

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA

LUIZ DE ARAUJO BICALHO

**Cerâmicas Dentárias à Base de ZrO_2 Aditivadas com Biovidro:
Processamento, Caracterização Estrutural e Mecânica.**

Lorena – SP

2009

LUIZ DE ARAUJO BICALHO

**Cerâmicas Dentárias à Base de ZrO_2 Aditivadas com Biovidro:
Processamento, Caracterização Estrutural e Mecânica.**

Tese apresentada à Escola de Engenharia de Lorena da
Universidade de São Paulo para obtenção do título de
“Doutor em Engenharia de Materiais”.

Área de Concentração: “Materiais Metálicos, Cerâmicos
e Poliméricos”.

Orientador: Prof. Dr. Miguel Justino Ribeiro Barboza.

Co-Orientador: Prof. Dr. Claudinei dos Santos.

Lorena – SP

Novembro / 2009

AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

Ficha Catalográfica

Elaborada pela Biblioteca Especializada em Engenharia de Materiais
USP/EEL

Bicalho, Luiz de Araujo

Cerâmicas dentárias à base de ZrO_2 aditivadas com biovidro: processamento, caracterização estrutural e mecânica. / Luiz de Araujo Bicalho; Orientador Miguel Justino Ribeiro Barboza; Co-orientador Claudinei dos Santos. --Lorena, 2009.

313 f.: il.

Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) – Escola de Engenharia de Lorena - Universidade de São Paulo.

1. Cerâmicas dentárias 2. Zircônia 3. Biovidro 4. Microestrutura 5. Propriedades mecânicas 6. Fadiga I. Título.

CDU 666.3

DEDICATÓRIA

Para:

- M^a Aparecida, Mulher-companheira de todas as horas, que ajuda tornar meu chão mais firme, todo ar mais leve e meu discernimento mais justo;
- Léo, meu filho, que, de dentro de “seu mundo”, nos incentiva sempre a procurar novos caminhos;
- Thaís, minha filha, pela alegria e esperanças constantes, depositadas em nós;
- Meus pais onipresentes, Luiz e Maria de Lourdes (in memoriam), pelo exemplo de dedicação, amor e de trabalho.

AGRADECIMENTOS

Ao Padre Eterno pelo dom da vida e a concessão dos amigos.

Ao Professor Dr. Miguel Justino Ribeiro Barboza, orientador e amigo, a quem desprendemos respeito e admiração, pela seriedade e dedicação dispensadas no desenvolvimento desta tese e, principalmente, pelo diapasão com que nos conduziu.

Em especial ao Professor Dr. Claudinei dos Santos, co-orientador e ex aluno do Curso Técnico em Metalurgia e de Cadeiras dos ciclos Básico e Profissionalizante da Graduação em Engenharia Metalúrgica, que sempre exalou liderança, iniciativa e colaboração; nossa mola mestra neste empreendimento.

Na pessoa do Professor Carlos Antonio Reis Pereira Baptista, a todos os professores e pesquisadores da EEL-DEMAR, com os quais tivemos intenso convívio profissional, pelas suas sugestões e discussões, e, em especial pela fidalguia e presteza com que nos atenderam.

Ao Dr. Carlos Nelson Elias do IME, Eng^o Dr. Francisco Piorino Neto do CTA e ao Dr. Kurt Strecker da UFSJ pelo apoio técnico.

Aos Eng^{os} Antonio Henriques Botelho Melo e Reginaldo Gomes Toledo, da CSN pelo pronto atendimento quando necessitamos dos valiosos serviços do Centro de Pesquisas dessa empresa.

Nas pessoas de Francisco Paiva e Geraldo do Prado, agradecemos a todos os funcionários da EEL-DEMAR, sem distinção de cargo, função ou formação acadêmica, sempre nos atendendo com presteza, simpatia e respeito, participando na execução de tarefas e sugerindo melhorias para o desenvolvimento deste trabalho, pois a colaboração, cooperação e experiência profissional dessas pessoas, foram decisivas para o desenvolvimento desta Tese.

Ao amigo e parceiro Eng^o Alexandre Fernandes Habibe, pelo apoio e incentivo nos momentos difíceis do início desta jornada.

Ao Prof. Dr. Sebastião Ribeiro que, juntamente com os integrantes do grupo de Materiais Cerâmicos, prestaram apoio e quebraram a rigidez do clima durante os trabalhos.

Aos meus amigos Tales Ferreira Vilela, Juliana Kelmy M. de Faria Daguano e Renato Chaves de Souza pela amizade e pelo incentivo nos momentos de dificuldade, bem como os demais colegas de Curso, pelo alegre e crescente companheirismo desta jornada.

A FAPESP, pelo apoio financeiro dado a este trabalho, através do Processo 04/04386-1, e ao incentivo e grande exemplo demonstrado, no apoio ao desenvolvimento científico do País.

Se me dessem a sabedoria com a condição de a guardar só para mim, sem a comunicar a alguém, não a quereria.

(Sêneca)

RESUMO

BICALHO, L. A. **Cerâmicas Dentárias à Base de ZrO₂ Aditivadas com Biovidro: Processamento, Caracterização Estrutural e Mecânica.** 2009. 313 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, São Paulo.

Neste trabalho, foi desenvolvida e caracterizada a cerâmica à base de zircônia tetragonal aditivada com biovidro para aplicações em implantes ou próteses. Essa zircônia (Y-TZP) tem conteúdo de 3% em mol de Y₂O₃, com objetivo de estabilizar a fase metaestável tetragonal, a qual possui características de conferir características tenacificantes ao material. O Biovidro utilizado como aditivo de sinterização, e, supressor de interstícios foi de composição (em peso) 52,75% CaOP₂O₅, 30% SiO₂ e 17,25% MgO. Na preparação do Biovidro os pós foram moídos, misturados e peneirados a 63 µm. Misturas contendo pós de Y-TZP e Biovidros foram preparadas nas proporções (em peso) de 0, 3, 5 e 10%. As misturas destes pós foram moídas e homogeneizadas em meio úmido, utilizando moinho planetário e, em seguida, secadas, desaglomeradas e peneiradas a 63 µm. Foram feitos estudos sobre o comportamento dos compactados durante a sinterização, utilizando dilatometria. As misturas foram compactadas por prensagem uniaxial à frio e submetidas à sinterização em 1300°C, a uma taxa de aquecimento de 10°C/min, patamar de 120 min e taxa de resfriamento de 5°C/min. As amostras sinterizadas depois de retificadas, foram cortadas em hastes nas dimensões (mm) 3x4x45, seguindo as especificações ditadas pela norma DIN EM 843-1 (ASTM C 1161-90) e polidas. Os corpos de prova tiveram analisada a densidade relativa, identificação das fases por difração de raios X, e microestrutura por microscopia eletrônica de varredura (MEV), determinando-se o tamanho e a morfologia (razão de aspecto) média dos grãos. A dureza e a tenacidade à fratura, desses corpos sinterizados, foram avaliados utilizando método de indentação Vickers. Quanto à resistência mecânica foram aplicados ensaios de flexão estática e de fadiga, utilizando dispositivo de flexão em 4 pontos. Os resultados indicaram que as amostras com maiores teores de biovidro (10%), apresentam baixa densidade relativa, enquanto as amostras com 3 e 5% possuem alta densificação, sendo indicadas para aplicações estruturais. Esses resultados são relacionados ao aumento da quantidade de fase monoclinica das amostras com 10%, o que gera microtrincamento e, conseqüente aumento da porosidade. Esse efeito interfere diretamente nas propriedades mecânicas, as quais indicam que amostras com 3 e 5% de biovidro possuem dureza próxima a 1150 HV, tenacidade à fratura de 6,1 a 6,3 MPam^{1/2}, e resistência a flexão de 360 a 450 MPa. Esses resultados são superiores aos relatados a zircônia monolítica (sem adição de biovidro) e, ao material aditivado com 10% de biovidro, os quais apresentaram resultados sensivelmente inferiores da ordem de 900 HV, tenacidade máxima de 4 a 5 MPam^{1/2} e resistência a fratura média de 125MPa (Y-TZP) e 300MPa (Y-TZP-10% biovidro). Os resultados dos testes de fadiga indicaram que as amostras sofrem grande espalhamento de valores, os quais são inerentes das características microestruturais do material. Estas se devem principalmente ao espalhamento heterogêneo dos vidros (fase líquida) pela matriz de ZrO₂ durante o processo de sinterização, promovendo regiões com diferentes quantidades de fase intergranular, o que ocasiona formação de campos com diferentes concentrações de tensão, que são, possivelmente, responsáveis pelo aparecimento das trincas e, seu respectivo crescimento subcrítico durante os testes de fadiga. Com a diminuição da tensão aplicada nos testes de fadiga, foi encontrado que o limite de resistência a fadiga destes materiais está na ordem de 220 MPa, para ambas as composições com 3 e 5% de Biovidro.

Palavras-Chave: Cerâmicas Dentárias. Zircônia. Biovidro. Microestrutura. Propriedades Mecânicas. Fadiga.

ABSTRACT

BICALHO, L. A. **Dental ceramics to the base of ZrO₂ enriched with bioglass: Processing, Structural and Mechanics Characterization.** 2009. 313 f. Thesis (Doctoral in Materials Engineering) - Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, São Paulo. Brazil.

In this work, was developed and characterized a ceramic-based tetragonal zirconia enriched with bioglass to implant applications or prostheses. This 3% in mol of Y₂O₃ zirconia (Y-TZP) has the objective of stabilizing the metastable tetragonal phase, which characteristics confer toughness features to the material. The bioglass utilized as sintering additive, and suppressor of interstices was compound (in weight) of 52.75% CaP₂O₅, 30% SiO₂ and 17.25% MgO. During the bioglass preparation, the powders were finely ground, mixed and sieved to 63 μm. The mix of these finely powders of Y-TZP and bioglass were prepared in weight proportions of 0, 3, 5 and 10%. Besides being finely ground, the mixture was homogenized in humid atmosphere, employing planetary mill and right after dried, dispersed, and passed through a sieve to 63 μm. The dilatometry study about the behavior of the compact during the sintering was done. The mixtures were compacted by cold uniaxial pressing and submitted to sintering at 1300°C, at the heating rate of 10°C/min, leveling to 120 min and the cooling rate of 5°C/min. The sintered samples after the rectification, were cut in rods in dimensions of (mm) 3x4x45, following the specifications under the regulation DIN EM 843-1 (ASM C 1161-90), and polished. The relative density was analyzed using Archimedes' method, crystalline phases were determined using X-Ray diffraction (XRD) and the microstructure through scanning electron microscopy (SEM), determining the size and the morphological aspects and average grain size of the samples. The hardness and fracture toughness of these sintered materials were evaluated using the Vickers' indentation method. The bending strength and fatigue behavior were evaluated using four-point bending testing. The results indicated that the samples with the amounts of bioglass bigger than 10% display low relative density, whereas for samples with 3 and 5% have high densification, end up being indicated to structured applications. These results are related to the raise of monoclinic of the samples with 10%, which generate microcracking and, consequently the porosity increase. This effect interferes directly with the mechanical properties, which indicate that the 3 and 5% bioglass samples have hardness close to 1150 HV, fracture toughness of 6.1 to 6.3 MPam^{1/2}, and bending strength of 360 to 450 MPa. These results are greater than the ones related to monolithic zirconia (without adding the bioglass) and, the additive material with 10% bioglass which shows results sensibly inferior on the levels of 900 HV, maximum toughness of 4 to 5 MPam^{1/2}, bending strength to 125 MPa (Y-TZP) and 300 MPa (Y-TZP-10% bioglass). The results of the fatigue tests indicate that the samples respond with a huge scattered value, which are inherent to the microstructural material characteristics. These should happen are due to the heterogeneous dispersion of glasses (liquid phase) by the arrangement of ZrO₂ during the sintering process, promoting regions with different quantities on the intergranular phase, that make the formation of fields with different stress concentrations that are possibly responsible by the fractures in the material, and the respective subcritical growth of fracture during the tests of fatigue. Applying less tension in the test of fatigue, the limit of fatigue resistance displays an order to 220 MPa, to both compositions with 3 and 5% of bioglass.

Keywords: Dental Ceramics. Zirconia. Bioglass. Microstructure. Mechanical Properties. Fatigue.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	17
1.1	JUSTIFICATIVAS	18
1.2	OBJETIVOS	20
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	21
2.1	INTRODUÇÃO	21
2.2	CERÂMICAS	21
2.3	PROCESSAMENTO DE MATERIAIS CERÂMICOS	23
2.3.1	Características dos Pós Cerâmicos	23
2.3.2	Compactação dos Pós	24
2.3.2.1	Compactação Uniaxial	25
2.3.2.2	Compactação Isostática	26
2.3.3	Sinterização	27
2.3.3.1	Sinterização via Fase Sólida	27
2.3.3.1.1	Mecanismos de Transporte de Massa no Estado Sólido	30
2.3.3.2	Sinterização via Fase Líquida	31
2.3.3.2.1	Mecanismo de Sinterização via Fase Líquida	33
2.3.3.2.2	Estágios da Sinterização via Fase Líquida	41
2.4	CERÂMICAS À BASE DE ZIRCÔNIA	46
2.4.1	Zircônia – ZrO₂	46
2.4.2	Estrutura Cristalina da Zircônia	47
2.4.3	Zircônia Parcialmente Estabilizada (PSZ)	49
2.4.4	Zircônia Tetragonal Policristalina (TZP)	50
2.4.5	Mecanismos de Aumento da Tenacidade à Fratura Associado à Transformação Martensítica	56
2.4.5.1	Microtrincamento	56
2.4.5.2	Tensão de Compressão na Superfície da Cerâmica	58
2.4.5.3	Transformação de Fase Induzida por Tensão	60
2.4.6	Compósitos de Matriz Cerâmica	63
2.4.6.1	Análise Teórica	63
2.4.6.2	Avaliação Experimental	66
2.4.7	Utilização de Biovidros como Aditivo em Sinterização de Cerâmicas Estruturais	67
2.4.8	Breve Histórico do Desenvolvimento de Biovidros e Biovidros Cerâmicos	68
2.4.9	Modelo de Comportamento Mecânico	69
2.4.10	Efeitos da Adição de Vidro Sobre a Resistência e a Tenacidade da Cerâmica	72
2.4.11	Alguns Problemas com a Zircônia	73
2.4.11.1	Pura	74
2.4.11.2	Ligada	74

2.5	FADIGA	75
2.5.1	Breve Histórico	75
2.5.2	Conceitos Fundamentais	76
2.5.3	Mecanismos da Fadiga	78
2.5.3.1	Nucleação	78
2.5.3.2	Propagação da Trinca	79
2.5.3.3	Colapso	79
2.5.4	Curva “σ - N”	81
2.5.5	Resistência à Fadiga de Materiais Cerâmicos	83
2.5.6	Ensaio de Flexão/Fadiga a 4 pontos	84
2.5.7	Mecanismos de Crescimento de Trinca-“METAIS x CERÂMICAS”	85
2.5.7.1	Crescimento de Trincas de Fadiga em Metais	85
2.5.7.2	Crescimento de Trincas de Fadiga em Cerâmicas	86
2.5.8	Teoria de Griffith da Fratura Frágil	89
2.5.9	Classificação das Fraturas	91
2.5.10	Tenacidade à Fratura	92
2.5.11	Fatores Influentes na Tenacidade à Fratura	93
2.5.12	Fatores Influentes na Habilidade do Material em Resistir ao Crescimento da Falha	93
2.5.13	Rugosidade Superficial	94
2.5.14	Determinação Experimental da Tenacidade à Fratura	95
2.5.14.1	Em Ensaio de Flexão	95
2.5.14.2	Em Ensaio de Dureza	95
2.5.15	Aspectos Estatísticos da Resistência Mecânica dos Materiais Cerâmicos	100
2.5.16	Estatística de Weibull	100
2.5.17	Fadiga em Cerâmicas	101
2.5.18	Evolução Significativa das Pesquisas em Cerâmicas	104
2.5.18.1	Interferência no Avanço da Trinca	104
2.5.18.2	Trincamento em Temperaturas Elevadas	105
2.5.18.3	Normalização de Tensão de Tempo Efetivo de Atuação da Carga	105
2.5.18.4	Análise Estatística de Fadiga em Cerâmicas Submetidas a Carregamento Cíclico	108
2.5.18.5	Previsão de Tempo de Vida sob Fadiga	108
2.5.18.6	Relação entre os Comportamentos de Fadiga Estática e Cíclica	109
2.5.19	Resumo das Principais Publicações Relativas à Fadiga de Cerâmicas Diretamente Relacionadas com este Trabalho	110
2.6	BIOMATERIAL	152
2.6.1	Classificação dos Biomateriais quanto a Resposta Biológica	154
2.6.1.1	Materiais Bioinertes	155
2.6.1.2	Materiais Biorreativos	156
2.6.1.3	Materiais Bioativos	156

Gracias por visitar este Libro Electrónico

Puedes leer la versión completa de este libro electrónico en diferentes formatos:

- HTML(Gratis / Disponible a todos los usuarios)
- PDF / TXT(Disponible a miembros V.I.P. Los miembros con una membresía básica pueden acceder hasta 5 libros electrónicos en formato PDF/TXT durante el mes.)
- Epub y Mobipocket (Exclusivos para miembros V.I.P.)

Para descargar este libro completo, tan solo seleccione el formato deseado, abajo:

