os progressos tanto na composição da cerâmica quanto no método de confecção dos núcleos de próteses unitárias cerâmicas aumentaram em muito a nossa capacidade para confeccionar próteses unitárias mais precisas e resistentes à fratura, utilizando apenas o material cerâmico.

Recentes inovações para metalo-cerâmica, como a porcelana opalescente, técnicas especiais de pigmentação intrínseca, porcelanas resistentes ao esverdeamento e porcelana em ombro provocaram um aumento significativo de próteses fixas unitárias e de vários elementos metalo-cerâmicas, assim como uma maior longevidade dessas

próteses. O desenvolvimento de sistemas de cerâmica pura obtida por meio de uma cristalização vítrea controlada (Dicor) foi apresentado por Adair e Grossman (1984). Este vidro era fundido e injetado em um molde refratário, e, subsequentemente, cristalizado para formar o vidro ceramizado Dicor, que possuía cristais de fluór mica tetrassilícica inseridos na matriz vítrea. Outro avanço foi à introdução de uma nova versão do vidro ceramizado usinável (Dicor MGG) com cristais de fluór mica tetrassilícica em um volume de aproximadamente 70%. No início dos anos de 1990, um vidro ceramizado prensado, (IPS Empress) contendo aproximadamente 34% em volume de leucita, foi lançado. Esta cerâmica apresentava uma resistência em adaptação marginal semelhante ao do vidro ceramizado Dicor, mas sem a necessidade de um tratamento de cristalização especializado. Nenhum desses materiais era indicado para confecção de PPFs (Prótese Parcial Fixa). No final da década de 1990, o vidro ceramizado prensado (IPS Empress 2), mais resistente à fratura e que continha aproximadamente 70% em volume de cristais de dissilicato de lítio foi desenvolvido. Este produto poderia ser usado para PPFs de até três elementos e se estender até o segundo pré-molar. A tenacidade à fratura do vidro ceramizado IPS Empress 2 ($3,3 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$) é 2,5 vezes maior do que o IPS Empress ($1,3 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$).

O desenvolvimento tanto na composição da cerâmica quanto do método de confecção do núcleo para as próteses unitárias cerâmicas aumentaram muito a nossa capacidade de produzir próteses unitárias de cerâmica puras mais precisas e resistentes à fratura. Um progresso significativo foi conseguido visando a desenvolver uma cerâmica de cobertura menos abrasiva. Em 1992, a Duceram LFC (cerâmica de baixa fusão) foi comercializada como uma cerâmica de fusão ultra-baixa e apresentava três características singulares: (1) a Duceram LFC é um vidro hidrotérmico no qual a água esta incorporada na estrutura vítrea de silicato para produzir grupos de hidroxilas não aderidos que rompem a rede vítrea, diminuindo a temperatura de transição vítrea, a viscosidade e a temperatura de queima, e aumentando o coeficiente de expansão térmica, para permitir seu uso como cerâmicas de cobertura com certos metais de baixa expansão. (2) estes tipos de cerâmicas também são chamados de “auto-reparo”, por meio de um processo de formação de uma camada hidrotérmica com $1 \mu\text{m}$ de espessura que se estende ao longo da superfície da cerâmica. (3) o tamanho extremamente pequeno das partículas cristalinas (400 a 500nm) aumenta a opalescência desta cerâmica. Outras cerâmicas de fusão ultrabaixa (temperaturas de sinterização abaixo de 850°C), comumente denominadas cerâmicas de baixa fusão, têm sido utilizadas como facetas vítreas. Algumas delas parecem ser menos agressivas ao esmalte do dente antagonista, em virtude da predominância de um material de fase vítrea ou porque elas contem partículas cristalinas muito pequenas.

A cerâmica usada para restaurações metalo-cerâmicas, a nova geração de cerâmicas, incluindo Cercon, Lava, In-Ceram Zircônia, IPS Empress 2 e Procera AllCeram utilizadas para próteses, e alguns dos produtos anteriormente utilizados pelos dentistas na sua prática odontológica. Logo após o surgimento da IPS Empress 2, outras cerâmicas mais fortes, mais resistentes mecanicamente e mais resistentes à fratura foram desenvolvidas, incluindo a Procera AllCeram, que é uma **cerâmica aluminizada para núcleo** sinterizado, prensada a seco e usinada; o In-Ceram Alumina, cerâmica aluminizada e infiltrada por vidro para núcleo; o In-Ceram Zircônia, uma cerâmica de zircônia-alumina, infiltrada por vidros para núcleo; a Lava, bloco de zircônia para núcleo parcialmente ou completamente sinterizado, que é confeccionado pelo verdadeiro processo CAD-CAM (digitalização de modelos sem a necessidade de um padrão de cera); e o Cercon, uma cerâmica de zircônia pré-sinterizada, usinada em um tamanho maior no estado **pré-sinterizado**, baseado na digitalização de um padrão de

cera . Também é possível digitalizar dentes preparados e usinar uma prótese utilizando o sistema Cerec (Sirona Corporation). O sistema Cerec 1 foi lançado em meados da década de 1980, e a melhoria do *software e hardware* levou aos sistemas Cerec 2 e Cerec 3, empregados na confecção de *inlays, onlays* e facetas de cerâmica.

A tecnologia da cerâmica odontológica é uma das áreas de maior crescimento em pesquisa e desenvolvimento dos materiais odontológicos. Nas duas últimas décadas, numerosos tipos de cerâmicas e métodos de processamento foram introduzidos. Alguns desses materiais podem ser transformados em *inlays, onlays*, facetas, próteses unitárias, e PPFs (Próteses Parcial Fixa); e ainda várias estruturas cerâmicas para núcleo podem ser micro mecanicamente aderido à estrutura dental por meio de resinas. ***O futuro das cerâmicas odontológicas é brilhante, porque o crescente aumento da demanda por restaurações estéticas levará ao aumento da demanda por restaurações cerâmicas e poliméricas, e ao uso reduzido do amálgama e das restaurações metálicas fundidas tradicionais*** (Anusavice J.K 1991).

2.4.2. Classificações das Cerâmicas Odontológicas

No mercado, atualmente, existem diferentes tipos de cerâmicas dentais disponíveis nas revendas, chamadas de ***Dentais***, e nos laboratórios de próteses dentárias. Dentre as diferentes cerâmicas temos: Cerâmica para núcleos, a cerâmica para forramento, a cerâmica marginal, a cerâmica opaca de dentina, a cerâmica para dentina, a cerâmica para esmalte, a cerâmica para pigmentação, o glaze (camada superficial vítrea de acabamento) cerâmicos e aditivos. Outras classificações podem ser feitas de acordo com: Uso ou indicações, composição, método de processamento, microestrutura, translucidez e resistência à fratura ou abrasividade.

Os fabricantes utilizam modificadores de vidros para produzir porcelanas odontológicas com diferentes temperaturas de cocção (queima). As porcelanas odontológicas são classificadas de acordo com suas temperaturas de cocção. A classificação típica é dada da seguinte forma:

Ponto de fusão alto	1300°C (2372°F)
Ponto de fusão médio	1101°C-1300°C (2013°F-2072°F)
Ponto de fusão baixo	850°C-1100°C (1562°F-2012°F)
Ponto de fusão ultra-baixo	<850°C (1562°F)

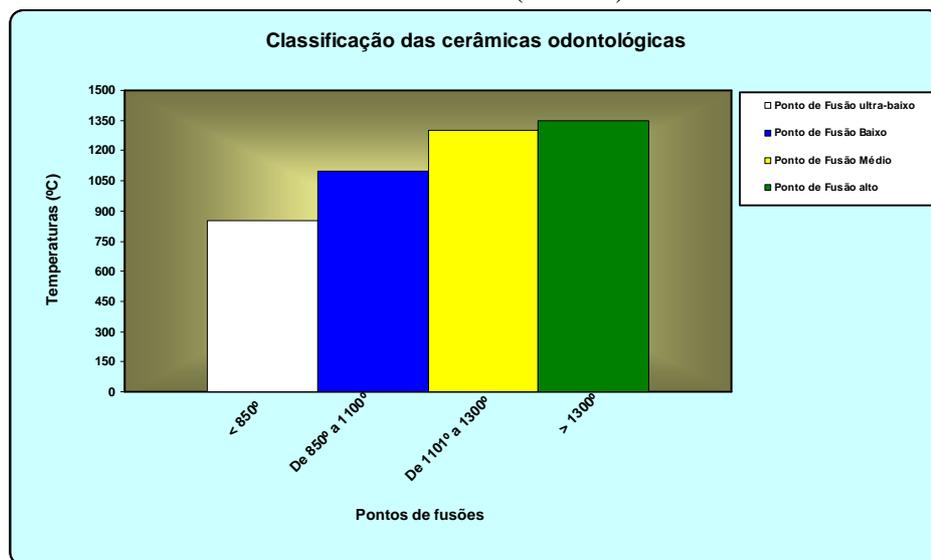


Fig.2.4.2- Gráfico da classificação das cerâmicas odontológicas

As porcelanas de ponto de fusão médio e alto são empregadas na produção de dentes para próteses totais. As porcelanas de ponto de fusão baixo e ultra-baixo são empregadas na confecção de próteses fixas de vários elementos e unitárias. Algumas das porcelanas de ponto de fusão ultra-baixo são usadas para titânio e ligas de titânio em virtude dos seus baixos coeficientes de contração que se aproximam daqueles dos metais e porque as baixas temperaturas de queima reduzem o crescimento de óxidos metálicos. Entretanto, algumas dessas porcelanas de ponto de fusão ultrabaixa contêm leucita suficiente para elevar os coeficientes de contração térmica para níveis tão altos quanto os das porcelanas convencionais de baixo ponto de fusão. As principais vantagens das cerâmicas de coberturas de ponto de fusão ultra-baixo são a redução do tempo de sinterização, a diminuição da deformação das infra-estruturas da PPF (Prótese Parcial Fixa) por *creep ou sag* (movimento ou afundamento) em altas temperaturas, menor degradação térmica dos fornos cerâmicos e menor desgaste da superfície de esmalte do dente antagonista (Anusavice K.J 1989).

2.4.3. Porcelanas Feldspática

Feldspato (do alemão *feld*, campo; e *spat*, uma rocha que não contém minério) é o nome de uma importante família de minerais, do grupo dos tectossilicatos, constituintes de rochas que formam cerca de 60% da crosta terrestre. Cristalizam nos sistemas triclínico ou monoclínico. Eles cristalizam do magma tanto em rochas intrusivas quanto extrusivas; os feldspatos ocorrem como minerais compactos, como filões, em pegmatitas e se desenvolvem em muitos tipos de rochas metamórficas. Também podem ser encontrados em alguns tipos de rochas sedimentares. O feldspato de sódio e de potássio são mineral natural composto mais de SiO₂ (Sílica) do que óxidos de potássio (K₂O) e principalmente de sódio (Na₂O), respectivamente. Também contém alumina (Al₂O₃). Os feldspatos têm sido empregados no preparo de muitas porcelanas odontológicas designadas para próteses unitárias e muitos outros vidros e cerâmicas odontológicas. Quando o feldspato de potássio é misturado com vários óxidos metálicos e queimado a altas temperaturas, pode formar leucita (mineral pseudomonométrico, de estrutura cristalina monoclínica, silicato de potássio e alumínio) e uma fase vítrea que irá amolecer e escoar ligeiramente. O amolecimento da fase vítrea durante a queima da porcelana permite o coalescimento das partículas do pó da porcelana. Para porcelanas odontológicas, os processos pelos quais as partículas coalescem são chamadas de *sinterização de fase líquida*, um processo controlado pela difusão entre partículas a uma temperatura suficientemente alta para formar um sólido denso. A força motriz para sinterização é o declínio da energia ocasionada pela redução da área superficial. Ocorre em algumas porcelanas odontológicas ligeiras sinterização para produzir poros interconectados necessários para a infiltração do vidro.

Uma outra importante propriedade do feldspato é a sua tendência a formar leucita mineral cristalina quando fundido. A leucita é um mineral silicato-potássio-alumínio com alto coeficiente de expansão térmica (20 a 25 ppm/°C), quando comparada aos vidros feldspáticos (que possuem coeficiente de expansão menor que 10 ppm/°C). Quando o feldspato é aquecido a temperaturas entre 1.150°C e 1.530°C, ele sofre uma fusão incongruente para transformar cristais de leucita em vidro líquido. A fusão incongruente é o processo pelo qual um material se funde para formar um líquido mais um diferente mineral cristalino. A tendência do feldspato de formar leucita durante a fusão incongruente é uma vantagem na fabricação de porcelanas para serem aderidas ao metal.

Muitos vidros odontológicos não contêm leucita como matéria-prima. Já que o feldspato não é essencial como precursor da formação de leucita, como descrito anteriormente, esses vidros são modificados com adições de leucita para controlar seu coeficiente de contração térmica.

As porcelanas feldspáticas contêm uma variedade de componentes 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) e certos aditivos, incluindo LiO e B_2O_3 . Estas cerâmicas são chamadas de porcelanas porque contêm uma matriz vítrea e uma ou mais fases cristalinas. Elas não devem ser classificadas como vidros ceramizados, porque a formação de cristais não ocorre por meio da nucleação controlada e da formação e crescimento de cristais. Existem quatro tipos de cerâmicas de cobertura:

- 1- Cerâmicas de baixa fusão (porcelana à base de feldspato e porcelana com base de nefelina sienito);
- 2- Cerâmicas de fusão ultra-baixa (porcelanas e vidros);
- 3- Pigmentos;
- 4- Glazes (auto-glaze e glaze adicionado)

O tipo e o tamanho das partículas cristalinas, se presentes, irão influenciar muito no potencial de abrasividade da prótese cerâmica. As cerâmicas de fusão ultra-baixa representam uma nova família de materiais cerâmicos para núcleos e de cobertura graças aos fatores microestruturais. Elas contêm uma dispersão bem distribuída de partículas cristalinas pequenas ou pouco ou nenhum cristais, na dependência de a cerâmica ser usada como cobertura ou glazeamento. Os resultados iniciais de estudos de desgastes são promissores em diversos casos no que se refere à redução do desgaste do esmalte causado por essas cerâmicas (Anusavice J.K 1991).

2.4.4. Condensação da Porcelana

A porcelana para próteses cerâmicas e metalo-cerâmicas, bem como para outras aplicações, é fornecida como um fino pó que deve ser misturado com água destilada ou outro veículo e condensado na forma desejada. As partículas de pó têm uma distribuição específica de tamanhos para se produzir uma porcelana bem-compacta quando são adequadamente condensadas. Se as partículas fossem do mesmo tamanho, a densidade ou compactação do material não seria tão alta. Uma condensação adequada e criteriosa é também crucial para a obtenção de uma compactação densa das partículas de pó. Uma compactação densa das partículas gera dois benefícios: Menor contração de queima e menor porosidade na porcelana sinterizada. A compactação ou condensação pode ser obtida por vários métodos, incluindo as técnicas de vibração, espatulação e pincelamento.

O primeiro método utiliza uma leve vibração para compactar o pó úmido de modo denso na infra-estrutura subjacente. O excesso de água é removido com um papel absorvente limpo ou pincel fino, e a condensação ocorre em direção à área seca. No segundo método, uma pequena espátula é utilizada para a aplicação e alisamento da porcelana úmida. A ação de alisamento traz o excesso de água para a superfície, de onde ele é removido. O terceiro método emprega adição de pó de porcelana seco na superfície, para que absorva a água. O pó de porcelana é colocado por um pincel no lado

oposto de um incremento de porcelana úmida. À medida que a água é drenada em direção ao pó seco, as partículas úmidas se aproximam. Qualquer que seja o método utilizado, é importante lembrar que a tensão superficial da água é a força motriz na condensação e que a porcelana nunca deve ser desidratada até que a condensação esteja completa (Anusavice J.K 1991).

2.4.5.Sinterização da Porcelana

As reações termoquímicas entre os componentes do pó de porcelana são praticamente completadas durante o processo de manufatura original. Portanto, a finalidade da queima é simplesmente sinterizar as partículas do pó de maneira adequada para formar a prótese. Algumas reações químicas ocorrem durante tempos de queima prolongado ou durante múltiplas queimas. As mudanças de particular importância são as alterações no teor de leucita das porcelanas indicadas para fabricação de restaurações metalo-cerâmicas. A leucita é uma fase cristalina de alta expansão (e alta contração) cuja fração volumétrica na matriz vítrea pode marcadamente afetar o coeficiente de contração térmica da porcelana. Alterações no teor de leucita podem ocasionar uma diferença no coeficiente de contração térmica entre a porcelana e o metal, que pode produzir tensões de tração durante o resfriamento, as quais, por sua vez, são suficientes para causar formações de trincas na porcelana.

A massa de porcelana condensada é colocada na frente ou abaixo da mufla de uma estufa de um forno pré-aquecido a aproximadamente 650°C (1.200° F) para porcelana de baixa fusão. Esta manobra de pré-aquecimento permite que o vapor de água remanescente se dissipe. A colocação de uma massa condensada diretamente dentro de um forno, mesmo que razoavelmente morno, resulta na formação rápida de vapor, introduzindo porosidades ou fraturas de grandes seções da faceta cerâmica. Após o pré-aquecimento por 5 min., a porcelana é levada ao forno e o ciclo de queima (cocção) é iniciado. O tamanho das partículas de pó influencia não somente o grau de condensação da porcelana, mas também o produto final. Na temperatura de queima inicial, as porosidades são ocupadas pela atmosfera do forno. Quando se inicia a sinterização das partículas, estas se unem em seus pontos de contato. À medida que a temperatura sobe, o vidro sinterizado gradualmente escoia para preencher os espaços de ar. Entretanto, o ar torna-se aprisionado na forma de porosidades, porque a massa fundida é muito viscosa para permitir que todo ele escape. Um modo de reduzir as porosidades na porcelana odontológicas é a *queima a vácuo*.

A queima a vácuo reduz a porosidade da seguinte maneira: Quando a porcelana é colocada no forno, as partículas de pó são compactadas juntas com canais de ar ao seu redor. À medida que a pressão atmosférica dentro do forno é reduzida para cerca de uma décimo da pressão atmosférica pela bomba de vácuo, o ar ao redor das partículas é também reduzido a esta pressão. Enquanto a temperatura aumenta, as partículas sofrem sinterização, e porosidades fechadas são formadas na massa de porcelana. O ar dentro dessas porosidades é isolado da atmosfera do forno. A uma temperatura de aproximadamente 55°C (99°F), abaixo da temperatura máxima de queima, o vácuo é liberado, e a pressão no interior do forno aumenta cerca de 10 vezes, de 0,1 para 1 atm. Como a pressão é aumentada em pelo menos 10 vezes, as porosidades são comprimidas para que tenham um décimo de seu tamanho original, e o volume total da porosidade é, então, reduzido. Nem todo o ar pode ser evacuado do forno. Portanto algumas bolhas estão presentes nas porcelanas sinterizadas a vácuo, mas elas são marcadamente menores do que aquelas obtidas no método usual de queima exposto ao ar (Anusavice J.K 1989).

3. METODOLOGIA E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

3.1 Processos para Confeção do Modelo em Gesso da Dentição do Paciente

3.1.1 Com o auxílio de uma moldeira para dentes superior e outra para dentes inferiores, o procedemos com o preenchimento com Alginato para impressão ou material de moldagem à base de silicone de adição, apropriada para esta operação, a mesma foi levada a boca do paciente para realizar a modelagem.(Fig.3.1.1).



Fig. 3.1.1- Moldeira com a moldagem da arcada superior

3.1.2 Após a colocação da moldeira na boca do paciente, o profissional deverá orientamos o paciente para que o mesmo morda e aguarde até a cura da borracha de silicone.

3.1.3 Com o modelo impresso na borracha de silicone, o profissional deverá preencher o modelo com gesso especial para molde de prótese dentária.

3.1.4 Retirarmos com o auxílio de uma placa de cera o molde da mordida (oclusão) do paciente (Fig.3.1.2).



Fig. 3.1.2- Placa de cera com molde da oclusão (mordida)

3.1.5-Com o auxílio deste modelo de oclusão fixamos no articulador os dois modelos, dentes superiores e dentes inferiores (Fig.3.1.3).



Fig.3.1.3- Modelos em gesso das arcadas superior e inferior

3.1.6-Com o modelo já fixado no articulador, poderá iniciar a confecção dos modelos em cera do casquete através da *Ceroplastia*.

3.2 Casquetes Fundidos para Prótese Metalocerâmica

Utilizamos a liga de metal da FIT CAST – “TITANIUM” que é uma liga cuja composição é: 74% Ni, 14% Cr, 8,5% Mo, 1,8% Ti e 1,7% Be.

Possui intervalo de solidificação : 1175°C – 1285°C

A temperatura de Fundição: 1337°C

Conforme dados do fabricante.

Quatro métodos de confecção de casquete para restaurações metalocerâmicos estão disponíveis:

- 1- Eletrodeposição do ouro ou outro metal em troquel duplicado.
- 2- Brunimento e tratamento térmico de lâminas em um troquel.
- 3- Processo CAD-CAM de blocos ou lingotes metálicos.
- 4- Fundição de um metal puro (Ti CP) ou uma liga (altamente nobre, nobre ou metais predominantemente básicos) por meio do **processo de cera perdida**.

O desenvolvimento da restauração metalocerâmicas foi o resultado de avanços na formulação de metais e porcelanas. Para promover a união das cerâmicas para cobertura com os casquetes metálicos, as porcelanas devem ter uma temperatura de fusão bem acima de sua temperatura de sinterização e ainda devem possuir um coeficiente de contração semelhante ao das ligas metálicas. Um óxido metálico é necessário para promover a adesão química da cerâmica de cobertura metálica. Os casquetes folheados podem ou não necessitar dos óxidos metálicos ou de um agente de adesão para aumentar a retenção da cerâmica de cobertura ao metal. A união metal-porcelana é primariamente química por natureza e poderá formar-se mesmo quando a superfície do metal for lisa e houver pouca chance de ocorrer embricamento mecânico .

As ligas metálicas e porcelanas utilizadas para a confecção dessas restaurações possuem um grande numero de requisitos específicos. Por exemplos, tanto o metal quanto a cerâmica devem possuir coeficientes de contração térmica que sejam bem similares, ou o metal deve ter um valor ligeiramente maior para evitar os efeitos indesejáveis de tensões de tração. Se os coeficientes de contração forem bem diferentes, ocorrerá o desenvolvimento de tensões que enfraquecem tanto a porcelana quanto sua união com o metal.

Altas tensões de tração podem desenvolver-se também na porcelana de cobertura a partir de uma diferença de coeficiente de contração entre a liga metálica e a porcelana. As tensões de tração induzidas na restauração por forças oclusais, poderiam, obviamente, ser somadas a tensões térmicas residuais de tração. Entretanto, para sistemas metalocerâmicos que possuam uma diferença média entre coeficiente de contração térmica de 0,5 ppm/°C ou menos (entre a temperatura de transição vítrea da porcelana e a temperatura ambiente), seria improvável a ocorrência de fratura, a não ser em casos de extrema concentração de tensões ou forças intra-orais extremamente altas. Essas combinações metal-cerâmico são conhecidas como *sistemas termicamente compatíveis*. Muitas restaurações feitas a partir de combinação entre metal e porcelana que possuam uma diferença nos coeficientes de contração térmica entre 0,5 e 1,0 ppm/°C possuem longevidade de vários anos.

Uma outra propriedade igualmente importante dos sistemas metalocerâmicos é que a liga metálica deve possuir um alto limite de proporcionalidade e, particularmente, um alto módulo de elasticidade. As ligas metálicas com alto módulo de elasticidade dividem também uma maior proporção das tensões, quando comparadas à porcelana

adjacente. A infra-estrutura metálica não deve fundir-se durante a queima da porcelana e também deve resistir ao *creep* (movimento) flexural e o *sag* (afundamento) só ocorrendo sob altas temperaturas. Elas não ocorrem nas temperaturas bucais.

O casquete fundido deve ser cuidadosamente limpo para assegurar uma forte união à porcelana. Posteriormente a este procedimento devera ser levado ao forno de porcelana e aquecido a temperatura conforme o fabricante para queimar qualquer impurezas remanescentes e formar uma fina camada de oxido. Em muitos sistemas de ligas, este conhecido tratamento de desgaseificação não desgaseifica verdadeiramente o interior da estrutura da liga, mas produz uma camada de oxido na superfície que é essencial para a formação da união porcelana-metal.

A necessidade de uma superfície de metal limpa também não pode ser supervalorizada. A superfície deve ser limpa adequadamente pelo acabamento com pedras cerâmico montadas ou pontas diamantadas utilizadas exclusivamente para acabamento. Um jateamento final com alumina abrasiva de alta pureza assegura que a porcelana seja aderida a uma superfície limpa e mecanicamente retentiva.

A porcelana opaca é condensada a uma espessura de aproximadamente 0,3 mm e, então, queimada até sua temperatura de maturação. Uma porcelana translúcida é aplicada e a forma do dente construída. O pó de porcelana é aplicado pelo método de condensação descrito anteriormente. A unidade sofre nova queima. Vários ciclos de aplicação de porcelana e queimas podem ser necessários para completar a restauração. Um glazeamento final é, então, obtido. (Anusavice J.K 1989).

3.3 Técnicas para Fundição de Casquete de Prótese Metalocerâmica. (Manual Técnico da Durabond MS 1988)

3.3.1 A *Ceroplastia* deve ser sempre realizada de modo a reproduzir estrutura metálica que permita o recobrimento por uma camada de porcelana uniformemente distribuída e de espessura não superior a 2 milímetros.

- 1- Certificamos de que a espessura do padrão de cera mede de 0,3 a 0,4 milímetros. Removemos os excessos de cera do contorno marginal do preparo.
- 2- Reforçamos a área correspondente à borda gengivo-lingual do padrão colocando uma cinta de cera de 2 a 3 milímetros de altura. Nas outras áreas do contorno marginal, o acabamento foi feito uniforme e mais fino (0,3 a 0,4 milímetros).
- 3- Em pontes, os conectores interproximais para os pânticos devem ser construídos a partir dos pontos “naturais” de contato, evitando-se o excesso de enceramento das regiões inter-proximais. Os pânticos devem constituir-se em miniaturas dos produtos finais (coroas com porcelana).
- 4- Conduto de alimentação (“*SPRUE*”). É aconselhado o uso de pino formador do conduto de alimentação (“*sprue*”) especialmente designados para ligas não preciosas. O “*sprue*” é constituído por haste cilíndrica (3,2 mm de diâmetro), câmara de compensação e ponta estreita (1,6 mm de diâmetro).
- 5- Ajustamos e fixamos o “*sprue*” no padrão de cera ainda posicionado no troquel, mantendo a distancia de 1,5 mm entre câmara de compensação e padrão de cera. Em todos os casos, conserve, totalmente caracterizado, este

“estreitamento” do “*sprue*”, necessário para promover o jateamento do molde de revestimento. Este “estrangulamento” do “*sprue*” deve possuir 1,5 mm de comprimento por 1,6 de diâmetro. (Fig.3.3.1)

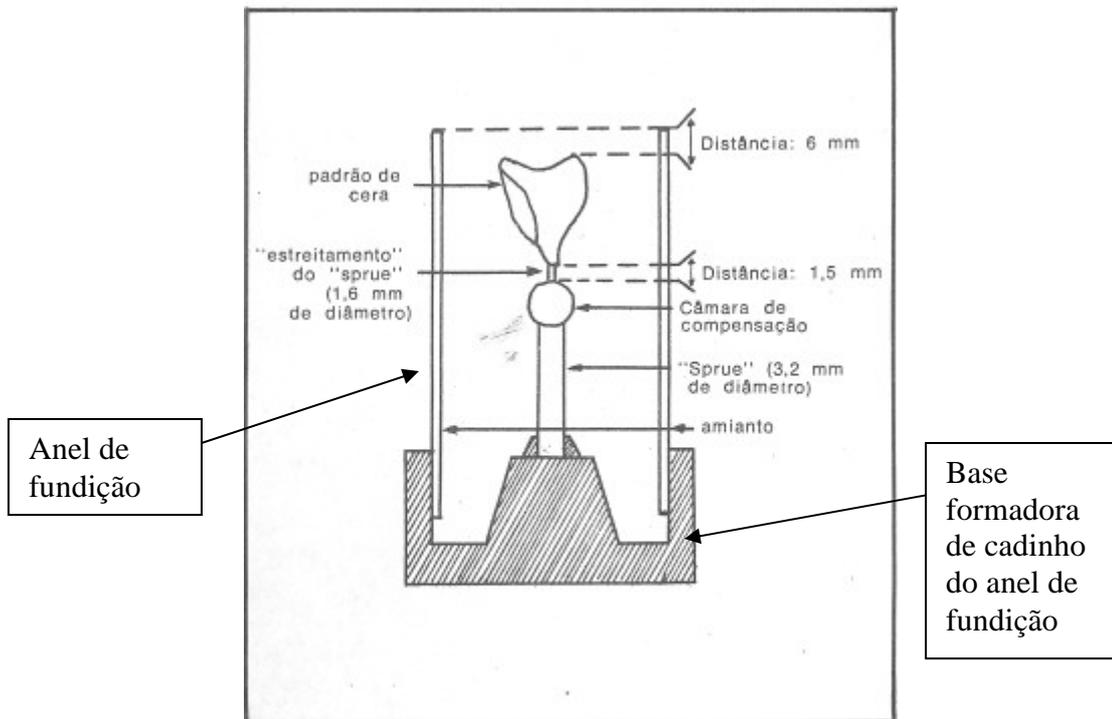


Fig.3.3.1 – Esquema do padrão de cera, corretamente posicionado na base formadora de cadinho do anel de fundição e pronto para receber revestimento. O “estreitamento” do “*sprue*” deve possuir 1,5 mm de comprimento por 1,6 mm de diâmetro.

Para coroas anteriores, coloque o “*sprue*” na região incisal e para coroas posteriores, fixe o “*sprue*” na região correspondente a qualquer uma das futuras cúspides. Para fundição tipo “monobloco” de pontes, os “*sprue*” devem ser colocados diretamente sobre os conectores interproximais (um “*sprue*” para cada conector) e ligados a uma barra coletora (3 mm de diâmetro), que será suportada por quantidade de canais igual a de elementos principais (4 mm de diâmetro cada um), simetricamente ajustados em relação à barra coletora e convergentes para o centro da base formadora de cadinho do anel metálico de fundição. (Fig.3.3.2)

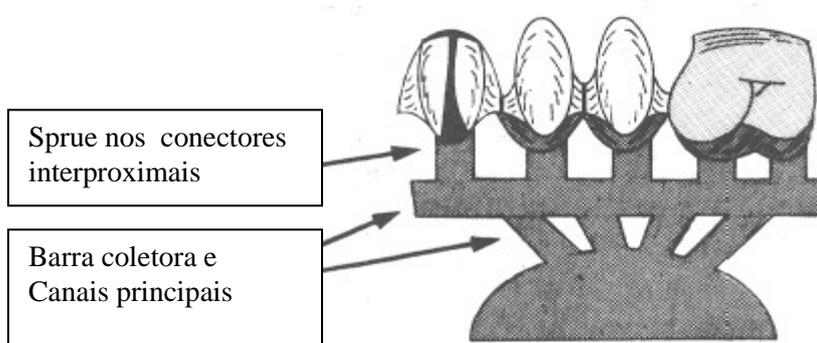


Fig.3.3.2 monobloco de ponte

3.3.2 A Inclusão e Expansão Térmica do Revestimento.

- 1- Deve ser utilizado um revestimento isento de carbono e próprio para altas temperaturas.
- 2- Em anéis de fundição com capacidade até 60 gramas de revestimento, use uma camada de amianto. Em anéis maiores, empregue duas camadas de amianto. Em todos os casos, umedeça o amianto.
- 3- Coloque o conjunto constituído por troquel, padrão de cera e “*sprue*” totalmente imerso em água a temperatura de 35°C durante 15 minutos, para liberação das tensões induzidas durante a manipulação da cera.
- 4- Posicione o “*sprue*” na base formadora de cadinho do anel de fundição, levando em conta a correta localização da câmara de compensação (centro térmico do anel) e do padrão de cera (6 milímetros aquém do limite externo do anel). Cuidadosamente, aplique, no padrão de cera, um redutor de tensão superficial (agente umectante) e, a seguir, um suave jato de ar. Finalmente, coloque em posição o anel metálico com amianto umedecido. (Fig 3.3.1).
- 5- Manipule o revestimento, a vácuo, na proporção de 60 gramas do pó para 10 centímetros cúbico do líquido especial.
- 6- Inclua, sem vácuo, tomando o cuidado de não levar o revestimento diretamente sobre os padrões de cera e promovendo vibração suficiente para evitar a formação de bolhas.
- 7- Aguarde o endurecimento do revestimento e remova a crosta superficial de revestimento situada no topo do anel de fundição
- 8- Coloque o anel de fundição no forno frio. Colo. Aumente a temperatura até 300°C, mantenha esta temperatura durante 30 minutos. A seguir, eleve a temperatura até 930°C, conservando esta temperatura durante 60 minutos. Aqueça, concomitantemente, o cadinho para fundições.

3.3.3 A Fundição

- 1- Empregue maçarico de furo único (3 milímetros de diâmetro) e uma mistura de oxigênio e de gás de cozinha. Utilize o oxigênio à pressão de 25 libras por polegadas quadrada (1,75 quilograma-força por centímetro quadrado) e o gás de cozinha à pressão de 15 libras por polegada quadrada (1,05 quilograma-força por centímetro quadrado). Estas pressões, corretamente reguladas, promoverão a necessária chama azul redutora de 2,5 centímetros de comprimento.
- 2- Retire do forno e posicione o cadinho na centrífuga (Fig.2.5.3), que deve ser armada com 4 ou 5 voltas. Complete o aquecimento do cadinho com a chamada do maçarico.

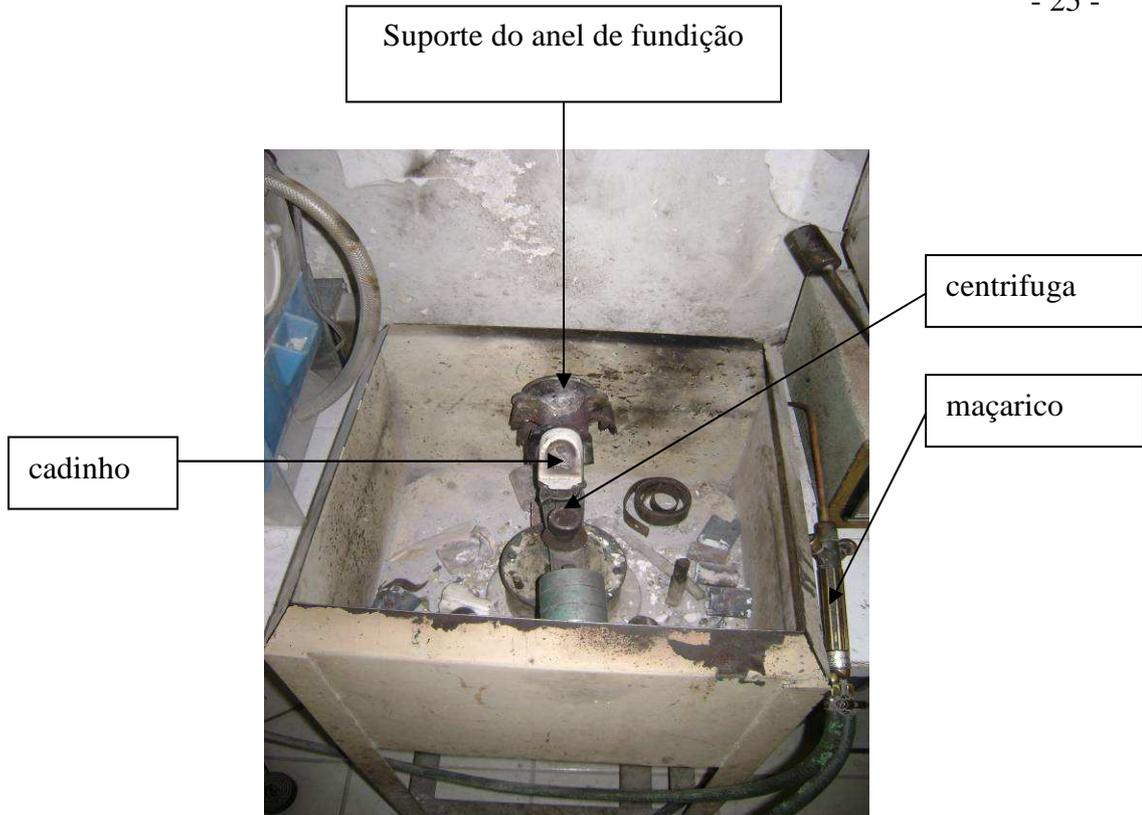


Fig.3.3.3, vista superior da centrífuga para fundição utilizada por nós.

- 3- Colocamos a quantidade indicada da liga no receptáculo do cadinho. Fizemos com que a chama realize o aquecimento uniforme e progressivo. Provocamos movimentos lentos do maçarico, obrigando a chama a percorrer toda a superfície do metal. Quando pequenos “traços” ou “estrelas” apareceram na superfície metálica, procuramos concentrar o calor sobre as bordas das pastilhas da liga. Imediatamente a seguir as pastilhas “desmoronam”. A camada superficial de óxido formada não deveser tocada ou perfurada. Continuamos aquecendo até o momento em que o metal possa ser facilmente deslocado (“pequenas ondulações superficiais”) com a força da chama. Isto indica que a liga atingiu o ponto de fusão. Neste momento, remova do forno e posicionamos o anel metálico, em ato contínuo, soltamos a trava da centrífuga.
- 4- Deixamos o anel esfriar a temperatura ambiente. A têmpera (imersão do anel em água fria),inevitável em alguns casos urgentes, só devem ser realizados 20 minutos após a fundição.
- 5- Para eliminamos todos os vestígios de revestimento, empregamos jato de óxido de alumínio (50 micra) à pressão de 80 libras por polegadas quadrada (5,8 quilograma-força por centímetro quadrado).

3.3.4 Acabamento

1. Provamos a adaptação no troquel antes de cortar o conduto de alimentação (*sprue*).

2. Removemos todas as “bolhas” e irregularidades superficiais, utilizando brocas de “carbide” ou pontas de diamante. (Fig.3.3.4)



Fig.3.3.4 acabamento superficial com brocas de “carbide”

3. Verificamos se a espessura do metal encontra-se dentro do limite mínimo permitido (0,3 milímetros).
4. Cortamos o conduto de alimentação com um disco fino de óxido de alumínio e complete o acabamento com pontas de óxido de alumínio arredondando os cantos vivos.
5. Submetemos novamente a fundição ao jato de óxido de alumínio (50 micra) à pressão de 80 libras por polegadas quadrada.
6. Colocamos a peça fundida imersa em água destilada no aparelho de ultra-som, durante 10 minutos, para a remoção das partículas de oxido de alumínio.
7. Retiramos do aparelho de ultra-som com auxilio de uma pinça (não toque com os dedos), a peça fundida está pronta para receber o tratamento de queima de oxidação e assim estar pronto para receber o revestimento cerâmico.(Fig.3.3.5)

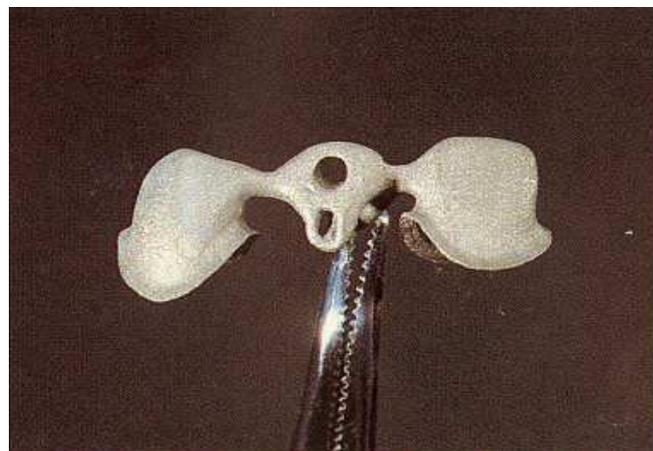


Fig.3.3.5 Peça fundida pronta para receber o tratamento de queima de oxidação

3.4 Preparação e Aplicação da Cerâmica no Casquete e sua Queima.(Manual Técnico da Vision/Wohlwend)

1. Após o tratamento de oxidação, devemos iniciar o preenchimento dos espaços vazios da estrutura metálica com o opaco de preenchimento e condensar bem (Fig.3.4.1)

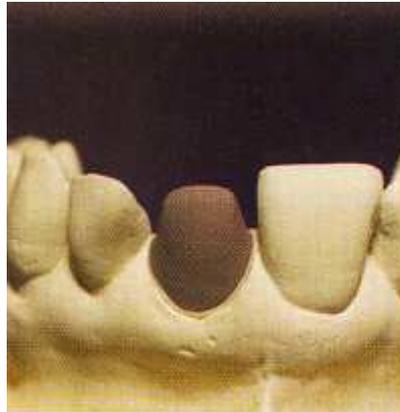


Fig. 3.4.1 casquete Após o tratamento de oxidação

2. Aplicar a primeira camada de Opaco, fina, com o pincel específico destinado para esta operação. Recobrir aproximadamente 70% da estrutura. (Fig.3.4.2). Em seguida proceda a primeira queima do opaco em forno específico para cerâmica. (Fig.3.4.3).



Fig.3.4.2 casquete com primeira camada de opaco



Fig.3.4.3, forno cerâmico, que foi utilizado em nosso trabalho

3. Fazemos o recobrimento de 100% da peça com o Opaco, (Fig.3.4.4) e procedemos a segunda queima a 930°C. A superfície terá aparência de casca de ovo (Fig.3.4.5).

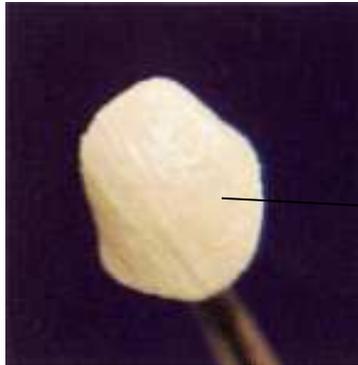
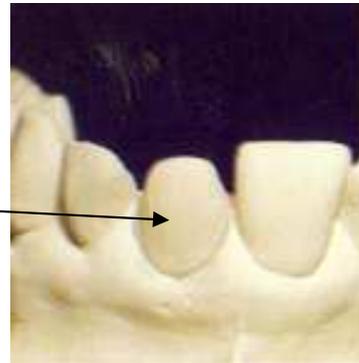


Fig.3.4.4 casquete com 100% de cobertura com opaco



. Fig.3.4.5 Casquete após 2ª queima

4. Aplicação de Dentina e Massas Incisais.

Com o auxílio de um pincel e espátula aplicamos a cerâmica sobre o casquete, na sequência abaixo descrita.

OBS: Observar o esquema de estratificação de acordo com a indicação das cores.

- a) Aplicação da camada de Dentina Opaca para estabilização das cores, em especial com espaço reduzido.(Fig.3.4.6). Queima a 925°C.

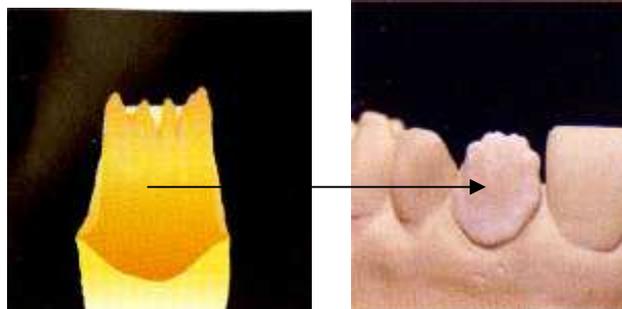


Fig.3.4.6 1ªcamada de Dentina Opaca para estabilização das cores

- b) Aplicação da 2ª massa de Dentina de acordo com a cor escolhida. (Fig.3.4.7).Queimada a 920°C.

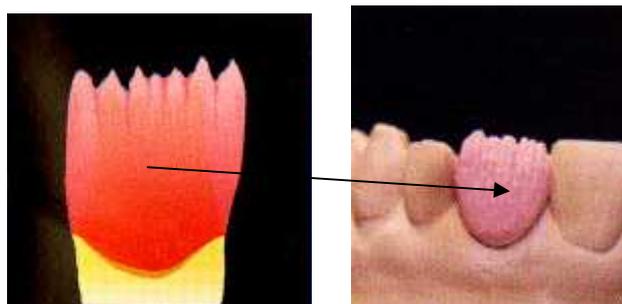


Fig.3.4.7-2ªmassa de Dentina de acordo com a cor escolhida

- c) Aplicamos de Massa Incisal Transparente (Opcional para otimizar a Transmissão de luz).(Fig.3.4.8).Queima a 920°C.

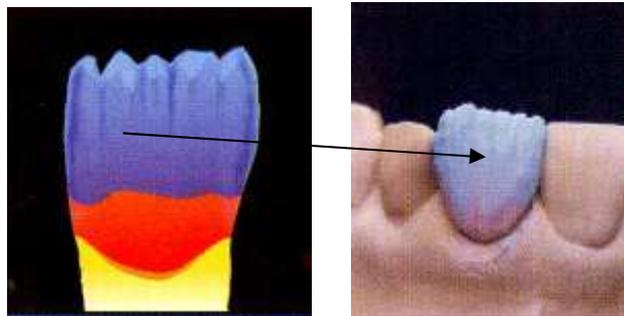


Fig.3.4.8 Massa Incisal Transparente

- d) Levamos a prótese para queima no forno para cerâmica, obtemos assim uma superfície brilhante. (Fig.3.4.9).Queima a 920°C

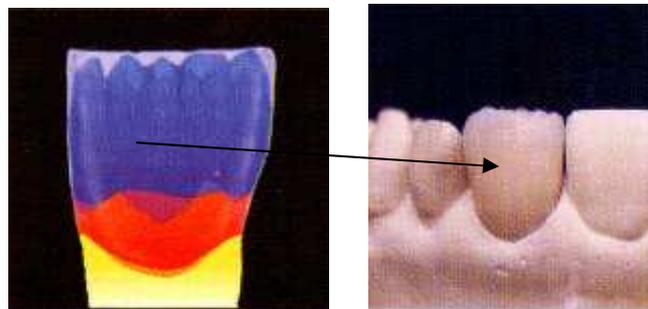


Fig.3.4.9 protese após queima

Obs: A seguir, Correção após a 1ª queima (cocção).

- e) De acordo com a transparência desejada, pode se completar a anatomia com as Massas Transparente. A massa de Glaze é misturada com o liquido de Glaze e aplicado em uma fina camada. Levar para uma nova queima a prótese. (Fig.3.4.10).Queima a 920°C.

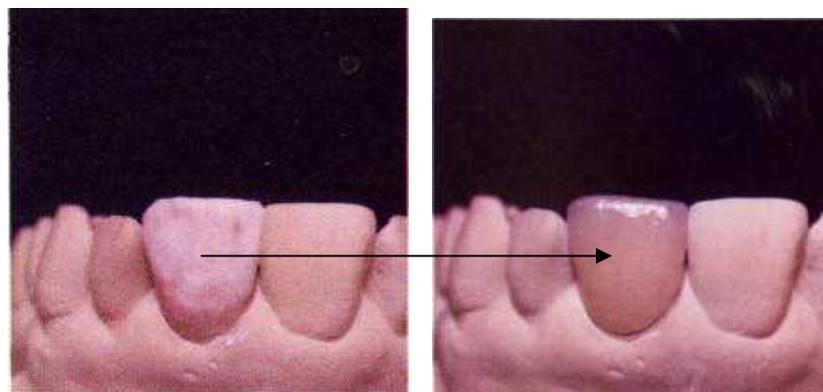


Fig.3.4.10- Massa de Glaze para completar a anatomia

O nível do brilho pode ser variado, controlando-se a temperatura de queima(cocção).Verifique com o padrão de cor como ficou sua peça.(Fig.3.4.11)



Fig.3.4.11 verificação do brilho

3.5 Escolha da Cerâmica e dos Aditivos.

Ao fazermos nossa escolha da cerâmica a ser utilizada e dos aditivos em nosso trabalho, levamos em consideração os que tinham custos benéficos mais atraentes e sendo assim mais utilizados pelos profissionais em nossa região. A cerâmica escolhida foi a Massa de Dentina Opaca “Vision Classic” de fabricação da Wohlwend e distribuída no Brasil pela Servo-dental.

Foram escolhidos os aditivos industriais para cerâmicas a base da Carboximetilcelulose de sódio, polímero aniônico derivado da celulose, muito solúvel em água, tanto frio quanto quente, na qual forma tanto soluções propriamente ditas quanto géis, conhecido na indústria por possuir as funções de: Agente ligante, agente reológico, aglutinante, espessante, estabilizante e lubrificante. Abaixo relacionamos os escolhidos:

1. O denominado no trabalho de “CMC” é fabricado pela Manchester Química do Brasil Ltda.Possui 89,64% de Carboximetilcelulose.
2. O denominado no trabalho de “ADCER” é fabricado pela Adcer Produtos Químicos Ltda. .Possui 82,88% de Carboximetilcelulose.
3. O denominado no trabalho de “TIXOLAM” é fabricado por LAMBERTI Ceramic Additives e distribuído no Brasil pela Lambra Produto Químico Auxiliares. .Possui 57,81% de Carboximetilcelulose.

O percentual de 1% utilizado em nosso trabalho, é o que os fabricantes recomendam para uso na indústria de cerâmica de louças sanitárias.

3.6 Difractometria de Raios – X (DRX)

A cerâmica pura e as amostras das próteses confeccionadas foram estudadas por Difractometria de raios-X para determinação da estrutura cristalina e suas composições. A análise das cerâmicas em forma de pó e das próteses confeccionadas e sinterizadas foram feitas pelas técnicas da Difractometria de raios-X do pó .

Após a descoberta dos raios-X quase que acidental por Wilhelm Köentgen em 1895 despertou imediatamente o interesse de outros cientistas por esta radiação.

Os raios-X são utilizados na área médica, em radiografias de ossos e outros órgãos, devido ao seu alto poder penetrante. São utilizados também em tratamentos de câncer, por radioterapia. São usados na detecção de falhas estruturais em materiais como aço, concreto, entre outros. No meio científico, os raios-X são utilizados em

diversas áreas com várias finalidades, entre elas na cristalografia, onde se estuda a estrutura interna dos materiais através da difração dos raios-X.

Os raios-X é uma radiação eletromagnética de comprimento de onda entre $\sim 10^{-1}$ m e $\sim 10^{-7}$ m. É uma radiação muito penetrante, pouco ionizante e pode atravessar, sem absorção apreciável, meios materiais com espessura bastante grande.

Dentre as várias técnicas de caracterização de materiais, a técnica de difração de raios-X é a mais indicada na determinação das fases cristalinas presentes em materiais cerâmicos, assim como analisar esta fase quantitativamente, obter precisamente os parâmetros de rede da cela unitária e, conseqüentemente, determinar a estrutura cristalina, medir o tamanho das partículas, determinarem a existência de defeitos ou desordem na estrutura, bem como encontrar ordem de pequeno alcance em sólidos não cristalinos. Isto é possível porque na maior parte dos sólidos (cristais), os átomos se ordenam em planos cristalinos separados entre si por distâncias da mesma ordem de grandeza dos comprimentos de onda dos raios-X.

A obtenção de raios-X para difração envolve a aplicação de tensões da ordem de 35 kV entre um catodo (filamento de tungstênio) e um anodo (alvo metálico), dentro de um sistema com alto vácuo. A figura 3.6.1 mostra um diagrama esquemático de um tubo de raios-X.

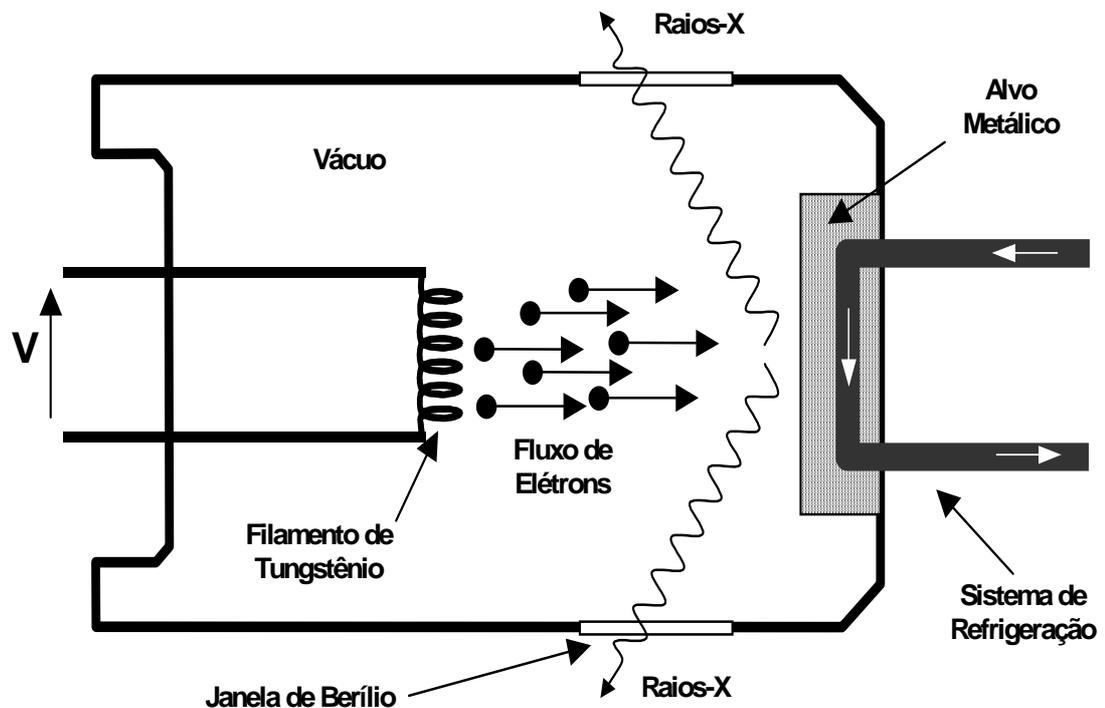


Fig.3.6.1. Diagrama esquemático de um tubo para geração de raios-X.

Ao ser aquecido, o filamento de tungstênio (catodo) emite elétrons. Devido à elevada diferença de potencial (35 kV), os elétrons liberados são acelerados, ganham energia cinética e movimentam-se em direção ao alvo metálico (anodo) geralmente o cobre. Ao colidirem com o anodo, tais elétrons provocam a emissão de raios-X. Em torno de 98% da energia cinética dos elétrons é transformado em calor, o que torna necessário o emprego de um sistema de refrigeração do anodo.

Dentre as vantagens da técnica de difração de raios-X, para a caracterização de fases, destacam-se a simplicidade e rapidez do método, a confiabilidade dos resultados obtidos (pois o perfil de difração obtido é característico para cada fase cristalina).

A difração de raios-X é o resultado do espalhamento da radiação por um arranjo regular de centros de espalhamento cujo espaçamento é da mesma ordem de grandeza do seu comprimento de onda. Esta grade de difração causa um espalhamento da luz com alta intensidade em algumas poucas direções específicas. A direção precisa do espalhamento observado é uma função do espaçamento exato entre as ranhuras na grade de difração, relativo ao comprimento de onda da radiação incidente.

Quando do espalhamento de um feixe incidente de raios-X em um sólido cristalino, este ocorre em todas as direções. Se os átomos estão regularmente espaçados em um reticulado cristalino e a radiação incidente tem comprimento de onda da ordem deste espaçamento, ocorrerá interferência construtiva em certas direções e interferência destrutiva em outras.

Um cristal funciona como uma grade de difração tridimensional, na qual os empilhamentos repetidos dos planos cristalinos servem como ranhuras. Para uma rede cristalina simples, a condição de difração está mostrada na figura 3.6.2, esta nos mostra que, para sua ocorrência, os feixes de raios-X espalhados por planos cristalinos adjacentes devem estar em fase, caso contrário, as interferências destrutivas de onda ocorrem e nenhuma intensidade de espalhamento é detectada. Só ocorrerá reflexão, isto é, interferência construtiva, se a distância extra percorrida por cada feixe for um múltiplo inteiro de comprimento de onda, λ . Por exemplo, na figura, o feixe difratado pelo segundo plano de átomos percorre uma distância $SQ + QT$ a mais do que o feixe difratado pelo primeiro plano de átomos. A condição para que ocorra interferência construtiva é (equação 3.6.1):

$$SQ + QT = n\lambda = 2 d \text{ sen}\theta \quad (3.6.1.)$$

onde $n = 1,2,3,4,\dots$, ou seja, números inteiros, d é à distância interplanar e θ é o ângulo de Bragg.

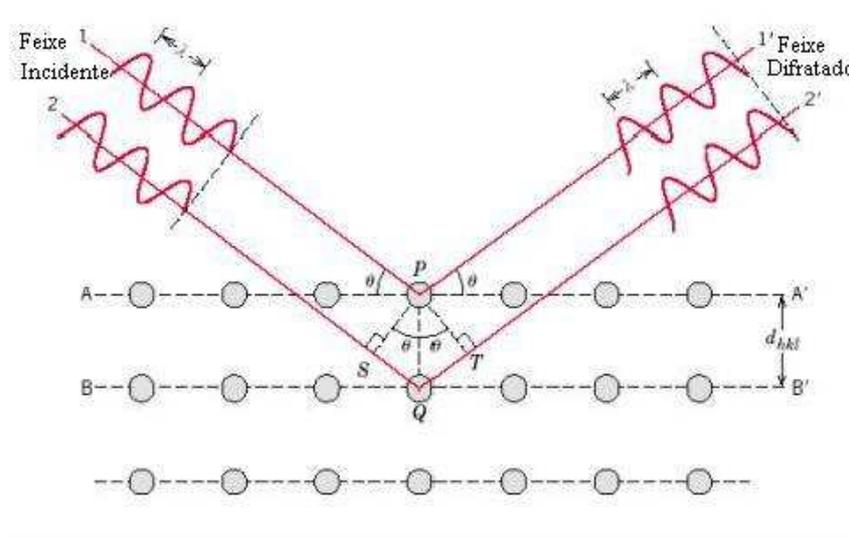


Figura 3.6.2: Difração de raios-X pelos planos de um sólido cristalino (os átomos funcionam como centros de espalhamentos e os planos, como ranhuras de uma malha de difração)

Eq. (3.6.1) representa a lei de Bragg e os ângulos θ para os quais ocorre difração são chamados ângulos de Bragg. A partir desta equação, conclui-se que as direções para as quais ocorre difração (interferência construtiva) são determinadas pela geometria do reticulado

3.7 Microscopia Eletrônica de Varredura, análise do MEV

A microscopia eletrônica de varredura é um dos instrumentos mais versáteis de investigação da microestrutura de materiais metálicos e cerâmicos, permitindo resolução de 100 Å ou 10 nm, podendo chegar a 3nm ou 30 Å. A MEV oferece possibilidades de formação de imagens de fácil interpretação e figuras claras de superfícies atacadas (por ácidos) bem como superfícies rugosas. A MEV tem uma boa faixa de aplicações, na pesquisa e desenvolvimento de materiais, análise de falhas e controle de qualidade.

A figura 3.7.1 mostra, de maneira simplificada, o funcionamento e o princípio da técnica. O feixe de elétron é emitido de um filamento de tungstênio aquecido (catodo) e focalizado por um sistema de lentes magnéticas (duas lentes condensadoras e uma

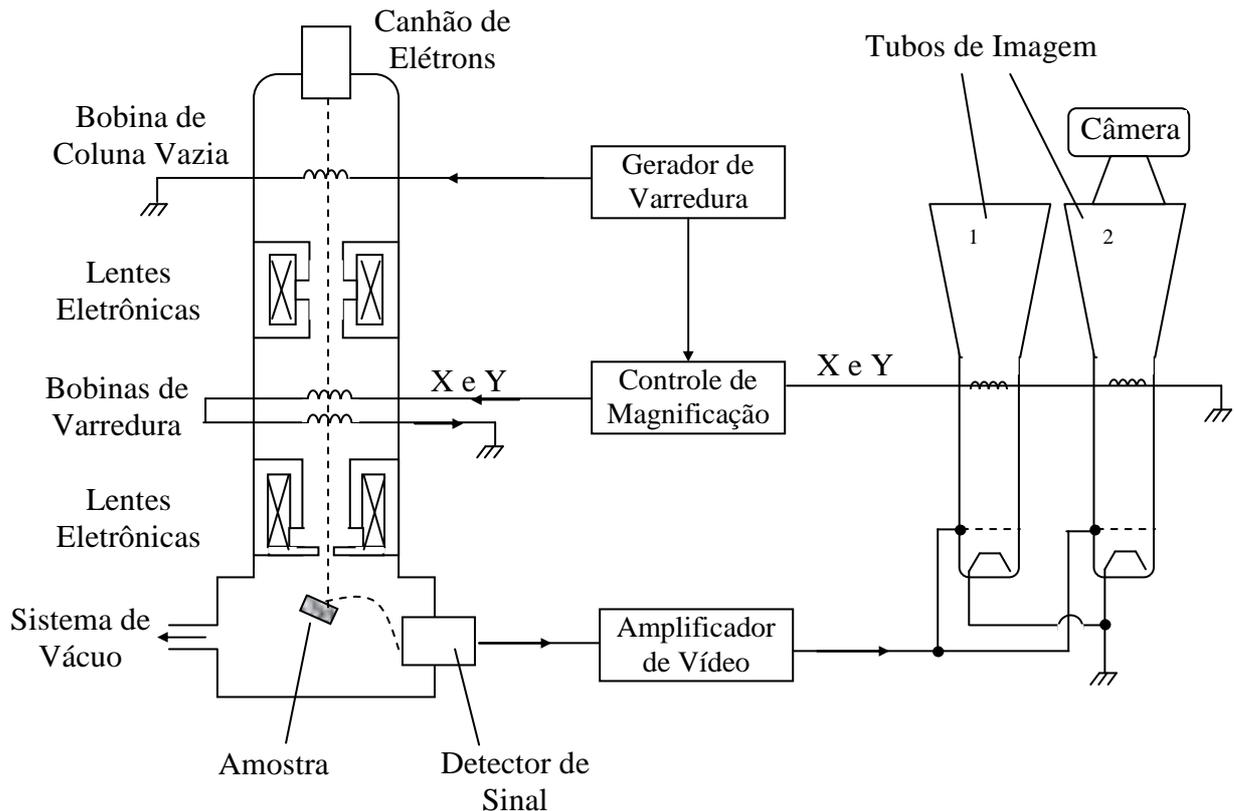


Figura 3.7.1: Modo de funcionamento do Microscópio Eletrônico de Varredura

objetiva). A voltagem de aceleração varia de 1000 a 50000 Volts. É necessário o uso de uma bomba de vácuo, de preferência uma turbo molecular, que ajuda a evitar contaminação por hidrocarbonetos das bombas de óleo. O feixe de elétrons faz uma varredura na superfície da amostra, da mesma forma que um tubo de raios catódicos funciona na geração de imagens numa tela de televisor. Um gerador controlando a corrente das bobinas de varredura deflete o feixe ao longo de linhas bem próximas. O controle da magnificação é feito pelo ajuste da corrente nas bobinas de deflexão. Os elétrons excitados pelo feixe de elétrons e emitidos pela superfície da amostra são coletados em um detector. Esta corrente que atinge o detector é ainda menor que a original, de aproximadamente 10^{-12} A e tem de ser ampliada. O sinal amplificado controla o brilho do feixe em um tubo de raios catódicos, que é sincronizado ao feixe eletrônico na coluna do microscópio. Além do mostrador (display) de imagem em uma tela de televisão de alta qualidade, um tubo de raios catódicos é usado para desenhar a imagem com, tipicamente 1000 (podendo ser até 4000) linhas em um filme fotográfico ou chapa.

Quando o feixe de elétrons primários interage com a amostra, elétrons e outras radiações (raios-X, por exemplo) são produzidos e podem ser usadas para a formação da imagem e analisar quimicamente os elementos micro estruturais.

- a) Os elétrons retro espalhados (BSE) são produzidos por espalhamento elástico a altos ângulos simples ou baixos ângulos múltiplos. A distribuição de energia dos ER depende da energia dos elétrons primários incidentes, do número de elétrons na camada de valência, do número atômico do material e da inclinação da superfície da amostra. Quanto menor o número atômico do material no qual o feixe incide, menos elétrons serão retro espalhados e mais energia é dissipada. Materiais com alto número atômico permitem o retro espalhamento de elétrons de átomos próximos à superfície com menor variação energética. As análises de MEV com elétrons retro espalhado (BSE) dão informações sobre a composição do material e orientação cristalina, a uma profundidade de 0,1 - 1µm, dependendo da voltagem e resolução de 1 - 10 µm, fornecendo maior nitidez de análise do que os elétrons secundários.
- b) Os elétrons secundários (ES) são formados pela interação dos elétrons primários com elétrons de átomos com ligações fracas. O espectro de energia dos elétrons é dependente da energia dos elétrons incidentes e do material da amostra. Os ES gerados não são fortemente dependentes do número atômico. O fator principal para a geração de elétrons secundários é o ângulo entre o feixe incidente e a superfície da amostra. As principais informações obtidas pela análise de MEV com (ES) são topografias de superfície, contraste de material e contraste de orientação cristalina, com uma resolução de 5 a 20 nm, em uma profundidade de 1 - 10 nm.

A microestrutura das próteses confeccionadas com a mistura da cerâmica com os aditivos bem como dela Pura, foram estudadas por microscopia eletrônica de varredura, usando elétrons secundários (ES), elétrons retro espalhados (BSE) e MIX onde se utiliza 50% de (BSE) e 50%(ES), as amostras das próteses confeccionadas foram enviadas para análise na Universidade de São Carlos em São Paulo no Departamento de Eng^a de Materiais. As amostras foram colocadas sobre suporte apropriado para as observações. A cerâmica Pura em pó foi analisada pelo MEV no ITEP (Instituto Tecnológico de PE).

3.8 Análise por fluorescência de raio X com Espectrômetro de fluorescência. (XRF)

O Espectrômetro de raios-X é um instrumento que realiza a análise por dispersão de energia de raios-X (XRF), O espectrômetro por fluorescência de raio-X é um instrumento que determina qualitativamente e quantitativamente os elementos presentes em uma determinada amostra. Isto é possível através da incidência de raios-X que excitam as camadas eletrônicas da amostra. Esta então emite um novo espectro de raio-X característico de cada elemento de sua composição. É uma técnica muito útil para a caracterização elementar da estrutura da superfície dos materiais e determinar qualitativamente e quantitativamente os elementos presentes em uma determinada amostra, com esta técnica é possível detectar quase todos os elementos da tabela periódica. Esta técnica possibilita determinar a estequiometria das fases presentes na amostra. Isto é possível através da aplicação de raios-X na superfície da amostra e a posterior análise dos fluorescentes raios-X emitidos. A técnica de fluorescência de raios-X é não-destrutiva para todos os tipos de amostras, incluindo sólidos, líquidos, pós, discos, etc.. Desta forma, a técnica de fluorescência de raios-X é utilizada para pesquisa e controle de qualidade em uma ampla área de atuação, a qual inclui

universidades, instituições de pesquisa, indústrias petroquímicas, indústrias farmacêuticas, metalurgia, mineração, cimento, etc.

A fluorescência por microsonda de raio X (μ -XRF), é utilizada como técnica de microanálise, particularmente aquelas que utilizam microsonda, têm demonstrado serem muito eficientes para localizar e determinar a distribuição espacial de elementos em diversos tipos de amostra. Encontram-se atualmente em vias de desenvolvimento dispositivos ópticos capazes de focalizar um feixe de raio X em pequenas regiões da amostra. Estes dispositivos, baseados no fenômeno de reflexão total, consistem de tubos capilares, dentro dos quais os feixes de raio X se propagam, refletindo-se totalmente sobre as paredes internas, sem sofrer atenuação ou dispersão. Com eles obtém-se microsonda de raio X com alta resolução espacial, da ordem de μm . (Cunha e Silva R. M., 2004)

Um dos principais campos de aplicação das microsonda de raio X com capilares é na microfluorescência. Mediante a realização de uma varredura da microsonda sobre a superfície da amostra, pode-se obter informações de elementos majoritários, minoritários e traços presentes. Estes mapas de elementos (mapeamento químico) são muito úteis para compreender certos processos que ocorrem em amostras heterogêneas de origem industrial, geológica, arqueológica, biológica e ambiental. (Cunha e Silva R. M., 2004)

3.9 Análise de Área Superficial (BET).

Para a determinação da área superficial específica (Zhang *et al.*, 2003), foi utilizado o método de adsorção de nitrogênio/hélio desenvolvido por Brunauer, Emmett e Teller (BET). A partir de isotermas de adsorção de gases sobre os pós ou materiais cerâmicos, pode-se obter as características das suas texturas. Estas medidas compreendem o conjunto de informações que definem a morfologia do pó, que são o tamanho dos poros e a área de superfície específica. A amostra do pó da cerâmica foi analisado pelo ITEP (Instituto de tecnologia do Estado de PE).

Esta técnica foi usada para estimar o tamanho médio da partícula (diâmetro esférico equivalente) por meio da equação 3.9.

$$D_{\text{BET}} = \frac{6}{D_t S_{\text{BET}}} \quad (3.9)$$

Onde,

D_{BET} = diâmetro esférico equivalente (nm);

D_t = densidade teórica (g/cm^3);

S_{BET} = área superficial (m^2/g).

3.10 Ensaio Mecânico de Microdureza (MH_v).

A caracterização mecânica das amostras foi realizada por ensaio de dureza Vickers.

Esta técnica consiste em forçar contra a superfície do material a ser testado um pequeno indentador, em condições controladas de carga e taxa de aplicação. A indentação resultante é medida e relacionada a um número de dureza, do que resulta que este resultado é mais relativo do que absoluto.

Os ensaios de dureza são comumente empregados como técnicas de caracterização mecânica de materiais, pois consistem em procedimentos de baixo custo, simples e que não exige preparação especial do material (somente faces paralelas e superfície polida para melhor visualização da indentação).

No ensaio de dureza Vickers o indentador é uma pirâmide de base quadrada e com ângulo entre faces de 136°. Através das medidas das diagonais da indentação, determina-se o valor da dureza Vickers (MHv), em N/mm² por meio da relação:

$$MHv = \frac{2P \operatorname{sen}\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{d^2} = \frac{185,44P}{d^2} \quad (3.10)$$

onde P é a carga aplicada (N) e d é a média das diagonais da indentação, em mm.

Os testes foram realizados nas amostras devidamente polidas, com uma carga de 50g por 30 s, com 2 indentações por amostra, nas amostras . A figura 3.10.1 ilustra o procedimento de medida das diagonais de indentação:

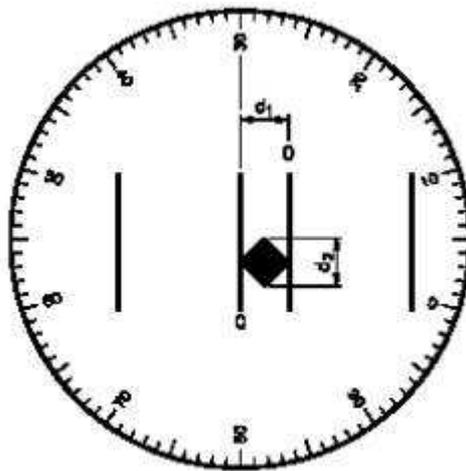


Figura 3.10.1: Medida das diagonais de indentação em ensaio de dureza Vickers

3.11 Preparos da Mistura da Cerâmica com os Aditivos

A mistura do aditivo com a cerâmica foi preparada em laboratório utilizando uma balança analítica: modelo FA2104N ,com grau de precisão 1, escala de pesagem 0-210 g, precisão na leitura 0,1 mg. para fazermos a mistura na proporção de 1% do aditivo para 100%de cerâmica pura.Após fazermos a pesagem realizamos a mistura e homogeneização com o auxilio de um almofariz de ágata e do Pistilo.



Fig.3.11 Balança analítica modelo FA2104N

3.12 Confeções das Amostras para Análises e Ensaio

As amostras foram confeccionadas, na bancada do laboratório de próteses Fig. 3.12.1, conforme técnicas utilizadas amplamente nos diversos laboratórios de próteses dentária. Aplicação das misturas e cerâmicas pura sobre os casquetes metálico Fig.3.12.2.Utilizamos pinça para segurar o casquete metálico e espátula e pincel para aplicar o material, cerâmica pura e misturada com aditivos que foram diluídos em água destilada . Após aplicação dos materiais levamos as amostras para queima no forno Fig.3.12.3 Foram confeccionadas quatro peças de cada mistura e da cerâmica pura. Para serem feitos novas análises pelo EDX e MEV, bem como análise da micro-dureza após a sinterização. Fig.3.12.4.- 3.12.5. – 3.12.6 – 3.12.7.



Fig. 3.12.1. Bancada para aplicação da porcelana no casquete metálico.



Fig.3.12.2. Aplicação da porcelana no casquete para confecção das amostras.



Fig. 3.12.3 Colocação das amostras no forno para queima

3.13 Preparação de Amostras para Ensaio de Microdureza

A amostra de pó cerâmico fornecida foi separada em quatro partes, em três delas foi colocado 1% de aditivo (ADCER, TIXOLAM, CMC) respectivamente conforme utilizado nas indústrias. Aditivos esses pesados em uma balança analítica de quatro casas decimais Fig.4.6.1, e misturados, juntamente com o pó cerâmico, no almofariz de ágata por cerca de 2 horas para homogeneização com pistilo. Depois as quatro amostras, lembrando que uma delas pura, foi levada ao protético para a fabricação dos dentes cerâmicos. Esses foram então embutidos. Essa técnica é realizada em uma prensa metalográfica (embutidora), antes do procedimento três fatores foram levados em consideração: pressão utilizada, temperatura e tempo de polimerização da resina. A amostra foi colocada com a face em que será realizado o ensaio de microdureza voltada para baixo, no centro do êmbolo, e o compartimento preenchido com resina acrílica e baquelite. A quantidade de pó foi suficiente para cobrir a amostra e apresentar uma altura adequada para servir de apoio durante o polimento. O compartimento foi tampado

com um pino, empurrado para baixo e colocado uma trava. A embutidora foi ligada e a pressão foi monitorada, principalmente, no início do processo, pois tendeu a cair. O monitoramento consistiu em pressionar a alavanca para manter a pressão estipulada. Por causa do embutimento encontrou-se uma fina película de resina sobre a amostra, sendo necessário, primeiramente, o lixamento com uma lixa de 600(meche) e depois uma de 1200(meche) com o objetivo de torná-la plana e livre de incrustações. O lixamento foi realizado em uma lixadeira elétrica rotativa (politriz) por um tempo de uma hora e meia para cada dente. O polimento ocorreu através da fixação do pano de polimento no prato da politriz. Foi utilizado um abrasivo a base de diamante de 1 micrômetro de tamanho de grão, com duração de cerca de 40 minutos por dente. Após o polimento foi obtida uma superfície lisa com aspecto de “brilho espelhado”, estando às amostras prontas para análise de microdureza. Durante este processo de preparação das amostras com aditivo tixolam a mesma não resistiu e foi destruído o que impossibilitou o ensaio de dureza na respectiva amostra. Restando então as outras amostras (Fig.3.13)



Figura 3.13 amostras de CMC,ADCER e PURA embutidas, pronta para ensaio de Microdureza.

3.13.1 Ensaio de Microdureza das Amostras

Os ensaios para determinação da microdureza foram realizados no ITEP(Instituto de Tecnologia do Estado de PE), através do Equipamento de microscopia para análise Metalografica de fabricação da Reichert nº de serie 319914, Fig.4.8.2, utilizando o dispositivo acessorio de teste para microdureza fab. Reicher nº de serie 44218.

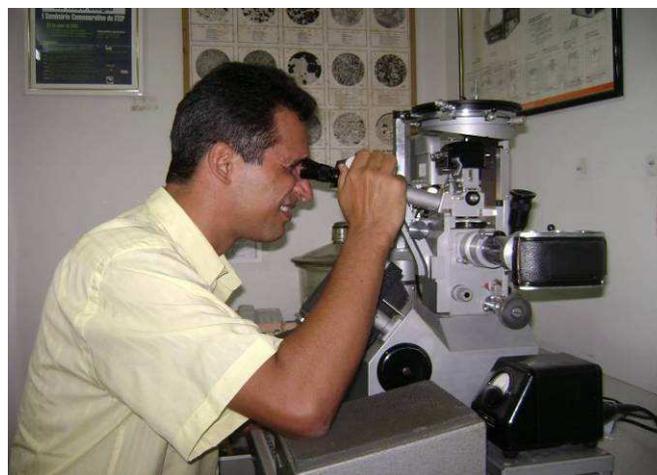


Fig.4.8.2 realizando ensaio de microdureza

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 A análise da cerâmica e dos aditivos antes da sinterização.

Utilizamos para análise inicial da Cerâmica Pura os seguintes processos: Difractometria de Raio-X, Espectrômetro de raios-X(EDX), MEV e BET. Visando ter todas as informações que o fabricante das Cerâmicas Odontológicas utilizadas não disponibiliza em seus catálogos técnicos, procedimento este adotado por outros fabricantes de cerâmicas odontológicas. Nos aditivos para análise inicial utilizamos o processo de espectrômetro de raios-X, pois como nas cerâmicas, os fabricantes dos aditivos utilizados não disponibilizam a composição detalhada em seus catálogos. A técnica utilizada para verificação qualitativa e semi-quantitativa da composição da cerâmica Pura e dos Aditivos, foi a de Fluorescência de Raios-X, o que nos possibilita um grau de precisão muito bom.

4.2. Resultado das Análises qualitativas e quantitativas das Cerâmicas e dos Aditivos pela Caracterização por microfluorescência de Raios-X (μ -XRF).

Os materiais, cerâmicos e aditivos, foram enviados em forma de pó. Fez-se a análise pelo seguinte **Método**: A cerâmica não foi levada para estufa. Uma porção de cada amostra dos aditivos foi colocada em uma estufa para eliminação de umidade e então levada a uma mufla a 1000°C por 2 horas para determinação de perda ao fogo. Uma porção das amostras secas dos aditivos e da cerâmica foi prensada, usando prensa hidráulica, tendo sido aplicado uma pressão de 25 ton. As pastilhas formadas foram analisadas qualitativamente para elementos pesados e alguns leves, e então semi-quantitativamente, para os elementos detectados na varredura qualitativa. Os resultados foram recalculados para 100% para acrescentar o resultado da perda ao fogo (PF). Todos os elementos da tabela periódica podem ser detectados, com exceção dos elementos leves H, He, Li, Be, B, C, N e O. Os elementos não listados não foram detectados. Para a análise química foi usado um espectrômetro de **microfluorescência de Raios-X**, Rigaku modelo RIX 3000, equipado com tubo de Rh. Os resultados estão expressos em peso %. (Tabela 4.2. e gráficos Fig. 4.2.1 e 4.2.2).

Tabela 4.2-Composições da Cerâmica e Aditivos pela Caracterização por microfluorescência de Raios-X (μ -XRF)

ELEMENTOS	Cerâmica PURA	ADITIVO - ADCER	ADITIVO-CMC	ADITIVO-TIXOLAN
CO	-----	8,22	1,90	5,65
Fe ₂ O ₃	-----	3,77	-----	3,29
SiO ₂	47,60	2,36	-----	24,01
Al ₂ O ₃	8,38	0,96	-----	2,11
TiO ₂	0,96	0,51	-----	0,28
P ₂ O ₅	-----	0,39	2,70	1,60
Cl	-----	0,35	1,82	0,34
K ₂ O	23,40	0,20	0,17	0,90
Na ₂ O	0,30	0,12	2,97	0,29
SO ₃	0,04	0,10	0,16	0,15
SrO	0,14	0,04	-----	0,25
ZrO ₂	-----	0,03	0,31	0,07
NiO	-----	0,02	0,14	0,03
ZnO	0,02	0,02	0,10	0,02
CuO	-----	0,01	-----	-----
Rb ₂ O	0,34	0,01	-----	0,02

COMPONENTES	Cerâmica PURA	ADITIVO - ADCER	ADITIVO-CMC	ADITIVO-TIXOLAN
MgO	0,05	-----	0,08	3,13
MnO	-----	-----	0,08	3,13
CaO	6,14	-----	-----	-----
BaO	4,42	-----	-----	-----
CeO ₂	3,98	-----	-----	-----
SnO ₂	1,34	-----	-----	-----
Y ₂ O ₃	1,02	-----	-----	-----
T ₂ O ₅	0,86	-----	-----	-----
GrO ₂	0,46	-----	-----	-----
S ₂ O ₃ T	0,37	-----	-----	-----
PbO	0,10	-----	-----	-----
Cr ₂ O ₃	0,04	-----	-----	-----
Ga ₂ O ₃	0,02	-----	-----	-----
P.F	-----	82,88	89,64	57,81
TOTAL	99,98	99,99	100,00	99,99

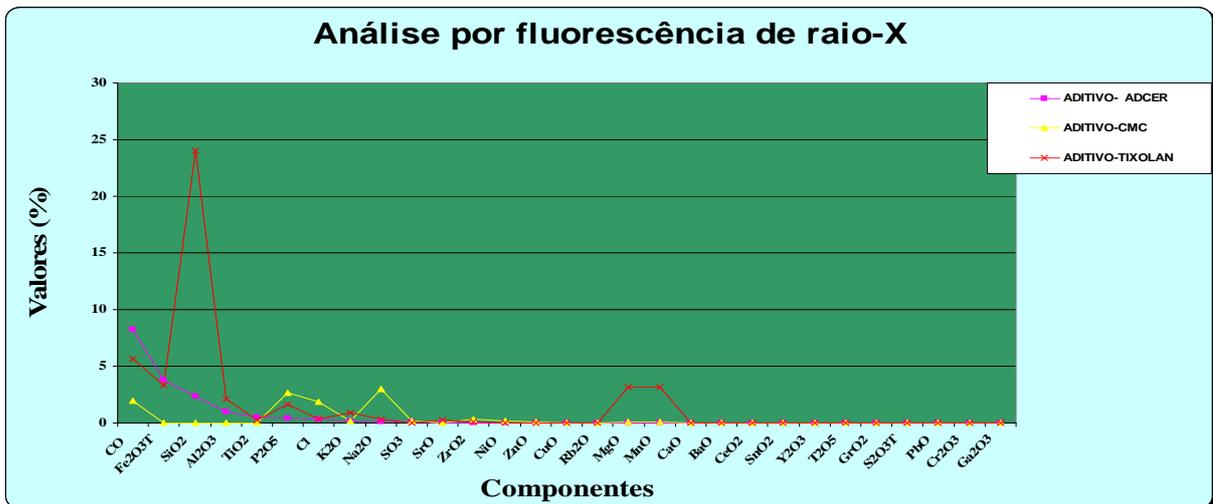


Fig.4.2.1 Análise por fluorescência de raio X dos aditivos

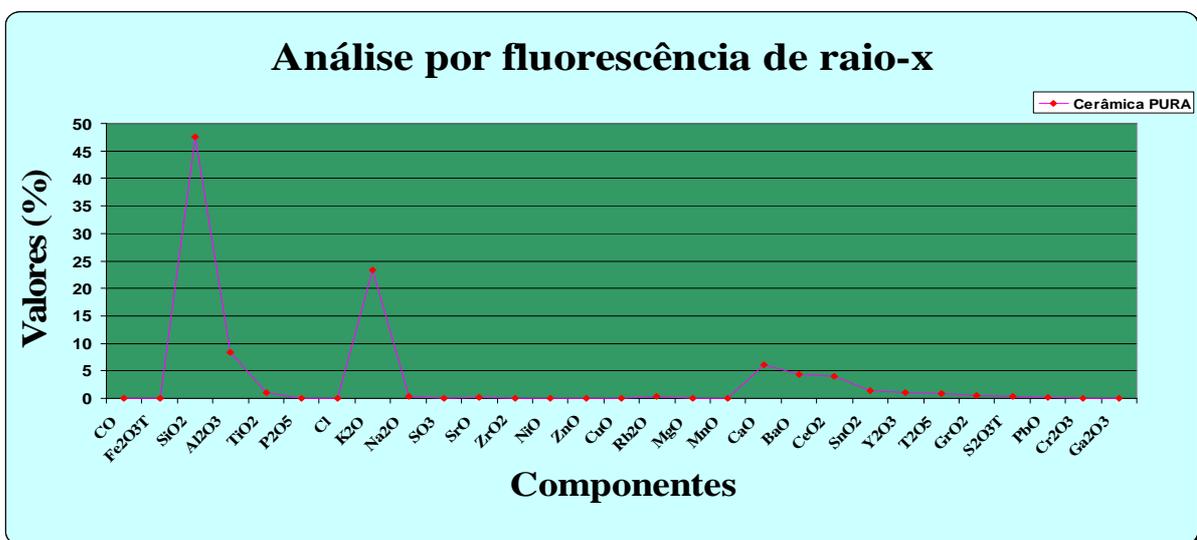


Fig.4.2.2 Análise por fluorescência de raio X da cerâmica Pura

Podemos verificar com a análise acima, por fluorescência, que:

1. Na mistura da Cerâmica Pura, com 1% do Aditivo ADCER, ocorre uma dopagem da mesma pela Carboximetilcelulose, cujo percentual no aditivo é de 82,88% e os outros 17,12% restantes, distribuídos por vários componentes sendo 7 dos quais a cerâmica pura não possui: CO, Fe₂O₃, P₂O₅, Cl, ZrO₂, NiO e CuO.
2. Na mistura da Cerâmica Pura, com 1% do Aditivo CMC, ocorre uma dopagem da mesma pela Carboximetilcelulose, cujo percentual no aditivo é de 89,64% e os outros 10,36% restantes, distribuídos por vários componentes sendo 6 dos quais a cerâmica pura não possui: CO, P₂O₅, Cl, ZrO₂, NiO e MnO.
3. Na mistura da Cerâmica Pura, com 1% do Aditivo TIXOLAN, ocorre uma dopagem da mesma pela Carboximetilcelulose, cujo percentual no aditivo é de 57,81% e os outros 42,19% restantes, distribuídos por vários componentes sendo 7 dos quais a cerâmica pura não possui: CO, Fe₂O₃, P₂O₅, Cl, ZrO₂, NiO e MnO. Chama-nos atenção o percentual de participação SiO₂, 24,01%, no percentual dos componentes restantes.

A pureza dos aditivos, em relação à Carboximetilcelulose, pode ser verificada com a perda de fogo da tabela, já que o ponto de auto-ignição da mesma situa-se acima de 370°C e as amostras foram para estufa por duas horas a 1000°C. Fig.4.2.3.

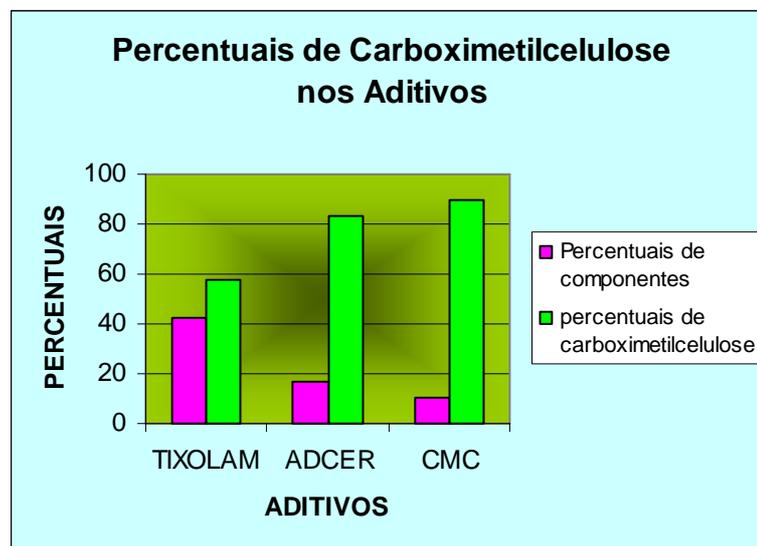


Fig. 4.2.3 gráfico dos percentuais de Carboximetilcelulose nos aditivos

4.3 Difractometria de Raios – X (DRX) da Cerâmica Pura em Pó.

Foi realizada análise do pó da cerâmica PURA utilizada para a confecção das amostras de próteses. Os resultados são mostrados abaixo pelo difatograma.

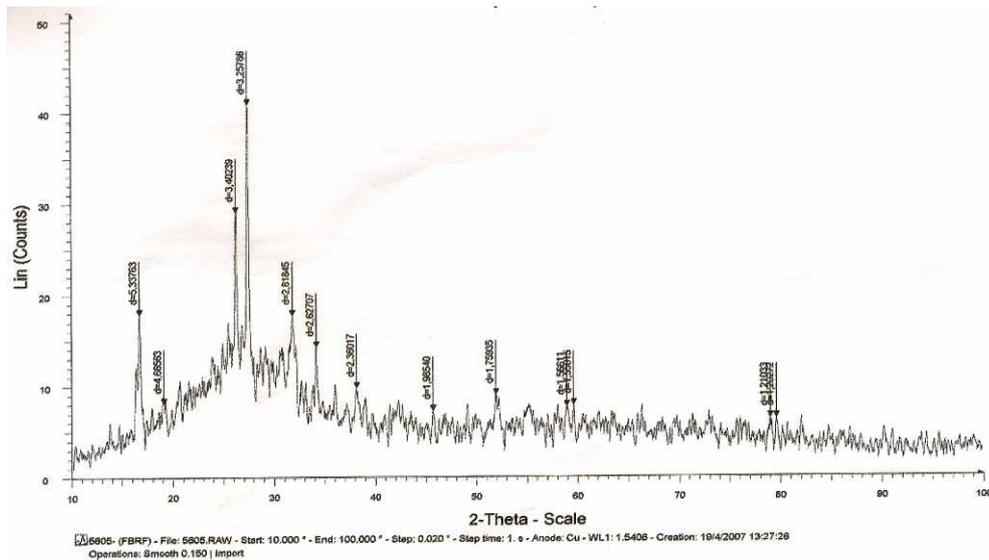


Fig. 4.3.1-Difratograma da amostra do pó da cerâmica PURA utilizada.

4.4 Análise por Dispersão de Energia de Raio-X da Cerâmica Pura em Pó (EDX).

Estas análises foram realizadas no ITEP (Instituto Tecnológico do Estado de PE)

4.4.1 Resultado utilizando o ajuste no MEV de:

- Aceleração da voltagem (KV)-20.0
- Corrente (nA) -120000
- Magnificação – 30000
- Tempo

60

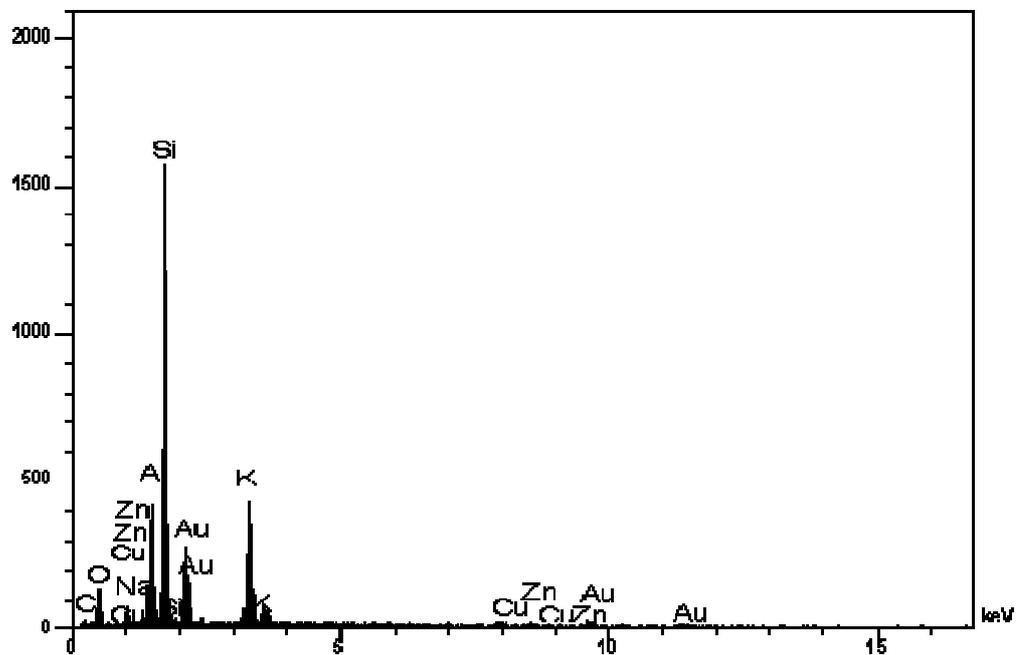


Fig. 4.4.1 difratograma com 30000 de magnificação

Resultado da identificação automática:Elementos presentes e percentuais- C(6)-34,41%, O(8)-14,08%, Na(11)-1,63%, Al(13)5,70%, Si(14)-18,72%, K(19)9,80%, Cu(29)-1,39%, Au(79)-13,51%.

Elementos possíveis - Zn(30), CE(58)

4.4.2 Resultado utilizando o ajuste no MEV de:

- Aceleração da voltagem (KV)-20.0
- Corrente (nA) - 120000
- Magnificação – 20000
- Tempo 60 s

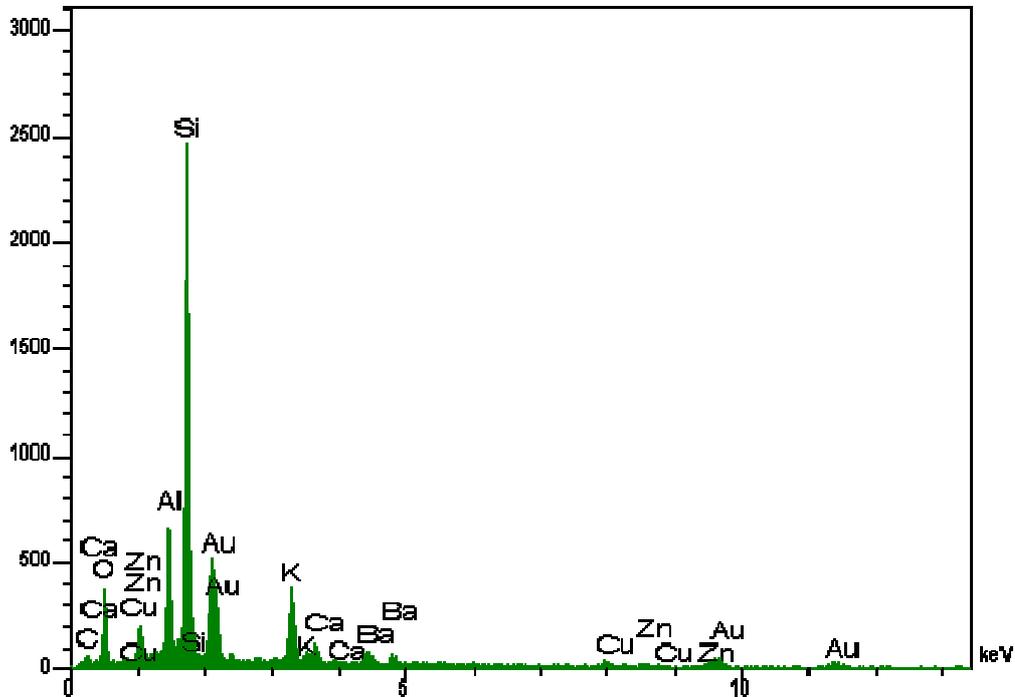


Fig.

4.4.2 difratograma com 20000 de magnificação

Resultado da identificação automática:

- Elementos presentes- C(6)-21,95%, O(8)-14,81%, Al(13)-5,13%, Si(14)-15,74%, K(19)-4,63, Ca(20)-1,55%, Cu(29)-2,25%, Zn(30)-1,79%, Ba(56)-5,78%, Au(79)-26,37%
- Elementos possíveis - Tc(43), CE(58)

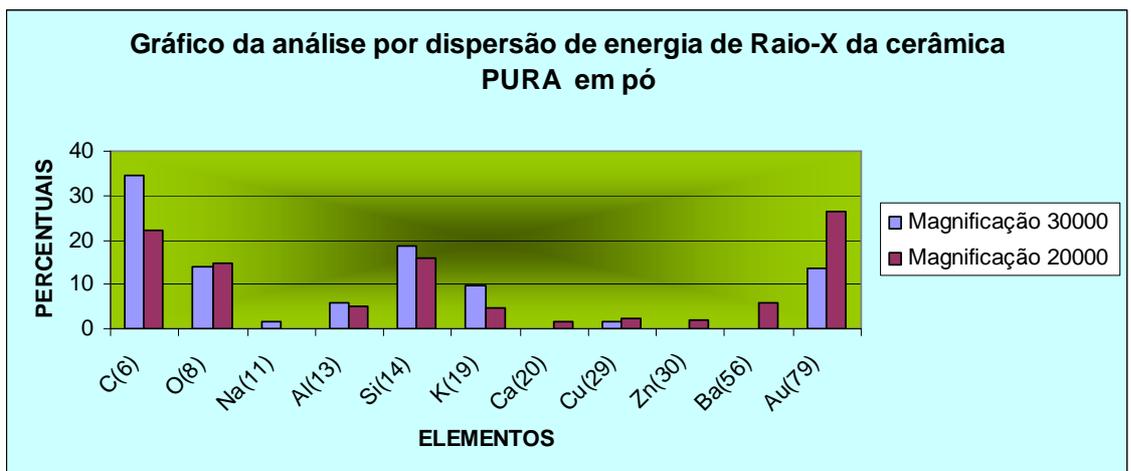


Fig. 4.4.3 Gráfico da análise por dispersão de energia de raio X da cerâmica pura

Na análise por dispersão de energia de raios-X da cerâmica Pura, temos uma **análise qualitativa dos elementos**, pois verificamos que ao utilizarmos duas magnificações, nesta técnica, temos elementos presentes que ao mudarmos de magnificação não aparecem e outros que desaparecem, bem como nos elementos possíveis onde em uma análise aparecem Zn e Ce , na outra os elementos Tc e Ce.

4.5 Micrografias obtidas pelo MEV do pó da Cerâmica PURA

Com as micrografias obtidas pelo MEV no pó da cerâmica pura, podemos verificar que a granulometria da mesma é muito heterogênea e com uma amplitude de valores muito grande, podendo com isso criar dificuldades na compactação durante a sinterização o que ira refletir nas propriedades mecânicas do trabalho realizado com a mesma.

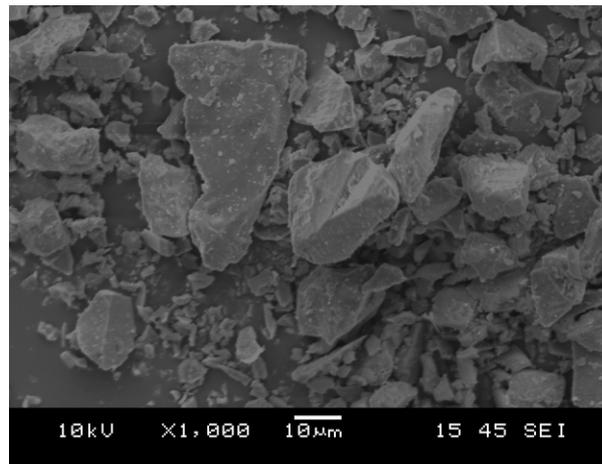


Fig. 4.5.1 micrografia com magnificação 1000

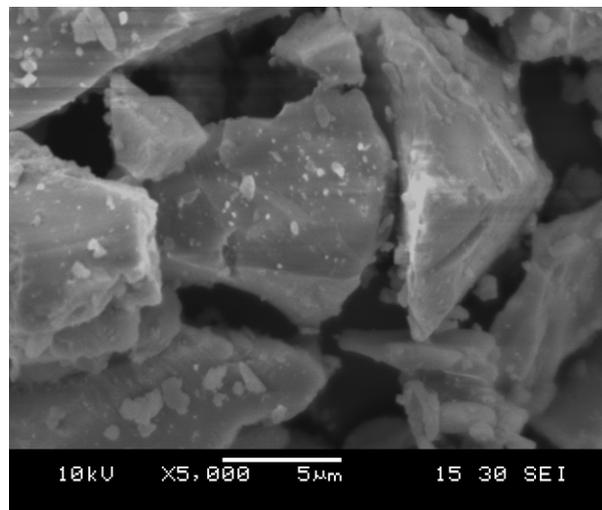


Fig. 4.5.2 micrografia com magnificação 5000

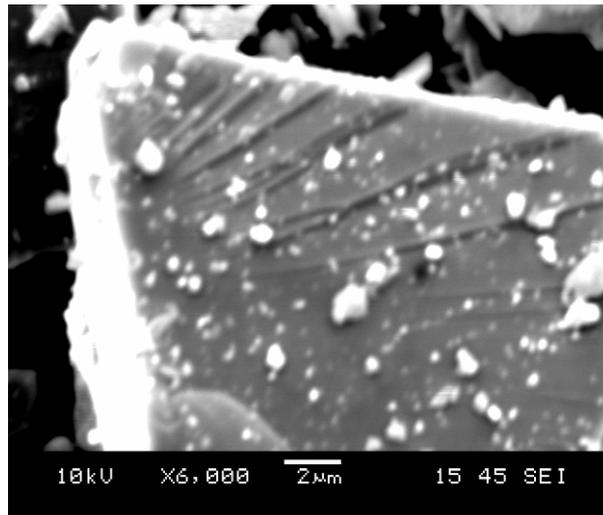


Fig. 4.5.3 micrografia com magnificação 6000

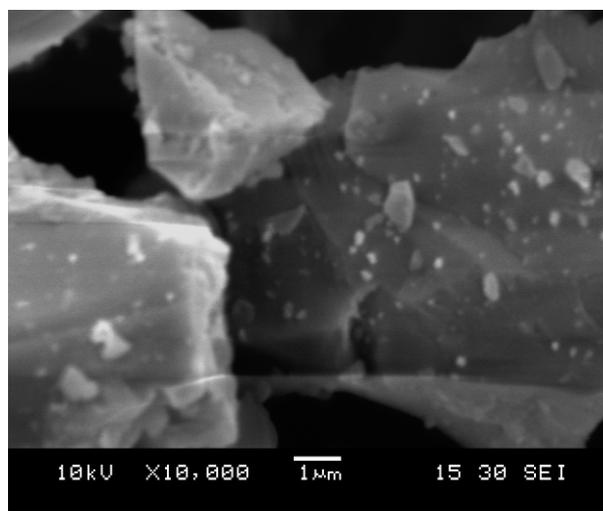


Fig. 4.5.4 micrografia com magnificação 10000

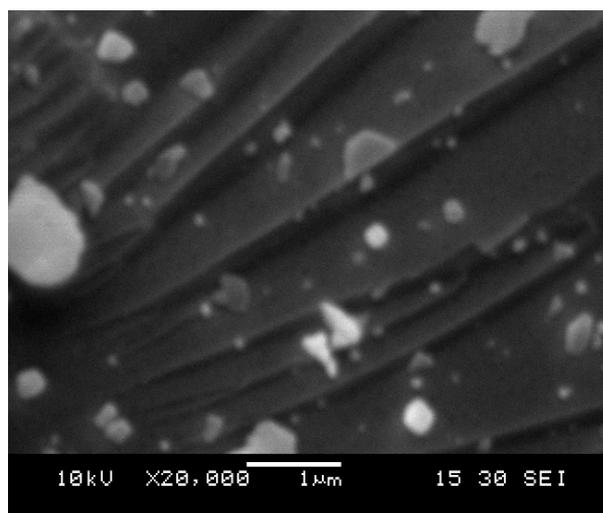


Fig. 4.5.5 micrografia com magnificação 20000

Observamos as cinco micrografias acima , onde a granulometria da cerâmica utilizada não é homogênea, pois temos as magnificações de 1000, 5000, 6000, 10000 e 20000, que nos mostram claramente este detalhe.

4.6 Análise do BET da Cerâmica Pura em Pó

Esta análise, para a determinação da área superficial específica, utilizando o método de adsorção de Nitrogênio/Hélio, foi realizada no ITEP (Instituto Tecnológico do Estado de Pernambuco). O tamanho médio da partícula (diâmetro esférico equivalente) ficou entre 0,85 e 15 μm de acordo com a análise processada pelo MEV, o que vem a comprovar a análise visual das micrografias. Uma granulometria com variação de tamanho muito ampla. Fig. 4.6.1

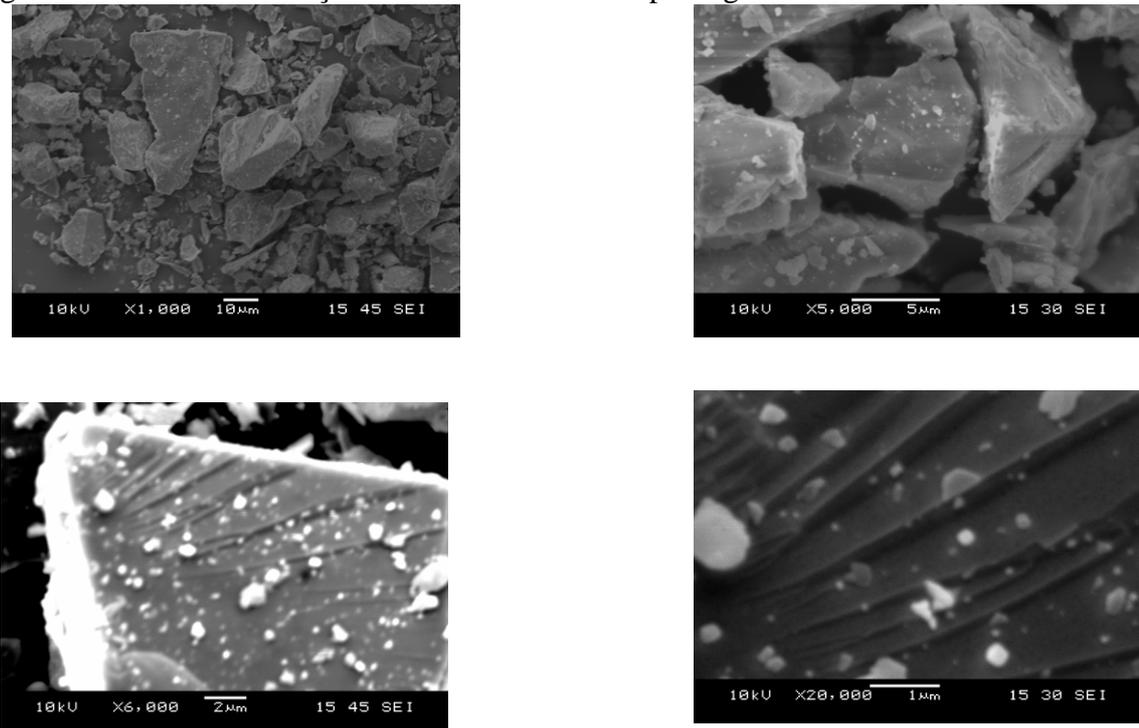


Fig. 4.6.1 micrografias da granulometria, cerâmica PURA.

4.7 Análise Visual das próteses confeccionadas

Após a sinterização das amostras realizamos em conjunto com o Protético Pedro Saturnino Barbosa, uma análise visual, onde podemos constatar as seguintes impressões:



Fig.4.7.1 Amostra das próteses confeccionadas com a cerâmica pura

- As próteses com aditivo CMC - apresentaram acabamento e brilho muito bom e um ligeiro escurecimento na sua coloração em relação à cerâmica PURA. Fig.4.7.2.



Fig.4.7.2 Amostra das próteses confeccionadas com 1% de CMC

- As próteses com aditivo com aditivo ADCER - apresentaram acabamento e brilho muito bom e um ligeiro clareamento na sua coloração em relação à cerâmica PURA.

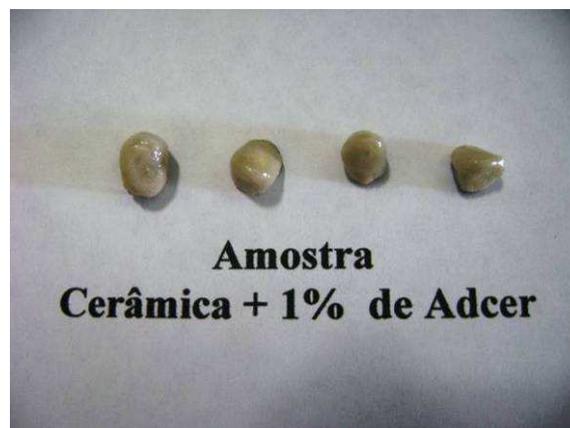


Fig. 4.7.3 Amostra das próteses confeccionada com 1% de ADCER.

- As próteses com aditivo com aditivo TIXOLAM - apresentou acabamento e brilho inferior aos outro dois aditivos e clareamento em relação as outras duas amostra com aditivo e da Cerâmica Pura.

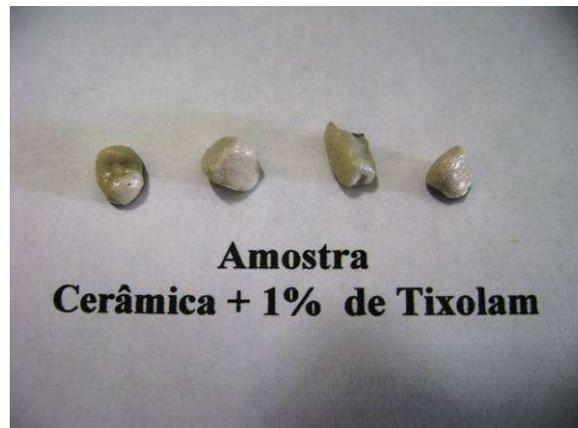


Fig. 4.7.4. Amostra das próteses confeccionadas com 1% de Tixolam.

- Podemos fazer um comparativo visual melhor ao colocarmos as fotos das amostras das próteses confeccionadas, uma ao lado da outra conforme Fig. 4.7.5 abaixo.

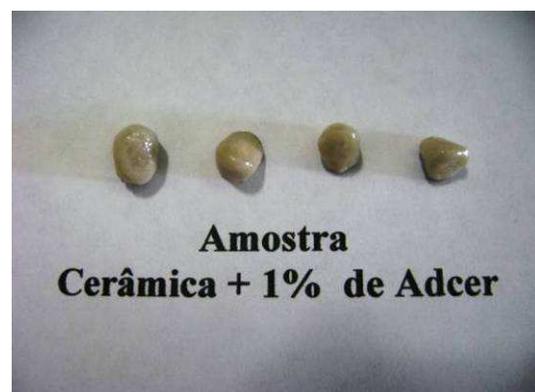


Fig. 4.7.5 Amostras das próteses confeccionadas.

4.8 Microdureza Vicker's

As propriedades mecânicas descrevem o comportamento pelo qual um material reage à aplicação de uma força, uma carga e/ou impacto. Ao realizarmos o ensaio de microdureza nas amostras que conseguimos preparar, verificamos que a amostra que foi adicionada com o aditivo ADCER, teve um aumento significativo de 5,7% da dureza em relação à dureza da cerâmica PURA. A adicionada com o aditivo CMC, teve um aumento de 2,8% da dureza em relação à dureza da cerâmica PURA. Infelizmente devido a amostra do TIXOLAM ter sido destruída no processo de preparação das amostras não temos os valores da sua dureza.

Cálculo do ensaio de micro dureza MH_v :

$$MH_v = 1854,4 P \div d^2 \quad \text{Kg/mm}^2$$

$$d = m. q \text{ (}\mu\text{m)}$$

$$P = 50 \text{ g}$$

Cerâmica PURA:

$$d = 0,164 * 73 \Rightarrow MH_v = 646,90$$

Cerâmica com Adcer:

$$d = 0,164 * 71 \Rightarrow MH_v = 683,86$$

Cerâmica com CMC:

$$d = 0,164 * 72 \Rightarrow MH_v = 664,99$$

$$\text{PURA} = 646,90 < \text{CMC} = 664,99 < \text{ADCER} = 683,86$$

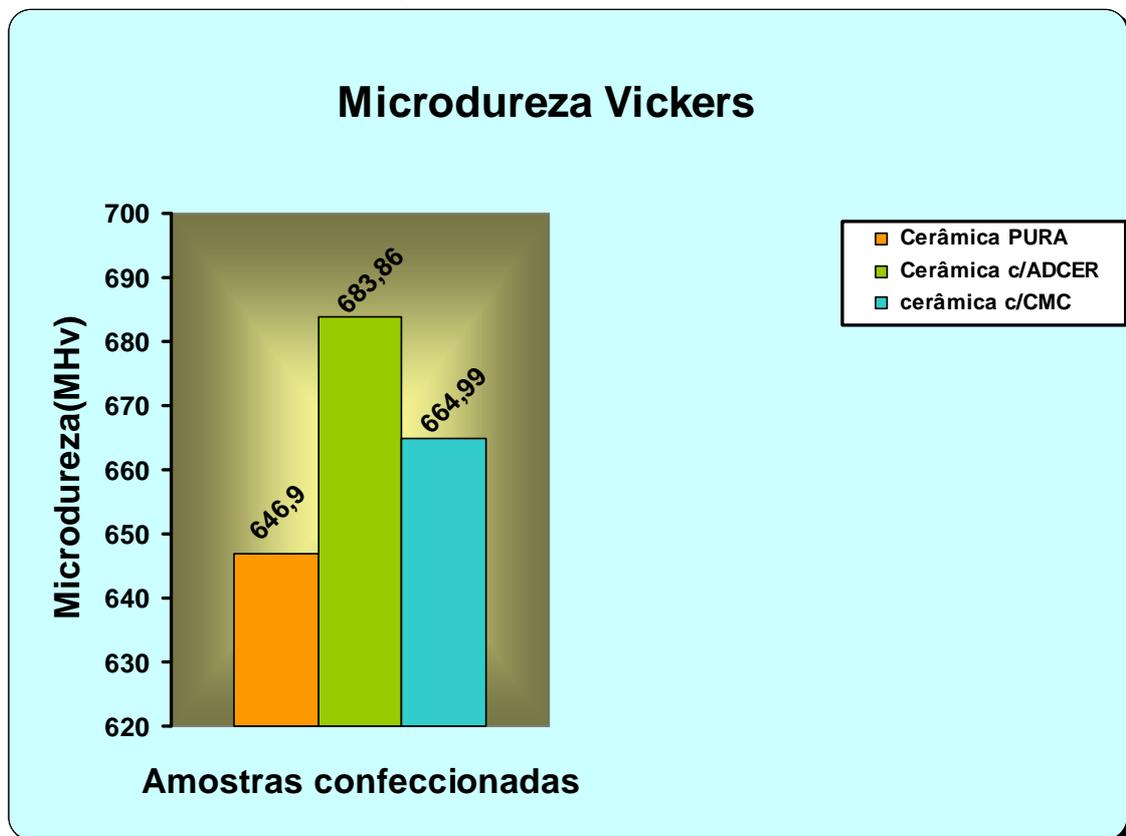


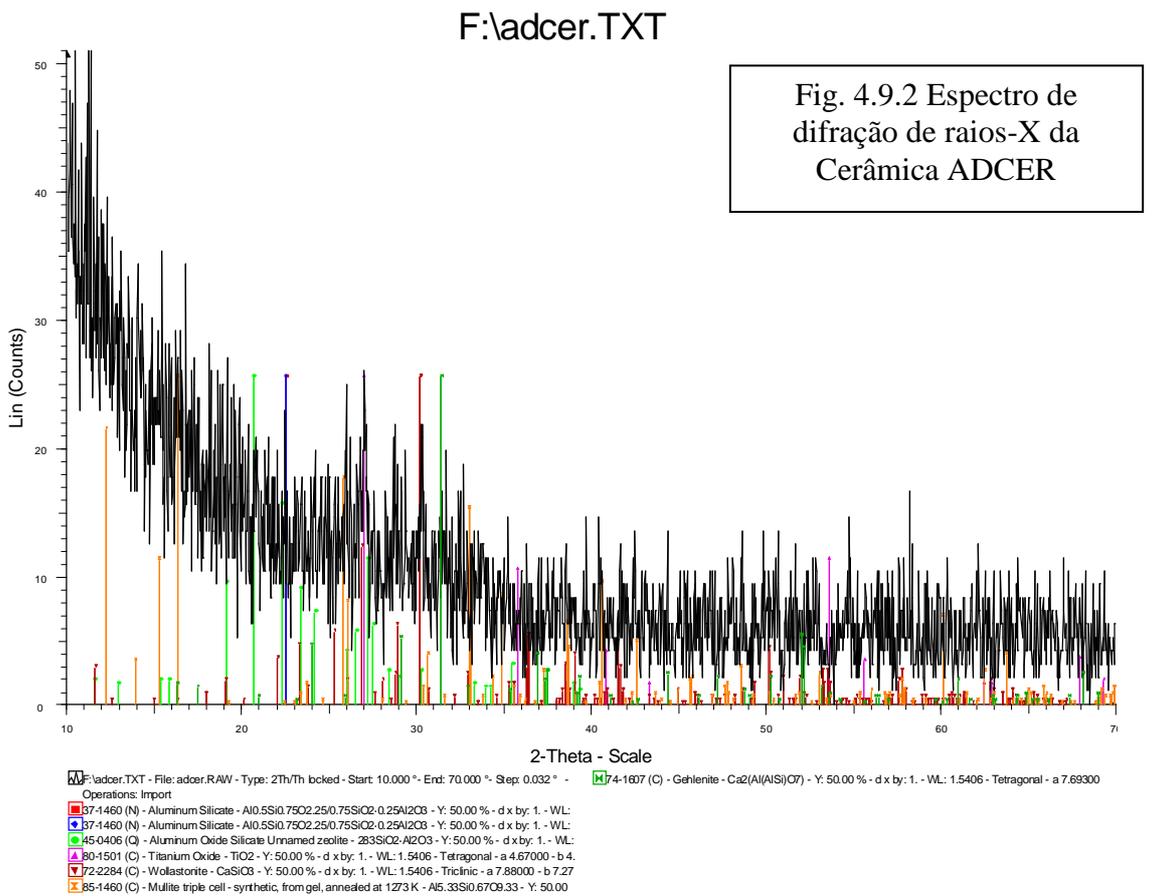
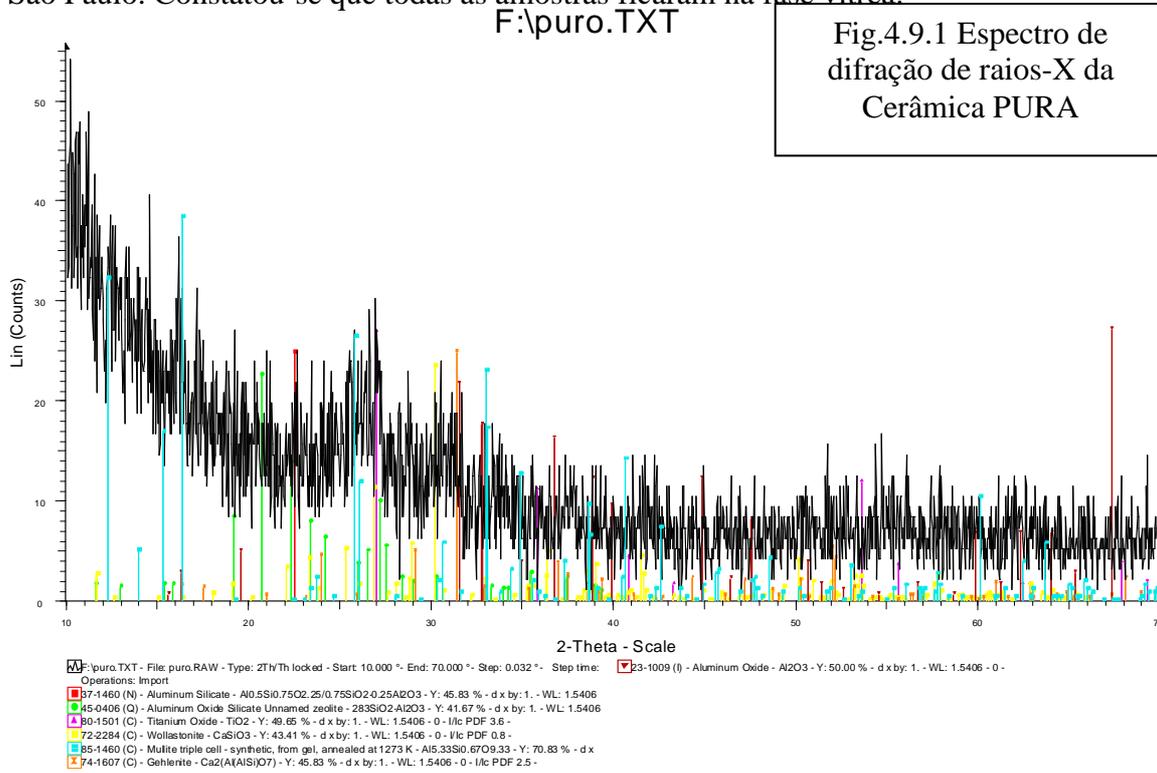
Fig.4.8.1 gráfico da Microdureza Vickers

1. Com utilização de 1% do aditivo ADCER na cerâmica PURA temos um aumento de 5,71% na microdureza da protese confeccionada.

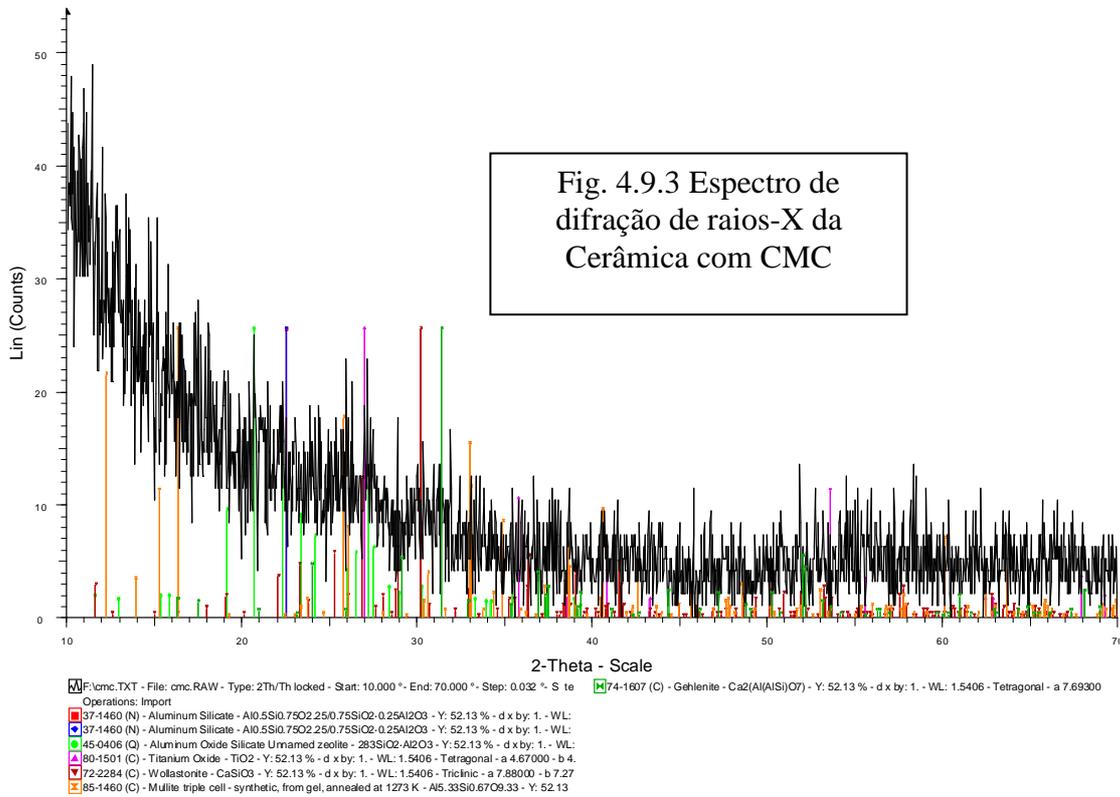
- 2. Com utilização de 1% do aditivo CMC na cerâmica PURA temos um aumento de 2,8% na microdureza da protese confeccionada.

4.9 Caracterização por Difração de Raios-X das Próteses Confeccionadas (DRX)

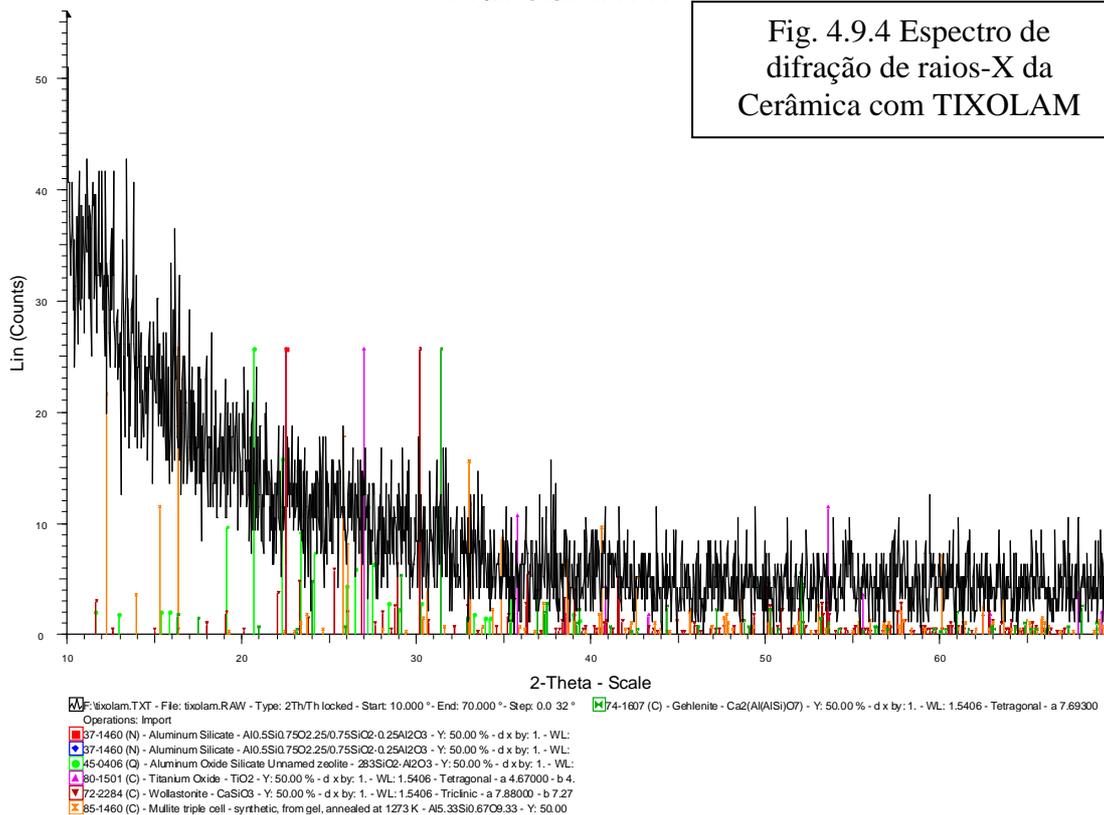
Nas figuras abaixo, estão apresentados os espectros de difração de raios-X, das amostras que foram enviadas para análises na Universidade Federal de São Carlos em São Paulo. Constatou-se que todas as amostras ficaram na fase vítrea.



F:\cmc.TXT



F:\tixolam.TXT



4.10 Microestrutura

Para analisar a microestrutura das amostras confeccionadas utilizou-se a técnica de microscopia eletrônica de varredura nas superfícies (MEV).

Essa caracterização teve como intuito avaliar a microestrutura em relação à homogeneidade, tamanho e distribuição de grãos, porosidade e a presença de fases nas cerâmicas observadas na DRX.

As micrografias de MEV das amostras nos demonstra que ocorreu um melhoramento na micro estrutura das que utilizaram os aditivos com CMC e ADCER, o que não foi o caso do TIXOLAN, em relação a cerâmica PURA.

Analisamos as amostras através da técnica de microscopia eletrônica de varredura utilizando os seguintes métodos: microscopia com elétrons secundários, microscopia com elétrons retro-espalhados e um Mix de 50% de cada. Ao utilizarmos elétrons secundários estamos colhendo informações da superfície da amostra enquanto que os elétrons retro-espalhados nos oferecem uma maior nitidez no interior das amostras, já o Mix nos mostra uma visão mais panorâmica da região estudada.

4.10.1 Micrografia da Cerâmica PURA

Na imagem da Fig. 4.10.1(a), no modo (elétron secundário-SE) onde as topografias de superfície, contraste de material e contraste de orientação cristalina, podem ser visto com mais facilidade, no canto inferior o metal, a parte mais clara é a interface, onde ocorre a difusão do metal com a cerâmica e acima desta a parte em cerâmica.

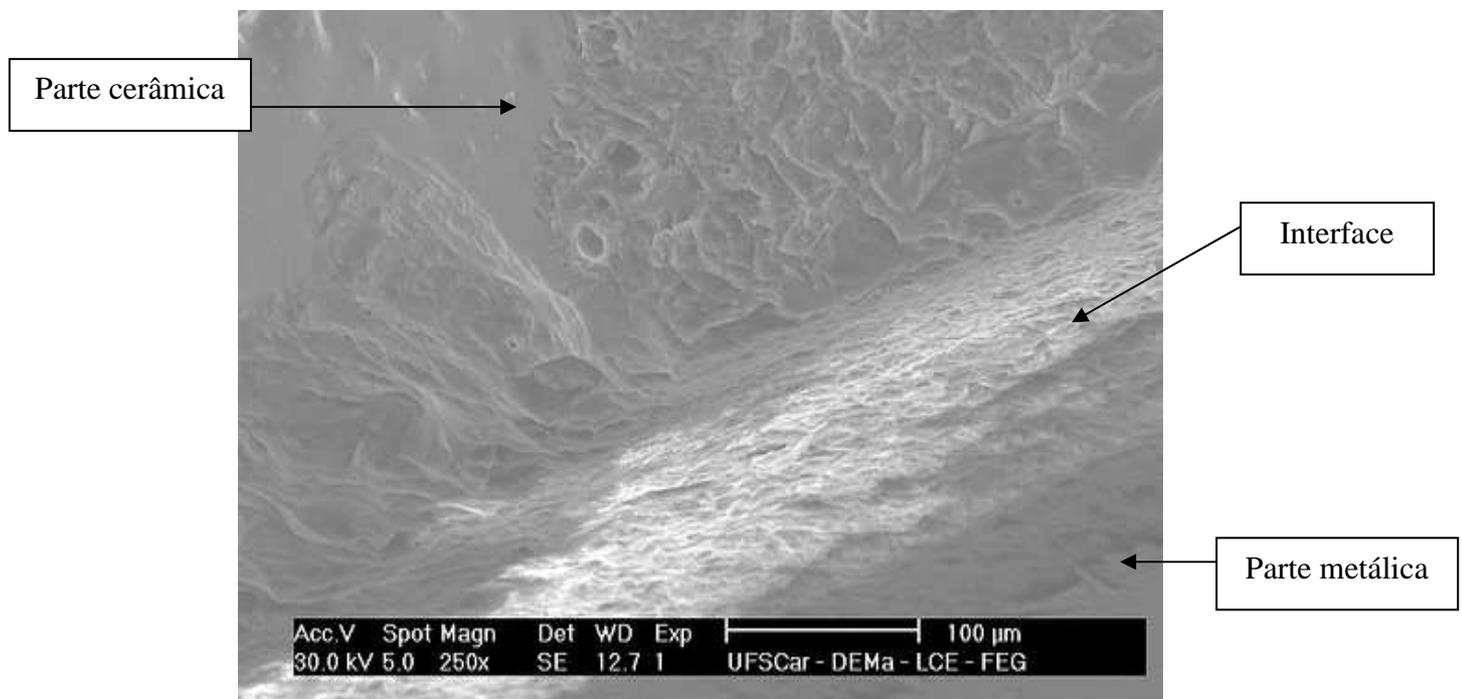


Fig. 4.10.1(a)

Na imagem da Fig. 4.10.1(b), no modo (elétron secundário-SE) onde as topografias de superfície, contraste de material e contraste de orientação cristalina, podem ser visto. Verificamos a microestrutura da cerâmica PURA, cuja imagem usaremos para fazer a comparação com as amostras que tiveram a cerâmica adicionada dos aditivos.

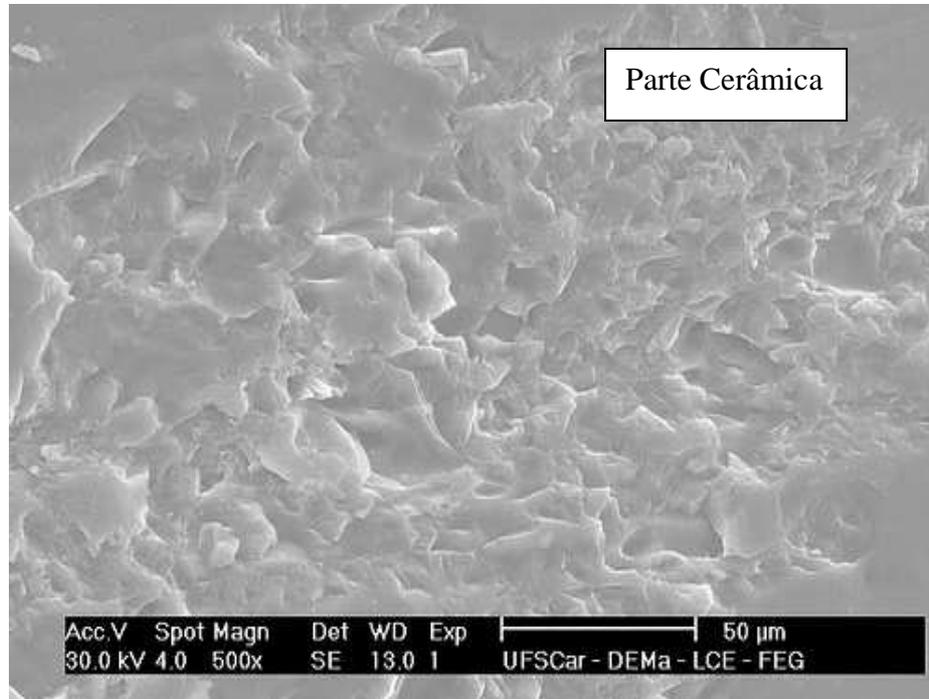


Fig. 4.10.1(b)

- c) Na imagem da Fig. 4.10.1(c), no modo MIX, onde utiliza-se 50% do modo (ES) e 50% (BSE) que fornecem maior nitidez de análise do que os elétrons secundários (ES); verificamos o aspecto de microestrutura bem detalhada da amostra da cerâmica PURA.

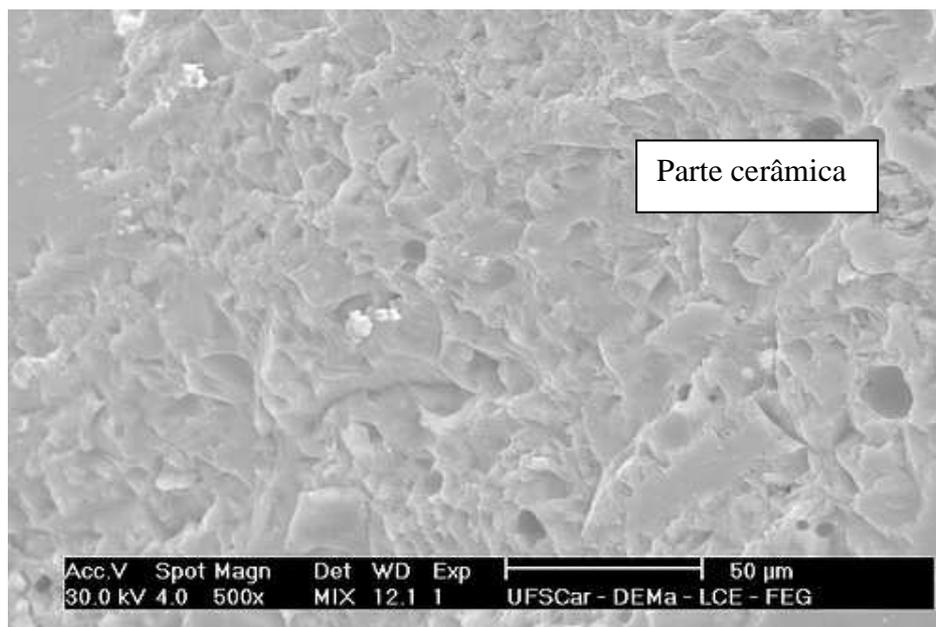


Fig. 4.10.1(c)

4.10.2 Micrografia da Cerâmica com Aditivo CMC

Na imagem da Fig. 4.10.2 (a), no modo (elétron secundário-SE) onde as topografias de superfície, contraste de material e contraste de orientação cristalina, podem ser visto com mais facilidade; pode ser visto a interface, parte cerâmica, parte metálica.

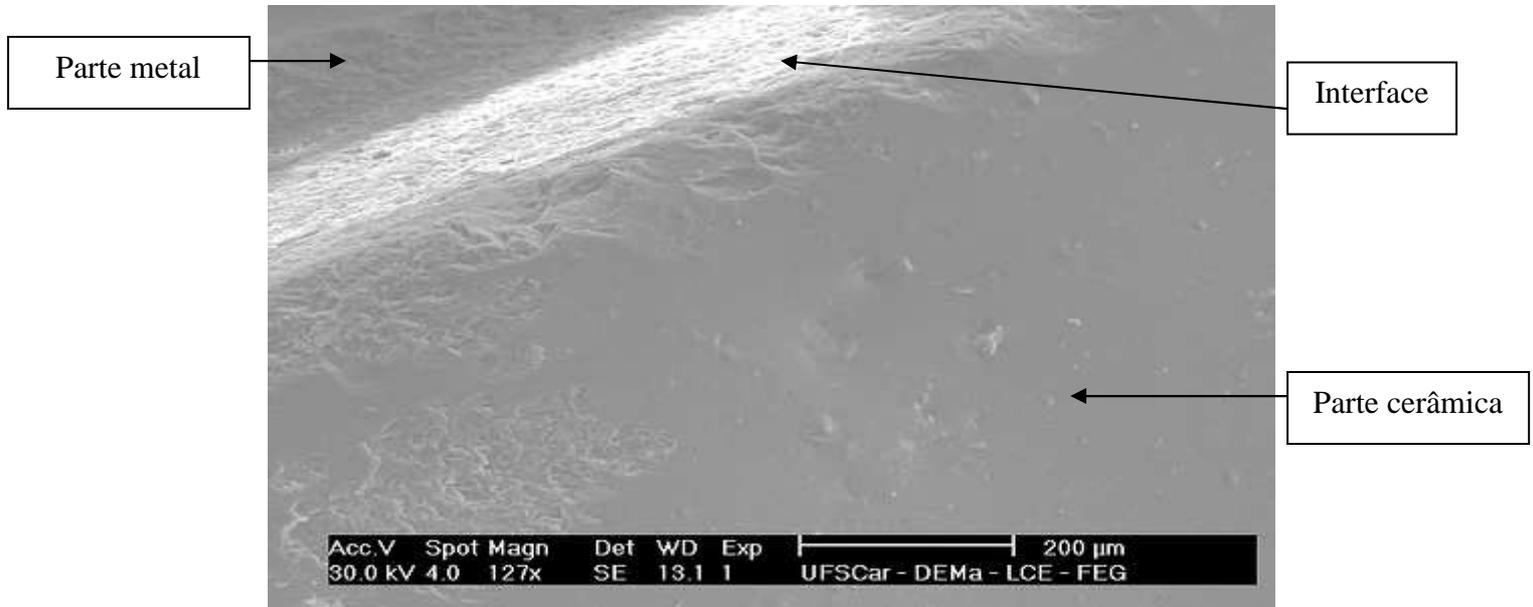


Fig. 4.10.2(a)

Na imagem da Fig. 4.10.2(b), no modo (elétrons retro espalhados-BSE) fornece maior nitidez de análise do que o (SE), podemos ver com mais nitidez e facilidade no canto superior esquerdo o metal é bem nítido.

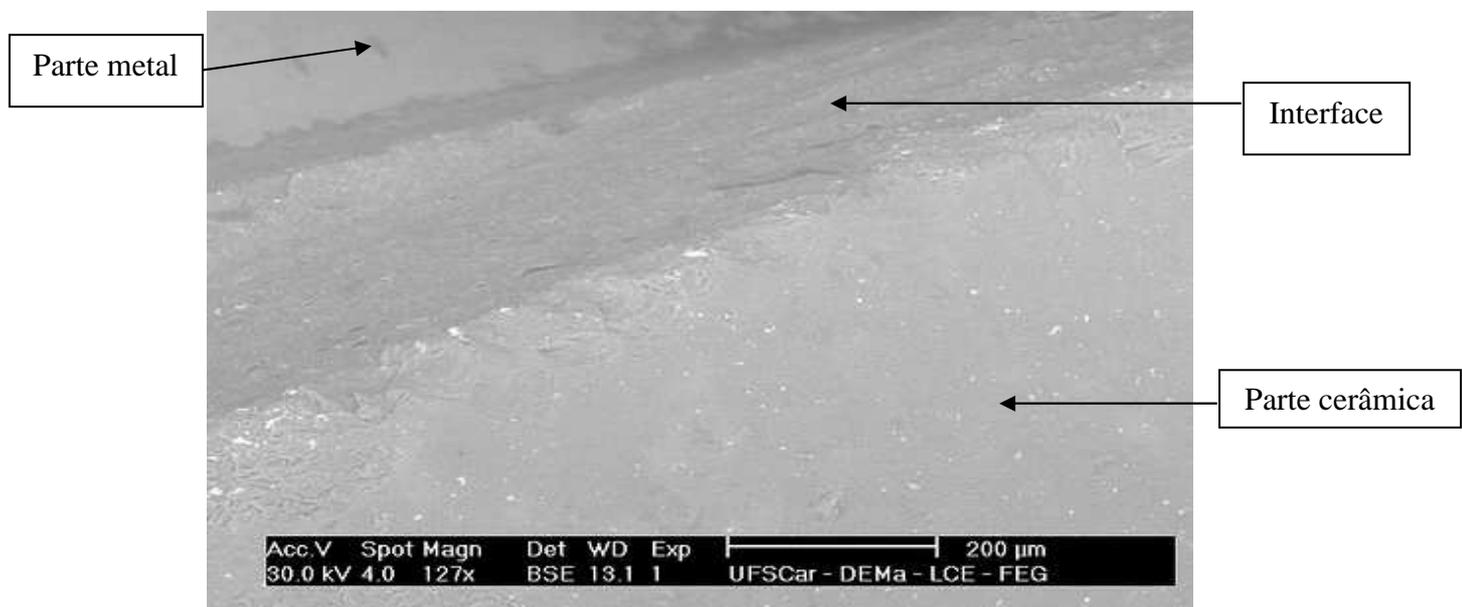


Fig. 4.10.2(b)

Na imagem da Fig. 4.10.2(c), no modo (SE) podemos ver a parte cerâmica que se apresenta muito boa em termos de sua estrutura superficial se comparado com a cerâmica PURA a compactação é evidente e irá influenciar a sua microdureza.

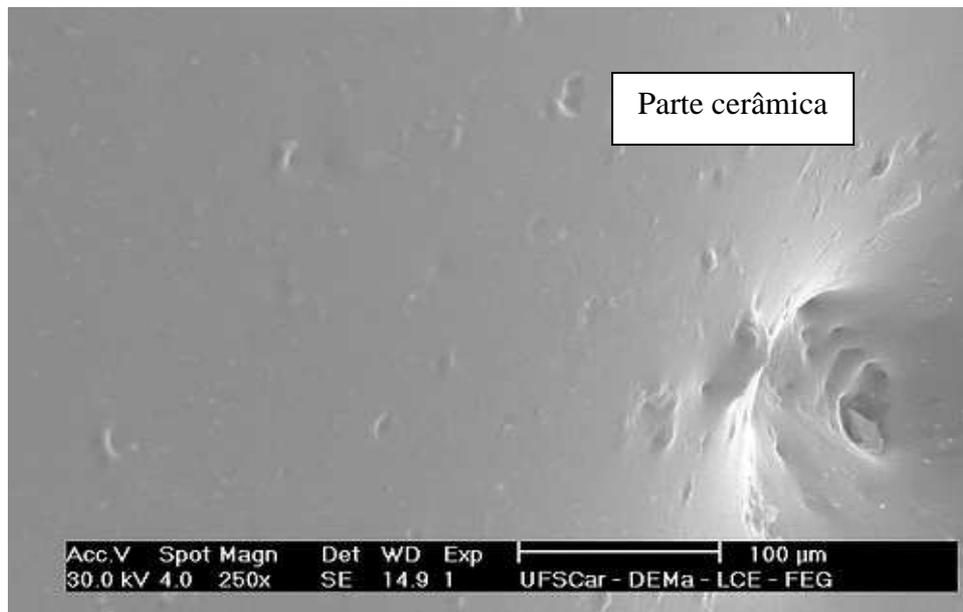


Fig. 4.10.2(c)

Na imagem da Fig. 4.10.2(d), no modo MIX, onde se utiliza 50% do modo (ES) e 50% (BSE) que fornecem maior nitidez de análise do que os elétrons secundários; verificamos o aspecto de microestrutura na cerâmica, com uma compactação e homogeneização, muito boa comparada com a da cerâmica Pura.

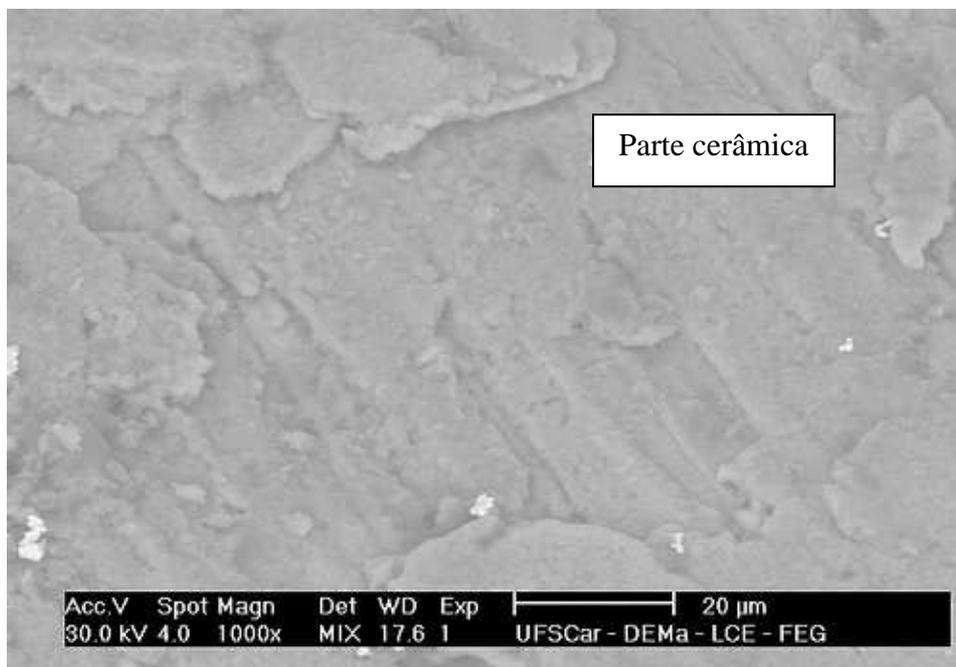


Fig. 4.10.2(d)

4.10.3 Micrografia da Cerâmica com Aditivo ADCER

Na imagem da Fig. 4.10.3(a), no modo (elétrons retro espalhados-BSE) que fornece maior nitidez de análise do que o (SE) podemos ver com mais facilidade no canto inferior esquerdo o metal, bem nítido, a interface e a parte cerâmica bem compactada.

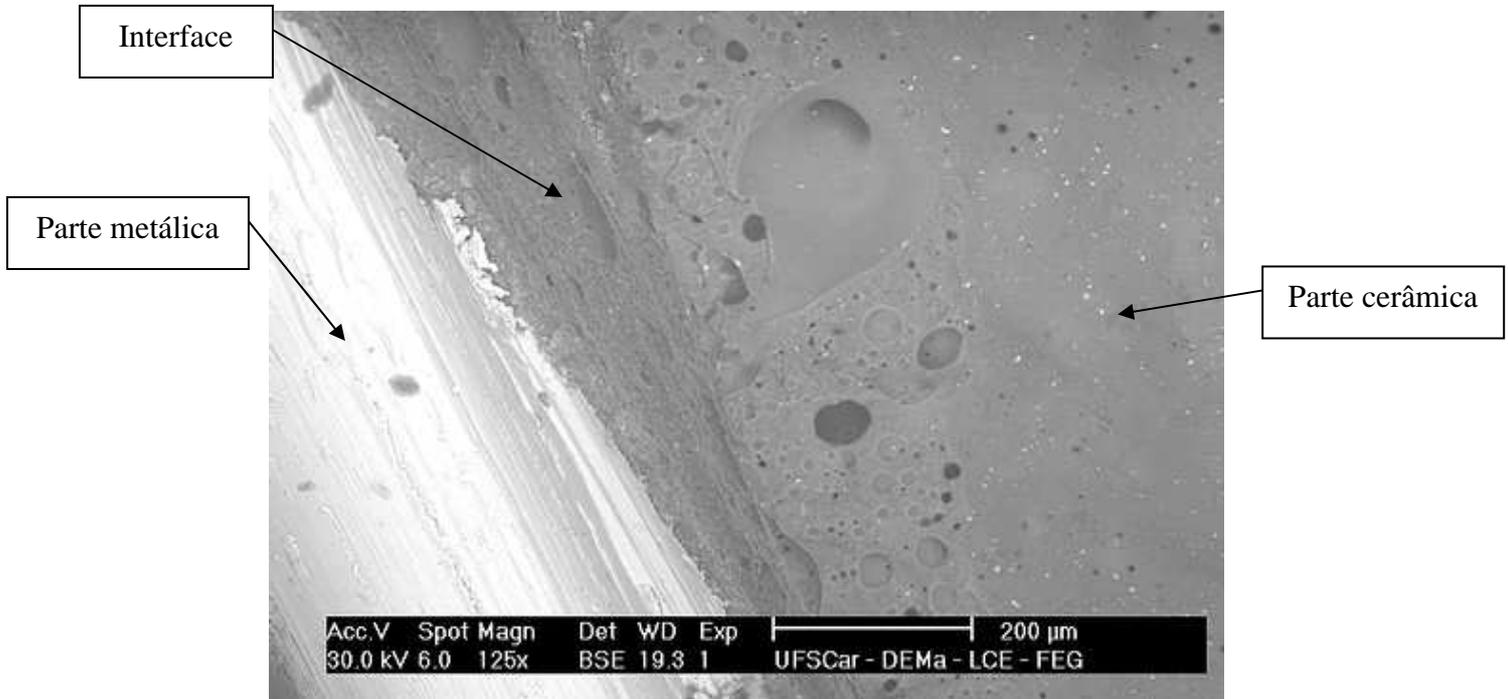


Fig. 4.10.3(a),

Na imagem da Fig. 4.10.3(b), no modo (SE) podemos ver a parte superficial da cerâmica com o aditivo ADCER que se apresenta em uma condição, compacta e homogenea, muito boa em termos estruturais se compararmos com a Pura.

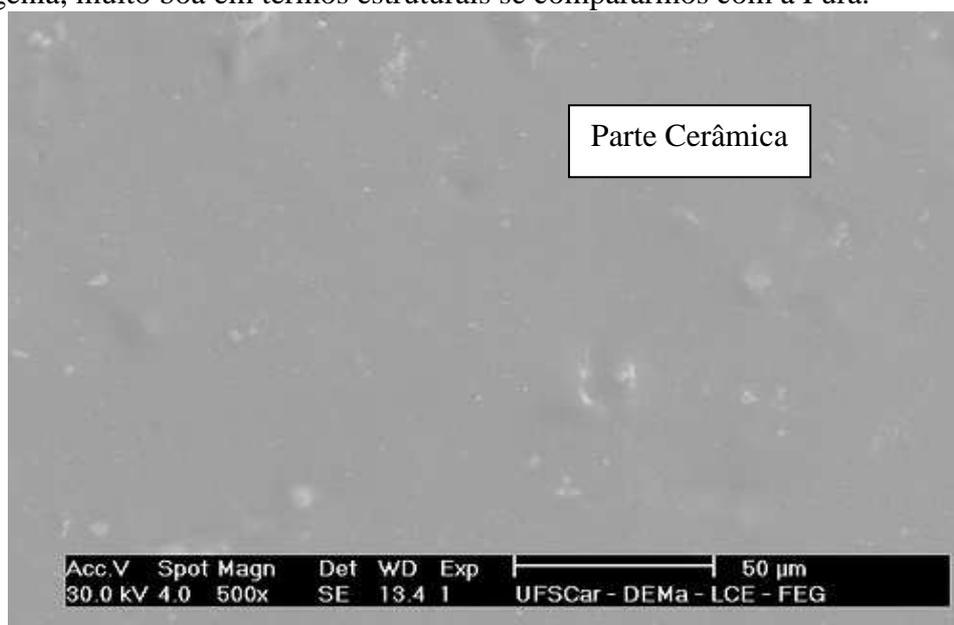


Fig. 4.10.3(b)

Na imagem da Fig. 4.10.3(c), no modo MIX, onde se utiliza 50% do modo (ES) e 50% (BSE) que fornecem maior nitidez de análise do que os elétrons secundários; verificamos o aspecto de microestrutura na cerâmica, com uma compactação e homogeneização, muito boa comparada com a da cerâmica Pura.

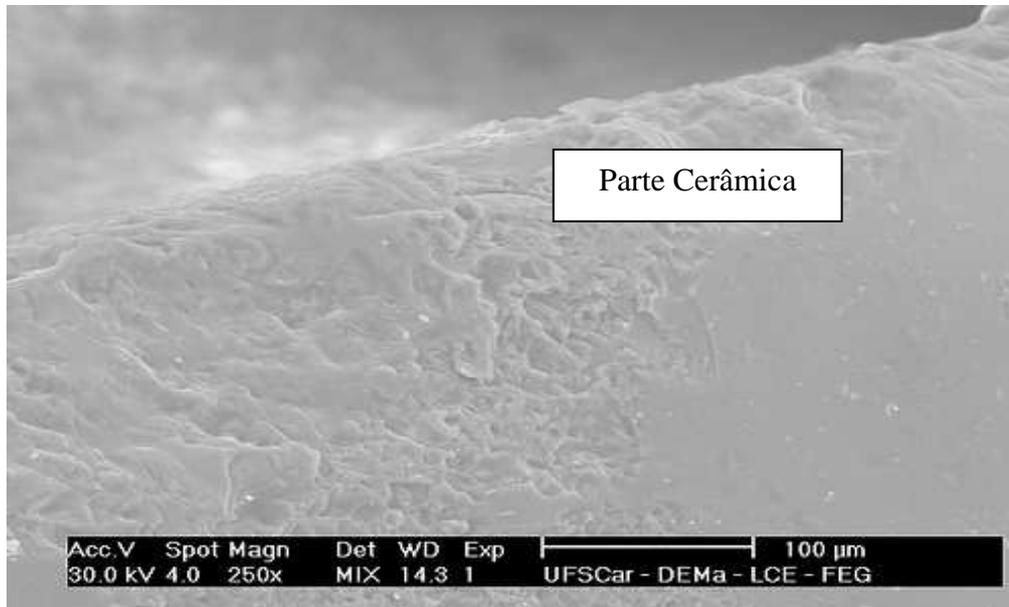
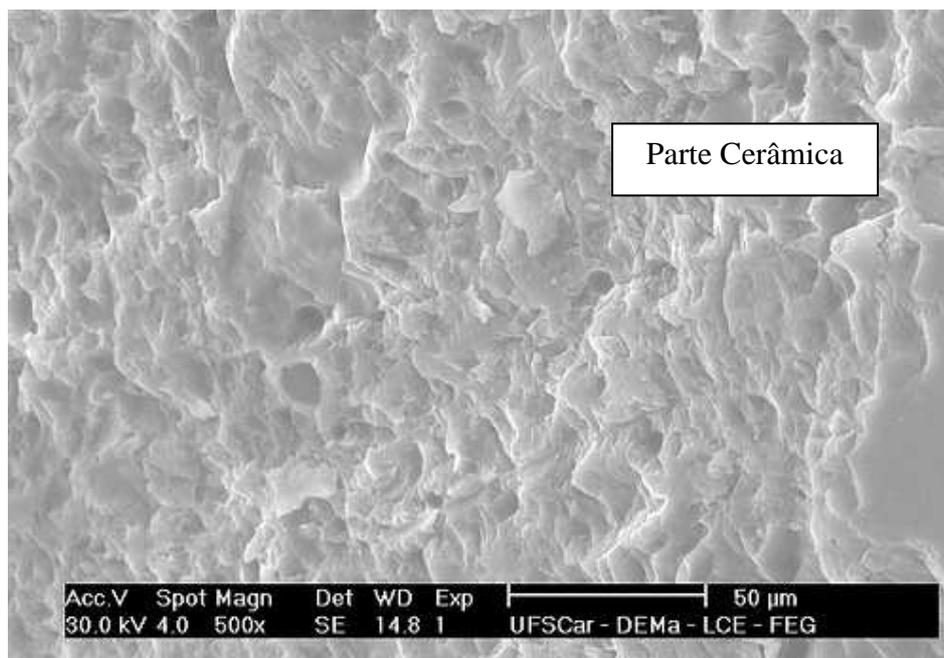


Fig. 4.10.3(c)

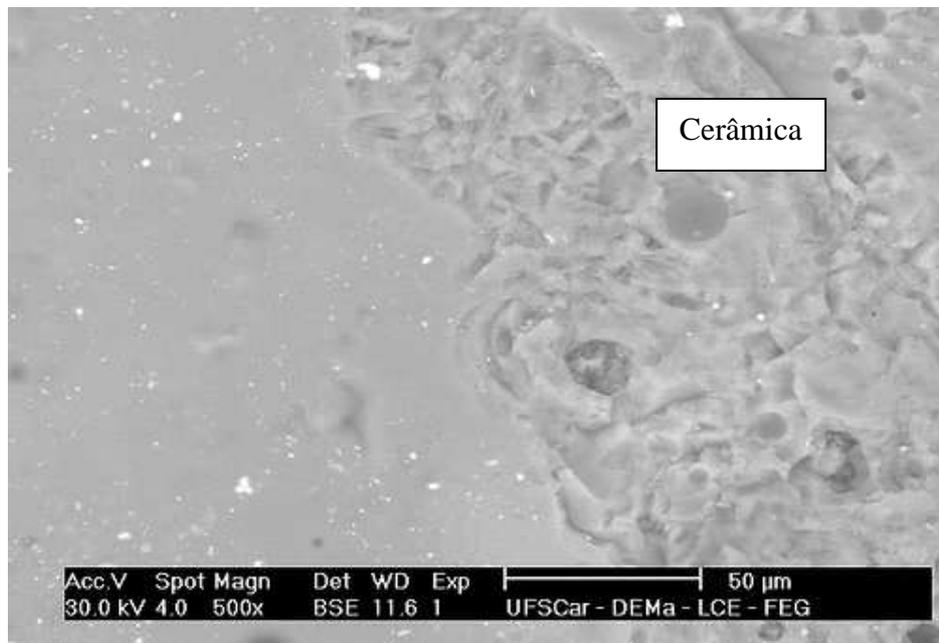
4.10.4 Micrografia da Cerâmica com Aditivo TIXOLAN

Na imagem da Fig. 4.10.4 (a), no modo (elétron secundário-SE) pode ser visto a microestrutura na cerâmica que não se apresenta com uma qualidade boa em relação as outras amostras aditivadas.



4.10.4 (a)

Na imagem da Fig. 4.10.4(b), no modo (elétrons retro espalhados-BSE) podemos ver a microestrutura da cerâmica que apresenta uma formação mais porosa que as outra com aditivos.



4.10.4 (b)

Na imagem da Fig. 4.10.3(c), no modo MIX, verificamos o aspecto de microestrutura e fica nítida uma fratura na amostra.

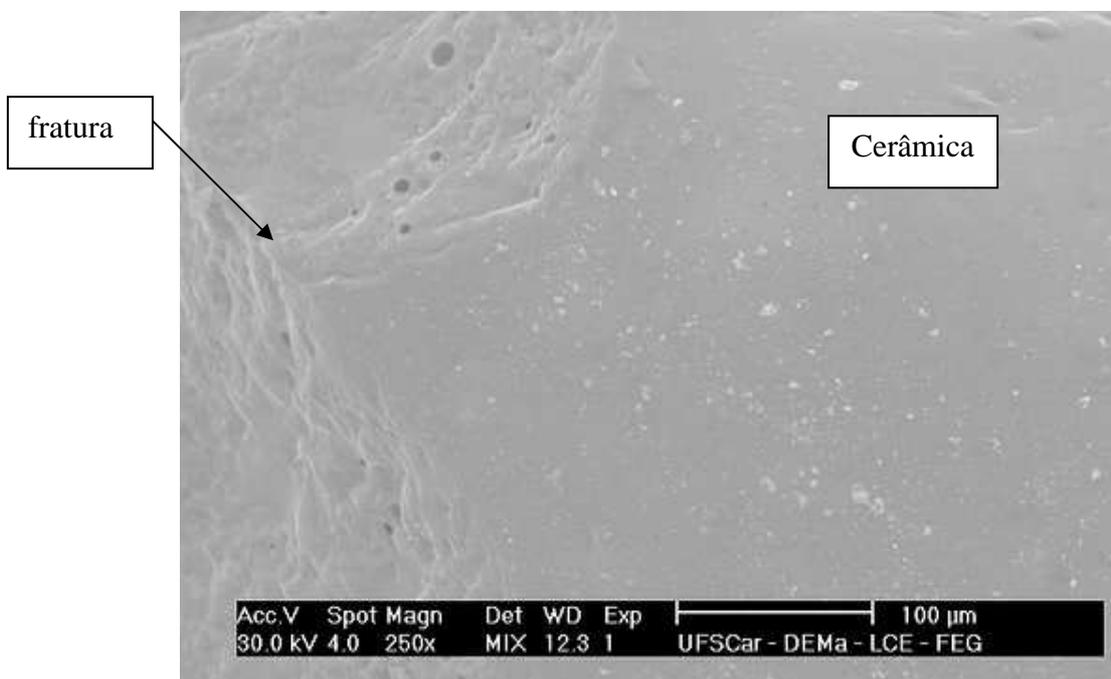


Fig. 4.10.4(c)

4.11 Comparações das Micrografias das próteses confeccionadas.

Podemos constatar a melhoria na microestrutura das amostras que utilizaram os aditivos CMC e ADCER, pois as micrografias com a mesma resolução 500X abaixo, apresentam as imagens das cerâmicas e observamos as com os aditivos CMC e ADCER bem compactada e com uniformidade superficial melhor que a cerâmica PURA e com TIXOLAN .Fig. 4.11.

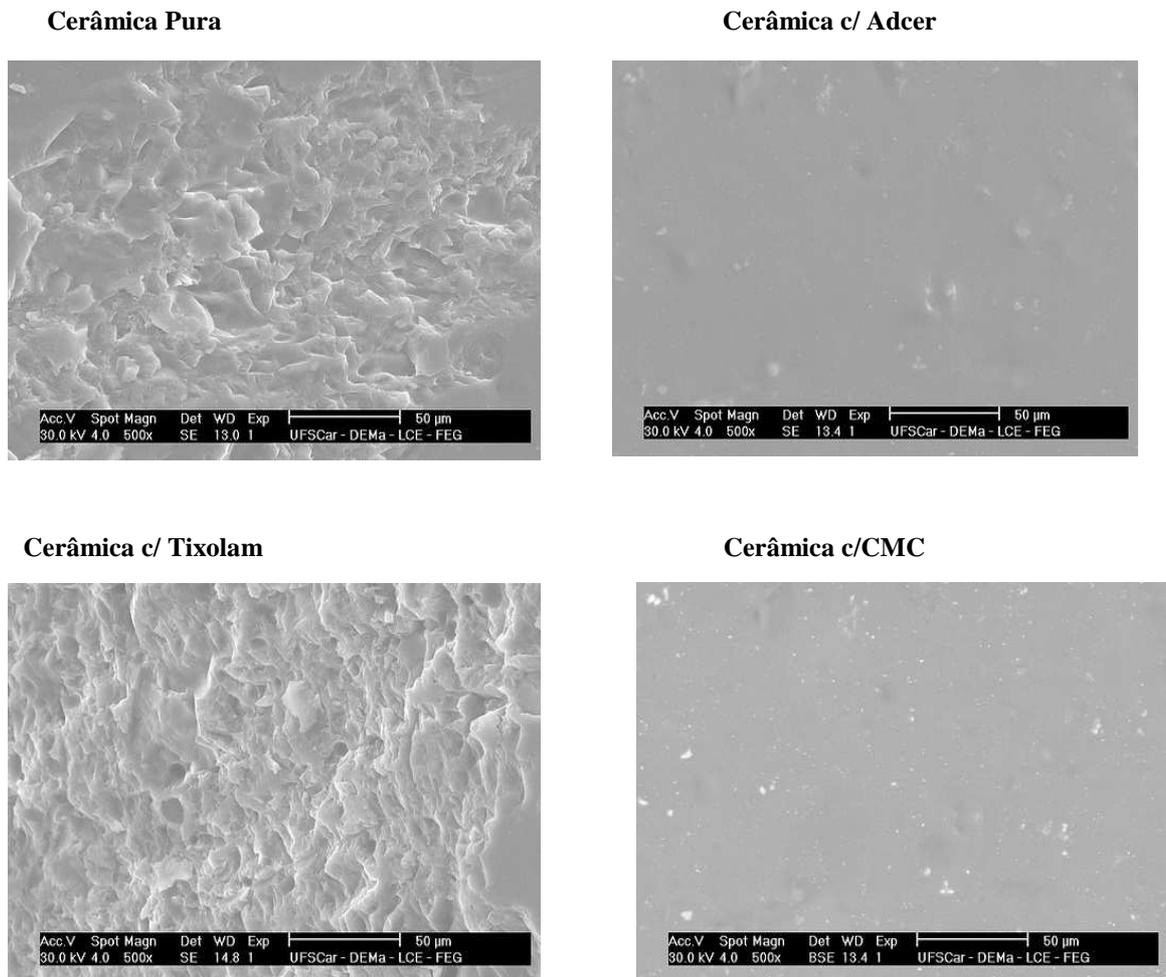


Fig. 4.11-Comparação das micrografias das próteses confeccionadas

4.12 Análise das interfaces das próteses confeccionadas.

Verificamos que as interfaces das próteses confeccionadas com aditivos não apresentaram nenhuma alteração significativa na microestrutura em relação a cerâmica PURA, o que nos faz concluir que adesão da cerâmica ao metal não sofre alteração. Fig. 4.12.

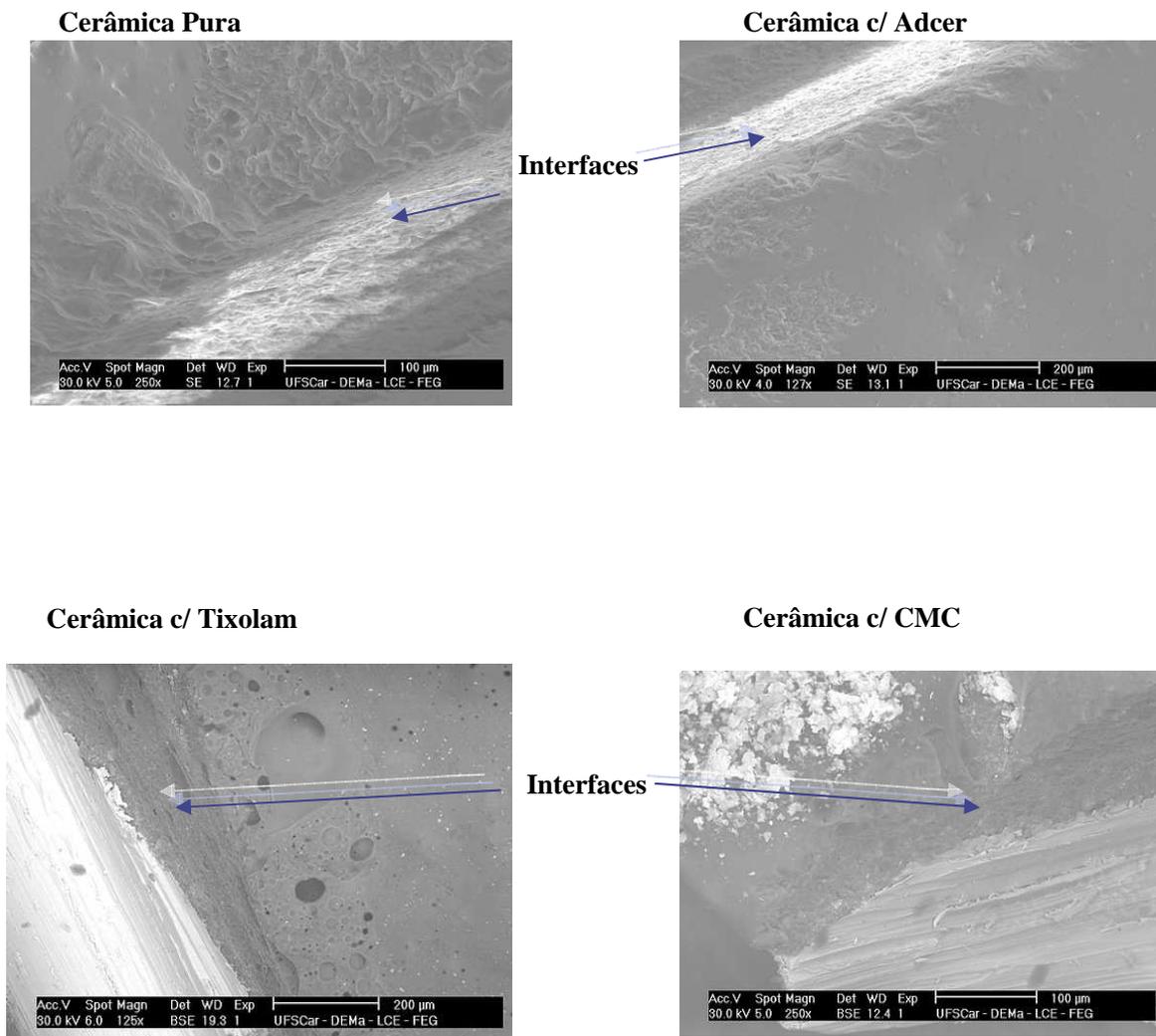


Fig. 4.12 micrografias das interfaces das próteses confeccionadas.

4.13 Análise por Dispersão de Energia de Raio-X das Próteses Confeccionadas (EDX).

4.13.1 Análise efetuada na parte cerâmica da amostra confeccionada com o CMC.

Verificamos a presença dos elementos e o respectivo percentual: Ca-1,98%, O-53,75%, Na-4,07%, Al-6,25%, Si-26,66%, K-7,29%.

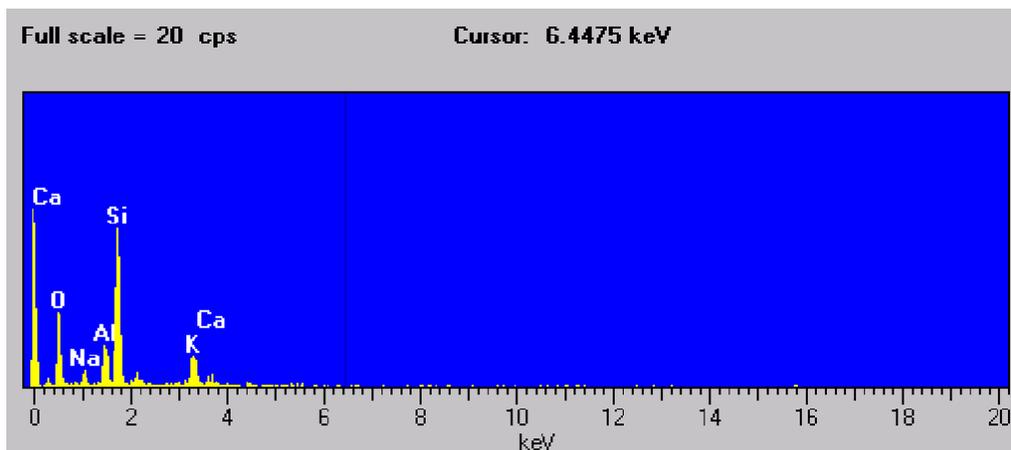


Fig. 4.13.1 espectro da análise com CMC.

OBS: A análise na amostra confeccionada com o ADCER foi muito semelhante ao do CMC acima.

4.13.2 Análise efetuada na parte cerâmica da amostra confeccionada com o TIXOLAM.

Verificamos a presença dos elementos e o respectivo percentual: Ca-3,57%, O-33,97%, Na-2,54%, Al-7,22%, Si-35,18%, K-16,11%, Ti-1,41%.

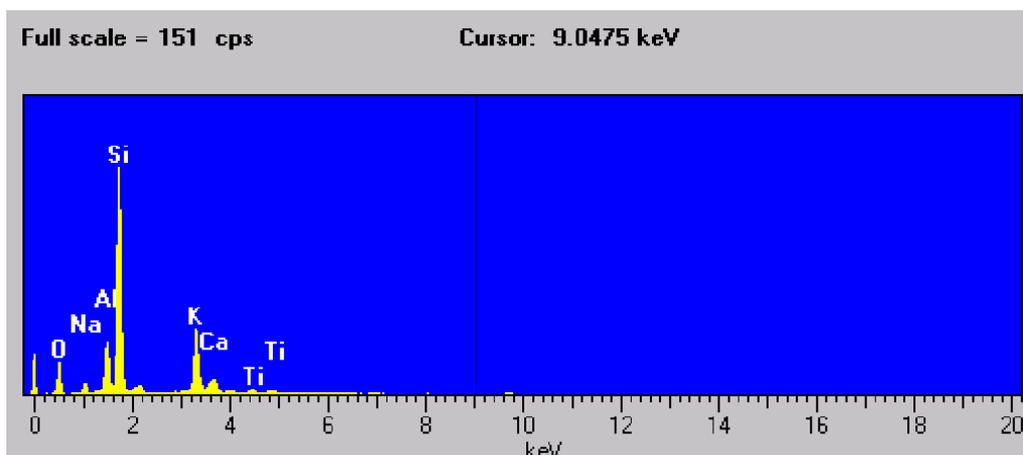


Fig. 4.13.2 espectro da análise com TIXOLAM

Observação importante: o pico não identificado em +/- 2,2 KeV é provavelmente ouro (Au) do revestimento.

OBS: Na amostra com a cerâmica PURA, a região apresentou espectro muito similar ao apresentado pelo TIXOLAN, por isso o resultado não foi armazenado.

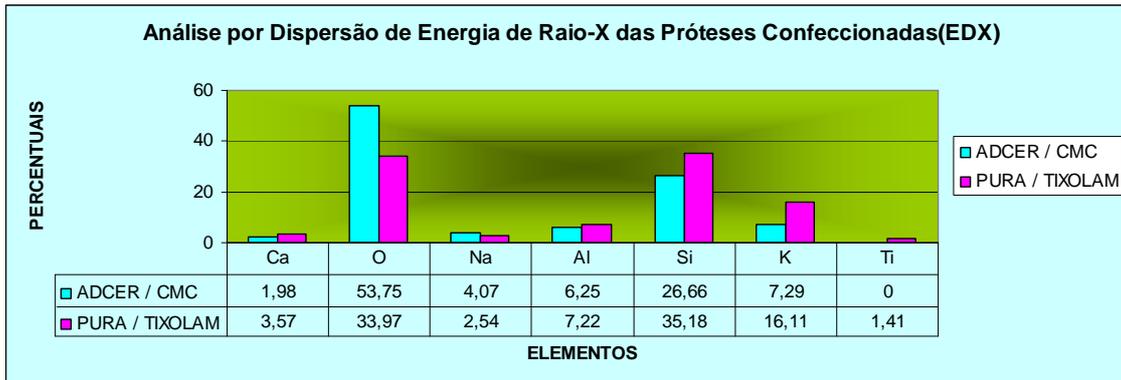


Fig.4.13.3 Gráfico com o percentual da composição qualitativa do (EDX) das amostras das próteses confeccionadas.

OBS: O aparecimento do Ti na amostra de cerâmica PURA / TIXOLAM, se deve a difusão do metal do casquete que é composto por uma liga de Titânio.

5. CONCLUSÕES

- A Granulometria da cerâmica utilizada em nosso trabalho apresenta o tamanho médio das partículas (diâmetro esférico equivalente) entre 0,85 e 15 μm , uma variação muito grande, conforme análise realizada pelo MEV, utilizando a técnica (BET) para medição.
- Com a utilização dos aditivos CMC e ADCER, ocorreu uma melhora na microestrutura da cerâmica, pois verificamos uma maior compactação e homogeneidade nas microestruturas das mesmas e uma melhor uniformidade superficial, conforme constatado com as micrografias feitas pelo MEV.
- Ocorreu aumento do valor da dureza nas amostras com os aditivos CMC e ADCER, em relação à amostra de cerâmica PURA. Ficando a amostra de ADCER com 5,7% de aumento no valor da dureza em relação a da cerâmica PURA e a com CMC com 2,8% de aumento no valor da dureza em relação a da cerâmica PURA. As análises foram realizadas por um microdurômetro.
- Após a queima das próteses confeccionadas, verificamos que todas ficaram na fase Vítreo, conforme a caracterização pelo difratograma do DRX.
- Não ocorreu, com aditivação, nenhuma interferência ou alteração significativa nas interfaces observadas nas micrografias feitas pelo MEV.
- O alto teor do óxido de silício (SiO_2) e o menor teor da Carboximetilcelulose no aditivo TIXOLAM, devem ser o responsável pela menor qualidade microestrutural que sua amostra apresentou em relação as demais.

6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Sinterizar amostras obtidas com pós de cerâmica que sejam triturados novamente, para uma melhor homogeneização da granulometria e conseqüentemente, diminuição da amplitude do tamanho médio das partículas. Mistura novamente com os Aditivos CMC, ADCER e TIXOLAM a (1%). Fazer a mistura e moagem concomitantemente.
- Usar os aditivos, CNC e ADCER nas cerâmicas apropriadas para confecção de próteses puras, sem metal, e confeccionar próteses para verificação se ocorrer à melhoria na microestrutura e dureza conforme nosso trabalho demonstrou na cerâmica para próteses metalo-cerâmica.
- Desenvolver uma composição de cerâmica para próteses dentárias, fabricada no Brasil, pois as que temos disponíveis no mercado são importadas.
- Desenvolver processos para confecções de próteses dentarias “Puras”, usando os equipamentos que um laboratório de próteses, que trabalha com próteses metalo-cerâmicas, possui.

8.REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ADAIR PJ, and GROSSMAN D: The castable ceramic crow. *Int J Periodontics Restorative Dent* 4(2): 32-46, 1984.

ANUASAVICE KJ, Dehoff , Hojjatir B, and Gray A: Influence of tempering and contraction mismatch on crack development in ceramic surfaces. *J Dent Res* 68: 1182-1187, 1989.

ANUASAVICE KJ, Hojjatir B: Effect of thermal tempering on strength and crack propagation of feldspathic porcelain. *J Dent Res* 70: 1009-1013,1991

BARROS, J. V. Produção e estudo da microestrutura e propriedade mecânica da cerâmica $Ba_2HoZrO_{5,5}$ à base de zircônia para fabricação de cadinhos de alta temperatura. Recife, 2003. 71p. (Mestrado - Departamento de Engenharia Mecânica/ Universidade Federal de Pernambuco)

CALLISTER JR., W. D. *Materials Science and Engineering: an Introduction*, 5^a edition, *John Wiley & Sons, Inc.*, New York, 1999. 871 p.

CHIANG, Y., III BIRNIE, D., KINGERY, W. D. *Physical Ceramics – Principles for Ceramic Science and Engineering*, *John Wiley & Sons, Inc.*, New York, 1997. 522 p.

CULLITY, B. D. AND STOCK, S. R. *Elements of X – Ray Diffraction*, 3^a ed., *Prentice Hall*, New Jersey, 2001. 659 p.

CUNHA E SILVA R.M.,FRANCO.V. do N.F.,APPOLONI C. R., Fluorescência de raio X por Dispersão em Energia , publicação técnica-PT 01/04, Universidade Estadual de Londrina.

DIETER, G. E. *Metalurgia Mecânica*, 2nd ed., *Guanabara*, Rio de Janeiro, 1981. 800 p.

H. Rauter GmbH & Co. KG., *Manual técnico de uso do sistema de cerâmica IPS Classic V da IVOCLAR®*, 1994.

HEATHER J. CONRAD, DMD,MS; ^A WOOK-JIN SEONG , DDS,MS,PhD; ^b and IGOR J. PESUN,DMD, MS^c –Current Ceramic Materials and Systems With Clinical Recommendations: A Systematic Review

KINGERY, W. D. *Introduction to Ceramics*, *John Wiley & Sons, Inc.*, New York, 1960.781 p-The Journal of Prosthetic Dentistry.

KENNETH J. Anusavice. *Materiais Protéticos e Restauradores Indiretos*, Cap.Cerâmicas Dentarias, 2ª Ed, São Paulo, 2003, cap. 21, PP.619-674.

MCLEAN JW, AND HUGHES TH: The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides. *Br Dent J* 119:251,1965.

MCLEAN JW: *The Science and Art of Dental Ceramics*, vol 1.Chicago, Quintessence,1979; and MCLEAN JW: *The Science and Art of dental Ceramics*, vol 2. Chicago, Quintessence1980.

MCLEAN JW: *Proceeding of the frist International Symposium on Ceramics* . Chicago, Quintessence,1983.

WEINSTEIN M, KATZ S, and WEINSTEIN AB: Fused porcelain-to-metal teeth. US patent No.3.052.982,setember 11,1962.

Manual técnico da DURABOND-MS, 1988.

Manual técnico da cerâmica Vision Esthetic, Wohlwend AG dental Manufaktur. 2006.

Manual técnico de uso CO-SPAN[®], liga metalo-cerâmica não preciosa. 1991.

OHRING, M. *Engineering Materials Science*, *Academic Press*, Londres, 1992. 827 p.

PADILHA, A. F. E FILHO, F. A. *Técnicas de Análise Microestrutural*, *Hemus*, São Paulo, 1985. 190 p.

PADILHA, A. F. *Materiais de engenharia: Microestrutura e Propriedades*, *Hemus*, São Paulo, 1998. 349 p.

PANDOLFELLI, V. C. *Dispersão e Empacotamento de Partículas*, Editora Fazendo arte, 1nd ed., São Paulo, 2000, pp. 3.

REED, J., *Introduction to the Principles of Ceramic Processing*, Editora John Wiley & Sons, 1nd ed., New York- USA, 1988, cap. 26, pp. 440-473.

Revista Dental Gaucho, ano 10, nº 1, 2003.

SANGUINETTI FERREIRA, R. A. *Transformações de Fase: aspectos cinéticos e morfológicos*, *Editora Universitária UFPE*, Recife, 2002. 293 p.

SMITH, W. F. *Princípios de Ciência e Engenharia dos Materiais*, 3ª ed., *McGraw-Hill, Inc.*, Alfragide, 1998, 892 p.

VAN VLACK, L. H. *Physical Ceramics for Engineers*, Addison – Wesley Publishing Company, INC, Massachusetts, 1964. 342 p.

VAN VLACK, L. H. *Propriedades dos Materiais Cerâmicos*, tradução de Cid Silveira e Shiroyuki Oniki, Edgard Blucher, Ltda., São Paulo, 1973. 318 p.