



**PÓS-GRADUAÇÃO
ENGENHARIA
MECÂNICA**

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA “JÚLIO DE MESQUITA FILHO”

CAMPUS DE BAURU

FACULDADE DE ENGENHARIA DE BAURU

LIECA HASSEGAWA KAVASHIMA

**PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DE CERÂMICA
ZIRCÔNIA Y-TZP PARA MANUFATURA DE COPINGS ODONTOLÓGICOS**

Bauru

2016

LIECA HASSEGAWA KAVASHIMA

PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DE CERÂMICA ZIRCÔNIA
Y-TZP PARA MANUFATURA DE COPINGS ODONTOLÓGICOS

Dissertação apresentada à Faculdade de Engenharia de Bauru, no programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, na Área de Processos de Fabricação, como parte dos requisitos necessários à obtenção do Título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Orientador: Prof. Dr. Cesar Renato Foschini

Co-orientador: Prof. Dr. Edson Antonio Capello Sousa

Bauru

2016

Kavashima, Lieca Hassegawa.

Processamento e caracterização mecânica de cerâmica zircônia y-tzp para manufatura de copings odontológicos / Lieca Hassegawa Kavashima, 2016
80 f.: il.

Orientador: Cesar Renato Foschini

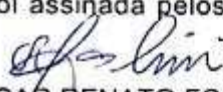
Coorientador: Edson Antonio Capello Sousa

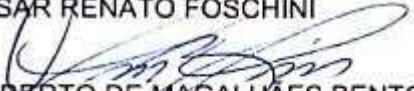
Dissertação (Mestrado)-Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Engenharia, Bauru, 2016

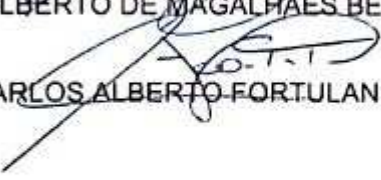
1. Zircônia. 2. Processamento cerâmico. 3. Propriedades mecânicas. I. Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Engenharia. II. Título.

ATA DA DEFESA PÚBLICA DA DISSERTAÇÃO DE MESTRADO DE LIECA HASSEGAWA KAVASHIMA, DISCENTE DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA, DA FACULDADE DE ENGENHARIA.

Aos 23 dias do mês de setembro do ano de 2016, às 14:00 horas, no(a) Sala de reuniões da Seção Técnica da Pós-graduação/FEB, reuniu-se a Comissão Examinadora da Defesa Pública, composta pelos seguintes membros: Prof. Dr. CESAR RENATO FOSCHINI - Orientador(a) do(a) Departamento de Engenharia Mecânica / Faculdade de Engenharia de Bauru, Prof. Dr. GILBERTO DE MAGALHÃES BENTO GONÇALVES do(a) Departamento de Engenharia Mecânica / Faculdade de Engenharia de Bauru, Prof. Dr. CARLOS ALBERTO FORTULAN do(a) Departamento de Engenharia Mecânica / Universidade de São Paulo/São Carlos, sob a presidência do primeiro, a fim de proceder a arguição pública da DISSERTAÇÃO DE MESTRADO de LIECA HASSEGAWA KAVASHIMA, intitulada **PROCESSAMENTO CERÂMICO E CARACTERIZAÇÃO DE PROPRIEDADES MECÂNICAS DE PEÇAS DE ZIRCONIA Y-TZP PARA APLICAÇÃO EM BIOMATERIAIS**. Após a exposição, a discente foi arguida oralmente pelos membros da Comissão Examinadora, tendo recebido o conceito final: APROVADA. Nada mais havendo, foi lavrada a presente ata, que após lida e aprovada, foi assinada pelos membros da Comissão Examinadora.


Prof. Dr. CESAR RENATO FOSCHINI


Prof. Dr. GILBERTO DE MAGALHÃES BENTO GONÇALVES


Prof. Dr. CARLOS ALBERTO FORTULAN

PROPOSTA DE ALTERAÇÃO DO TÍTULO

A BANCA EXAMINADORA PROPÕE A ALTERAÇÃO DO TÍTULO DO TRABALHO DA ALUNA:
LIECA HASSEGAWA KAVASHIMA

DE: "PROCESSAMENTO CERÂMICO E CARACTERIZAÇÃO DE PROPRIEDADES MECÂNICAS DE PEÇAS
DE ZIRCONIA Y-TZP PARA APLICAÇÃO EM BIOMATERIAIS."

PARA:

PROCESSAMENTO ~~CERÂMICO~~ E CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA
DE CERÂMICA ~~Y-TZP~~ ~~DE~~ ZIRCÔNIA Y-TZP PARA
MANUFATURA DE COPINGS ODONTOLÓGICOS

Bauru, 23 de setembro de 2016.


Prof. Dr. CESAR RENATO FOSCHINI
Orientador

Dedicatória...

À minha mãe Casuco, ao meu pai Tadayoshi (in memoriam),

*Ao meu esposo Hideki e minhas filhas Nadia e Karen, que sempre estiveram presentes
no meu dia a dia e que me incentivaram e apoiaram a atingir todos os meus objetivos.*

A todos os meus familiares e amigos que fizeram parte desta trajetória.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço a Deus por todas as oportunidades, pela família, amigos e permitir alcançar mais esta etapa na vida.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Cesar Renato Foschini, pela confiança, incentivo e apoio. Daquela simples curiosidade a respeito de suas pesquisas emergiu esta oportunidade. Serei sempre grata por toda a ajuda e atenção dedicadas durante esses anos de convívio.

Ao meu co-orientador Prof. Dr. Edson Antonio Capello Sousa, por todo o apoio e incentivo.

Ao Prof. Dr. Carlos Alberto Fortulan, Eng. Luiz Adalberto Penazzi e todos do Laboratório de Tribologia e Compósitos da EESC-USP, por todo apoio, ensinamentos e parceria.

Ao Prof. Carlos Alberto Soufen e o técnico Hamilton José de Mello do Laboratório de Materiais da Faculdade de Engenharia de Bauru, pela valiosa parceria.

À Prof. Dra. Ana Flávia Sanches Borges, Profa. Ms Carla Muller Ramos e todos do Laboratório de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Bauru (USP) pela parceria durante esses anos de pesquisa.

Ao Prof. Dr. Carlos Roberto Grandini e Prof. Dr. Fábio Bossoi Vicente do Relaxações Anelásticas em Materiais e Laboratório de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) da Faculdade de Ciências da Universidade Estadual Paulista (Bauru) pela parceria durante esses anos de pesquisa.

Agradeço a todos os meus amigos da Pós-Graduação e da Faculdade que sempre me ajudaram e me apoiaram. Em especial, Pedro, Júlio, João Paulo, Bruno, Ana Cláudia, Matheus, Lucas Rotelli, Otávio Foster, Otávio Galisa, Renan, Alexander, Camilo, Felipe, Leonardo, Michael, Gabriela, Guilherme, que sempre estiveram presentes nesta jornada.

Agradeço a todo o Departamento de Engenharia Mecânica da Faculdade de Engenharia de Bauru da UNESP pela atenção concedida.

Agradeço à equipe técnica da Pós-graduação em Engenharia Mecânica, Gustavo, Alessandra, Célia e Raphael pela ajuda que a mim prestaram nestes anos. Finalmente, agradeço à CAPES pelo apoio financeiro mediante concessão da bolsa de Mestrado.

“Quanto mais conhece, mais se lhe amplia aos olhos a imensidão do desconhecido.”

Francisco Cândido Xavier e Waldo Vieira

Kavashima, L. H. **Processamento e caracterização mecânica de cerâmica zircônia y-tzp para manufatura de copings odontológicos**. Dissertação de Mestrado (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia de Bauru, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Estadual Paulista, 2016.

Resumo

A zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítria ou zircônia Y-TZP, atualmente é utilizada como biomaterial na odontologia, para a confecção de próteses por meio da tecnologia CAD/CAM, a partir de blocos comerciais pré-sinterizados. A cerâmica Y-TZP é biocompatível, bioinerte e apresenta estética e propriedades mecânicas adequadas à aplicação. Contudo, as características mecânicas podem variar de acordo com o método de fabricação podendo estar sujeita à falhas por fratura frágil causada por defeitos oriundos das etapas de conformação, pré-sinterização, usinagem da prótese ou sinterização. Dessa forma, o objetivo do presente trabalho foi avaliar o processamento cerâmico e determinar as propriedades mecânicas da zircônia Y-TZP. Os blocos foram conformados por prensagem uniaxial e isostática a 200 MPa, pré-sinterizados com diferentes parâmetros (900°C e 950°C) de temperatura, submetidos a ensaio de microdureza Vickers e usinados por CAD/CAM para confecção de próteses. O material pré-sinterizado foi cortado em barras, sinterizado e submetido aos ensaios mecânicos para a determinação da resistência à flexão, módulo elástico dinâmico e estático. Os resultados indicaram que o processo térmico de pré-sinterização com patamar a 950°C proporcionou material adequado ao manuseio e usinagem CAD/CAM com microdureza similar aos materiais disponíveis comercialmente. Os valores de módulo de elasticidade do material após a sinterização final, determinados pelos métodos dinâmicos e estático, entre 205,7 e 231,9 GPa, estão próximos aos relatados na literatura (entre 200 e 220 GPa). As análises estatísticas pelo método ANOVA ($p > 0,05$) e testes de Tukey-Kramer demonstraram que o processo de pré-sinterização não exerceu influência na resistência mecânica após a sinterização final. Assim, o processo de fabricação estudado neste trabalho apresentou parâmetros que possibilitaram a confecção de próteses odontológicas, por meio da tecnologia CAD/CAM, obtendo materiais com propriedades mecânicas adequadas à confecção de *copings* odontológicos.

Palavras-chave: zircônia, processamento cerâmico, propriedades mecânicas.

Kavashima, L. H., **Processing and mechanical characterization of Y-TZP zirconia ceramic for dental copings manufacturing**. Master of Science Dissertation (Master of Science in Mechanical Engineering) – Engineering College of Bauru, Post-Graduating Program, São Paulo State University, 2016.

Abstract

The polycrystalline tetragonal yttria stabilized zirconia or Y-TZP zirconia is currently used as a biomaterial in dentistry for the manufacture of prostheses by means of the CAD / CAM technology with pre-sintered commercial blocks. Y-TZP ceramic is biocompatible, bioinert and presents aesthetic features and appropriate mechanical properties for the application. However, the mechanical characteristics can vary according to the manufacturing method and may be subjected to failure by brittle fracture caused by defects originated from forming, pre-sintering, prosthesis machining or sintering. Thus, the goal of this work was to evaluate the ceramic processing and determine the mechanical properties of the Y-TZP zirconia. Blocks were formed by uniaxial and isostatic compression at 200 MPa, pre-sintered with different temperature parameters (900°C and 950°C), subjected to Vickers microhardness test and machined by CAD / CAM for prostheses manufacture. The pre-sintered material was cut into bars, sintered and submitted to mechanical tests in order to determine flexural strength, static and dynamic elastic modulus. Results showed that the pre-sintering thermal process with 950°C as a baseline provided a suitable material handling and machining CAD / CAM with a microhardness similar to the materials commercially available. The Young's modulus values of the material after the final sintering, determined by the dynamic and static methods were found between 205.7 and 231.9 GPa are close to those reported in the literature (between 200 and 220 GPa). The statistical analyses via ANOVA ($p > 0.05$) method and Tukey-Kramer tests showed that the pre-sintering process had no influence on the mechanical resistance after the final sintering. Therefore, the manufacturing process studied in this work presented parameters that enabled the manufacture of dental prostheses by means of the CAD / CAM technology, obtaining materials with suitable mechanical properties to dental copings confection.

Keywords: zirconia, ceramic processing, mechanical properties.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Componentes cerâmicos de uma prótese odontológica, adaptado de Arnetzl *et al.* (2013).

Figura 2 - Diagrama de fases da zircônia (ZrO_2) mostra a estrutura cristalina em função da temperatura e pressão, adaptado de Shackelford e Doremus (2008).

Figura 3 - Diagrama de fases da zircônia estabilizada por óxido de ítrio (Y-TZP), adaptado de Shackelford e Doremus (2008).

Figura 4 - MEV da zircônia Y-TZP (A) comercial LavaTM (Lava, 3M ESPE) pré-sinterizada e (B) sinterizada a 1500°C conforme a pesquisa de Menani *et al.* (2014).

Figura 5 - Tamanho de grão obtidos por Stawarczyk *et al.* (2013), da zircônia após sinterização a diferentes temperaturas. a 1300°C, b 1350°C, c 1400°C, d 1450°C, e 1500°C, f 1550°C, g 1600°C, h 1650°C e i 1700°C.

Figura 6 - Diagrama tensão X deformação da Y-TZP (3 mol %) representando os regimes: OA, elástico; AB, transformação e microtrinca; BC, elástico; CD, retirada da carga e as regiões de deformação por compressão e tração, adaptado de Subhash *et al.* (1993) .

Figura 7 - Diagrama esquemático de uma fratura frágil (CALLISTER *et al.*, 2013).

Figura 8 - Diagrama de blocos de um aparelho de TEI adaptado da norma ASTM C 1259 (2015).

Figura 9 - Fluxograma com etapas do processo de produção dos implantes de zircônia.

Figura 10 - Conformação em prensa hidráulica uniaxial. (A) preparação do molde. (B) acomodação do pó de zircônia. (C) aplicação da carga. (D) extração do bloco.

Figura 11 - Prensagem isostática. (A) blocos de zircônia nos invólucros, (B) fluido de compressão, (C) fechamento do sistema e (D) queda de pressão do sistema.

Figura 12 - Curva de pré-sinterização da zircônia Y-TZP.

Figura 13 - representação esquemática do ensaio de microdureza Vickers.

Figura 14 - Preparação do bloco para a usinagem CAD/CAM. (A) molde e colagem do pino, (B) bloco pronto para a usinagem.

Figura 15 - Fluxograma da usinagem para confecção da prótese.

Figura 16 - Processo de confecção da prótese: (A) digitalização do dente, (B) programação, (C) fixação do material na fresadora, (D) verificação da superfície e (E) usinagem.

Figura 17 - Fluxograma de processo para a realização de ensaios mecânicos após a sinterização final.

Figura 18 - Curva de sinterização da zircônia Y-TZP.

Figura 19 - Configuração do ensaio de flexão 3 pontos (ISO 6872, 2008; GARCIA *et al.*, 2012; ASTM C1161, 2013).

Figura 20 - Sistema de fixação do CP no equipamento da TEI.

Figura 21: Gráfico de intervalos com os valores médios de rugosidade de T1, T2, T3, ZL e ZC

Figura 22: Múltiplas comparações de Tukey-Kramer para a rugosidade.

Figura 23 – Geometria deformada da impressão causada pelo penetrador piramidal, com as cargas: 0,1; 0,2; 0,3 e 0,5 kgf na superfície de T2.

Figura 24 – Impressão na superfície de T2 causada pelo penetrador piramidal com carga de 1 kgf, do ensaio de microdureza Vickers.

Figura 25 - Distribuição dos valores médios de microdureza Vickers (HV1), amplitude interquartil (AL) e valores mínimos e máximos (amplitude) dos materiais T1, T2, T3, ZC e ZL (n-10).

Figura 26 - Teste de Tukey-Kramer para a microdureza (HV 1).

Figura 27 - Confecção de coping para implante odontológico, por CAD/CAM.

Figura 28 - *Coping* confeccionado com o material T3: (A) morfologia do dente e (B) estrutura interna em forma de casca.

Figura 29 - Gráfico de intervalos (TEI).

Figura 30 - Teste de Tukey-Kramer para o módulo de elasticidade por TEI.

Figura 31 - Gráfico de intervalos do módulo de elasticidade em flexão (E_f).

Figura 32 - Teste de Tukey -Kramer para os dados de módulo de elasticidade em flexão três pontos.

Figura 33 - Comparação entre os valores de módulo de elasticidade obtido por TEI e flxão 3 pontos.

Figura 34 – Comparação entre T1, T2 e T3 (TEI) e T1 sob flexão 3 pontos (FLX), pelo teste de Dunnett.

Figura 35 - Comparação entre T1, T2 e T3 (TEI) e T2 sob flexão 3 pontos (FLX), pelo teste de Dunnett.

Figura 36 - Comparação entre T1, T2 e T3 (TEI) e T3 sob flexão 3 pontos (FLX), pelo teste de Dunnett.

Figura 37 - Gráfico de probabilidade com teste de Anderson-Darlin para a distribuição normal.

Figura 38 - Gráfico de caixa com os dados de resistência à flexão 3 pontos.

Figura 39 - Teste de Tukey-Kramer em relação à resistência à flexão 3 pontos.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Relação entre a temperatura de sinterização (TS) e a resistência à flexão (σ_f), obtidas por Stawarczyk *et al.* (2013).

Tabela 2 – Relação entre método de compressão (pressão em MPa), temperatura (°C) e tempo de sinterização (horas) e dureza Vickers (HV e carga utilizada em kgf), do material zircônia Y-TZP, investigados.

Tabela 3 – Valores obtidos de módulo de elasticidade E (GPa), resistência à flexão ou σ_f (MPa), tamanho de grão (μm) e descrição dos método de compactação (MPa) do pó, temperatura (°C) e patamar (horas) de sinterização de cada material investigado.

Tabela 4: Descrição dos materiais utilizados nos ensaios.

Tabela 5: Valores médios de rugosidade (Rq), tamanho da amostra (n), desvio padrão (DP) e grupos homogêneos (GP) de acordo com o teste de Tukey-Kramer.

Tabela 6 - Valores médios de microdureza Vickers HV 1, desvio padrão (DP) e valores mínimos e máximos (n-10) dos materiais embutidos em baquelite.

Tabela 7 – Valores médios de módulo de elasticidade dinâmico(E_{TEI}), desvio padrão (DP) e teste de normalidade (AD.) para ANOVA (n=3).

Tabela 8- Valores médio de módulo de elasticidade estático (E_f), desvio padrão (DP) e teste de normalidade (AD) para ANOVA (n=3).

Tabela 9 – Média de resistência à flexão (σ_f), desvio padrão (DP), valores mínimos (Mín.) e máximos (Máx.), valores do teste de normalidade (DP) e valor-p (n=8).

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AD	Anderson-Darlin
AI	Amplitude Interquartil
ANOVA	Análise de variância (ANalysis Of VAriance)
ASTM	Sociedade Americana para ensaio de materiais (American Society for Testing and Materials)
CAD	Desenho assistido por computador (Computer Aided Design)
CAM	Manufatura assistida por computador (Computer Aided Manufacturing)
CP	Corpo de Prova
FLX	Ensaio estático de flexão 3 pontos
HV	Hardness (dureza) Vickers
IC	Intervalo de Confiança
ISO	Organização Internacional para Padronização (International Organization for Standardization)
MEMS	Sistema microeletromecânico (Micro-Electro-Mechanical Systems)
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
Mg-PSZ	Zircônia parcialmente estabilizada com magnésia
Mg-PSZ	Zircônia parcialmente estabilizada com magnésia
n	Número de corpos de prova
p	Probabilidade
Rq	Rugosidade quadrática média
TEI	Técnica de Excitação por Impulso
TS	Temperatura de Sinterização
Y-Mg-PSZ	Óxido de zircônia estabilizada com ítria e magnésia
Y-TZP	Zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria
ZTA	Alumina tenacificada por zircônia

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	1
2	OBJETIVO.....	4
2.1	Objetivo geral	4
2.2	Objetivos específicos	4
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
3.1	Biomateriais	5
3.2	Zircônia Y-TZP	6
3.2.1	Aplicação odontológica	7
3.3	Processo de fabricação da zircônia Y-TZP.....	9
3.3.1	Obtenção do pó de zircônia	9
3.3.2	Compactação	9
3.3.3	Usinagem próxima à forma final	10
3.3.4	CAD/CAM na odontologia.....	11
3.3.5	Processo térmico.....	12
3.4	Resistência mecânica	16
3.5	Falha frágil.....	17
3.6	Caracterização mecânica	19
3.6.1	Ensaio destrutivos	19
3.6.2	Ensaio não destrutivo.....	22
3.6.3	Microestrutura	23
3.6.4	Interpretação estatística	24
4	METODOLOGIA.....	26
4.1	Matéria prima	26
4.2	Blocos Pré-sinterizados	27
4.2.1	Conformação	27
4.2.2	Pré-sinterização	29
4.2.3	Ensaio de microdureza.....	30
4.2.4	Teste de estabilidade no manuseio/usinagem	32
4.3	Sinterização final	33
4.3.1	Ensaio de flexão 3 pontos	35
4.3.2	Técnica de excitação por impulso	36

4.3.3	Exploração dos dados numéricos	37
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	39
5.1.1	Rugosidade	39
5.1.2	Microdureza.....	41
5.1.3	Confecção da prótese.....	45
5.1.4	Módulo de elasticidade dinâmico	46
5.1.5	Módulo de elasticidade estático.....	48
5.1.6	Análise das propriedades elásticas	49
5.1.7	Resistência à flexão	51
6	CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	55
6.1	Conclusões.....	55
6.2	Sugestões para trabalhos futuros	57
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	58

1 INTRODUÇÃO

As cerâmicas à base de zircônia (ZrO_2) tem potencial em muitas aplicações como biomaterial devido a sua alta resistência mecânica e tenacidade à fratura (PATEL *et al.*, 2012). Há aproximadamente 47 anos iniciaram-se pesquisas como biomaterial para uso clínico na artroplastia total do quadril (MANICONE *et al.*, 2007). Posteriormente foi introduzida na odontologia, devido à maior resistência mecânica e tenacidade à fratura em relação à alumina (WHITE *et al.*, 2005), sendo utilizada como material básico para coroas e pontes em restauração, devido a forte demanda estética e preocupação com a hipersensibilidade a materiais metálicos (SATO *et al.*, 2008).

A resistência mecânica adequada à aplicação é obtida adicionando pequenas quantidades de óxido de ítrio (Y_2O_3), para estabilizar a estrutura cristalina tetragonal da zircônia, à temperatura ambiente, formando um material composto de aproximadamente 100% de pequenos grãos cristalizados na estrutura tetragonal metaestável, conhecida como Zirconia Tetragonal Policristalina (Y-TZP) (SARIDAG *et al.*, 2013). A zircônia em sua forma pura apresenta a estrutura monoclinica à temperatura ambiente, a tetragonal ocorre somente entre 1170-2370°C e acima dessa temperatura a estrutura se transforma em cúbica (SARIDAG *et al.*, 2013).

A zircônia de grau biomédico contendo 3 mol% em ítria como estabilizante (3Y-TZP) tem sido utilizada na fabricação de coroas e próteses parciais fixas odontológicas, processadas por meio da tecnologia CAD/CAM (*Computer Aided Design/Computer Aided Manufacturing*). A usinagem é realizada em blocos totalmente sinterizados ou pré-sinterizados (DENRY *et al.*, 2008). Os resultados de anos de estudo sugerem que a 3Y-TZP pode ser aplicada na restauração do dente posterior, sendo apoio para cerâmicas de revestimento (RAIGRODSKI *et al.*, 2012).

Estudos *in vitro* e *in vivo* confirmaram a alta biocompatibilidade da zircônia Y-TZP. Também foi demonstrado que bactérias se acumulam em menor quantidade em torno de Y-TZP comparada à prótese de titânio, o que poderia ser explicado pelas diferentes propriedades de adsorção das proteínas (SARIDAG *et al.*, 2013). Esse material é classificado como bioinerte, ou seja, mantém sua estrutura após o implante ser introduzido no corpo e não induz qualquer reação imunológica (PATEL *et al.*, 2012).

Com propriedades mecânicas similares aos aços inoxidáveis, após a sinterização final, a zircônia tem elevada resistência à tração, 900-1200 MPa, resistência à compressão de 2000 MPa e as cargas de tensão cíclica são bem tolerados. Aplicando-se uma força intermitente de 28 kN foram necessários 50 bilhões de ciclos para quebrar uma amostra contudo uma força em excesso de 90 kN provocou falha estrutural em algumas amostras após apenas 15 ciclos (SARIDAG *et al.*, 2013).

Apesar das propriedades mecânicas da zircônia superar as outras cerâmicas (GUAZZATO *et al.*, 2004), as restaurações odontológicas são suscetíveis à falha por fratura frágil que raramente são precedidas de deformações visíveis ou qualquer aviso prévio. Essa falha é atribuída a fatores como presença de intensas tensões e defeitos pré-existent, oriundos do processo de fabricação, relacionados ao tamanho e forma do grão e tipo ou percentual de elementos estabilizantes. A junção desses fatores pode iniciar o crescimento catastrófico de trincas (fratura), acompanhado por deterioração da restauração odontológica (MARX *et al.*, 2004; ABOUSHELIB *et al.*, 2008).

Para a prevenção de falha em materiais cerâmicos odontológicos produzidos pela tecnologia CAD/CAM, normalmente é investigado o comportamento mecânico após a sinterização final (DENRY *et al.*, 2008), principalmente, por meio de ensaio mecânico de flexão três e quatro pontos (QUINN *et al.*, 2010; STAWARCZYK *et al.*, 2013; CHEVALIER *et al.*, 2009) e ensaio de dureza, a fim de determinar a dureza, resistência à flexão, tenacidade à fratura e módulo de elasticidade (HARADA *et al.*, 2013; ZHANG *et al.*, 2013).

Tendo em vista o futuro promissor de uma tecnologia relativamente nova e em desenvolvimento, o presente trabalho investigou o processamento mecânico necessário para a fabricação de blocos pré-sinterizados utilizados na confecção de próteses odontológicas. A porosidade na etapa de pré-sinterização (LIU *et al.*, 2010), o tamanho de grão do pó (LUTHARDT *et al.*, 2004), moldagem do corpo a verde e dureza ao ser usinado (SCHERRER *et al.*, 2013), ainda são alguns dos desafios para obter um grau de confiabilidade adequado à prótese. Os blocos cerâmicos fabricados a partir do pó de zircônia Y-TZP, por meio de compressão a frio e pré-sinterizados a diferentes temperaturas. A microdureza Vickers foi determinada para verificar a influência da temperatura na resistência mecânica e usinagem de *coping* (componente de prótese odontológica) em sistema CAD/CAM odontológico. Para o estudo das propriedades mecânicas após a sinterização final, o material pré-sinterizado foi cortado para obter corpos de prova em forma de barras e

submetido a aquecimento a 1420°C. Os corpos de prova foram submetidos ao ensaio dinâmico não destrutivo pela técnica de excitação por impulso para a determinação do módulo de elasticidade e ensaio de flexão três pontos para determinar a resistência à flexão e módulo de elasticidade. Os resultados de microdureza, módulo de elasticidade e resistência mecânica foram analisados por ANOVA ($p > 0,05$) e múltiplas comparações com os testes de Tukey-Kramer e Dunnett para verificar a existência de diferenças significativas entre os grupos.

2 OBJETIVO

2.1 Objetivo geral

Neste trabalho foi estudado o processamento cerâmico da zircônia Y-TZP para aplicação em biomateriais confeccionados pela tecnologia CAD/CAM. Os parâmetros de cada etapa do processo foram analisados para estudar a sua relação com as propriedades mecânicas.

2.2 Objetivos específicos

- Foram confeccionados blocos de zircônia (YTZP) por compressão a frio, partir do pó de zircônia comercial, formulados e processados experimentalmente em laboratório.
- Os blocos foram pré-sinterizados com três diferentes parâmetros de temperatura.
- A microdureza do material foi determinado para verificar a sua relação com o comportamento durante a usinagem em sistema CAD/CAM para próteses odontológicas.
- Os blocos pré-sinterizados foram sinterizados e submetidos a ensaios mecânicos para estudar a relação entre a resistência mecânica após a sinterização e a temperatura de pré-sinterização.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Biomateriais

Os biomateriais são usados para substituir e/ou restaurar a função do tecido, órgão traumatizado ou degenerado em forma de implantes e aparelhos médicos. Devem apresentar biocompatibilidade, propriedades mecânicas adequadas, resistência à corrosão, resistência à fadiga e não apresentar toxicidade a menos que seja para uma finalidade específica, para o uso em longo prazo no corpo, sem rejeição. Os materiais mais utilizados são metais e suas ligas, polímeros, cerâmicos e compósitos (PATEL *et al.*, 2012).

Os metais e ligas metálicas mais utilizadas como biomateriais são: aço inoxidável, liga cobalto-cromo-molibdênio e ligas de titânio, que devido à sua resistência mecânica, excelente condutividade elétrica e térmica, biocompatibilidade e resistência à corrosão, são direcionadas à fabricação de implantes de suporte de carga, tais como próteses de quadril, pinos, parafusos e placas. Por outro lado, em longo prazo, as ligas de titânio podem liberar íons de alumínio e vanádio que são associados a problemas de saúde, como a doença de Alzheimer e doenças no sistema nervoso (PATEL *et al.*, 2012; OSMAN *et al.*, 2013). Os materiais poliméricos são disponíveis em maior variedade, normalmente aplicados em enxerto vascular e válvulas cardíacas. Tem boa flexibilidade, boa biocompatibilidade, leve em relação à massa, com adequadas propriedades físicas e mecânicas, e pode ser manufaturado na forma desejada. Os compósitos são compostos de matriz e fibras naturais biodegradáveis de plantas como linho, juta e sisal, usados amplamente como “amigos do meio ambiente” e aplicados na engenharia de tecidos e cosméticos. Eles imitam, frequentemente, as estruturas dos materiais vivos envolvidos no processo, como biocompatibilidade e atualmente são fabricados para o uso na odontologia, enxertos vasculares, próteses, cimento ósseo, etc. (PATEL *et al.*, 2012).

Cerâmicos são materiais policristalinos sendo as suas principais características a dureza e fragilidade, grande resistência e rigidez, baixa densidade, resistência à corrosão e desgaste. São utilizados em vários campos como odontologia, ortopedia e sensores médicos, mas são menos utilizados extensivamente que os metais e polímeros. Normalmente falham com pouca ou sem alguma deformação plástica e são sensíveis à presença de trincas ou outros defeitos. Existem três classes de cerâmica biomaterial: bioinerte que compreende a Alumina (Al_2O_3), Zircônia (ZrO_2) e carbono pirolítico; a bioativa que são os bioglass e vitrocerâmica; e a bioreabsorvível como o fosfato cerâmico (PARK, 2008; PATEL *et al.*, 2012; HENCH, 2013).

A primeira cerâmica utilizada em próteses de articulação de quadril foi a alumina (Al_2O_3) de alta densidade e pureza (>99,5%), devido à sua excelente resistência à corrosão, alta resistência ao desgaste e robustez (dureza Vickers de 1800–2000). Apesar dos resultados clínicos favoráveis e da biocompatibilidade, a alumina tem uso limitado a modelos com propriedades mecânicas modestas. Dessa forma, a zircônia (Y-TZP) tornou-se uma alternativa devido a sua maior resistência e tenacidade à fratura possibilitando novos projetos de implantes os quais não eram possíveis com a alumina (PATEL *et al.*, 2012; CHEVALIER *et al.*, 2009).

3.2 Zircônia Y-TZP

Os materiais cerâmicos são divididos em duas categorias, as tradicionais e avançadas, em função de suas propriedades e aplicações. As cerâmicas tradicionais são baseadas em argila e sílica, usadas há mais de 10 mil anos, produzidas, geralmente, com tecnologia de baixo custo e com alto volume de produção. Já as cerâmicas avançadas, também denominadas cerâmicas de “engenharia”, foram desenvolvidas há aproximadamente 100 anos, são normalmente, produzidas em pequenas quantidades com uso de alta tecnologia no processo de fabricação o que proporciona propriedades ópticas, magnéticas, resistências mecânica, elétrica e química, superiores às tradicionais (CARTER *et al.*, 2007).

A zircônia Y-TZP é classificada como cerâmica avançada para diversas aplicações, como: ferramentas de corte, trocadores de calor, biocerâmicas (CARTER *et al.*, 2007), componentes eletrônicos (FOSCHINI *et al.*, 2001), sistemas aeronáuticos (NARAPARAJU *et al.*, 2014), sistemas microeletromecânicos (MEMS), entre outros (CHEAH *et al.*, 2012). Sendo a sua estrutura química distinta para cada aplicação, a exemplo de alguns componentes eletrônicos como a zircônia estabilizada por céria ($\text{CeO}_2\text{--ZrO}_2$) (FOSCHINI *et al.*, 2001) ou a zircônia estabilizada por 7 mol % em ítria (NARAPARAJU *et al.*, 2014).

A biocerâmica encontra-se na classe dos materiais cerâmicos desenvolvidos para reparar ou substituir partes do corpo danificadas, sendo a maior parte destinada ao esqueleto, sistemas cardiovasculares, ossos, juntas ósseas e dentes. Muitos desses materiais estão em contato com o osso, assim requerem uma interface de conexão onde o comportamento mecânico e funcional é compatível com o tecido biológico a ser substituído. A zircônia e a alumina apresentam essa compatibilidade devido aos íons que limitam a toxicidade, ou seja, são quimicamente inertes (HENCH, 2013).

Em 1969 a zircônia foi introduzida como biocerâmica em aplicações médicas, com o objetivo de substituir o titânio e a alumina em próteses de quadril, onde o foco dos pesquisadores ortopedistas era o comportamento mecânico e a integração com os ossos e músculos (MANICONE *et al.*, 2007). Em 1990 a zircônia foi introduzida na odontologia como material para produzir implantes de postes endodônticos e pilares devido às excelentes propriedades mecânicas, estética e biocompatibilidade (PILATHADKA *et al.*, 2007).

3.2.1 Aplicação odontológica

A confecção de implantes odontológicos de materiais cerâmicos, como a zircônia Y-TZP está em crescimento devido à hipersensibilidade dos pacientes a materiais metálicos, biossegurança e o desejo por melhoria na estética. Dessa forma busca-se a substituição das próteses metálicas por cerâmicos de igual ou superior resistência mecânica. Com a introdução da tecnologia CAD/CAM, foi possível melhorar a produtividade, uma vez que a tecnologia odontológica convencional não oferece facilidade em produzir o implante na forma desejada. Assim blocos de Y-TZP compactados ou pré-sinterizados (blank) são usinados para proporcionar a forma do implante e posteriormente são sinterizados para promover a resistência mecânica solicitada em um ambiente bucal. Os implantes odontológicos de zircônia mais produzidos são coroas, pontes e pilares (TAMAKI *et al.*, 2010). A Figura 1 mostra uma prótese dentária com os componentes coroa, pilar e parafuso (ARNETZL *et al.*, 2013). A coroa normalmente é composta por uma armação com o formato ou morfologia do dente, denominada *coping*, que pode ser constituído por zircônia e recoberto por camadas de dissilicato de lítio (cerâmica) para promover a cor natural do dente (MARCHACK *et al.*, 2008). O pilar (zircônia) também conhecido como *abutment* tem a função de fixar a coroa no parafuso que será introduzido no osso para a fixação da prótese (ARNETZL *et al.*, 2013).

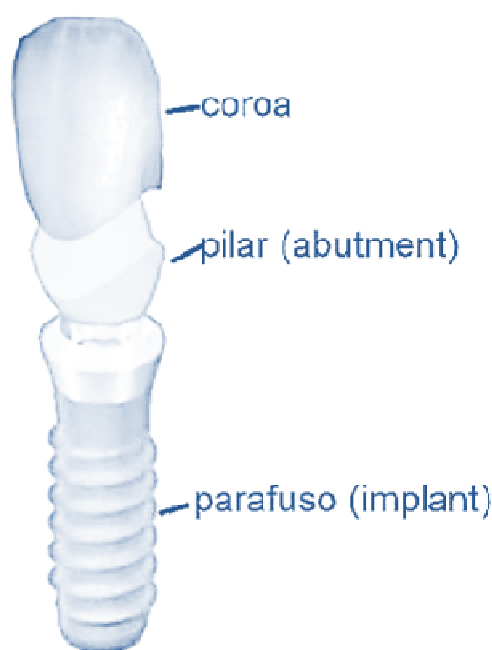


Figura 1 - Componentes cerâmicos de uma prótese odontológica, adaptado de Arnetzl *et al.* (2013).

A zircônia é muito utilizada na confecção de *coping* devido à sua cor opaca e perolada e resistência mecânica. Um bloco de zircônia pré-sinterizado é inserido na máquina de fresamento CAD/CAM, que por meio de um programa de computador converte as imagens digitalizadas do dente a ser restaurado em coordenadas de usinagem e assim o *coping* é usinado e posteriormente sinterizado a fim de proporcionar resistência mecânica estrutural, somente então, é recoberto por porcelana feldispática que proporcionará a cor e brilho natural do dente (estética) (PROTOPAPADAKI *et al.*, 2013; SANTOS *et al.*, 2015).

Atualmente, são utilizados diferentes tipos de cerâmica de zircônia em aplicações odontológicas: a zircônia estabilizada com óxido de ítrio (Y-TZP), zircônia estabilizada com óxido de ítrio e óxido de magnésio (Y-Mg-PSZ) e alumina tenacificada por zircônia (ZTA). A alumina tenacificada por zircônia (ZTA) é obtida por retenção da fase tetragonal do dióxido de zircônio pela compressão da matriz de alumina por tensão induzida. A sinterização inicial ocorre a 1100 °C por 2h, antes o compósito de cerâmica porosa é infiltrado em vidro. O grau de porosidade é maior que a zircônia 3Y-TZP. A zircônia parcialmente estabilizada com magnésia (Mg-PSZ) não obteve sucesso em aplicações biomédicas devido a presença de porosidade associada a grandes tamanhos de grãos (30-60 μm), baixas propriedades mecânicas e menor estabilidade, que podem induzir o desgaste (DENRY *et al.*, 2008).

3.3 Processo de fabricação da zircônia Y-TZP

3.3.1 Obtenção do pó de zircônia

O elemento zircônio foi descoberto pelo químico alemão Martin Heinrich Klaproth em 1789, a partir do óxido proveniente do mineral ortossilicato de zircônio e foi isolado em forma impura pelo químico sueco Jöns Jakob Berzelius, em 1824. Em 1940 esse elemento tornou-se significativo para o desenvolvimento da energia nuclear, com a contribuição de William Justin Kroll que desenvolveu um processo para a redução no custo de produção (VAGKOPOULOU *et al.*, 2009).

O zircônio (Zr) é um metal de número atômico 40, com densidade de 6.49 g/cm^3 , ponto de fusão a 1852°C e ponto de ebulição de 3580°C , sua estrutura cristalina é hexagonal, não ocorre na natureza em estado puro, mas pode ser encontrado em junção com óxido ou como óxido livre (ZrO_2). Tais minerais não podem ser usados como materiais primários de biomateriais devido à impureza de vários elementos metálicos que afetam a cor e devido aos radionuclídeos naturais como urania e tório, que radioativos, devem ser purificados. São necessários processos complexos e demorados para a separação efetiva desses elementos a fim de produzir o pó de zircônia puro (SARIDAG *et al.*, 2013).

Existem várias rotas de produção de pó zircônia as quais podem ser: sol-gel, precipitação, processo hidrotérmico e técnica de moagem por esferas entre outros (BANGI *et al.*, 2013; EGGER *et al.*, 2004).

3.3.2 Compactação

Para obter um bloco de zircônia são utilizadas técnicas como compactação de pó, fundição, moldagem e extrusão. O pó de zircônia puro recebe aditivos poliméricos para controlar a uniformidade da compactação, os quais tem as funções de aglutinante, plastificante, dispersante e lubrificante (RAHAMAN, 2003).

As dimensões finais podem ser pré-estabelecidas na etapa de compactação por prensagem uniaxial de simples ou dupla ação de pistões, que proporciona a confecção de formas simples com dimensões precisas. O processo de compactação consiste em inserir o pó no molde, aplicar uma carga de compactação e ejeção do material compactado. Embora pareça simples, esse processo exige cuidados na aplicação da carga e ejeção do compactado,

caso contrário, poderá ocorrer diferenças significativas no gradiente de densidade, delaminações e descolamento das extremidades superiores do compactado (REED, 1995).

O compactado a verde pode ser então levado à prensagem isostática a frio ou a quente, para a aplicação de pressão hidrostática uniforme, proporcionando densidade uniforme. A qualidade da compactação influencia no maior número de coordenação entre as partículas, possibilitando a redução do tamanho dos poros, resultando em um corpo à verde com maior densidade (RAHAMAN, 2003).

Durán *et al.* (1996) compactaram a zircônia Y-TZP a 3 mol % utilizando pressões isostáticas variadas até 350 MPa e perceberam que acima de 250 MPa não houve diferença significativa na densidade após a sinterização. Já Maca *et al.* (2003) utilizaram 700 MPa para a compressão isostática a frio, de pó nanocerâmico de Y-TZP a 1,5 e 3 mol % em ítria e observaram que a pressão elevada resulta em redução do tamanho dos poros. Vasylykiv *et al.* (2003) aplicaram compressão isostática a frio de 400 MPa, após a consolidação em molde de fundição, do pó nanocerâmico de zircônia estabilizada com 3 mol % em ítria, para formar um corpo a verde, e perceberam que a compressão isostática proporciona maior densificação.

3.3.3 Usinagem próxima à forma final

A usinagem de produtos próxima à forma final, também conhecida como *near-net-shape*, é um conceito de manufatura industrial que se preocupa com a redução de etapas de produção, redução de custos e garantia da qualidade do produto para se adquirir a forma final de componentes. Compósitos e cerâmicos são caracterizados pela baixa usinabilidade, dessa forma o princípio do *near-net-shape* elimina passos desnecessários, sendo a forma final adquirida com técnicas que não fragmentam o material (SALVENDY, 2007).

A usinagem de materiais cerâmicos de geometria complexa e sinterizados requer alto custo, o que favorece a usinagem no estado “verde”, ou seja, somente compactado, devido à redução de custo de processo e pelo efeito na qualidade da forma após a sinterização. Essa qualidade é atribuída à redução das distorções na forma final, porque a usinagem ajuda a minimizar os gradientes de densidade oriundos da prensagem (WESTERHEIDE *et al.*, 1997).

Esse conceito *near-net-shape* é muito utilizado na confecção de próteses odontológicas as quais, a forma final é alcançada a partir de material cerâmico a verde. Embora esse tipo de usinagem enfrenta algumas dificuldades como fragilidade e dimensão inadequada da prótese devido à retração após sinterização, estas podem ser superadas melhorando-se a qualidade da

compactação e dureza, ferramentas adequadas, composição do agente aglutinante e parâmetros de usinagem (MOHANTY *et al.*, 2013).

As próteses odontológicas de zircônia Y-TZP normalmente são confeccionadas por usinagem no sistema CAD/CAM, mas a partir de *blanks* (blocos prensados) pré-sinterizados com dureza o suficiente para o manuseio, mas não prejudiciais à usinabilidade (DENRY *et al.*, 2008).

3.3.4 CAD/CAM na odontologia

O sistema CAD/CAM aplicado à odontologia foi desenvolvido em 1971, pelo Dr François Duret, que utilizou impressão ótica em uma fresadora numericamente controlada para confeccionar coroas dentárias. Contudo Werner Mörmann foi o primeiro a desenvolver um sistema comercial Suíço, chamado de dispositivo CEREC, o qual utilizava óptica para digitalizar o dente e reconstruir em material cerâmico, usando a combinação entre scanner óptico e fresadora em um sistema assistido por computador. Em 1980, criou-se o Minnesota System, um sistema odontológico CAD/CAM projetado para adquirir dados usando fotos e um scanner de alta resolução. Mais tarde, em 1983, foi desenvolvido o sistema Procera, um método de fabricação de coroas dentárias de alta precisão. A popularidade do sistema CAD/CAM aumentou nos consultórios odontológicos para mais 30.000 dentistas no mundo. Assim, atualmente, os sistemas disponíveis comercialmente são o CEREC (Sirona, Charlotte, NC, USA), E4D Dentist (D4D Technologies, Richardson, TX, USA), iTero (Cadent, Carlstadt, NJ, USA), e o Lava COS (3M ESPE, St Paul, MN, USA) (DAVIDOWITZ *et al.*, 2011).

O sistema CEREC consiste em um sistema de aquisição com luz azul intensa a partir da emissão de diodos, a câmera projeta luz azul para os dentes, que reflete de volta em um ângulo ligeiramente diferente, sendo esse método denominado como triangulação ativa. O dente inteiro a ser scanneado é coberto por uma camada de pó de titânio especial, que torna áreas translúcidas do dente em opaco permitindo o registro de todo o tecido, pela câmera. As impressões ópticas são tomadas a partir de uma orientação oclusal do dente a ser restaurado, e seus dentes adjacentes e opostos, por scanner habilitado a focar automaticamente. Após a impressão estar completa, um *render* (representação do produto final) tridimensional do dente a ser restaurado aparece no monitor. O dentista marca, nessa imagem, o local onde será o início da moldagem e o programa gera uma proposta da restauração baseado na comparação

dos dentes adjacentes, e assim o processo de usinagem é iniciado. O equipamento também habilita o dentista a obter uma impressão digital e enviar os dados a um laboratório odontológico que pode então desenhar e fresar a restauração usando a tecnologia CAD/CAM ou fabricar um modelo com resina dura para ser utilizado de maneira convencional. Futuramente as restaurações feitas no mesmo dia se tornarão mais populares e provavelmente ocorrerá uma expansão nas próteses parciais fixas e removíveis confeccionadas por CAD/CAM (REKOW, 1987; DAVIDOWITZ *et al.*, 2011).

Atualmente, são realizados estudos em relação ao comportamento da usinagem, como avaliação da rugosidade do material usinado, que pode afetar a retenção micromecânica do cimento utilizado na aplicação da resina feldspática sobre o *coping*. Também tem sido investigado o tempo de vida útil da ferramenta de usinagem, uma vez que está diretamente relacionada à dureza do material (LEBON *et al.*, 2015).

3.3.5 Processo térmico

A maioria dos materiais cerâmicos necessita ser submetido ao aquecimento a elevadas temperaturas para que a microestrutura do material proporcione as propriedades desejadas. Um dos processos mais utilizados é sinterização, que consiste em aquecimento a uma temperatura abaixo da temperatura de fusão, onde ocorre a mudança na microestrutura. Embora todos os constituintes permaneçam sólidos e a densidade máxima do material atingida pela mudança na forma dos grãos, a energia livre da superfície do sistema é reduzida, tendendo a atingir o estado de menor energia livre, acompanhada de redução nas áreas das superfícies de interface das partículas do pó compactado. Então forma-se o “pescoço” entre as partículas, com a eliminação dos poros no contorno dos grãos. Assim essas três mudanças (aumento do tamanho do grão, mudança no formato do poro e mudança no número de poros gerando uma porosidade decrescente) resultam na redução da porosidade e elevação da resistência mecânica (CALLISTER *et al.*, 2013). Durante e após a sinterização alguns grãos crescem consumindo outros menores devido à ocorrência da difusão de material resultando em retração do material e maior densidade (CARTER *et al.*, 2007). A densificação e a nucleação do grão no processo de sinterização influenciam a microestrutura e as propriedades mecânicas (STAWARCZYK *et al.*, 2013).

A zircônia, em sua forma pura (ZrO_2), é polimórfica, podendo apresentar as estruturas cristalinas monoclinica, tetragonal e cúbica, em função da temperatura e pressão (FOSCHINI

et al., 2004). A Figura 2 mostra que nas condições de pressão e temperatura ambiente, somente a fase monoclinica da zircônia é estável (SHACKELFORD *et al.*, 2008). Essa estrutura, estável até 1170°C, apresenta baixa resistência mecânica. Para a aplicação como biomaterial, a resistência adequada é alcançada com a zircônia de estrutura tetragonal, mas este é estável somente entre 1170°C e 2370°C assim, são adicionados dopantes como o óxido de ítrio(Y_2O_3), para estabilizar a fase tetragonal à temperatura ambiente.

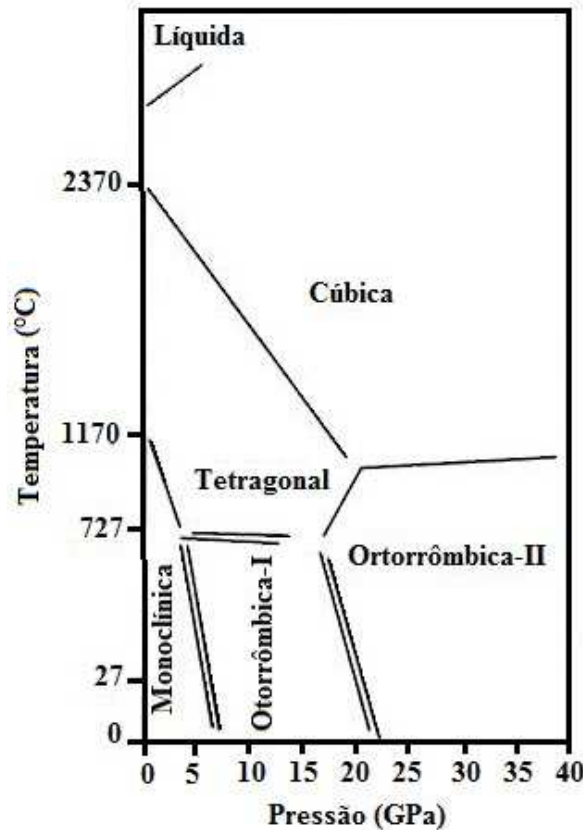


Figura 2 - Diagrama de fases da zircônia (ZrO_2) mostra a estrutura cristalina em função da temperatura e pressão, adaptado de Shackelford e Doremus (2008).

A Figura 3 mostra o diagrama de fases da zircônia dopada com óxido de ítrio onde pode ser observada essa estrutura à temperatura muito inferior a 500°C. Com a adição de 2 a 3 mol % em óxido de ítrio e aquecendo acima de 1170°C, obtém-se o material com aproximadamente 100% de pequenos grãos cristalizados na estrutura tetragonal (aproximadamente 0,2 μm) conhecido como zircônia Y-TZP (zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria) (VAGKOPOULOU *et al.* 2009).

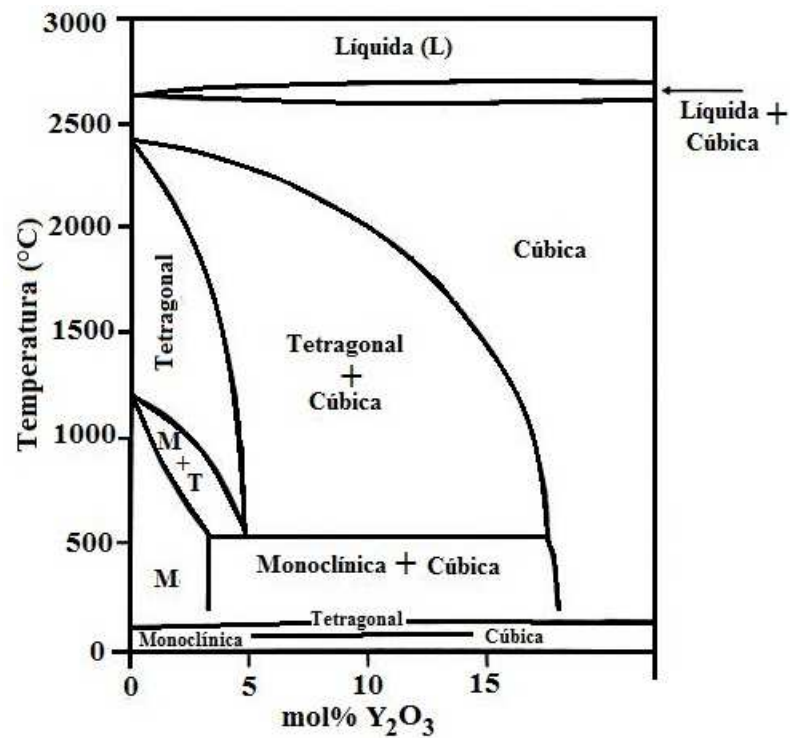


Figura 3 - Diagrama de fases da zircônia estabilizada por óxido de ítrio (Y-TZP), adaptado de Shackelford e Doremus (2008).

A zircônia utilizada pela tecnologia CAD/CAM necessita da pré-sinterização, que consiste em aquecer os blocos compactados, a altas temperaturas de aproximadamente 70% da temperatura de sinterização com uma taxa lenta de aquecimento fim de proporcionar dureza/resistência e usinabilidade. Uma contradição, pois a dureza/resistência é necessária para proporcionar estabilidade ao sofrer esforços de corte, mas se muito duro, pode dificultar a usinagem, uma vez que altas temperaturas de pré-sinterização podem afetar a rugosidade do material usinado. Após a usinagem, e aplicação de recobrimento no caso da coroa, o material é sinterizado acima de 1000°C a fim de conferir a resistência mecânica desejada (DENRY *et al.*, 2008).

A retração da zircônia Y-TZP inicia a 500°C, chega a 4% a 800°C e aproximadamente 26% a 1250°C. A 620°C a média do diâmetro dos poros é 0,015 µm enquanto a 980°C a média chega a 0,030 µm, isso significa que até 800°C ocorre o rearranjo das partículas e acima dessa temperatura inicia o crescimento lento de grão. A análise de microestrutura da zircônia fraturada em três estados, a verde, compactada em prensa isostática a 350 MPa e sinterizada a 620°C e 980°C, mostrou a evolução do formato do poro de esférico para cilíndrico. Esse comportamento é provocado pelo aumento de temperatura, formando um

novo poro no último estágio da fase inicial da sinterização e consequentemente ocorre o rearranjo das partículas (DURÁN *et al.*, 1996).

Menani *et al.* (2014) investigaram a superfície de zircônia pré-sinterizada comercial (Lava Frame Y-TZP; 3M ESPE) por meio de microscopia (MEV) após a superfície do material ser lavado com equipamento de ultrassom e sujeito a ataque químico com ácido fluorídrico gel 10%, ácido fluorídrico 40% e ácido sulfúrico 95-98% e observaram a microestrutura mais porosa quando comparada com a sinterizada a 1500°C, conforme mostra Figura 4.

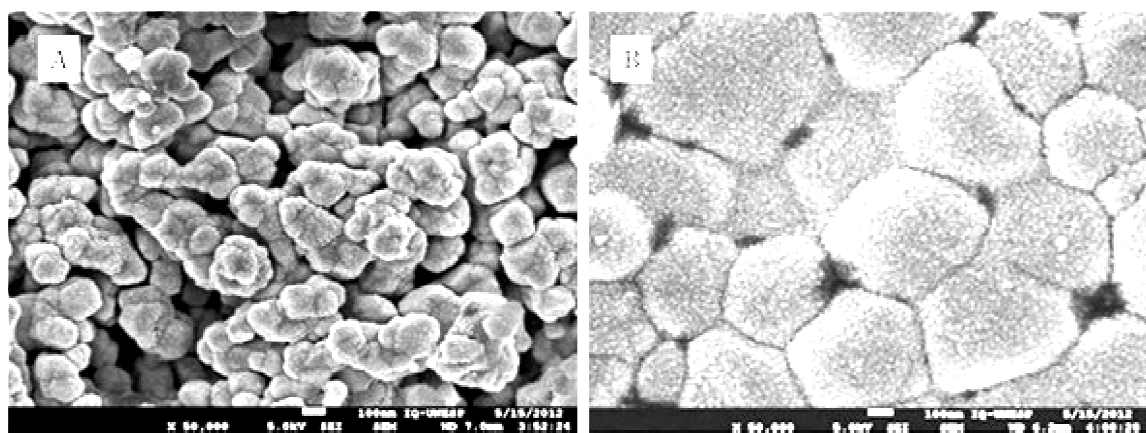


Figura 4 - MEV da zircônia Y-TZP (A) comercial Lava™ (Lava, 3M ESPE) pré-sinterizada e (B) sinterizada a 1500°C conforme a pesquisa de Menani *et al.* (2014).

De acordo com Denry *et al.* (2008), a zircônia Y-TZP de grau biomédico que contém 3mol % em óxido de ítrio como estabilizante, possui propriedades mecânicas que dependem fortemente do seu tamanho de grão. Acima do tamanho de grão crítico, é menos estável e mais suscetível a transformação tetragonal para monoclinica espontânea, enquanto tamanho de grão menor ($<1\mu\text{m}$) são associados com a baixa taxa de transformação. As condições de sinterização têm um forte impacto em ambas, estabilidade e propriedades mecânicas do produto final, pois também influencia no tamanho de grão. A sinterização em altas temperaturas e a longo tempo levam a tamanho de grãos maiores.

A Figura 5 mostra o crescimento de grão de acordo com o aumento de temperatura, onde é possível visualizar grãos menores que $1\mu\text{m}$ na zircônia sinterizada a 1300°C e muito maiores a 1700°C. A Tabela 1 compara a temperatura de sinterização à média da resistência à flexão, onde pode ser observado o aumento de resistência até 1500°C e o declínio acima dessa temperatura (STAWARCZYK *et al.*, 2013).

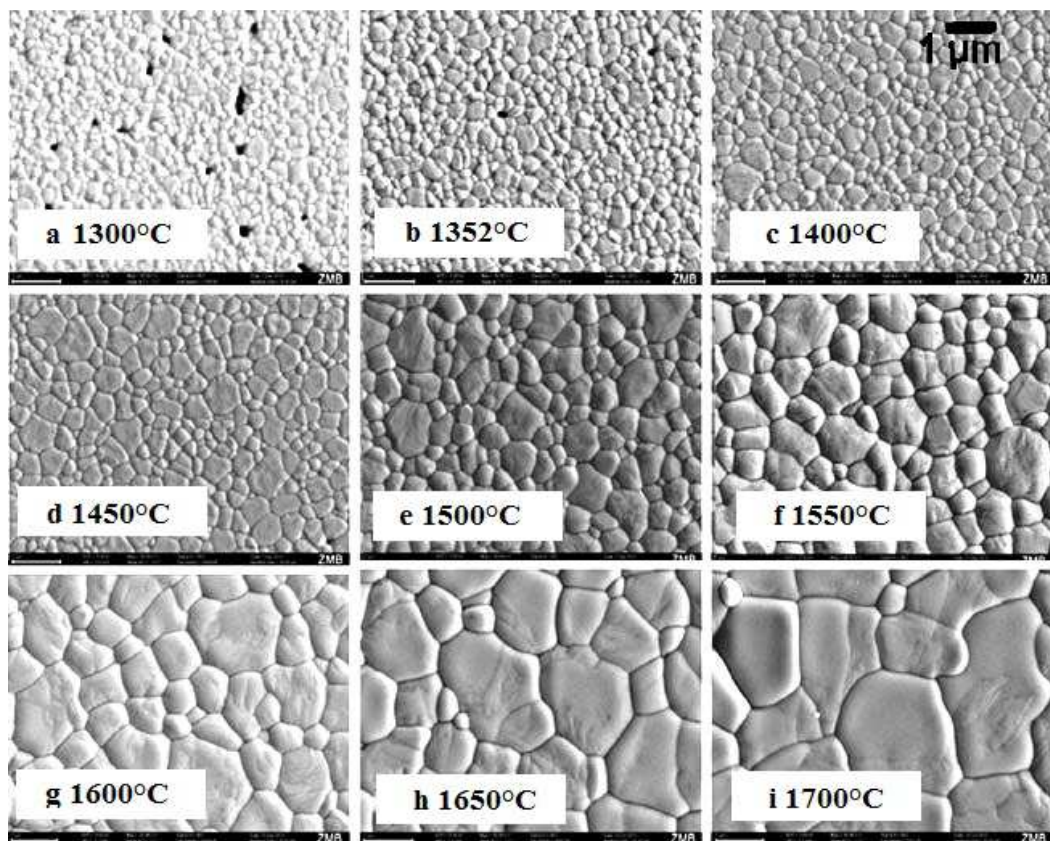


Figura 5 - Tamanho de grão obtidos por Stawarczyk *et al.* (2013), da zircônia após sinterização a diferentes temperaturas. a 1300°C, b 1350°C, c 1400°C, d 1450°C, e 1500°C, f 1550°C, d 1600°C, h 1650°C e i 1700°C.

Tabela 1 – Relação entre a temperatura de sinterização (TS) e a resistência à flexão (σ_f), obtidas por Stawarczyk *et al.* (2013).

Material	TS (°C)	σ_f (MPa)
Ceramill ZI (zircônia)	1300	969,8
	1350	950,9
	1400	1119,3
	1450	1214,5
	1500	1281,1
	1550	1256,7
	1600	979,2
	1650	856,4
	1700	585,6

3.4 Resistência mecânica

A resistência mecânica da Y-TZP é totalmente dependente do tamanho de grão, uma vez que, acima de um tamanho crítico de grão, é menos estável e mais suscetível à

transformação de tetragonal para monoclinica (DENRY *et al.*, 2008). De acordo com Basu (2005), a zircônia Y-TZP possui um mecanismo de tenacidade por transformação de fases, que ocorre ao sofrer tensão. A fase tetragonal próxima à ponta de uma microtrinca se transforma em fase monoclinica, os grãos aumentam de 4 a 5% de volume causando tensão compressiva na ponta da trinca, resultando em redução na intensidade de tensão e força de propagação de trinca nessa região e consequentemente aumentando a tenacidade à fratura. Esse mecanismo tem aspecto de plasticidade por transformação localizada causada pela relação tensão-deformação não linear. Conforme Subhash *et al.* (1993), o diagrama tensão-deformação ilustrado na Figura 6 mostra que à temperatura ambiente, a Y-TZP inicialmente comporta-se em regime elástico (segmento OA) com módulo de Young de 210 GPa, acompanhado por um regime inelástico (AB) iniciando a 3,3 GPa, sendo que essa porção inelástica representa a transformação ao sofrer tensão e satura após a exaustão da porção transformável (tetragonal), e finalmente o declive (segmento CD) que representa o descarregamento pela liberação da carga, e assim a curva tende a direção da origem, representando a deformação recuperada devido a transformação reversa.

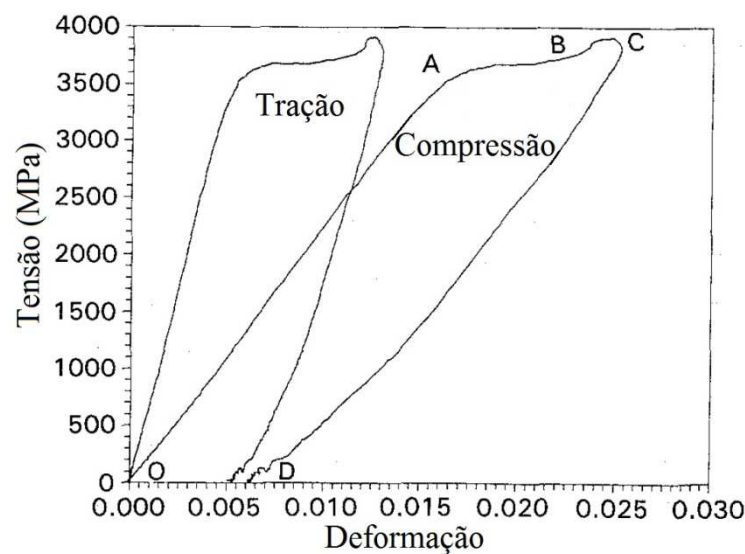


Figura 6 - Diagrama tensão X deformação da Y-TZP (3 mol %) representando os regimes: OA, elástico; AB, transformação e microtrinca; BC, elástico; CD, retirada da carga e as regiões de deformação por compressão e tração, adaptado de Subhash *et al.* (1993) .

3.5 Falha frágil

Embora zircônia Y-TZP ofereça inúmeras vantagens em relação a outras cerâmicas, os implantes estão sujeitos à falha por fratura frágil, que pode ser atribuído às diferenças de

densidade após a sinterização devido às variáveis inadequadas, nas etapas de fabricação (CHEVALIER *et al.*, 2009). Outras falhas são atribuídas à geometria inadequada do implante (GAHLERT *et al.*, 2012) ou crescimento lento de trincas proveniente de corrosão e tensão na ponta da trinca ou outro defeito pré-existente (MARX *et al.*, 2004).

Os materiais que falham de maneira frágil apresentam ligação química predominantemente composta por elementos metálicos e não metálicos atraídos uns aos outros por suas cargas elétricas resultantes ou forças de ligação de Coulomb, característico dos materiais cerâmicos. A falha envolve um processo de fratura composta por formação e propagação de trincas quando o material é submetido a uma determinada tensão, sendo que o mecanismo de propagação da trinca determinará a fragilidade ou ductilidade. Uma fratura frágil apresenta trincas que se espalham de maneira muito rápida e com pouca ou nenhuma deformação plástica e baixa absorção de energia, o que caracteriza a falha catastrófica, ou seja, sem aviso prévio e com consequências trágicas. Algumas superfícies de fratura apresentam linhas ou nervuras que iniciam no ponto de origem da trinca e irradiam em forma radial. Em torno da origem da trinca existe uma região plana e lisa denominada “*região espelhada*”, acima existe uma região mais nebulosa e rugosa (nebulosa) característica da mudança de direção da propagação trinca, como mostrado na Figura 7. Medindo-se o raio da região espelhada é possível obter informações qualitativas em relação à magnitude da tensão que provocou a fratura (WACHTMAN *et al.*, 2008; CALLISTER *et al.*, 2013).

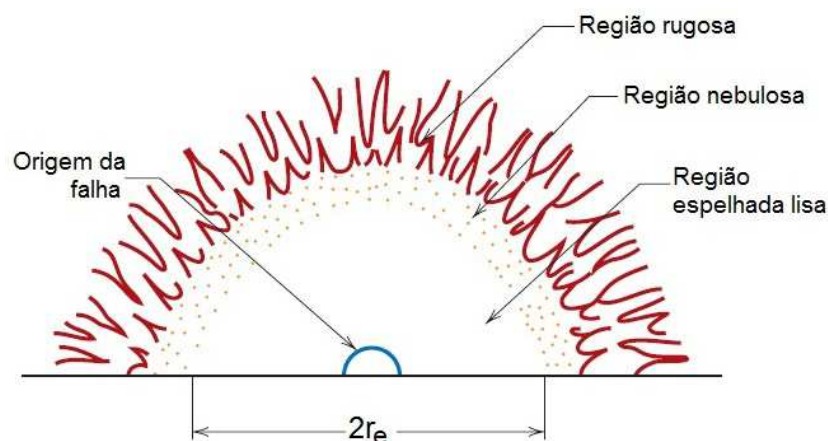


Figura 7 - Diagrama esquemático de uma fratura frágil (CALLISTER *et al.*, 2013).

Já os materiais que falham de maneira dúctil, apresentam em sua estrutura cristalina, ligações atômicas do tipo metálicas. Essas ligações são explicadas pelo modelo da “*núvem de elétrons*”, onde os elétrons se movimentam entre os cátions de posições fixas e mantêm os

núcleos iônicos unidos. São mais encontradas nos metais e suas ligas. Quando submetido a uma carga de tração, a falha ocorre em vários estágios. Primeiro formam-se microvazios na seção transversal do material, após o início do escoamento, caracterizada pelo empescoamento inicial, em seguida os microvazios aumentam de tamanho e coalescem para formar uma trinca elíptica com eixo maior perpendicular à direção da tensão. Essa trinca cresce paralelamente à direção do eixo principal do material e a fratura final ocorre por deformação de cisalhamento a um ângulo de aproximadamente 45° em relação à direção de tração. Uma extensa deformação plástica é produzida pelo movimento das discordâncias, de maneira lenta o que demonstra evidência da ocorrência de falha (CALLISTER *et al.*, 2013).

3.6 Caracterização mecânica

Para a caracterização de propriedades mecânicas são utilizados ensaios destrutivos e não destrutivos, podendo ser classificados quanto à velocidade de aplicação da carga, em ensaios estáticos e dinâmicos. Os ensaios destrutivos tais como os ensaios de tração, dureza, flexão, torção, fadiga, fluência e tenacidade à fratura provocam a inutilização parcial ou total do corpo de prova. Já os ensaios não destrutivos não comprometem a integridade do corpo de prova, ou seja, não deixam vestígios permitindo a reutilização do material, sendo muito requisitados em inspeção de máquinas ou peças durante o período de vida útil. Os ensaios mais utilizados são raios X, raios γ , ultrassom, partículas magnéticas e líquidos penetrantes. Quando a carga é aplicada de maneira lenta, induzindo a uma sucessão de estados de equilíbrio, o ensaio é denominado estático. Um dos exemplos de processo quase estático é o ensaio de flexão, o qual o corpo de prova é disposto sobre os apoios e a carga de flexão é aplicada lentamente. Nos ensaios dinâmicos, a carga é aplicada com considerável velocidade ou de forma cíclica, a exemplo dos ensaios de fadiga e impacto (GARCIA *et al.*, 2012).

3.6.1 Ensaios destrutivos

Em 1925 Smith e Sandland introduziram um método de ensaio de dureza que consistia em aplicar sob a superfície de um material, uma carga por meio de um penetrador de diamante em formato piramidal de base quadrada com ângulo de 136° entre as faces. O resultado da força aplicada sobre a superfície seria uma impressão em formato losango regular, e as diagonais da geometria medidas com ajuda de um microscópio acoplado à máquina, são

utilizadas na determinação de dureza a partir da relação HV. A esse ensaio foi dado o nome de Vickers em homenagem à Companhia Vickers-Armstrong Ltda, fabricante dos equipamentos (GARCIA *et al.*, 2012).

Para determinar a dureza Vickers de cerâmicas avançadas, a superfície do corpo de prova onde será submetida à impressão deve estar polida e apresentar rugosidade Rq ou RMS (rugosidade quadrática média) (SANTOS *et al.* 2006) inferior a 0,1 μm , exceto se o material investigado não permitir esse acabamento superficial (ASTM C1327, 2008). Vasylykiv *et al.* (2003) utilizaram polimento com pasta de diamante conforme o procedimento para a micrografia, para determinar a dureza de zircônia Y-TZP a 3 mol % sinterizada a 1150°C, obtendo um acabamento isento de riscos. A carga utilizada na impressão pode causar trincas nos vértices da geometria que podem ser utilizadas para avaliar a tenacidade à fratura, assim, Harada *et al.* (2013), utilizaram corpos de prova de zircônia Y-TZP a 3 mol % (Y_2O_3), pré-sinterizado da marca Kavo Everest® Zirconium Soft, e sinterizados a 1450°C por 10 horas e polidos com lixas d'água de granulação 150 mesh a 2000 mesh e pasta de diamante de 1.0 μm , para determinar as cargas de 196 e 294 N para o método de ensaio de fratura por impressão Vickers. Na Tabela 2 estão relacionados os métodos de fabricação e a dureza dos materiais investigados.

Tabela 2 – Relação entre método de compressão (pressão em MPa), temperatura (°C) e tempo de sinterização (horas) e dureza Vickers (HV e carga utilizada em kgf), do material zircônia Y-TZP, investigados.

Referência	Compressão (MPa)	Sinterização (°C - horas)	Densidade (g/cm ³)	Tamanho de grão (μm)	Dureza
Vasylykiv <i>et al.</i> (2003)	Isostática (400)	1150 - 50	6,06	0,11	1193 HV 1
Harada <i>et al.</i> (2013)	Kavo Everest®	1450 - 10	-	-	2073 HV 1

Em materiais frágeis como a cerâmica, o comportamento tensão-deformação geralmente é avaliado por meio de ensaio de flexão. Os materiais dúcteis utilizam o ensaio de tração, mas no caso de cerâmicos, os corpos de prova são mais difíceis de preparar devido à geometria exigida. O ensaio de tração também exige uma fixação que pode causar fraturas e corpos de prova perfeitamente alinhados para evitar tensões de dobramento ou flexão. Já para o ensaio de flexão é necessário um corpo de prova com geometria simples o qual é apoiado em dois apoios e o carregamento é feito na superfície superior (CALLISTER *et al.*, 2013).

De acordo com a norma para materiais cerâmicos odontológicos, o ensaio de resistência à flexão em três pontos deve ser realizado com um corpo de prova posicionado sobre roletes com a distância de 12 a 40 mm de seus centros e os corpos de prova devem ter largura de 4 mm e espessura entre 1,2 a 3,0 mm. Para cálculos estatísticos, são necessários no mínimo 10 corpos de prova (ISO 6872, 2008).

Em um ensaio de flexão 3 pontos podem ser determinados o módulo de ruptura em flexão, tensão de flexão ou resistência à flexão (σ_f), módulo de elasticidade em flexão (E), módulo de resiliência em flexão e módulo de tenacidade em flexão (GARCIA *et al.*, 2012). Para determinar a resistência à flexão de zircônia dopada a 5,43 mol % em óxido de ítrio, Oh *et al.* (2010) utilizaram ensaio de flexão 3 ponto biaxial em corpos de prova em forma de disco, já Borchers *et al.* (2010) utilizaram o mesmo método em zircônia estabilizada a 3 mol % em óxido de ítrio. Adams *et al.* (1997) determinaram a resistência à flexão e o módulo de elasticidade de zircônia com 6,5 mol % em óxido de ítrio por ensaio de flexão 4 pontos, a partir do pó prensado em sistema uniaxial a altas temperaturas (*hot pressing*), cortado e sinterizado, com sensor de deformação (*strain gauge*) colado na superfície de tração do corpo de prova. Stawarczyk *et al.* (2013) utilizaram o ensaio de flexão 3 pontos em barra retangular e determinaram resultados similares aos obtidos com os discos cerâmicos. Na Tabela 3 estão descritos os processos de compactação, sinterização e propriedades mecânicas dos ensaios de flexão.

Tabela 3 – Valores obtidos de módulo de elasticidade E (GPa), resistência à flexão ou σ_f (MPa), tamanho de grão (μm) e descrição dos método de compactação (MPa) do pó, temperatura ($^{\circ}\text{C}$) e patamar (horas) de sinterização de cada material investigado.

Referência	Material	Compactação (MPa)	sinterização		grão (μm)	σ_f (MPa)	E (GPa)
			$^{\circ}\text{C}$	horas			
Adams <i>et al.</i> (1997)	Y-TZP (6,5 mol %)	Uniaxial a altas temperaturas (27,6)	1500	4	15	310	222
Borchers <i>et al.</i> (2010)	Y-TZP (3 mol %)	Lava Frame (3M Germany)	1500	-	0,5	985	-
Oh <i>et al.</i> (2010)	Y-TZP (5,43 mol %)	Uniaxial a temperatura ambiente (2,2)	1450	-	0,15	1164	-
Stawarczyk <i>et al.</i> (2013)	Y-TZP (Ceramill ZI, Austria)		1450	2	<1	1214	-
			1500	2	<1	1281	-

3.6.2 Ensaio não destrutivo

Uma maneira de determinar o módulo de elasticidade do material sem comprometer a integridade da mesma é utilizar a Técnica de Excitação por Impulso (TEI). Esse ensaio mecânico dinâmico não destrutivo utiliza a frequência e a atenuação da resposta acústica emitida por um CP cortado em formato prismático ou cilíndrico. O sistema consiste em suspender o CP por dois fios finos nos pontos nodais, excitado por um leve impulso mecânico por meio de uma batida que emite um som originário da frequência natural de vibração do material. O tempo de propagação do pulso sônico é de curta duração e a massa, dimensão e geometria exercem grande influência na resposta acústica e cálculo do módulo de elasticidade (DIÓGENES *et al.*, 2011).

O equipamento consiste em um transdutor que detecta o resultado da vibração mecânica do corpo de prova e transforma em sinal elétrico que é analisado por um programa de computador. A frequência da ressonância é isolada e medida por um analisador de sinal que fornece uma leitura numérica que será utilizada para calcular o módulo de elasticidade dinâmico, módulo de cisalhamento dinâmico e coeficiente de Poisson. A Figura 8 mostra um diagrama de blocos de um aparelho de ensaio por TEI conforme a norma para determinação de módulo de elasticidade dinâmica em cerâmicas avançadas (ASTM C1259, 2015).

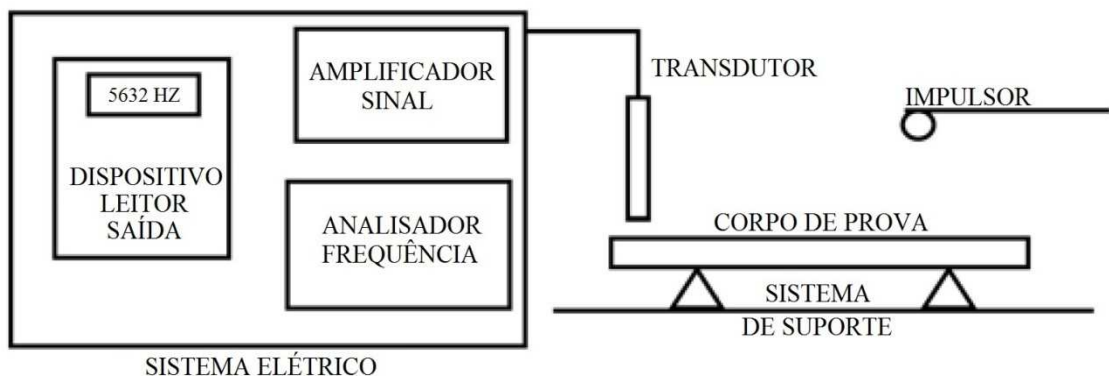


Figura 8 - Diagrama de blocos de um aparelho de TEI adaptado da norma ASTM C 1259 (2015).

A TEI é sensível a irregularidades ou tratamentos na superfície, dessa forma a diferença de rugosidade pode causar diferenças significativas nos cálculos. As dimensões dos corpos de prova dependem do tamanho do instrumento impulsor uma vez que este deve ser proporcional o suficiente para provocar a vibração. A superfície deve ser plana uniforme e precisa. O módulo de elasticidade dinâmico é determinado usando a frequência ressonante em

modo de vibração em flexão e o módulo de cisalhamento dinâmico pode utilizar o modo de vibração torcional e ambos podem ser usados para calcular o coeficiente de Poisson (ATCP..., 2012).

Cordero *et al.* (2003) determinaram o módulo de elasticidade dinâmico de um material cerâmico baseado em neodímio (Nd) utilizando a TEI na configuração de vibração flexional de barras. O material foi submetido ao ensaio sob várias temperaturas variando de 1.5 a 100 K, e perceberam que para esse material o módulo de elasticidade reduz com a queda de temperatura.

Haach *et al.* (2013), determinaram o módulo de elasticidade de um material a base de cimento Portland utilizando ensaio estático e dinâmico não destrutivo. Para o ensaio dinâmico não destrutivo utilizaram um aparelho TEI com um programa de computador Sonelastic®. O ensaio estático foi realizado conforme a norma ABNT NBR 13279:1995 (método de ensaio de determinação de resistência à compressão). A dispersão dos valores no ensaio estático foi na amplitude de 5,95% a 8,32% enquanto na TEI foi de 2,27% a 5,01%, sendo a maioria dos erros associados a excentricidades de carga e irregularidades na superfície dos corpos de prova. Concluíram então que essa seria uma forte evidência da precisão e exatidão dos ensaios de ressonância acústica, mostrando que os módulos dinâmicos longitudinais e flexionais podem ser uma opção de baixo custo, simples e preciso para determinar o módulo de elasticidade.

Paabst *et al.* (2012) utilizaram a TEI para medir o módulo de elasticidade à temperatura ambiente de diversos materiais compósitos alumina-zircônia, com diferentes concentrações de zircônia, sinterizada a 1350°C. Perceberam que o módulo de elasticidade apresentou valores ligeiramente maiores que os reportados na literatura.

3.6.3 Microestrutura

Para um grão microscópico tornar-se visível ao olho humano, normalmente é utilizado o microscópio de varredura eletrônica (MEV). Esse equipamento consiste em um filamento de tungstênio aquecido como fonte de elétrons utilizado em um feixe de pequeno diâmetro para explorar a superfície de um corpo, transmitindo o sinal do detector de uma tela catódica sincronizada com o feixe incidente. O feixe faz uma varredura na superfície resultando em um sinal de imagem recolhido pelo detector. Ocorre uma aceleração do feixe por meio de alta tensão criada entre o filamento e o ânodo e em seguida focalizado sob a superfície por três

lentes magnéticas, interagindo com a mesma, produz elétrons e fótons coletados por detectores e convertidos em sinal de vídeo. Isso possibilita um aumento de até 300.000 vezes ou mais, além da capacidade de fornecer informações sobre a morfologia e identificar elementos químicos. As superfícies a serem analisadas devem ser lixadas (lixas de granulometria 120 até 600) e polidas (granulometria de 1-0,05 μm) de acordo com a necessidade. Os corpos de prova devem ser condutores devido à necessidade de interação do feixe eletrônico com a superfície, dessa forma, materiais não condutores podem ser recobertos por camadas de materiais condutores como ouro, carbono ou platina, por um processo de deposição a pressão em uma câmara de argônio (DEDAVID *et al.*, 2007).

3.6.4 Interpretação estatística

Diversos métodos de dedução ou inferência estatísticas são utilizadas para analisar as diferenças entre os resultados de um experimento científico, tais como ANOVA, teste de Wilcoxon, Kruskal-Wallis, Tukey-Kramer entre outros (LEVINE *et al.*, 2005).

Kara *et al.* (2012), utilizaram a análise de variância de um fator (one-way) ANOVA e Tukey para avaliar a rugosidade superficial de coroa dentária baseada em vitrocerâmica de dissilicato de lítio submetido a abrasão, ataque ácido e tratamento a laser, observando que o método estatístico indicou que apenas a abrasão aumenta a rugosidade da superfície.

Leung *et al.* (2015) utilizaram a análise de variância de um fator (one-way) ANOVA para estudar a diferença de microdureza entre materiais comerciais PS e.max CAD, Vitablocs Mark II e Vita Enamic, com um material experimental FGC, obtendo diferenças significantes entre eles o que levou a concluir que o material experimental FGC tem a resistência comparável com a Vitablocs Mark II.

Alao *et al.* (2014), investigaram os efeitos do carregamento no comportamento mecânico da zircônia, utilizando ANOVA ($p > 0,05$), que mostrou o efeito significativo da taxa de carregamento no módulo de elasticidade.

O teste de “normalidade” de Anderson-Darling considera normal a distribuição que apresenta o valor p maior que 0,05, o que significaria uma probabilidade maior que 5% em cometer erro, ao rejeitar a hipótese de “normalidade” da distribuição em análise. Se o p -value é menor que 0,05, a distribuição não pode ser considerada normal. ANOVA ($p > 0,05$) poderá ser utilizado somente se a distribuição dos dados apresentarem distribuição normal, após a realização de um teste de “normalidade”. Caso o valor p apresente-se menor que 0,05

significa que os dados não apresentam uma distribuição normal, se o valor de p for maior que 0,05, pode-se considerar a distribuição normal. (DE MORAES *et al.*, 2006).

Fathi et al. (2016) utilizaram o programa computacional Minitab (Minitab, Release 13, Minitab, USA) para analisar os resultados de ensaio de flexão e avaliar os efeitos da concentração de dióxido de titânio em vitrocerâmicos para a aplicação odontológica, onde utilizou ANOVA com nível de confiança de 95% e testes de múltiplas comparações, o que ajudou a concluir que o teor de dióxido de titânio não influenciou a resistência mecânica, o qual atendeu a norma para próteses odontológicas ISO 6872 (2008).

Já Rohr et al. (2015) utilizaram o Minitab (Minitab 16, Minitab, Coventry, UK) para analisar estatisticamente os resultados de resistência à flexão, módulo de elasticidade, resistência à tração e resistência à compressão de cerâmica híbrida para a utilização em coroas implanto suportada, os gráficos mostraram a relação entre a carga de fratura e a resistência à compressão, assim confirmaram a hipótese de que a resistência à fratura das cerâmicas híbridas (Vitablocs Mark II, VITA), são mais elevadas.

4 METODOLOGIA

Neste capítulo são apresentadas todas as etapas de fabricação, testes e análises de dados dos ensaios mecânicos. Inicialmente é apresentado o processo de fabricação dos blocos pré-sinterizados e suas características mecânicas. Posteriormente o material pré-sinterizado é submetido à sinterização final, para a realização de ensaios mecânicos para a determinação das propriedades mecânicas.

4.1 Matéria prima

Para o experimento foram utilizados 3 grupos experimentais e 2 grupos de procedência comercial, com base no material cerâmico zircônia Y-TZP que foram conformados em blocos.

Os 5 grupos são apresentados na Tabela 4, onde blocos representantes dos grupos foram denominados T1, T2, T3, ZL e ZC. Os blocos T1, T2 e T3 foram fabricados experimentalmente, nas dimensões 15,5 x 19,0 x 40,0 mm, a partir do pó de zircônia, por meio de prensagem hidráulica uniaxial utilizando uma prensa Skay modelo 60t (Skay Rio Preto Máquinas e Equipamentos Hidráulicos) à pressão de 90 MPa seguido de prensagem isostática (Prensa isostática de vasos gêmeos – LTC – EESC - USP) à temperatura ambiente (27°C) à pressão de 200 MPa (FORTULAN *et al.* 2014) e posteriormente seguiram para a pré-sinterização. Já os blocos ZL e ZC (RAMOS *et al.*, 2016), de procedência comercial, nas mesmas dimensões, foram adquiridos comercialmente já pré-sinterizados e foram considerados como referenciais para a avaliação da usinagem. Para o experimento foram utilizados 5 grupos com base no material cerâmico zircônia Y-TZP que foram conformados em blocos.

Tabela 4: Descrição dos materiais utilizados nos ensaios.

Bloco	Material	Fornecedor	Composição
T1	Zircônia em pó	MELOx3Y-MELChemicals	zircônia (ZrO ₂) estabilizada com 5,0 % em peso de ítria (Y ₂ O ₃)
T2			
T3			
ZL	Zircônia em bloco pré-sinterizado	InCoris ZL - Sirona Dental Systems GmbH - Bensheim, Alemanha	ZrO ₂ +HfO ₂ +Y ₂ O ₃ ≥ 99,0% (Y ₂ O ₃ > 4,5 ≤ 6,0%)
ZC		Zircad - Ivoclar Vivadent Inc.	95,00% ZrO ₂ + 5% (HfO ₂ +Al ₂ O ₃ +Y ₂ O ₃)

4.2 Blocos Pré-sinterizados

A Figura 9 ilustra o fluxograma com as etapas do processo de produção dos blocos de zircônia Y-TZP pré-sinterizados, confecção das próteses e ensaio de microdureza.

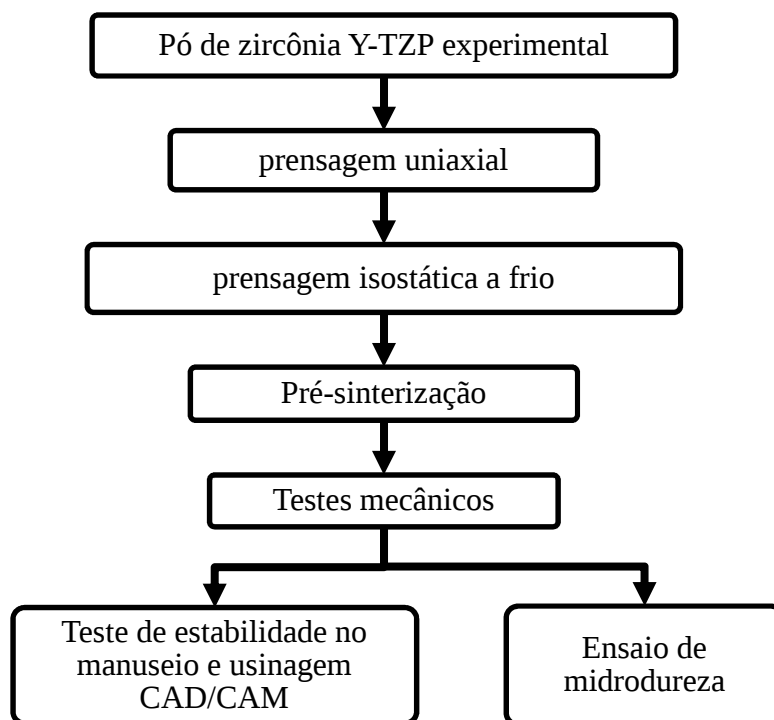


Figura 9 - Fluxograma com etapas do processo de produção dos implantes de zircônia.

Foram confeccionados 6 blocos, a partir do pó de zircônia Y-TZP experimental, por meio de conformação em prensagem hidráulica uniaxial, prensagem isostática a frio e pré-sinterização.

4.2.1 Conformação

Para a conformação foi utilizado uma prensa hidráulica uniaxial (Skay 60 t) com carga de 160 kN, sendo a pressão de 100 MPa (OH *et al.*, 2010). Cada bloco foi confeccionado separadamente a partir do molde mostrado na Figura 10, com 80,00 g de pó para obter peças com a altura de 16,10 mm. Antes de prensar, preparou-se o molde retirando o antioxidante da matriz e macho, com algodão, e com outro pedaço de algodão embebido em 1 gota de ácido oleico e a ajuda de uma pinça, limpou-se o molde, sendo essa operação repetida a cada prensagem.

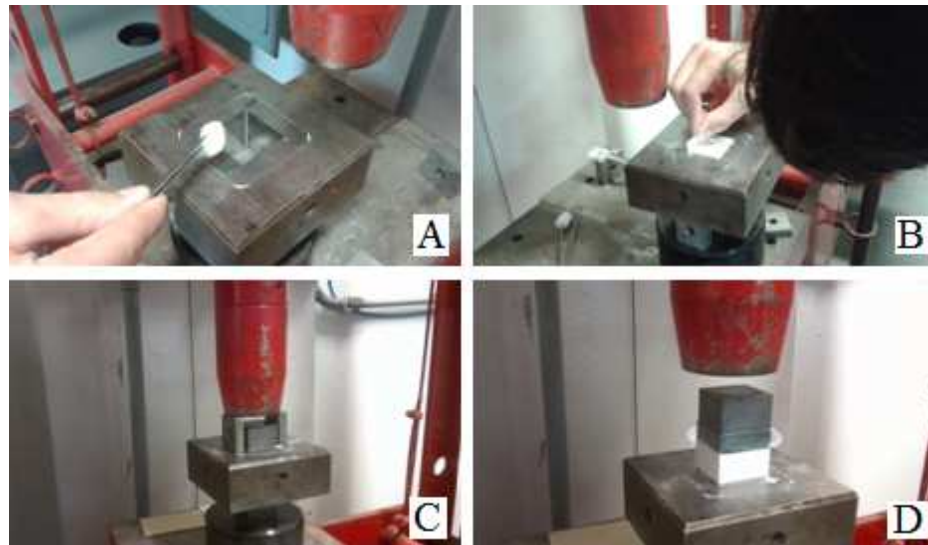


Figura 10 - Conformação em prensa hidráulica uniaxial. (A) preparação do molde. (B) acomodação do pó de zircônia. (C) aplicação da carga. (D) extração do bloco.

A conformação ocorreu lenta, aplicando-se até atingir 160 kN e após o patamar de 60 segundos, a carga foi retirada lentamente e o mesmo ocorreu com o extrator para evitar delaminações no compactado.

Os blocos foram preparados para a prensagem isostática sendo lixadas para chanfrar os cantos e retirar as pontas, posteriormente colocadas em invólucros de borracha para protegê-las da umidade. O chanfro foi necessário a fim de evitar danos no invólucro e a penetração de fluido de prensagem. Todos os invólucros foram hermeticamente fechados a vácuo.

Os blocos foram colocados na prensa isostática onde foi aplicada a pressão de 200 MPa (DURÁN *et al.*, 1996) permanecendo no patamar por 10 segundos e posteriormente reduzindo-se lentamente (FORTULAN *et al.*, 2014), como mostrado na Figura 11. O fluido utilizado para a compressão foi água a 27 °C (temperatura ambiente).

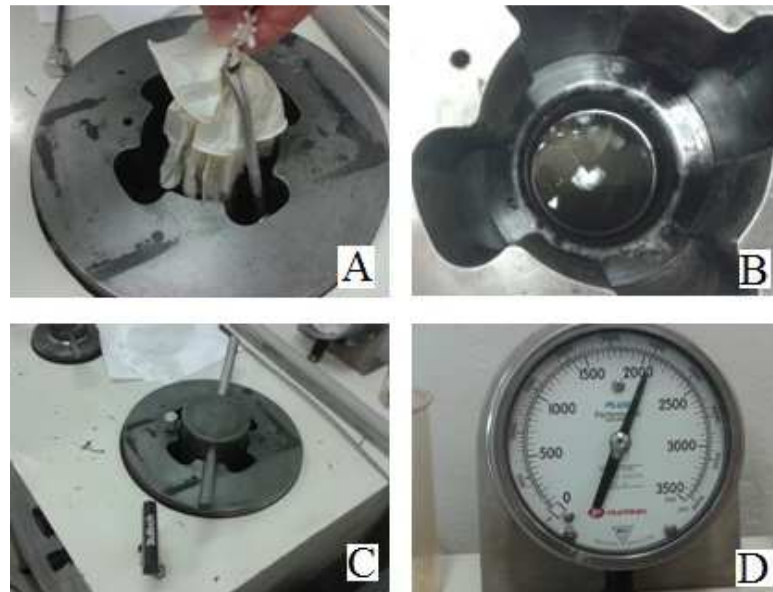


Figura 11 - Prensagem isostática. (A) blocos de zircônia nos invólucros, (B) fluido de compressão, (C) fechamento do sistema e (D) queda de pressão do sistema.

Os blocos foram retirados cuidadosamente da prensa isostática e seguiram para a pré-sinterização.

4.2.2 Pré-sinterização

Para a pré-sinterização foram determinadas temperaturas diferentes, a 900°C (DURÁN *et al.*, 1996) com patamar de 2 horas (T1), 900 °C com patamar de 4 horas (T2) e 950°C (OH *et al.*, 2010) com patamar de 2 horas (T3), sendo utilizado dois blocos para cada temperatura. As peças foram inseridas no forno de sinterização, em um cadinho preparado com pó de alumina na superfície inferior interna, para evitar a aderência, e tampadas.

A programação de pré-sinterização ocorreu conforme a Figura 12, que mostra a curva de pré-sinterização. A rampa I, com taxa de aquecimento de 1°C/min., foi necessária para eliminar a umidade, a rampa II com a taxa de 3°C/min. mostra a região de eliminação dos ligantes, a rampa III (5°C/min.) para a aceleração da temperatura, o patamar (2 horas) e o resfriamento lento (10°C/min.).

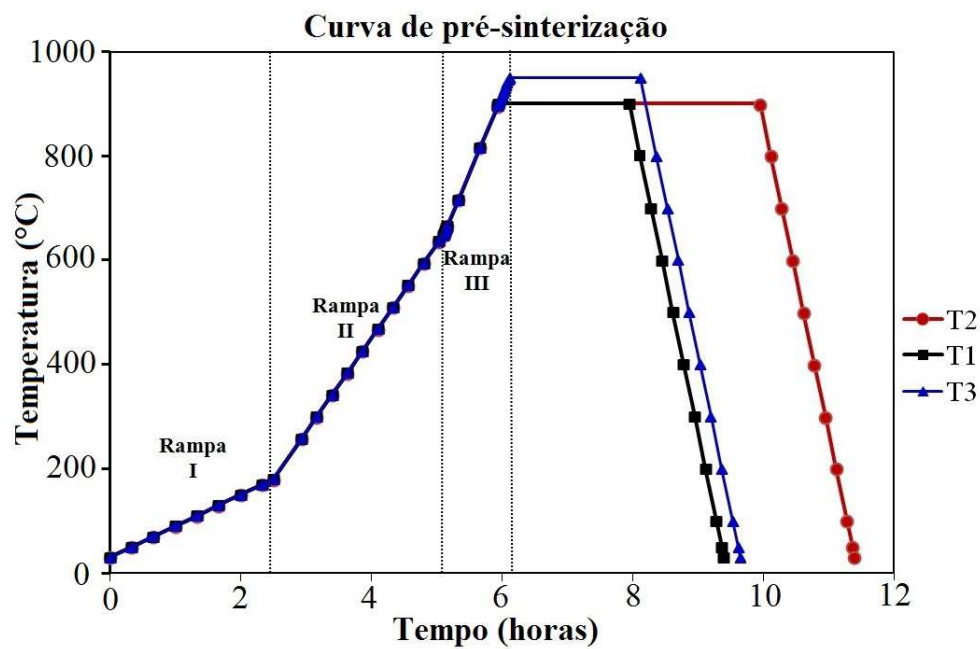


Figura 12 - Curva de pré-sinterização da zircônia Y-TZP.

4.2.3 Ensaio de microdureza

A medida de dureza do material foi determinada por meio do ensaio de microdureza Vickers a fim de determinar a resistência do material pré-sinterizado antes da confecção de prótese por CAD/CAM.

Os materiais pré-sinterizados, T1, T2, T3 e dois materiais comerciais distintos, ZL (InCoris ZL - Sirona Dental Systems GmbH - Bensheim, Alemanha) e ZC (Zircad - Ivoclar Vivadent Inc.), foram cortados utilizando-se a cortadeira Isomet 1000 (Buehler, LakeBluff, IL, EUA), conforme a norma para ensaio de microdureza Vicker (ASTM C1327, 2008). Posteriormente, foram embutidos em baquelite com a embutidora metalográfica EM30D (Teclago Indústria e Comércio Eireli-ME). A superfície das peças embutidas foram lixadas em uma sequência de lixas com granulometria 400, 500, 600, 800, 1200, 1500 mesh e polidas em politriz metalográfica (Struers ApS) com pasta de diamante de granulometria 1 μm e lubrificante a base de glicerina, com tempo de polimento de 20 min. Para a limpeza da superfície polida foram utilizados algodão e álcool isopropílico.

A determinação da rugosidade R_q da superfície foi baseada na ASTM C1327 (2008), utilizando o rugosímetro portátil Surtronic 3+ (Taylor Hobson Brasil), cujo comprimento da amostragem (*cut-off*) foi de 0,25 mm, sendo obtidos 10 valores de rugosidade de cada material.

Para o ensaio de microdureza Vickers foi utilizado o Microdurômetro Mitutoyo HM-211, com a carga de 0,1 a 1 kgf. Devido à cor branca do material, foi necessário adicionar uma fonte externa de luz para a visualização da impressão na superfície produzida pelo penetrador de diamante (endentador). As diagonais do losango impresso na superfície foram medidas por meio de um microscópio acoplado à máquina de ensaio e a média foi calculada conforme a equação (1), sendo utilizadas para a determinação da microdureza Vickers (HV), conforme a equação (2), que expressa a relação carga (P) e a média das diagonais (d). Na Figura 13 pode ser observada a representação esquemática do ensaio de microdureza, onde apresenta a medida das diagonais impressas pelo endentador piramidal.

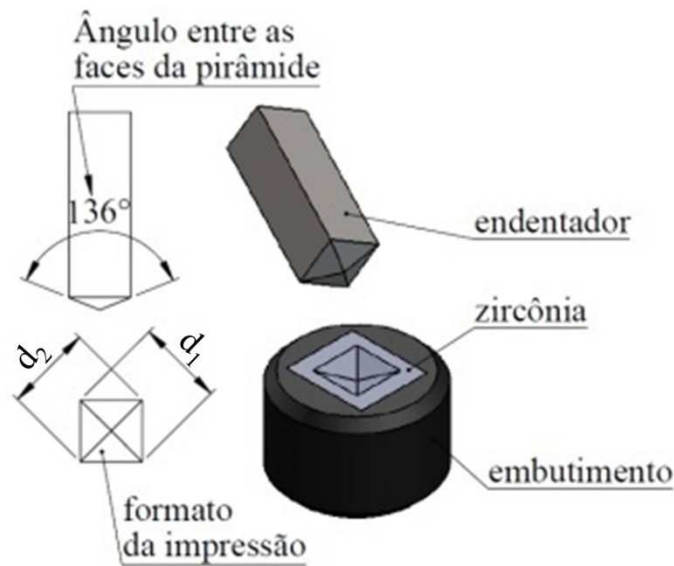


Figura 13 - representação esquemática do ensaio de microdureza Vickers.

$$d = (d_1 + d_2)/2 \quad (1)$$

$$HV = 0,102 [2 P \operatorname{sen} [(\theta/2)/d^2] \quad (2)$$

O número de impressões obtidas foram 10 para cada material sendo o total de 50. Para obter as imagens da impressão, os materiais submetidos ao ensaio de microdureza com as cargas de 0,1 a 0,5 kgf foram analisadas pelo microscópio (Olympus modelo BX 56). Os materiais submetidos à carga de 1 kgf foram submetidos ao recobrimento com plasma de ouro em câmara de vácuo e analisado por microscopia de varredura eletrônica (MEV) com ampliação de 500X (Zeiss modelo EVO LS15).

4.2.4 Teste de estabilidade no manuseio/usinagem

Após a pré-sinterização, foi necessário realizar a verificação da estabilidade do material quando submetido à usinagem em sistema CAD/CAM comercial.

Foram cortados três blocos de dimensão 15,50 x 19,00 x 40,00 mm, conforme requisitos do sistema de usinagem Cerec (Sirona, Charlotte, NC, USA), a partir dos materiais pré-sinterizados T1, T2 e T3. Todas as superfícies foram lixadas em sequência de lixas com granulação 600, 800 e 1200 mesh.

Um eixo flangeado de alumínio foi aderido no bloco, com resina (Araldite® Hobby – Cola epóxi Brascola) e mantido em um molde durante 24 horas para a reação do adesivo (Figura 14). Esse procedimento foi necessário uma vez que o bloco necessita de um dispositivo de acoplamento para ser utilizado no sistema Cerec.



Figura 14 - Preparação do bloco para a usinagem CAD/CAM. (A) molde e colagem do pino, (B) bloco pronto para a usinagem.

Para a confecção da prótese, foi utilizado o sistema CAD/CAM composto por scanner para a digitalização do dente, *software* e fresadora. O processo (Figuras 15 e 16) tem início com a digitalização do dente pré-molar superior e a imagem obtida é enviada ao programa computacional Sirona. O dentista utiliza a imagem para trabalhar na melhoria da morfologia da prótese, uma vez que o material a ser usinado será o elemento estrutural que receberá tratamento posterior, de recobrimento, além de sofrer retração após a sinterização final. Após definido do desenho do produto, este é adaptado às dimensões dos blocos pré-programados no *software*, a zircônia é fixada por meio do dispositivo de alumínio, a fresadora Cerec faz a verificação da qualidade superficial do material e inicia-se a usinagem. Foi utilizado água à temperatura ambiente, como fluido lubrificante.



Figura 15 - Fluxograma da usinagem para confecção da prótese.

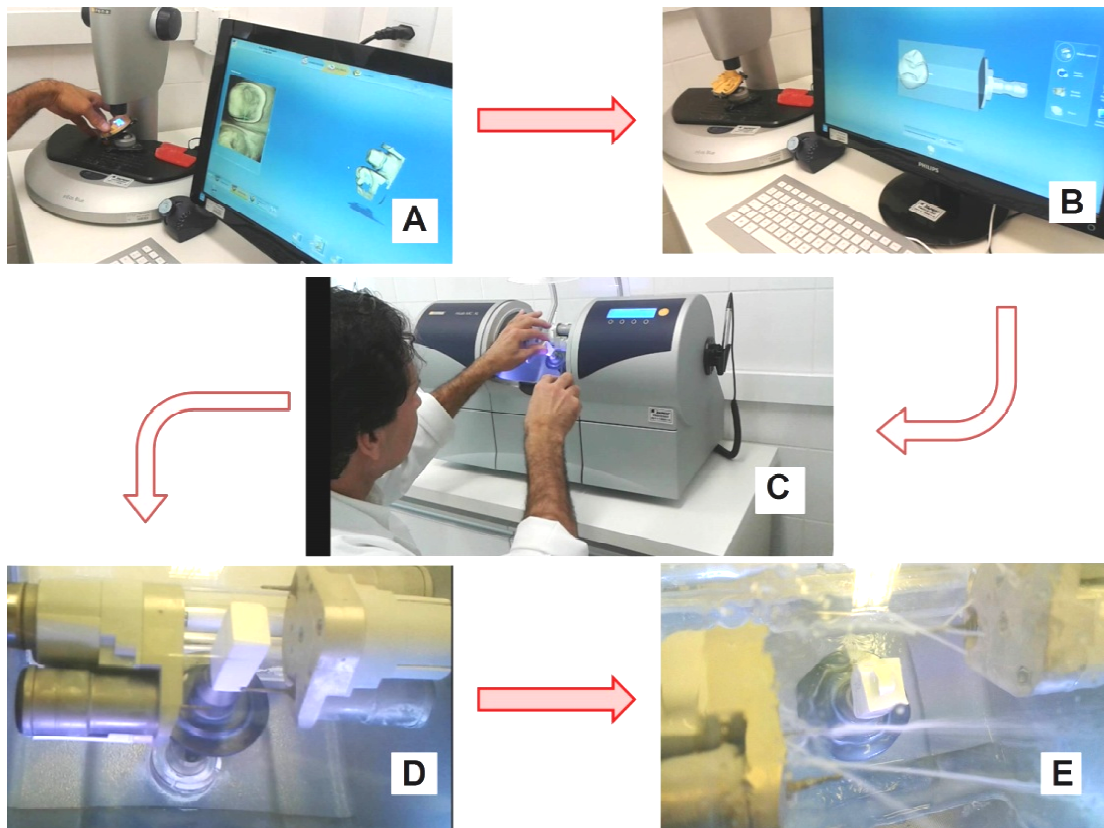


Figura 16 - Processo de confecção da prótese: (A) digitalização do dente, (B) programação, (C) fixação do material na fresadora, (D) verificação da superfície e (E) usinagem.

4.3 Sinterização final

Para a realização dos ensaios para a determinação das propriedades mecânicas, o material seguiu conforme o fluxograma da Figura 17.

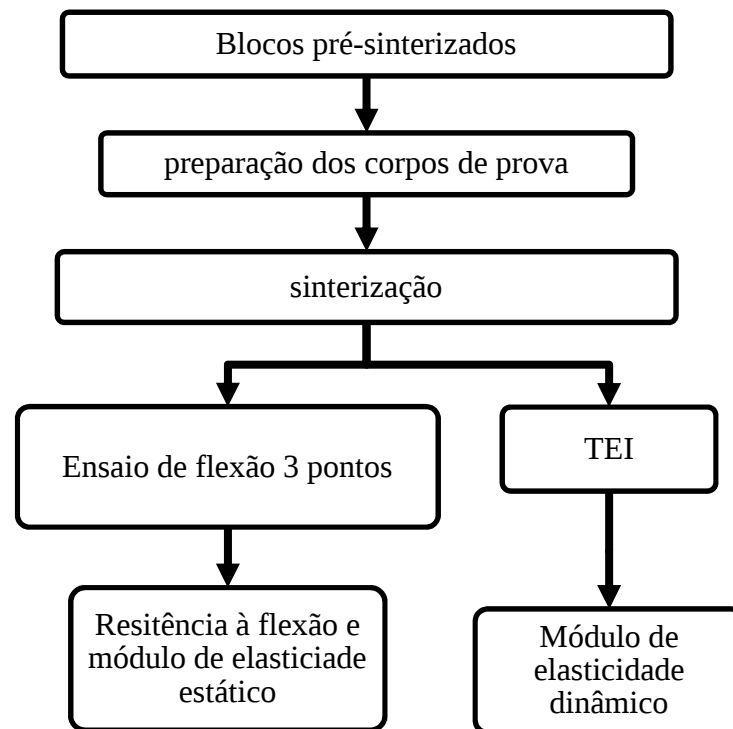


Figura 17 - Fluxograma de processo para a realização de ensaios mecânicos após a sinterização final.

Os blocos pré-sinterizados T1, T2 e T3 foram fixados em um suporte metálico com godiva verde (composto de resina vegetal para uso odontológico) em bastão (Lysanda produtos odontológicos, São Paulo, SP, Brasil) e adaptados na cortadeira Isomet 1000 (Buehler, LakeBluff, IL, EUA). Os corpos de prova foram cortados para ensaio de flexão 3 pontos conforme a norma ISO 6872 (2008). Cada bloco foi cortado em formato retangular com disco diamantado dupla face de alta concentração (dimensão 102,00 x 0,30 x 12,70 mm) a 275 rpm sob intensa refrigeração com água à temperatura ambiente (aproximadamente 27 °C).

Foram obtidos 10 corpos de prova de cada material, que após submetidos uma sequencia de lixas de granulação 600, 800 e 1200 mesh, apresentaram dimensões de 2,40 mm x 4,80 mm x 38,50 mm, totalizando de 30 corpos de prova que foram chanfrados conforme a norma ISO 6872:2008. O comprimento, altura de largura de cada CP foi medido com paquímetro universal (Digimess Instrumentos de Precisão Ltda).

Todos os corpos de prova (T1, T2 e T3) foram sinterizados a 1420°C (STAWARCZYK *et al.*, 2013), sendo a taxa de aquecimento de 3°C/min. até 400°C com patamar de 1 hora e 5°C/min. até 1420°C com patamar de 2 horas, de acordo com a curva mostrada na Figura 18.

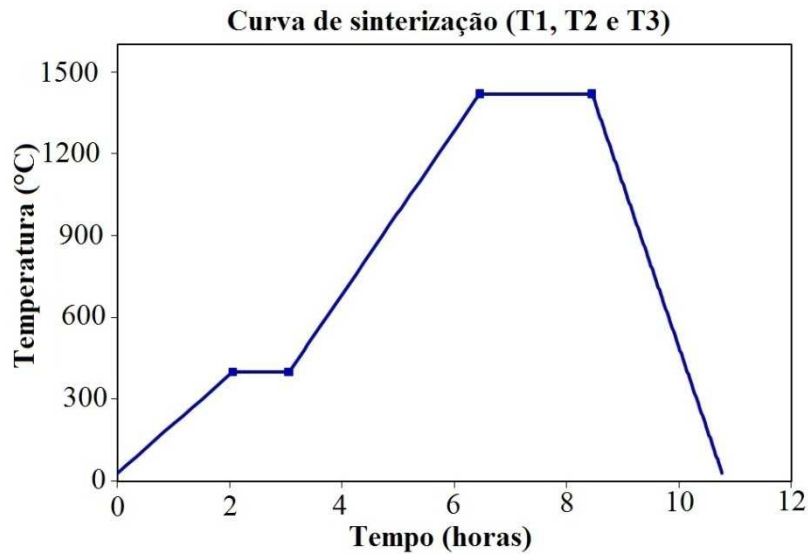


Figura 18 - Curva de sinterização da zircônia Y-TZP.

4.3.1 Ensaio de flexão 3 pontos

O ensaio de flexão 3 pontos foi realizado em máquina de ensaio universal MTS Bionix® Servohydraulic Test Systems com célula de carga de capacidade 15 kN e velocidade constante de 0,2 mm/min. Os ensaios foram realizados à temperatura ambiente (27°C).

Os corpos de prova foram dimensionados previamente com paquímetro digital (Starret, Itu, São Paulo, Brasil) e os dados foram inseridos no programa de ensaios. Uma das superfícies foi limpa com acetona e após seco, foi colado o sensor de deformação, também conhecido como strain gauge (HBM Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH -1-LY11-3/120). Cada corpo de prova foi colocado sobre dois apoios distantes 20,0 mm entre centros e a carga foi aplicada no centro do corpo de prova, na superfície oposta ao sensor de deformação. Os apoios consistiam em cilindros fixos em sua posição porém de rolamento livre com um dos apoios articulados. A carga foi aplicada por um cilindro articulado isento de rolamento (ASTM C1161, 2013). A configuração do sistema está descrita na Figura 19.

Os valores de resistência à flexão (σ_f) foram determinados de acordo com a equação 3 e o módulo de elasticidade em flexão (E_f) foi determinado de acordo com a equação 4 (ISO 6872, 2008; GARCIA *et al.*, 2012; ASTM C1161, 2013). O módulo de elasticidade (E) foi determinado, conforme a equação 5, utilizando-se os dados de deformação específica (ϵ) obtidos com o sensor de deformação, uma vez que este, colado na superfície de tração do

corpo de prova, mediu a deformação por solicitação de tração (BEER *et al.*, 1995; Belenky *et al.*, 2012).

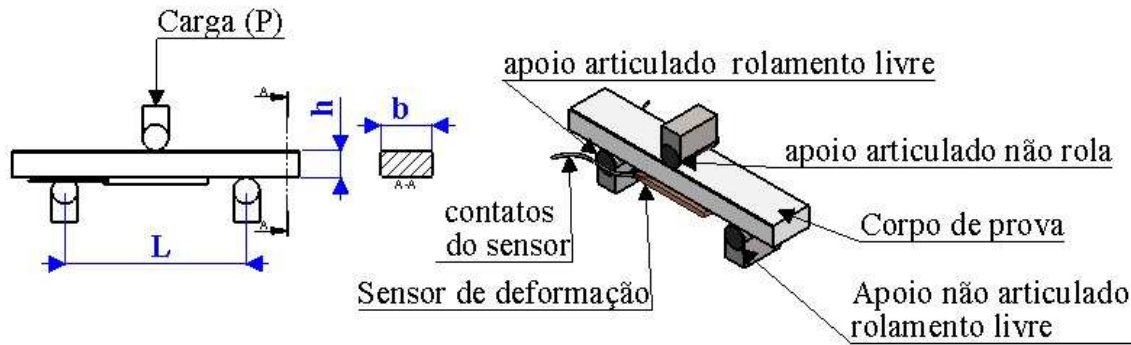


Figura 19 - Configuração do ensaio de flexão 3 pontos (ISO 6872, 2008; GARCIA *et al.*, 2012; ASTM C1161, 2013).

$$\sigma_f = 3FL / 2bh^2 \quad (3)$$

$$Ef = FL^3 / 4vbh^3 \quad (4)$$

$$E = \sigma / \epsilon \quad (5)$$

onde F é a carga de fratura (N), L é a distância entre os apoios (20 mm), b é a largura do corpo de prova (mm), h é a espessura do corpo de prova (mm), v é o máximo deslocamento da barra que ocorre no ponto de aplicação da carga e σ a tensão relacionada à deformação específica (ϵ).

4.3.2 Técnica de excitação por impulso

Para o ensaio dinâmico não destrutivo pela técnica de excitação por impulso, foram utilizados 4 corpos de prova de cada material (T1, T2 e T3) descritos na seção 4.2.3.

O módulo de elasticidade dinâmico foi determinado com o equipamento Sonelastic® PC Based em modo de vibração em flexão com coeficiente de Poisson (μ) estimado em 0,31 conforme Callister *et al.* (2013). Os valores médios das dimensões e da massa foram inseridos no programa Sonelastic® e assim foi calculada a média da densidade de cada grupo (T1, T2 e T3) e o valor referente a 0,224 L (22,4% do comprimento) que foi utilizado para determinar os pontos nodais (dois fios) para a fixação do CP. O impulsor foi posicionado no centro

do CP conforme mostra a Figura 20. O módulo de elasticidade (E_{TEI}) foi calculado conforme a equação 6,

$$E_{TEI} = 0,9465 (mf_f^2/b) (L^3/d^3)T_1 \quad (6)$$

onde foram inseridos dos dados do CP: a massa m , a largura b , o comprimento L , espessura d , f_f a frequência fundamental em modo flexional e T_1 o fator de correção. A incerteza (ΔE_{TEI}) foi calculada pela equação 7 (ATCP..., 2012).

$$\Delta E_{TEI} = (2E / 1,73205) \sqrt{[(\Delta m / m)^2 + (2\Delta f_f / f_f)^2 + (\Delta b / b)^2 + (3\Delta L / L)^2 + (3\Delta d / d)^2 + (1\Delta \mu / 40\mu)^2]} \quad (7)$$

Para *set up* (início do processo) deste ensaio, foi utilizado o parâmetro de 8,5 V correspondente à tensão do pulsador e a largura do pulso em tempo de 20 ms. Foram utilizados 3 corpos de cada grupo (T1, T2 e T3), totalizando 9 CPs. Cada CP recebeu um ciclo de 20 batidas.

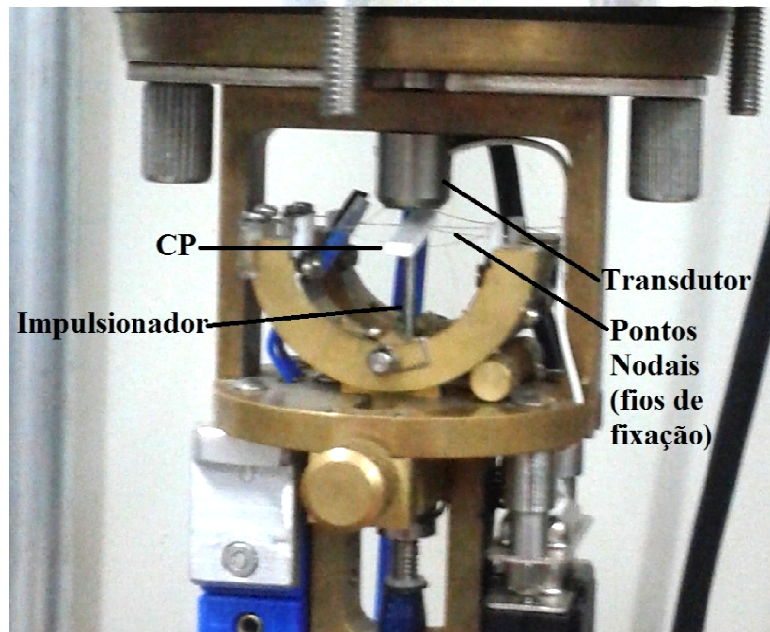


Figura 20 - Sistema de fixação do CP no equipamento da TEI.

4.3.3 Exploração dos dados numéricos

Os dados numéricos obtidos pelos ensaios foram analisados por meio da estatística descritiva. A tendência central foi obtida pela média dos valores, porém, na presença de

valores extremos, foi aplicado a mediana e os quartis. A variação ou quantidade de dispersão foi analisada por meio do cálculo da amplitude para estudar a dispersão total e amplitude interquartil para dispersão central. O cálculo do desvio padrão mostrou como os dados flutuam em torno da média, ou seja, a dispersão média em torno da média aritmética. A maneira de distribuição dos dados foi observada através do formato dos dados, onde foi mostrado o conjunto de dados simétricos e assimétricos. A forma gráfica dos dados foi demonstrada utilizando-se o gráfico de caixa, que representa a mediana, a amplitude interquartil, o valor mínimo e o máximo (LEVINE *et al.*, 2005).

Para o teste de normalidade foi utilizado o de “normalidade” de Anderson-Darlin com $p > 0,05$ (DE MORAES *et al.*, 2006) e para verificar a existência de diferenças estatísticas, foi utilizado a análise da variância pelo método ANOVA de um fator (ALAO *et al.*, 2014). Para a decisão de hipótese de igualdade entre os grupos, foi utilizado ANOVA com tese de Tukey-Kramer, com nível de significância (α) 0,05 e o valor $p > 0,05$ para rejeitar a hipótese de diferenças entre os materiais analisados (MINITAB, 2016). Todos os cálculos foram realizados utilizando-se o programa computacional Minitab (Minitab, Release 16, Minitab, USA).

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo é abordado o comportamento mecânico dos materiais pré-sinterizados onde o foco é a microdureza e resistência ao manuseio e usinagem. Após a sinterização final, as características mecânicas apresentadas foram o módulo de elasticidade dinâmico e estático em flexão, e a resistência à flexão três pontos.

5.1.1 Rugosidade

Um dos requisitos para a obtenção de impressão em formato losango regular é o acabamento da superfície do corpo de prova que deve ser lixado e polido para garantir a rugosidade necessária para não causar uma impressão deformada e rejeição da medida (ASTM C1327, 2008). Os corpos de prova T1, T2, T3, ZL e ZC apresentaram a rugosidade média R_q (RMS) entre 0,15 e 0,42 μm .

A rugosidade média (R_q) para cada grupo, desvio padrão e homogeneidade entre os grupos, está relacionada na Tabela 5, onde é possível perceber a tendência de similaridade entre as superfícies de T1 e T2 bem como entre as T3 e ZL. É observado que a rugosidade menor para o grupo T3 é devido à maior temperatura de pré-sinterização onde se encontra um estágio mais avançado de formação de pescoços entre as partículas e início de rearranjo e formação dos grãos já na ocorrência de retração e densificação.

Tabela 5: Valores médios de rugosidade (R_q), tamanho da amostra (n), desvio padrão (DP) e grupos homogêneos (GP) de acordo com o teste de Tukey-Kramer.

MATERIAL	n	RUGOSIDADE (R_q)	DP	GP
T1	10	0,38	0,04	A
T2	10	0,42	0,04	A
T3	10	0,28	0,04	B
ZL	10	0,24	0,04	B
ZC	10	0,15	0,03	C

O gráfico de intervalos (Figura 21) mostra que, embora todas as médias apresentem valores distintos, provavelmente, entre T1 e T2, as diferenças são provavelmente não significativas uma vez que a barra dos intervalos de confiança se sobrepõe. O mesmo ocorre com T3 e ZL, indicando a mesma a qualidade superficial.

As hipóteses apresentadas no gráfico de intervalos são reforçadas nas comparações múltiplas de Tukey-Kramer, Figura 22, onde T1 e T2 não apresentaram diferenças estatísticas

significativas na qualidade superficial e o mesmo ocorreu com ZL e T3.

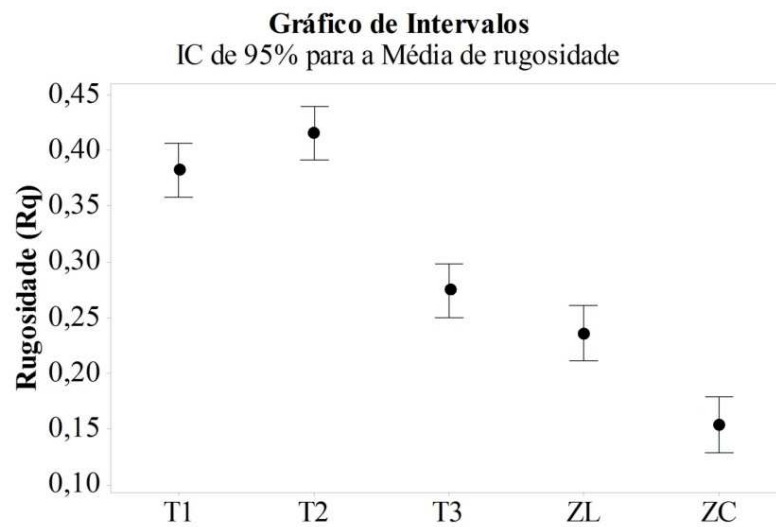


Figura 21: Gráfico de intervalos com os valores médios de rugosidade de T1, T2, T3, ZL e ZC

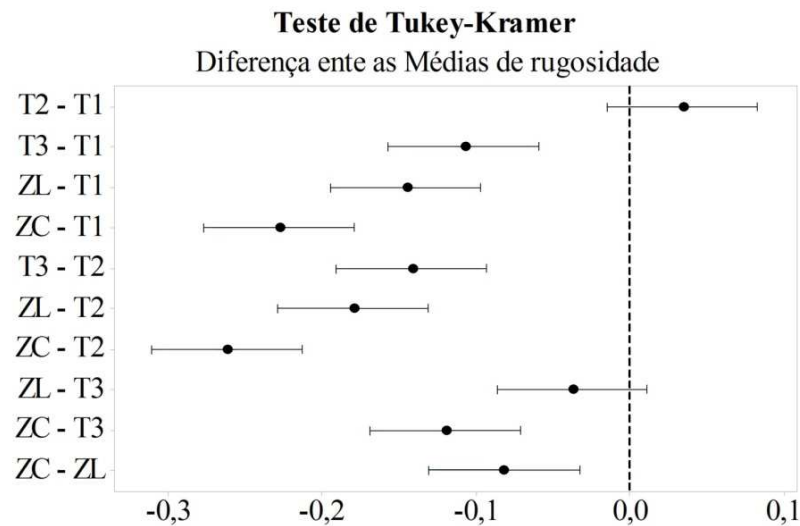


Figura 22: Múltiplas comparações de Tukey-Kramer para a rugosidade.

As análises estatísticas dos resultados de rugosidade indicaram que as endentações na superfície de T1 e T2 foram realizadas em materiais com a mesma qualidade superficial, o mesmo ocorreu entre T3 e ZL.

A pré-sinterização promoveu a ligação entre as partículas, sendo que até 850°C ocorre o transporte de massa em algumas partículas menores e o crescimento do pescoço. Até 1000°C essa ligação entre as partículas predominam, aumentando a resistência mecânica e dificultando a separação das partículas vizinhas durante o processo de retirada de material, dessa forma, melhorando a rugosidade superficial (LI *et al.*, 2012).

5.1.2 Microdureza

A magnitude da força aplicada também interfere no formato da impressão. Aplicando-se as cargas de 0,1 a 0,5 kgf em T2, as diagonais da impressão apresentaram assimetria, pontas deslocadas e cantos deformados (Figura 23), indicados como não aceitáveis conforme norma (ASTM C1327, 2008).

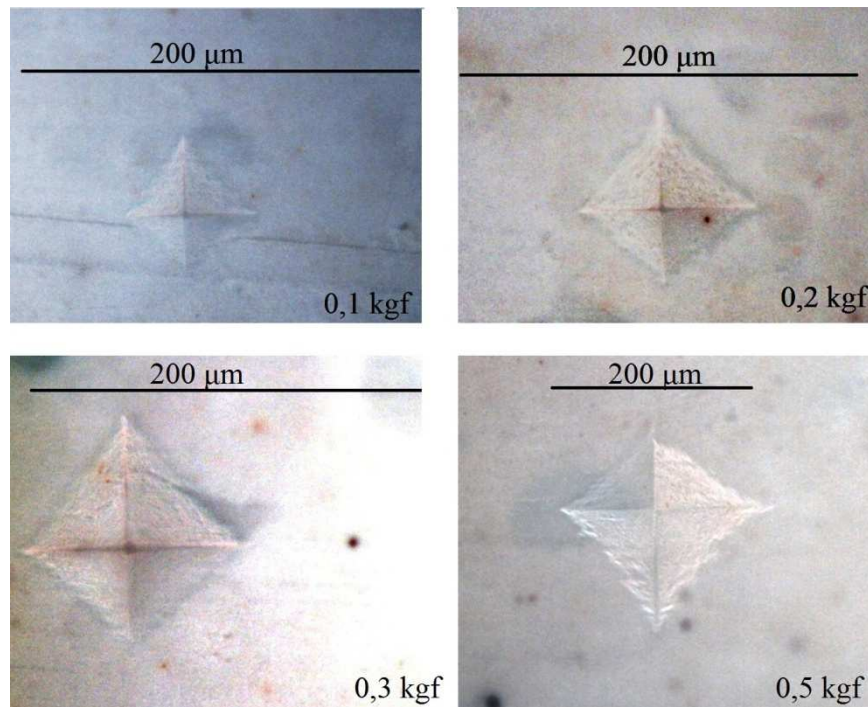


Figura 23 – Geometria deformada da impressão causada pelo penetrador piramidal, com as cargas: 0,1; 0,2; 0,3 e 0,5 kgf na superfície de T2.

Já, com a carga e 1 kgf, a impressão resultante na superfície de T2 apresentou formato losango conforme descrito na ASTM C1327 (2008), na superfície de todos os CPs T1, T2, T3, ZL e ZC. A Figura 24 mostra a impressão, isenta de faces e contornos irregulares.

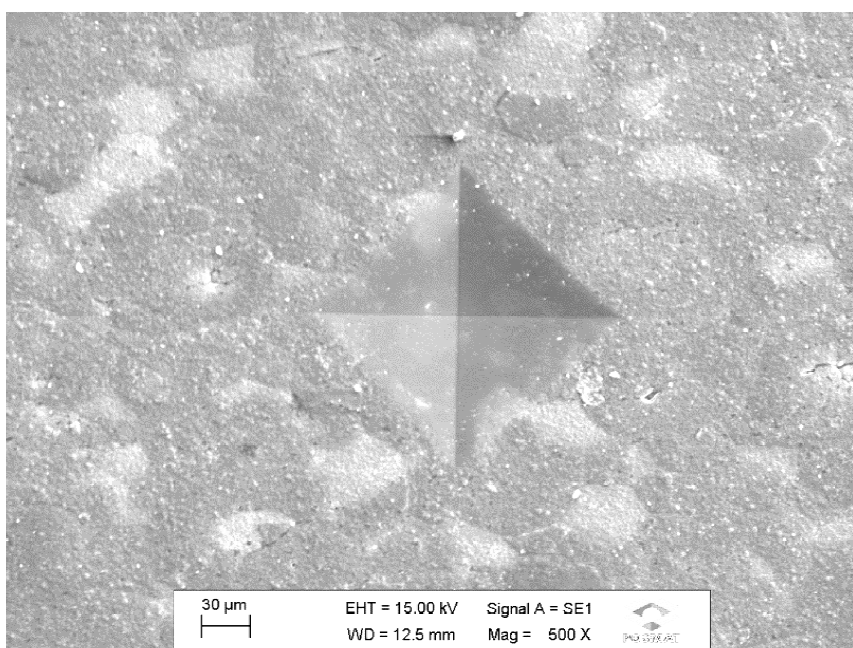


Figura 24 – Impressão na superfície de T2 causada pelo penetrador piramidal com carga de 1 kgf, do ensaio de microdureza Vickers.

Na Tabela 6 está relacionada a média (HV 1), desvio padrão DP, valor mínimo (μm) e valor máximo (μm) de microdureza Vickers dos CPs os CPs T1, T2, T3, ZL e ZC, com tamanho da amostra $n=10$.

Tabela 6 - Valores médios de microdureza Vickers HV 1, desvio padrão (DP) e valores mínimos e máximos ($n=10$) dos materiais embutidos em baquelite.

Material	HV 1	DP	Mínimo (μm)	Máximo (μm)
T1	49,67	1,8	47,00	52,50
T2	51,00	2,4	47,10	54,70
T3	55,50	1,0	54,00	56,90
ZL	56,20	1,8	54,30	58,90
ZC	63,20	1,1	61,50	64,60

No gráfico de caixa da Figura 25 é possível observar a distribuição dos valores de microdureza, onde está relacionada a média (HV 1), desvio padrão DP, valor mínimo (μm) e valor máximo (μm) de microdureza Vickers dos CPs os CPs T1, T2, T3, ZL e ZC. O material experimental que apresentou o valor mais elevado foi T3 e entre todos os grupos, experimental e o comercial, foi o ZC.

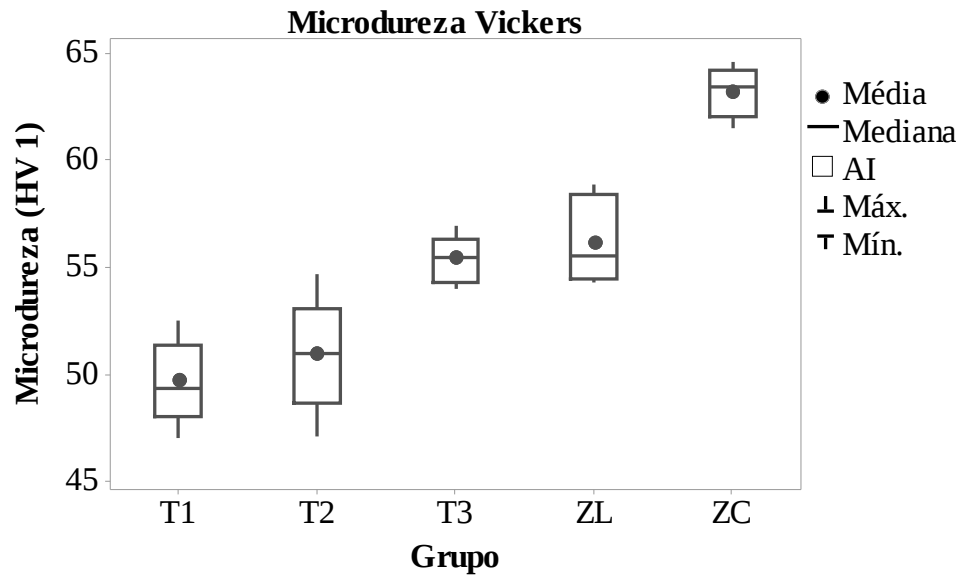


Figura 25 - Distribuição dos valores médios de microdureza Vickers (HV1), amplitude interquartil (AI) e valores mínimos e máximos (amplitude) dos materiais T1, T2, T3, ZC e ZL (n=10).

O teste de Tukey-Kramer (Figura 26) mostrou os materiais que se encontram na região zero, ou seja, hipótese nula onde não existem diferenças entre os grupos (T1 e T2 – T3 e ZL), e a região onde os demais materiais não se encontram na região zero o que significa que existem diferenças entre os grupos.

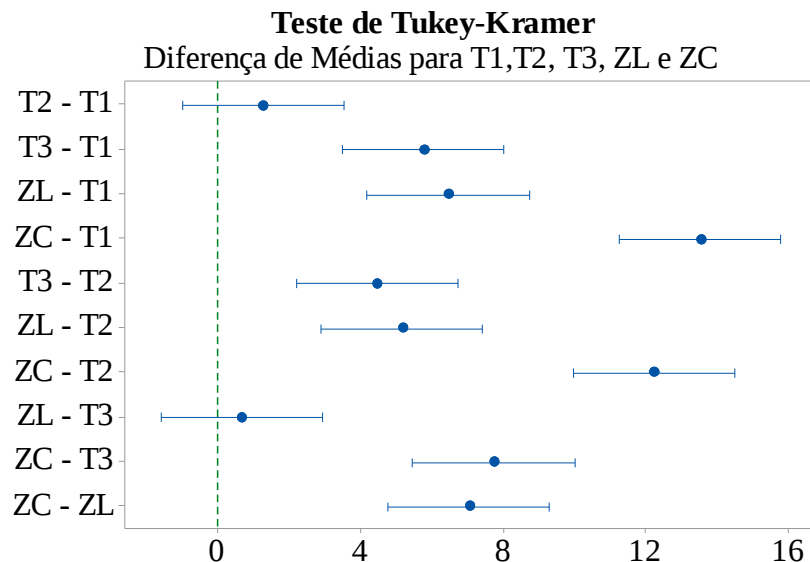


Figura 26 - Teste de Tukey-Kramer para a microdureza (HV 1).

Na literatura, não foi possível encontrar uma metodologia padronizada para a medida de microdureza da zircônia pré-sinterizada na temperatura utilizada neste trabalho. Assim o

procedimento foi baseado na norma para ensaio de microdureza Vickers para cerâmicas avançadas totalmente sinterizadas (ASTM C1327, 2008). Este sugere a rugosidade de $0,1 \mu\text{m Rq}$ quando o revestimento ou tratamento da superfície do material investigado permitir essa condição. Contudo, os valores médios de rugosidade obtidos na presente pesquisa (entre $0,15$ e $0,42 \mu\text{m Rq}$) apresentaram-se superiores uma vez que o material se encontra em estágio anterior ao do processo de transformação total. As temperaturas utilizadas nos blocos experimentais podem estar de acordo com a hipótese relatada por LI *et al.* (2012), onde, em torno de 900°C , a zircônia se encontra em processo intermediário ao da sinterização total, com o rearranjo dos grãos e baixa taxa de retração, estando sujeito à presença de poros. Os blocos experimentais T1, T2 e T3, pré-sinterizados abaixo de 1000°C , não alcançaram a máxima densificação, uma vez que a essa característica é encontrada em materiais sinterizados acima de 1180°C (DURÁN *et al.*, 1996). Assim a rugosidade pode estar relacionada à presença desses poros. Contudo os blocos apresentaram acabamento superficial uniforme onde foi possível realizar a impressão de microdureza Vickers com losango de diagonais isentas de deformação. Dessa forma, assume-se que a diferença nos valores de rugosidade entre os copos de prova experimentais e comerciais não exerceram influência significativa na endentação.

A inferência estatística demonstrou que o tempo de pré-sinterização (2 e 4 horas) à temperatura de 900°C não influenciou na microdureza do material, porém foi significativo com o aumento de 50°C . Uma das limitações das análises comparativas foi a ausência de dados literários de microdureza de zircônia Y-TZP pré-sinterizados a diferentes temperaturas.

As temperaturas de pré-sinterização utilizadas nos blocos experimentais estão entre os valores investigados por Perko *et al.* (2012), que relataram o início da densificação entre 800°C e 900°C , quando utilizado mistura de pós Y-TZP de tamanho de partículas nano (Mel Chemicals) e sub-micron (Tosoh). Porém o pó nanoparticulado puro entra em estágio inicial da sinterização à 600° sendo que à 900°C pode ser constatado o movimento entre duas nanopartículas formando o pescoço e leve compactação. Pós com tamanho de partícula 20 nm e 356 nm (Mel Chemicals) também podem iniciar a densificação entre 800°C e 900°C e aumentar lentamente em temperaturas abaixo de 1000°C (LUO *et al.*, 1998).

Dessa forma, no presente trabalho é considerada a hipótese de aumento resistência mecânica da Y-TZP conforme o aumento de temperatura de pré-sinterização devido à

densificação (DURÁN et al., 1996; Li et al.(2012), o que proporcionou maiores valores de microdureza com o acréscimo de temperatura

5.1.3 Confecção da prótese

A prótese usinada foi o *coping* com morfologia de um dente pré-molar superior. Os *copings* apresentaram uma estrutura em forma de casca, ou seja, apesar de ser um elemento estrutural, suas paredes são finas (Figura 28), aproximadamente 0,6 mm na forma pré-sinterizada. Essas paredes resistiram aos esforços provocados pelas ferramentas de usinagem, resultando em próteses com estabilidade dimensional e morfológica. Os blocos T1, T2 e T3 não apresentaram problemas durante a usinagem, resultando em *coping* livres de trincas ou deformações. A Figura 27 mostra o material T3 submetido à ação da ferramenta de fresamento, apresentando estabilidade ao passar pelo processo de usinagem, com intensa lubrificação.

As forças geradas entre a ferramenta de diamante e a zircônia Y-TZP pré-sinterizada durante a fresagem estão relacionadas às condições de usinagem bem como as propriedades mecânicas dos materiais (LUTHARDT *et al.*, 2004). Portanto, estatisticamente, T3 apresentou comportamento similar ao material comercial ZL, e os resultados do teste de estabilidade no manuseio e usinagem confirmaram que T3 apresentou melhor resistência, em relação ao grupo experimental. Assim foi possível usinar um material com dureza entre o limite de desgaste da ferramenta e a resistência mecânica.



Figura 27 - Confecção de coping para implante odontológico, por CAD/CAM.

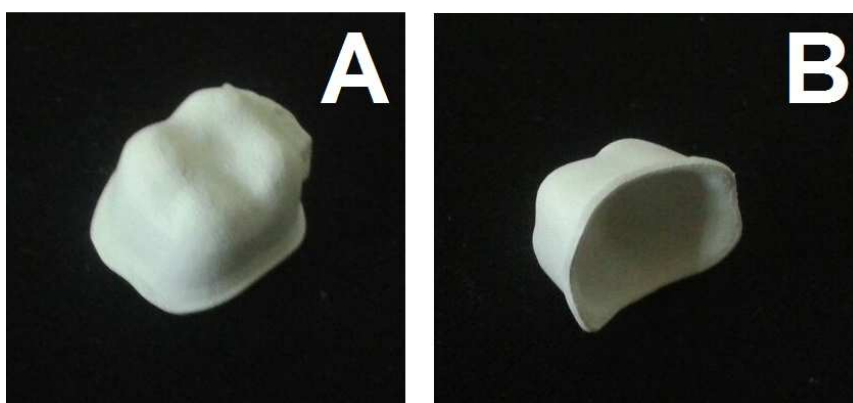


Figura 28 - *Coping* confeccionado com o material T3: (A) morfologia do dente e (B) estrutura interna em forma de casca.

Pesquisas (GOMES *et al.*, 2008; GUESS *et al.*, 2012; SANTOS *et al.*, 2015) indicam que o material comercial ZL estatisticamente similar a T3, normalmente utilizado para usinar componentes de próteses odontológicas em sistemas CAD/CAM, proporciona *copings* de morfologia e resistência mecânica adequada à aplicação, assim, os materiais comerciais não foram submetidos à usinagem.

5.1.4 Módulo de elasticidade dinâmico

O módulo de elasticidade dinâmico obtido pela Técnica de Excitação por impulso foi realizado com corpos de prova de média dimensional após a sinterização de 2 X 4 X 32 mm. A média da densidade após a sinterização final foi de 5,6 g/cm³ para T1, 5,56 g/cm³ em T2 e 5,75 g/cm³ para T3, próximo ao valor relatado por Callister *et al.*, (2013) de 6,0 g/cm³.

A Tabela 7 mostra os valores médios do módulo de elasticidade (E_{TEI}), e desvio padrão (DP) e $p > 0,05$ do teste de normalidade de Anderson-Darlin (AD) que mostrou a distribuição normal ou paramétrica para todas as amostras assim possibilitando a análise das diferenças entre os grupos, por meio de ANOVA.

Tabela 7 – Valores médios de módulo de elasticidade dinâmico(E_{TEI}), desvio padrão (DP) e teste de normalidade (AD.) para ANOVA ($n=3$).

Material	E_{TEI} (GPa)	DP	AD
T1	205,7	8,37	0,227
T2	206,2	6,29	0,445
T3	218,0	10,45	0,194

O gráfico de intervalos (Figura 29) mostra a variabilidade e a tendência central dos grupos. Um ponto exibe a média e uma barra confere o intervalo de confiança (IC) de 95%, calculado com o desvio padrão combinado, assim percebe-se que o menor valor encontrado foi o de T1 e o maior valor foi o de T3.

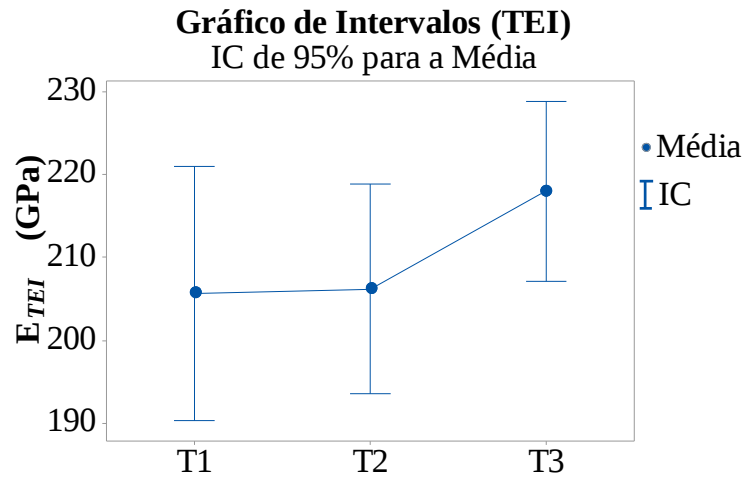


Figura 29 - Gráfico de intervalos (TEI).

No teste de Tukey-Kramer mostrado na Figura 30 pode-se observar que todos os intervalos dos pares de material correspondem ao zero do eixo x, mostrando que não houve diferença estatística entre T1, T2 e T3 após a sinterização final.

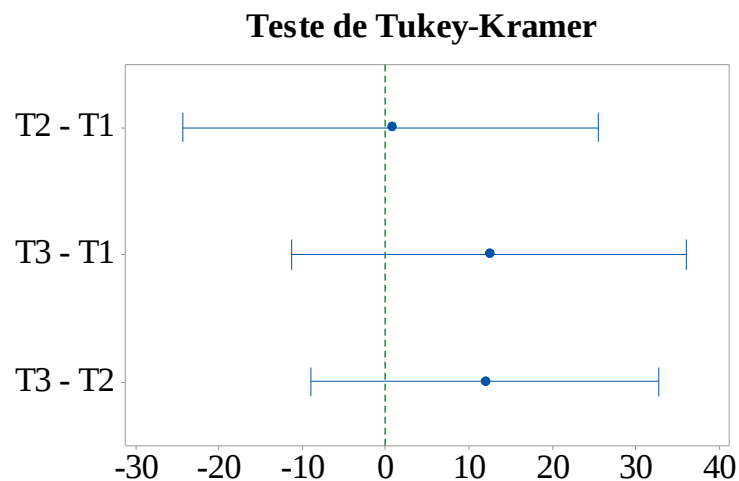


Figura 30 - Teste de Tukey-Kramer para o módulo de elasticidade por TEI.

Dessa forma, percebe-se que a temperatura e o tempo de pré-sinterização não exerceram efeito na sinterização final e consequentemente nas propriedades mecânicas. Resultados

similares foram encontrados por Oh et al. (2010) que investigaram a zircônia Y-TZP estabilizada a 5,43 mol % em óxido de ítrio (Y_2O_3) pré-sinterizados a 950°C, com patamar de 1, 1,5 e 2 horas, avaliando a resistência mecânica após a sinterização a 1450°C e não verificaram diferenças estatísticas em todos os grupos.

5.1.5 Módulo de elasticidade estático

Os valores médios de módulo de elasticidade estático (E_f), desvio padrão (DP) e teste de normalidade de Anderson-Darlin (AD), determinados com dados obtidos pelo ensaio de flexão três pontos, dos materiais T1, T2 e T3 sinterizados, estão dispostos na Tabela 8. Os valores superiores a 0,05 do teste de normalidade de Anderson-Darlin (AD) mostram que cada amostra se ajusta melhor à distribuição normal, dessa forma, possibilitando o teste de hipóteses de igualdade por ANOVA.

Tabela 8- Valores médio de módulo de elasticidade estático (E_f), desvio padrão (DP) e teste de normalidade (AD) para ANOVA (n=3).

Material	E_f (GPa)	DP	AD
T1	226,4	20,4	0,139
T2	217,7	1,49	0,560
T3	231,9	5,22	0,227

A Figura 31 mostra a variabilidade e a tendência central de T1, T2 e T3, onde a média e o intervalo de confiança (IC) de 95%, calculado com o desvio padrão combinado, apresentaram menor valor de módulo de elasticidade em flexão três pontos (E_f), do material T2 e o maior valor em T3.

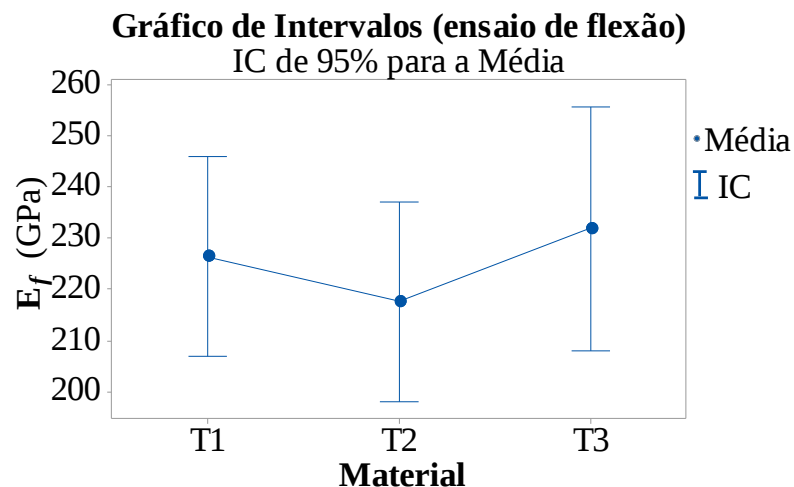


Figura 31 - Gráfico de intervalos do módulo de elasticidade em flexão (E_f).

Já na Figura 32, observa-se que estatisticamente não houve diferenças entre os grupos T1, T2 e T3 uma vez que os intervalos dos pares de material correspondem ao zero do eixo x, determinando a inexistência de diferenças entre os grupos.

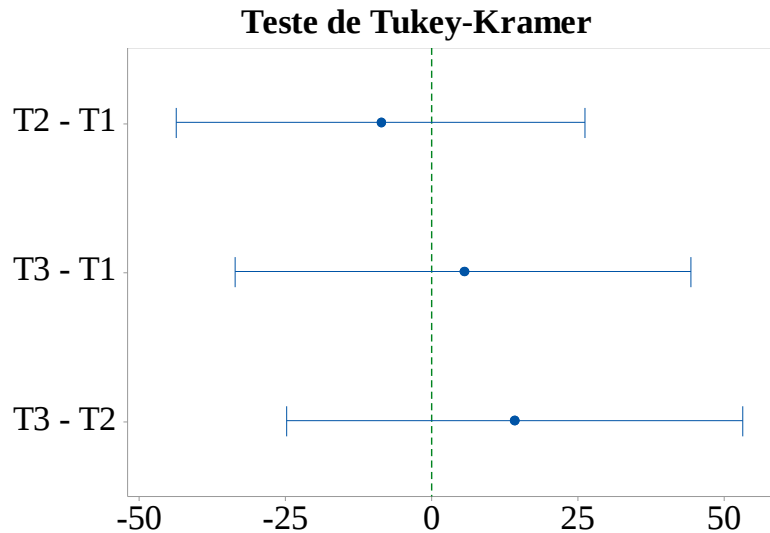


Figura 32 - Teste de Tukey -Kramer para os dados de módulo de elasticidade em flexão três pontos.

5.1.6 Análise das propriedades elásticas

Embora T1 submetido à flexão três pontos (FLX) apresente o máximo valor de módulo de elasticidade e T1 submetido à técnica de excitação por impulso (TEI) apresente o mínimo (Figura 33), o presente estudo não apresentou diferenças estatísticas entre as duas técnicas.

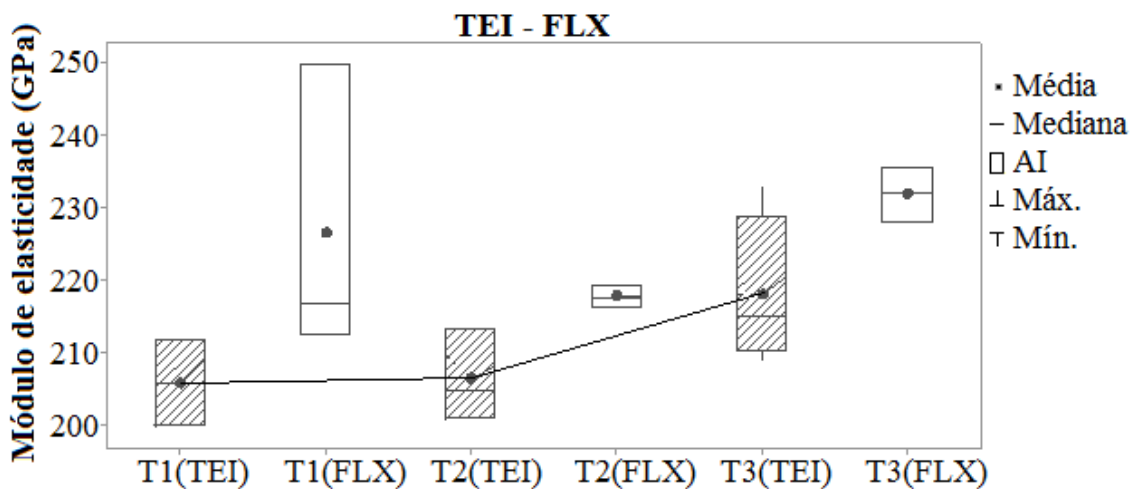


Figura 33 - Comparação entre os valores de módulo de elasticidade obtido por TEI e flxão 3 pontos.

Os intervalos calculados por ANOVA e teste de Dunnett (Figuras 34, 35 e 36) reforçam essa hipótese de igualdade (nível de confiança 95 %).

Teste de Dunnett (TEI x T1 FLX)

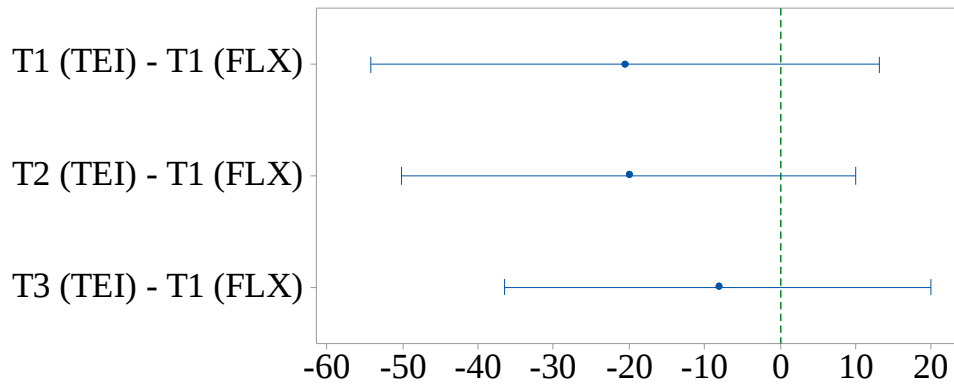


Figura 34 – Comparação entre T1, T2 e T3 (TEI) e T1 sob flexão 3 pontos (FLX), pelo teste de Dunnett.

Teste de Dunnett (TEI x T2 FLX)

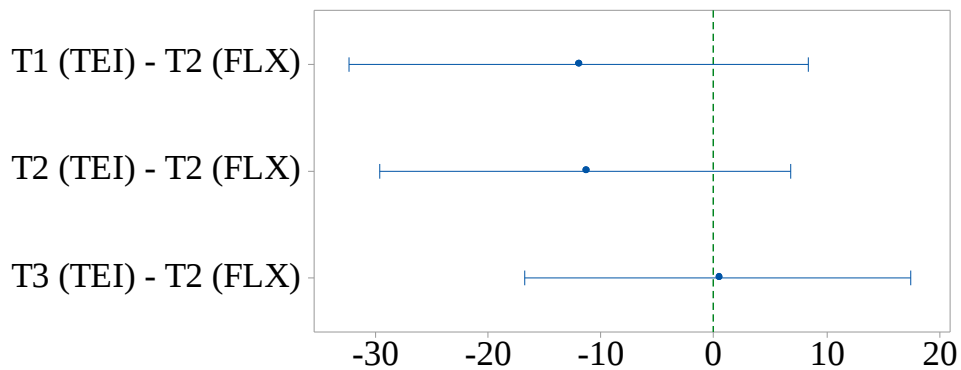


Figura 35 - Comparação entre T1, T2 e T3 (TEI) e T2 sob flexão 3 pontos (FLX), pelo teste de Dunnett.

Teste de Dunnett (TEI x T3 FLX)

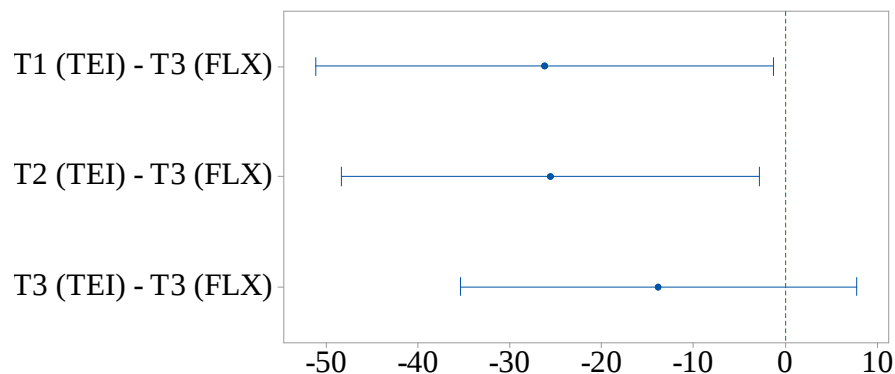


Figura 36 - Comparação entre T1, T2 e T3 (TEI) e T3 sob flexão 3 pontos (FLX), pelo teste de Dunnett.

Algumas investigações também apontam para a grande dispersão dos resultados de módulo de elasticidade estático em flexão que seguem a mesma tendência do ensaio dinâmico

com método sônico (ADAMS *et al.*, 1997). Já os valores de Belenky *et al.* (2012) para o método dinâmico foram superiores aos estáticos. Neste estudo, os dois métodos de ensaio apresentaram a média do módulo de elasticidade de T1, T2 e T3, próximos aos encontrados na literatura, entre 200 e 220 GPa (SUBHASH *et al.*, 1993; ASTM F1873, 1998; CALLISTER *et al.*, 2013; OSMAN *et al.*, 2013), embora a média dos valores estáticos se apresentem superiores, estatisticamente não houve diferenças significativas.

Contudo, para uma decisão de escolha entre as duas técnicas, a TEI pode ser a opção mais adequada, uma vez que apresentou menor dispersão dos resultados.

O módulo de elasticidade está diretamente relacionado à resistência à separação entre os átomos, sendo uma consequência direta dos diferentes tipos de ligações atômicas existentes no material (CALLISTER *et al.*, 2013). Dessa forma, as propriedades elásticas apontam para a zircônia Y-TZP experimental, como adequado à confecção de próteses odontológicas.

5.1.7 Resistência à flexão

Em relação à análise das diferenças entre os grupos, inicialmente, o gráfico de probabilidade relacionando todos os grupos (Figura 37) mostra que os pontos de tensão máxima de flexão seguem aproximadamente a linha reta, o valor-p é maior que 0,05, e a estatística de Anderson-Darling é baixa ($AD > 0,05$) (Tabela 7). Portanto, a distribuição normal parece ajustar os dados amostrais razoavelmente bem, podendo seguir para a análise por ANOVA.

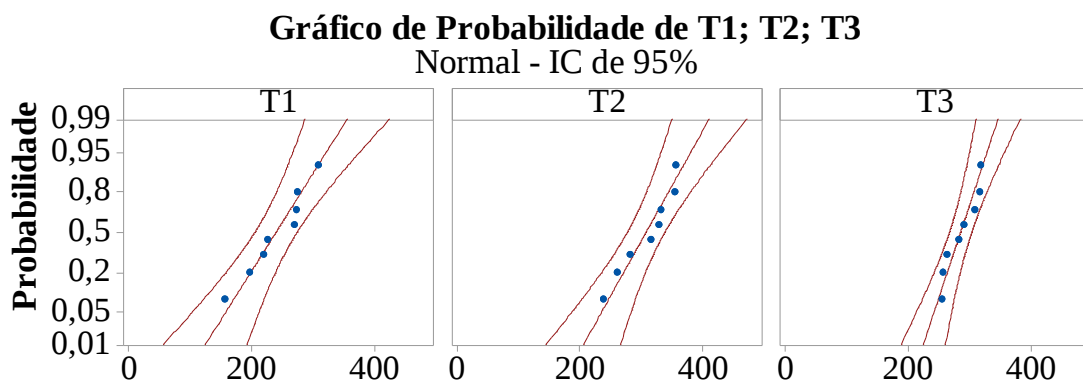


Figura 37 - Gráfico de probabilidade com teste de Anderson-Darlin para a distribuição normal.

Os valores médios de resistência à flexão (σ_f) dispostos na Tabela 9 indicam que T2 é mais resistente à ruptura, contudo na Figura 38 pode ser observado que os valores máximos (Max.) de T1 e T3 encontram-se na região de amplitude interquartil (AI) de T2.

Tabela 9 – Média de resistência à flexão (σ_f), desvio padrão (DP), valores mínimos (Mín.) e máximos (Máx.), valores do teste de normalidade (DP) e valor-p (n=8).

Material	σ_f (MPa)	DP	Mín.	Máx.	AD	p
T1	239,9	49,8	155,6	307,6	0,272	0,564
T2	308,1	44,1	237,3	356,5	0,318	0,451
T3	285,77	26,28	254,08	317,29	0,372	0,326

A ANOVA com o teste de Tukey-Kramer (Figura 39) indica que T3 não apresenta diferença significativa em relação a T1 e T2, uma vez que os intervalos destes pares correspondem ao valor zero do eixo x, e o valor p é superior a 0,05, ou seja, hipótese nula de diferenças. Dessa forma, os parâmetros de pré-sinterização não exerceram influência significativa na resistência mecânica da zircônia Y-TZP experimental.

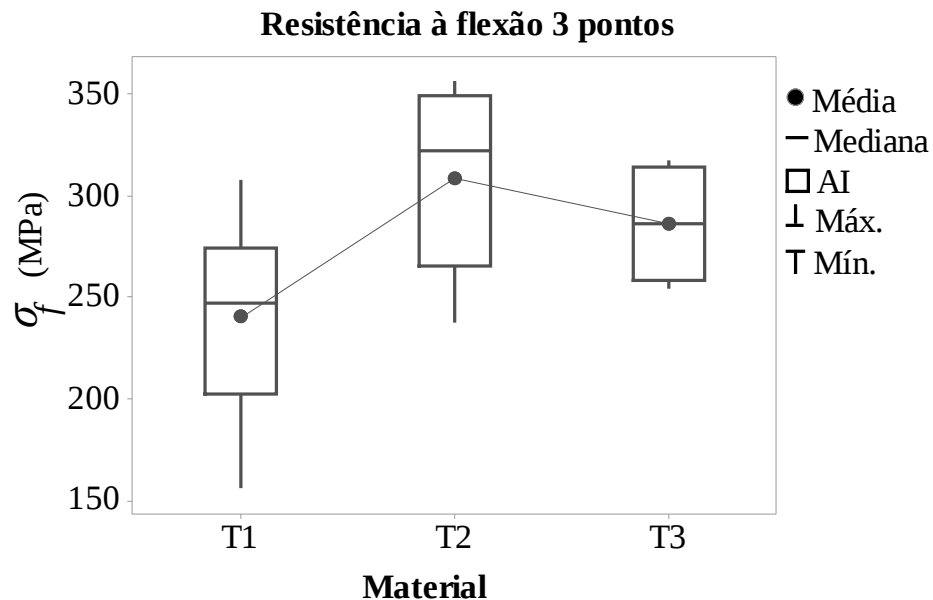


Figura 38 - Gráfico de caixa com os dados de resistência à flexão 3 pontos.

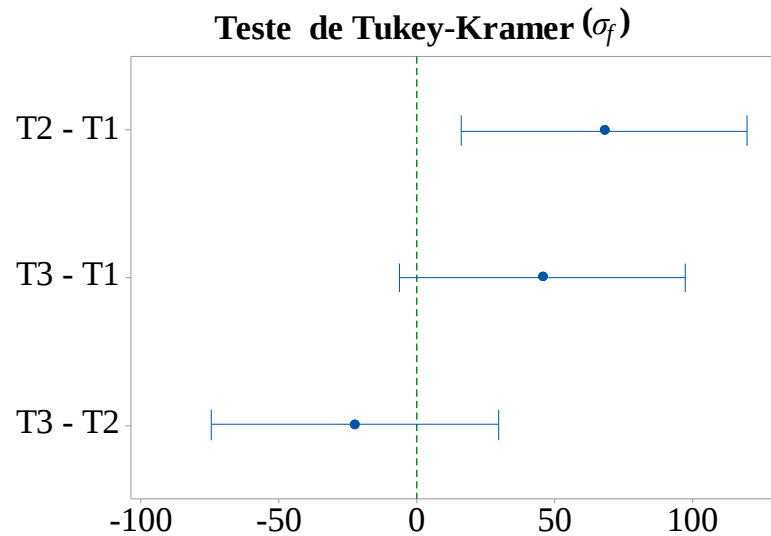


Figura 39 - Teste de Tukey-Kramer em relação à resistência à flexão 3 pontos.

Os valores de resistência à flexão apresentados neste trabalho foram obtidos com corpos de prova isentos de tratamento superficial após a sinterização final, assim como o *coping*, que na aplicação, normalmente, é somente sinterizado após a usinagem, uma vez que a geometria do implante dificulta o lixamento ou polimento (OH *et al.*, 2015).

Os resultados de T1, T2 e T3 evidenciaram que as etapas do processo de fabricação, como usinagem (LUTHARDT *et al.*, 2004), método de prensagem (SCHERRER *et al.*, 2013), lubrificação do molde (REED, 1995; RAHAMAN, 2003), porosidade (LIU *et al.*, 2010), processo térmico (STAWARCZYK *et al.*, 2013; MENANI *et al.*, 2014) e preparação da superfície de corpos de prova para ensaios mecânicos (ASTM C1161, 2013) exerceram grande influência na resistência mecânica. Na literatura podem ser encontrados diferentes valores de resistência à flexão que variam de 467 MPa (EGILMEZ *et al.*, 2014) a 1281 MPa (PITTAYACHAWAN *et al.*, 2007), porém estes valores foram obtidos com corpos de prova que receberam tratamento superficial após a sinterização final. Valores de resistência à flexão (863,87 a 1090,8 MPa) como os determinados por Freitas Ramos *et al.* (2016) foram obtidos com corpos de prova de material comercial, sinterizados, que receberam polimento com disco diamantado de diferentes tamanhos de grãos, desde o grosso com 80 μm até o extra fino com 25 μm . Já Oh *et al.* (2010) utilizaram um processo de fabricação com etapas similares ao do presente trabalho, porém com parâmetros distintos como prensagem uniaxial a 2,2 MPa, pré-sinterização a 950°C, sinterização final a 1450°C e posterior polimento dos corpos de provas com discos diamantados de 300 e 600 mesh e suspensão de grãos de diamante policristalino de 9 μm e 3 μm , obtendo resistência à flexão de 1081 MPa. Também é possível alcançar a

resistência em torno de 1800 MPa quando se utiliza prensagem isostática (147 MPa) a altas temperaturas (1300°C), em atmosfera de argônio, aliado à preparação da superfície dos corpos de prova com polimento e espelhamento em sílica ou jateamento com alumina.

Os danos gerados durante a usinagem a verde (BUKVIC *et al.*, 2012) e usinagem de Y-TZP pré-sinterizados, como os lascamentos de superfície, retirada de grãos, sulcos acentuados e micro crateras são mantidos após a sinterização. Esses defeitos se tornarão os principais sítios de concentração de tensão para o início e propagação da fratura (ALAO *et al.*, 2017). O polimento, jateamento com areia ou espelhamento após a sinterização podem alterar o estado da superfície inicial decorrente da superfície pré-sinterizada, resultando em menor rugosidade e defeitos microestruturais (MONACO *et al.*, 2013).

Dessa forma, depreende-se que os resultados de resistência mecânica a flexão 3 pontos, obtidos neste trabalho, podem ser melhorados substancialmente com um tratamento superficial (tais como retificação ou polimento) dos corpos de prova antes do ensaio. Entretanto, este estudo proporcionou uma melhor compreensão da importância dos ensaios mecânicos simularem a real condição superficial do *coping* após a sinterização, uma vez que as trincas e outros defeitos microestruturais reduzem consideravelmente a resistência mecânica da cerâmica.

Os grupos experimentais apresentaram resistência mecânica adequada à aplicação oral uma vez que, a força máxima de uma mordida em um dente do segundo pré-molar superior é de aproximadamente 291 N (FERRARIO *et al.*, 2004) sendo a força média da mordida de 105 N (36,2% da força máxima da mordida) (GIBBS *et al.*, 1981). A máxima tensão de tração solicitada em um ambiente oral, por um dente pré-molar superior, é de aproximadamente 40 MPa (GUIMARÃES *et al.*, 2014), muito inferior aos valores de resistência obtidos nos três grupos de materiais analisados neste trabalho: T1, T2 e T3.

6 CONSIDERAÇÕES FINAIS

6.1 Conclusões

O processo de fabricação estudado neste trabalho apresentou parâmetros de compactação e pré-sinterização que possibilitaram a confecção de *coping* para próteses odontológicas, por meio da tecnologia CAD/CAM.

A temperatura de pré-sinterização de 950°C com patamar de 2 horas proporcionou material adequado ao manuseio e usinagem CAD/CAM com microdureza similar aos materiais disponíveis comercialmente.

Os resultados demonstraram que o ensaio de microdureza pode ser um qualitativo mecânico para a usinagem de *copings* no sistema Cerec.

Foram obtidos valores de módulo de elasticidade do material após a sinterização final, determinados pelos métodos dinâmicos e estático, entre 205,7 e 231,9 GPa, próximos aos relatados na literatura (entre 200 e 220 GPa), o que demonstra o tipo de ligação atômica existente no material, adequado à confecção das próteses.

A técnica de excitação por impulso é um método adequado à determinação do módulo de elasticidade de zircônia Y-TZP, uma vez que apresentou valores próximos aos obtidos com o ensaio de flexão 3 pontos e menor dispersão dos valores, além de proporcionar a integridade do material após a realização do ensaio.

A usinagem é um processo que, apesar da precisão de cada sistema CAD/CAM, as solicitações mecânicas provocadas pela própria ferramenta de fresagem ou pelo sistema de refrigeração também podem induzir defeitos internos. A resistência à flexão da Y-TZP após a sinterização final, proporcionou melhor compreensão da importância de ensaios mecânicos que simulem a real condição superficial do *coping* após a sinterização, uma vez que as trincas e outros defeitos microestruturais do material pré-sinterizado e usinado podem permanecer após a sinterização final, reduzindo consideravelmente a resistência mecânica. Assim, apesar de realizar ensaios mecânicos nas melhores condições de processamento ou qualidade superficiais do material, a resistência mecânica do *coping* após a sinterização final, pode se apresentar menor que a obtida no ensaio de flexão.

De acordo com as análises estatísticas pelo método ANOVA ($p > 0,05$) e testes de Tukey-Kramer e Dunnett, com as comparações dos valores de módulo de elasticidade e

resistência à flexão entre os grupos pré-sinterizados à 900°C e 950°C, o processo de pré-sinterização não exerceu influência na resistência mecânica após a sinterização final.

De acordo com as propriedades mecânicas determinadas no presente trabalho, espera-se que a zircônia de fabricação experimental resista às solicitações do ambiente oral.

6.2 Sugestões para trabalhos futuros

Os resultados obtidos no presente trabalho fornecem ampla perspectiva para o aprimoramento do processo de produção da zircônia Y-TZP aplicada à confecção de próteses odontológicas pela tecnologia CAD/CAM. As etapas de fabricação estão sujeitas a inúmeras condições que podem influenciar a resistência mecânica e vida útil da prótese. Neste âmbito, propõem-se como trabalhos futuros:

- Análise da microestrutura dos materiais pré-sinterizados uma vez que o crescimento dos grãos, porosidade e o tamanho de grão podem ajudar a conhecer o estágio de densificação do material e mostrar as diferenças na morfologia dos grãos de acordo com a temperatura e tempo de aquecimento. Possibilita também a observação da existência de rupturas intergranulares, o que ajuda a identificar possíveis falhas do material. A qualidade da densificação e a microestrutura estão relacionadas à ocorrência de microtrincas durante a usinagem CAD/CAM e consequentemente redução da resistência mecânica após a sinterização final.
- Análise da microestrutura dos materiais após a sinterização final para estudar o tamanho de grão em relação à resistência mecânica e o processo de fabricação, uma vez que a literatura relata um determinado tamanho de grão máximo para alcançar a máxima resistência.
- Análise da microdureza nos limites de usinagem entre o material macio e propício a instabilidade de usinagem e o material mais duro que compromete a vida útil da ferramenta de fresagem.
- Análise da rugosidade superficial (via Confocal) e microtrincas (MEV) do coping usinado e sinterizado para a reprodução das mesmas condições em corpos de prova para realizar ensaios mecânicos. Assim, simular a real condição superficial do coping no momento do ensaio e obter a resistência mecânica mais próxima à realidade da aplicação. Reproduzir as mesmas condições para materiais de fabricação experimental e comercial.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABOUSHELIB, MOUSTAFA N.; KLEVERLAAN, CORNELIS J.; FEILZER, ALBERT J. Evaluation of a high fracture toughness composite ceramic for dental applications. **Journal of Prosthodontics**, v. 17, n. 7, p. 538-544, 2008.

ADAMS, J. W.; RUH, R.; MAZDIYASNI, K. S. Young's Modulus, Flexural Strength, and Fracture of Yttria-Stabilized Zirconia versus Temperature. **J. Am. Ceram. Soc.**, v 80, p. 903-908, 1997.

ALAO, ABDUR-RASHEED; YIN, LING. Loading rate effect on the mechanical behavior of zirconia in nanoindentation. **Materials Science and Engineering: A**, v. 619, p. 247-255, 2014.

ATCP ENGENHARIA FÍSICA. **Manual de instalação e operação. Software Sonelastic® Versão 2.2.** Software para a caracterização dos módulos de elasticidade e do amortecimento de materiais pela Técnica de Excitação por Impulso (técnica das frequências naturais de vibração). São Carlos, AP, 2012.

ARNETZL, G. V.; ARNETZL, G. Die CAD/CAM-Abutmentkrone. **Stomatologie**, v. 110, n. 3, p. 19-24, 2013.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). **ASTM C1327-08**: Standard Test Method for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics, 2008.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). **ASTM C1161-13**: Standard Test Method for Flexural Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature, 2013.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). **ASTM C1259-15**: Standard Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio for Advanced Ceramics by Impulse Excitation of, 2015.

BANGI, K. H. et al. Sol-gel synthesis of high surface area nanostructured zirconia powder by surface chemical modification. **Powder Technology**, v. 239, p. 314-318, 2013.

BASU, B. Toughening of yttria-stabilised tetragonal zirconia ceramics. **International Materials Reviews**, v. 50, n. 4, p. 239-256, 2005.

BEER, F. P.; JOHNSTON JR, E. R. **Resistência dos materiais**. 3 ed., São Paulo: Pearson Makron Books, 1995.

BELENKY, A.; RITTEL, D. Static and dynamic flexural strength of 99.5% alumina: Relation to surface roughness. **Mechanics of Materials**, v. 54, p. 91-99, 2012.

BORCHERS, LOTHAR et al. Influence of hydrothermal and mechanical conditions on the strength of zirconia. **Acta biomaterialia**, v. 6, n. 12, p. 4547-4552, 2010.

BUKVIC, G. et al. GREEN MACHINING ORIENTED TO DIMINISH DENSITY GRADIENT. **Machining Science and Technology**, v. 16, p. 228-246, 2012.

CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. 8 ed., Rio de Janeiro: LTC, 2013.

CARTER, C. BARRY; NORTON, M. GRANT. **Ceramic materials: science and engineering**. Springer Science & Business Media, 2007

CHEAH, K. H.; KHIEW, P. S.; CHIN, J. K. Fabrication of a zirconia MEMS-based microthruster by gel casting on PDMS soft molds. **Journal of Micromechanics and Microengineering**, v. 22, n. 9, p. 095013, 2012.

CHEVALIER, JÉROME; GREMILLARD, LAURENT. Ceramics for medical applications: A picture for the next 20 years. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 29, n. 7, p. 1245-1255, 2009.

CORDERO, F.; GRANDINI, CARLOS ROBERTO; FERRETTI, M. Acoustic measurement of the low-energy excitations in $\text{Nd}_{2-x}\text{Ce}_x\text{CuO}_{4+\delta}$. **Solid state communications**, v. 125, n. 11, p. 601-605, 2003.

DAVIDOWITZ, GARY; KOTICK, PHILIP G. The use of CAD/CAM in dentistry. **Dental Clinics of North America**, v. 55, n. 3, p. 559-570, 2011.

DEDAVID, BERENICE ANINA; GOMES, CARMEM ISSE; MACHADO, GIOVANNA. **Microscopia eletrônica de varredura: aplicações e preparação de amostras: materiais poliméricos, metálicos e semicondutores**. Porto Alegre: EdiPUCRS, 2007.

DE MORAES, CELSO FRANCISCO; FERREIRA, JOÃO ROBERTO; BALESTRASSI, PEDRO PAULO. Análise crítica da aplicação de métodos estatísticos em processos definidos por dados que não apresentam distribuição normal. **Gepros: Gestão da Produção, Operações e Sistemas**, v. 1, n. 1, p. 7, 2006.

DENRY, ISABELLE; KELLY, J. ROBERT. State of the art of zirconia for dental applications. **Dental materials**, v. 24, n. 3, p. 299-307, 2008.

DIÓGENES, H. J. F. et al. Determinação do módulo de elasticidade do concreto a partir da resposta acústica. **Revista IBRACON de Estruturas e Materiais**, v. 4, p. 792-813, 2011.

DURÁN, P. et al. Low-temperature sintering and microstructural development of nanocrystalline Y-TZP powders. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 16, n. 9, p. 945-952, 1996.

EGGER, P.; SORARU, G.; DIRÉ,. Sol-gel synthesis of polymer-YSZ hybrid materials for SOFC technology. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 24, p. 1371-1374, 2004.

EGILMEZ, F. et al. Factors affecting the mechanical behavior of Y-TZP. **Journal of the mechanical behavior of biomedical materials**, v. 37, p. 78-87, 2014

FATHI, HAWA M.; JOHNSON, ANTHONY. The effect of TiO_2 concentration on properties of apatite-mullite glass-ceramics for dental use. **Dental Materials**, v. 32, n. 2, p. 311-322, 2016.

FERRARIO, V. F. et al. Single tooth bite forces in healthy young adults. **Journal of Oral Rehabilitation**, v. 31, p. 18-22, 2004.

FREITAS RAMOS, G. et al. Effect of grinding and heat treatment on the mechanical behavior of zirconia ceramic. **Brazilian Oral Research**, v. 30, n. 1, 2016.

FORTULAN, C. A.; PEDROSO, M. P. G.; PENAZZI, L. A. Twin vessel isostatic press: design. **Cerâmica**, v. 60, p. 199-204, 2014.

FOSCHINI, C. R. et al. AC impedance study of Ni, Fe, Cu, Mn doped ceria stabilized zirconia ceramics. **Journal of the european ceramic society**, v. 21, p. 1143-1150, 2001.

FOSCHINI, C. R. et al. On the stabilizing behavior of zirconia: A Combined experimental and theoretical study. **Journal Of Materials Science**, v. 39, p. 1935 – 1941, 2004.

GAHLERT, M. et al. Failure analysis of fractured dental zirconia implants. **Clinical oral implants research**, v. 23, p. 287 -293, 2012.

GARCIA, A.; SPIM, J. A.; DOS SANTOS, C. A. **Ensaio dos Materiais**. 2. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012.

GIBBS, . C. H. et al. Occlusal forces during chewing and swallowing as measured by sound transmission. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 46, p. 443-449, 1981.

GOMES, E. A. et al. Cerâmicas odontológicas: o estado atual. **Cerâmica**, v. 54, p. 319-325, 2008.

GUAZZATO, et al. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials.Part II. Zirconia-based dental ceramics. **Dental Materials** , v. 20, p. 449–456, 2004.

GUESS, C.P.; ATT, W. ; STRUB, J. R. Zirconia in Fixed Implant Prosthodontics. **Clinical Implant Dentistry and Related Research**, v. 14, n. 5, 2012.

GUIMARÃES, J. C. et al. Stress amplifications in dental non-carious cervical lesions. *Journal of Biomechanics*, v. 47, p. 410–416, 2014.

HAACH, V. G. et al. Application of acoustic tests to mechanical characterization of masonry mortars. **NDT&E International**, v. 59, p. 18-24, 2013.

HARADA, K. et al. Effect of loading conditions on the fracture toughness of zirconia. **Journal of Prosthodontic Research**, v. 57, p. 82–87, 2013.

HENCH, L. L. **An introduction to bioceramics**. 2. ed. London: Imperial College Press, 2013.

International Organization for Standardization. **ISO 6872:08**. Dentistry - Ceramic materials, 2008.

KARA, HALUK BARIS et al. Effect of different surface treatments on roughness of IPS Empress 2 ceramic. **Lasers in medical science**, v. 27, n. 2, p. 267-272, 2012.

LEBON, N. et al. Influence of CAD/CAM tool and material on tool wear and roughness of dental prostheses after milling. **The Journal of prosthetic dentistry**, v. 114, p. 236–247, 2015.

LEUNG, BRIAN TW et al. Comparison of mechanical properties of three machinable ceramics with an experimental fluorophlogopite glass ceramic. **The Journal of prosthetic dentistry**, v. 114, n. 3, p. 440-446, 2015.

LEVINE, DAVID M.; BERENSON, MARK L.; STEPHAN, DAVID. **Estatística: teoria e aplicações-usando Microsoft Excel português**. Rio de Janeiro: Ltc, 2005.

LI, J. Z. et al. Micro machining of pre-sintered ceramic green body. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 212, p. 571-579, 2012.

LIU, X. et al. Elasticity and strength of partially sintered ceramics. **Journal of the Mechanics and Physics of Solids**, v. 58, p. 829-842, 2010.

LUO, J.; ADAK, S.; STEVENS, R. sintering of 3Y-TZP ceramics sintering of 3Y-TZP ceramics. **Journal of materials science**, v. 33, p. 5301 – 5309, 1998.

LUTHARDT, R. G. R. G. et al. CAD/CAM-machining effects on Y-TZP zirconia. **Dental Materials**, v. 20, p. 655–662, 2004.

MACA, K. TRUNEC, M. DOBSAK, P. SVEJCAR, J. Sintering of bulk zirconia nanoceramics. **Rev. Adv. Mater. Sci.**, v 5, p. 183-186, 2003.

MANICONE, P. F.; IOMMETTI, P. R.; RAFFAELLI, L. An overview of zirconia ceramics: Basic properties and clinical applications. **Journal of dentistry**, v. 35, p. 819-826, 2007.

MARCHACK, B. W.; FUTATSUKI, Y.; MARCHACK, C. B.; WHITE, S. N. Customization of milled zirconia copings for all-ceramic crowns: A clinical report. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 99, p. 169-176, 2008.

MARX, R.; JUNGWIRTH, F.; WALTER, P.-O. Threshold intensity factors as lower boundaries for crack propagation in ceramics. **BioMedical Engineering OnLine**, v. 3, p. 41-49, 2004.

MENANI, L. R. et al. Effect of surface treatment on the bond strength between yttria partially stabilized zirconia ceramics and resin cement. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 112, p. 357-364, 2014.

MINITAB. **Minitab**, c2016. Suporte ao minitab® 17. Disponível em: <<http://support.minitab.com/pt-br/minitab/17/>>. Acesso em: 06 jun. 2016.

MOHANTY, S. et al. Critical issues in near net shape forming via green machining of ceramics: A case study of alumina dental crown. **Journal of Asian Ceramic Societies**, v. 1, p. 274-281, 2013.

MONACO, C. et al. Microstructural changes produced by abrading Y-TZP in presintered and sintered conditions. **Journal of Dentistry**, v. 41, p. 121 -126, 2013.

NARAPARAJU, R. et al. Degradation study of 7 wt.% yttria stabilised zirconia (7YSZ) thermal barrier coatings on aero-engine combustion chamber parts due to infiltration by different CaO–MgO–Al₂O₃–SiO₂ variants. **Surface & Coatings Technology**, v. 260, p. 73-81, 2014.

OH, G.-J. et al. Sintering behavior and mechanical properties of zirconia compacts fabricated by uniaxial press forming. **The Journal of Advanced Prosthodontics**, v. 2, p. 81-87, 2010.

OSMAN, R. et al. Titanium Versus Zirconia Implants Supporting Maxillary Overdentures: Three-Dimensional Finite Element Analysis. **Int J Oral Maxillofac Implants**, v. 28, p. E198-E208, 2013.

PABST, W. et al. Elastic properties and damping behavior of alumina–zirconia composites at room temperature. **Ceramics International**, v. 38, p. 5931–5939, 2012.

PARK, J., “Bioceramics: Properties, Characterizations, and Applications”, 1^a ed., chapter 6, Iowa City, USA, Springer Science Business Media, LLC, 2008.

PATEL, N. R.; GOHIL, P. P. A Review on Biomaterials: Scope, Application Scope, ApplicationScope, Application Human Anatomy Significance. **International Journal of Emerging Technology and Advanced Engineering**, v. 2, p. 91-101, 2012.

PERKO, S.; DAKSKOBLER, A.; KOSMAC, T. The densification and strength of porous Y-TZP materials with a bimodal particle size distribution for dental applications. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 32, p. 2633–2639, 2012.

PILATHADKA, S.; VAHALOVÁ, D.; VOSÁHLO, T. The Zirconia: a new dental ceramic material. An overview. **Prague Med Rep**, v. 108, n. 1, p. 5-12, 2007.

PITTAYACHAWAN, P. et al. The biaxial flexural strength and fatigue property of Lava™ Y-TZP dental ceramic. **Dental materials**, v. 23, p. 1018–1029, 2007.

PROTOPAPADAKI, M. et al. Comparison of fracture resistance of pressable metal ceramic custom implant abutment with a commercially fabricated CAD/CAM zirconia implant butment. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 110, p. 389-396, 2013.

QUINN, J. B.; QUINN, G. D. A practical and systematic review of Weibull statistics for reporting strengths of dental materials. **Dental Materials**, v. 26, p. 135-147, 2010.

RAMOS, C. M.; CESAR, P. F.; BONFANTE, E. A.; RUBO, J. H.; WANG, L.; BORGES, A. F. S. Fractographic principles applied to Y-TZP mechanical behavior analysis. **Journal of the mechanical behavior of biomedical materials**, v. 55, p. 215-223, 2016.

RAHAMAN, M. N. **Ceramic Processing and sintering**. 2. ed. New York: Marcel Dekker, Inc, 2003.

RAIGRODSKI, A. J. et al. Clinical efficacy of veneered zirconium dioxide-based posterior partial fixed dental prostheses: five-year results. **The journal of prosthetic dentistry**, v. 96, p. 237-244, 2012.

REED, J. S. **Principles of Ceramics Processing**. 2. ed. New York: John Wiley & Sons, 1995.

REKOW, D. Computer-aided design and manufacturing in dentistry: A review of the state of the art. **The Journal of prosthetic dentistry** , v. 58, p. 512-516, 1987.

ROHR, NADJA et al. Loading capacity of zirconia implant supported hybrid ceramic crowns. **Dental Materials**, v. 31, n. 12, p. e279-e288, 2015.

SALVENDY, GAVRIEL. **Handbook of industrial engineering: technology and operations management**. John Wiley & Sons, 2001.

SANTOS, HELTON MAX MASSARANDUBA et al. Obtenção de pellets por extrusão e esferonização farmacêutica. Parte II: avaliação das características física de pellets. **Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas**, v. 42, n. 3, p. 309-318, 2006.

SANTOS, M. J. M. C. et al. Current All-Ceramic Systems in Dentistry: A Review. **Compendium of continuing education in dentistry**, v. 36, p. 31 -7, 2015.

SARIDAG, S.; TAK, O.; ALNIACIK, G. Basic properties and types of zirconia: An overview. **World Journal of Stomatology**, v. 2, p. 40-47, 2013.

SATO, H. et al. Mechanical Properties of Dental Zirconia Ceramics Changed with Sandblasting and Heat Treatment. **Dental Materials Journal**, v. 27, p. 408-414, 2008.

SCHERRER, S. S. et al. Post-hot isostatic pressing: A healing treatment for process related defects and laboratory grinding damage of dental zirconia? **Dental materials**, v. 29, p. e180-e190, 2013.

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

STAWARCZYK, B. et al. The effect of zirconia sintering temperature on flexural strength, grain size, and contrast ratio. **Clinical Oral Investigations**, v. 17, p. 269-274, 2013.

SUBHASH, G.; NEMAT-NASSER, S. Uniaxial stress behaviour of Y-TZP. **Journal of materials science**, v. 28, p. 5949--5952, 1993.

TAMAKI, Y. et al. CAD/CAM All ceramic dental restorations on implants: a panacea or a challenge? **Dental Medicine Research**, v. 30, p. 42-49, 2010.

VAGKOPOULOU, T. et al. Zirconia in Dentistry: Part 1.Discovering the Nature of an Upcoming Bioceramic. **The european journal of esthetic dentistry**, v. 4, n. 2, 2009.

VASYLKIV, O.; SAKKA, Y.; SKOROKHOD, V. V. Low-temperature processing and mechanical properties of zirconia and zirconia-alumina nanoceramics. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 86, p. 299 -304, 2003.

WACHTMAN, J. B.; ROGER CANNON, W.; JOHN MATTHEWSON, M. **Mechanical properties of ceramics**. 2. ed. [S.l.]: Wiley, 2008.

WESTERHEIDE, R. et al. Advances in characterisation of machined Green Compacts. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 17, p. 467/472, 1997.

WHITE, S. et al. Flexural strength of a layered zirconia and porcelain dental all-ceramic system. **J Prosthet Dent.**, v. 94, p. 125-131, 2005.

ZHANG, Y. et al. Mechanical properties of zirconia composite ceramics. **Ceramics International**, v. 39, p. 7595-7603, 2013.