

AVALIAÇÃO DA TENACIDADE À FRATURA DE CERÂMICAS DENTÁRIAS ATRAVÉS DO MÉTODO DE ENTALHE - SEVNB (SINGLE EDGE V-NOTCHED BEAM)

L. A. Santos¹, C. Santos¹, R. C. Souza¹, S. Ribeiro¹, K. Strecker², R. Oberacker³

¹ EEL/ USP-DEMAR - Pólo Urbo-Industrial, s/n, Gleba AI-6, Lorena-SP, CEP. 12600-000, Brasil

² UFSJ/DME - Praça Frei Orlando 170, São João del Rei-MG, CEP 36307-352, Brasil

³ Universidade de Karlsruhe - Alemanha.

Luizbeto.santos@hotmail.com

RESUMO

Nesse trabalho, a tenacidade a fratura de diferentes cerâmicas a base de Al_2O_3 , ZrO_2 e seus compósitos foram determinadas utilizando, comparativamente, duas técnicas de medição, quais sejam: Método de indentação Vickers e método de entalhe –SEVNB (Single Edge V-Notched Beam. Amostras de Al_2O_3 monolítica, $ZrO_2(3\%Y_2O_3)$ microparticulado e $ZrO_2(3\%Y_2O_3)$ nanoparticulado, compósitos $ZrO_2-Al_2O_3$ e $Al_2O_3-ZrO_2$ foram sinterizadas em diferentes temperaturas. Após sinterização, as amostras foram caracterizadas por densidade relativa, difração de raios-X, microscopia eletrônica de varredura e as avaliações mecânicas da tenacidade por diferentes métodos de medição, indentação vickers e método SEVNB. Os resultados foram comparados em função dos materiais, dos resultados de densificação e os aspectos microestruturais. Além disso as vantagens e limitações de cada técnica de medição de propriedades foram discutidas.

Palavras-chave: tenacidade à fratura, cerâmicas, indentação Vickers, método SEVNB

INTRODUÇÃO

Materiais cerâmicos a base de alumina e zircônia (Al_2O_3 e ZrO_2) possuem biocompatibilidade⁽¹⁾. Os desenvolvimentos em melhoria da resistência mecânica e ganhos na confiabilidade fazem desses cerâmicos ($Al_2O_3-ZrO_2$), substitutos naturais em componentes protéticos restauradores, com vantagens de possuírem baixo custo, excelente estética, adaptabilidade e resistência mecânica. A tenacidade à

fratura é um importante critério de projeto para confecção de materiais cerâmicos odontológicos, devido às cargas mastigatórias envolvidas no processo de mastigação e a exigência de alta confiabilidade dos materiais envolvidos em uma prótese.

O método mais utilizado para avaliação da tenacidade à fratura é o método de indentação e medida das trincas⁽²⁾. Por causa das incertezas, envolvidas no método de indentação e medição de trincas, tem sido proposto o uso do método SEVNB⁽³⁻⁷⁾ (Single-Edge-V-Notched Beam) para avaliação da tenacidade à fratura.

A confiabilidade do método SEVNB deve-se ao fato de que ao se introduzir um entalhe no corpo-de-prova fica conhecido o valor do tamanho da falha inicial, desta forma certifica-se que a trinca propagará no modo I de fratura e elimina a possibilidade de se ter influência de imperfeições na ponta de início da propagação da trinca. Para determinação da tenacidade à fratura pelo método SEVNB, pode-se utilizar teste de flexão em 3 ou 4 pontos os quais são considerados idênticos pelo fato de não haver diferenças essenciais nos resultados.

A fratura ocorre quando o nível de tensão aplicado ultrapassa o valor crítico “ σ_C ”, indicado na equação (A). De modo semelhante o fator de intensidade de tensões na vizinhança, na ponta da trinca, mediante operações matemáticas envolvendo a geometria da trinca, chega-se à expressão⁽²⁾:

$$K_{IC} = Y \sigma_C \sqrt{\pi a} \dots \quad (A)$$

Nesta igualdade: “Y” representa um fator que depende a geometria da trinca; “ σ_C ” a tensão limite do avanço da trinca e “a” vem a ser a metade do comprimento de uma trinca interna.

A falha ocorre por Mecânica da Fratura quando o campo de tensões na ponta da trinca excede um valor crítico ou quando o valor de intensidade de tensão excede um valor crítico K_{IC} . O tamanho crítico de trinca pode ser então obtido por:

$$a_{crit.} = \frac{K_c^2}{Y^2 \sigma^2 \pi} \quad (B)$$

Nesse trabalho são avaliadas as tenacidades à fratura de diferentes cerâmicas dentárias utilizando-se comparativamente diferentes técnicas de medição.

MATERIAIS E MÉTODOS

Processamento

Os materiais utilizados neste trabalho foram:

- Óxido de zircônio (ZrO_2) tetragonal estabilizado com ítria (3%mol) importado pela empresa ProtMat materiais avançados – Brasil, com diferentes tamanhos de grão e;

- Óxido de alumínio (Al_2O_3), tipo SG-1000 da Almatis (grupo Alcoa).

A partir destes pós, foram preparadas composições de mistura variando o percentual de adição de alumina na zircônia, em 20% em peso. As misturas foram preparadas por misturação via úmido com moinho de atrito, em meio a álcool isopropílico onde os pós foram agitados por 4 horas. Após a moagem, foi efetuada a secagem dessas misturas, utilizando absorção a vácuo do líquido em excesso, e em seguida, estufa a $90^{\circ}C$, por 24h. Os pós foram desaglomerados e submetidos ao peneiramento utilizando peneiras de até 32m.

Foram confeccionados corpos à verde com medidas de 114 x 25 mm, para posterior desenvolvimento dos corpos-de-prova com 3 x 4 x 45 mm, a partir de prensagem uniaxial a frio sob pressão de 50MPa, por 30s.

As amostras foram sinterizadas em diferentes temperaturas conforme procedimento resumido na Tabela 1.

Tabela 1 – Condições de processamento utilizadas nesse trabalho.

Material	Temperatura final de sinterização ($^{\circ}C$)	Taxas de aquecimento e patamar de isoterma
ZrO ₂ micrométrica	1550	10 $^{\circ}C$ /min / 120min
ZrO ₂ nanométrica	1300	
ZrO ₂ nanométrica	1350	
Al ₂ O ₃ micrométrica	1600	
ZrO ₂ - Al ₂ O ₃ (20%)		
Al ₂ O ₃ - ZrO ₂ (20%)		

Após a sinterização, as placas foram cortadas e retificadas em barras retangulares para realização dos ensaios de flexão em 4 pontos e microdureza (3 x 4 x 45 mm). Após o desbaste, as amostras foram polidas com pastas de diamante na seqüência de 15, 9, 6, 3 e 1 μ m.

Caracterizações

As fases cristalinas presentes foram identificadas por difração de raios X, utilizando radiação Cu-K α com varredura entre 20⁰ e 80⁰, aplicando-se passo de 0,05⁰ e 3s/contagem.

O cálculo da massa específica das amostras sinterizadas foi executado utilizando o princípio de Arquimedes.

Observações dos materiais sinterizados por MEV (LEO 1450VP) foram executadas, no Laboratório de Microscopia do DEMAR-EEL-USP. Para revelação dos contornos de grão, as superfícies polidas sofreram ataque térmico, ao ar, a 1400⁰C, por 15 min, com taxa de aquecimento de 25⁰C/min.

Propriedades Mecânicas

Dureza Vickers (HV)

A metodologia utilizada para a determinação dos valores de dureza das amostras seguiu a norma ASTM C 1327-99. Foram realizadas 20 impressões Vickers nas superfícies de cada uma das amostras polidas, utilizando-se uma carga de 2000gf aplicada durante 30s. Foi utilizado microdurômetro modelo MICROMET2004. Após a medição das diagonais de impressão, foram calculados os valores da dureza Vickers do material (GPa), conforme a Equação (C):

$$HV = 0,0018544 \left(\frac{P}{d^2} \right) \quad (C)$$

Onde: HV = Dureza Vickers (GPa); P = carga aplicada (N); d = média aritmética do comprimento das duas diagonais (mm).

Resistência à Fratura por Flexão

A resistência à fratura (σ_f) foi determinada pelo ensaio de flexão em 4 pontos seguindo a norma DIN EM 843-1 (ASTM C 1161-90), à temperatura ambiente, com velocidade de carregamento de 0,5 mm/min com espaçamentos de 40 e 20 mm entre os roletes (l_1 e l_2), utilizando máquina universal de ensaios mecânicos, MTS-250kN. A resistência à flexão dos corpos de prova foi calculada utilizando a equação (D):

$$\sigma_f = \frac{3}{2} F_A \times \frac{(I_1 - I_2)}{b \times h^2} \quad (D)$$

Onde: σ_f = resistência à flexão [MPa]; F_a = carga de ruptura [N]; b = base das amostras [mm]; h = altura das amostras [mm]; l_1 = espaçamento maior entre os roletes de carregamento [mm]; l_2 = espaçamento menor entre os roletes de carregamento [mm].

Tenacidade à fratura (K_{IC}) – Método de Indentação Vickers

Para determinação dos valores de tenacidade à fratura pelo método de indentação Vickers, foi utilizada a norma ASTM C 1421-99⁽⁸⁾. A tenacidade à fratura foi calculada a partir das medidas de dureza realizadas, medindo-se o comprimento de trinca em cada vértice das indentações piramidais. Foi calculado o comprimento médio de trinca para cada uma das 21 indentações para obtenção da tenacidade das amostras (K_{IC}), utilizando a Equação (E). As medidas dos comprimentos das trincas foram realizadas logo após o ensaio de dureza, buscando evitar o crescimento lento de trinca após a impressão, iniciado pelo campo de tensão que atua após o carregamento.

$$K_{IC} = 0,016 \left(\frac{E}{H_V} \right)^{1/2} \cdot P \cdot b^{-3/2} \quad (E)$$

Onde: K_{IC} = Tenacidade à fratura [MPa.m^{1/2}] E = Módulo de elasticidade [GPa] = 290 GPa [17] H_V = Dureza Vickers [GPa] P = Carga de indentação [MPa] b = comprimento médio de trinca [m].

Tenacidade à fratura (K_{IC}) – Método SEVNB (Single-Edge-V-Notched Beam)

O método SEVNB é um método alternativo para a determinação da tenacidade à fratura⁽¹⁾ que permite obter valores confiáveis e que é também um método de relativamente fácil condução experimental. Nesse trabalho um dispositivo de flexão em 4 pontos com apoios de 40 e 20mm foi utilizado e a tenacidade à fratura foi calculada pelas Equações (F) a (H):

$$K_{IC} = \sigma \cdot \sqrt{a} \cdot Y = \frac{F}{B \cdot \sqrt{W}} \cdot \frac{(S_1 - S_2)}{W} \cdot \frac{3 \cdot \sqrt{a}}{2 \cdot (1 - \alpha)^{1.5}} \cdot Y \quad (F)$$

$$\alpha = \frac{a}{W} \tag{G}$$

$$Y = 1,9887 - 1,326\alpha - \frac{(3,49 - 0,68\alpha + 1,35\alpha^2) \cdot \alpha \cdot (1 - \alpha)}{(1 + \alpha)^2} \tag{H}$$

Onde: K_{IC} = a tenacidade à fratura, σ = resistência à fratura, F = carga de ruptura, B = altura da amostra, W = largura da amostra, S_1 = distância entre os apoios externos, S_2 = distância entre os apoios internos, ao comprimento médio do corte, α = profundidade relativa do corte e Y um fator geométrico.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Difração de Raios-X

A figura 1 apresenta os difratogramas de raios X de diferentes cerâmicas sinterizadas.

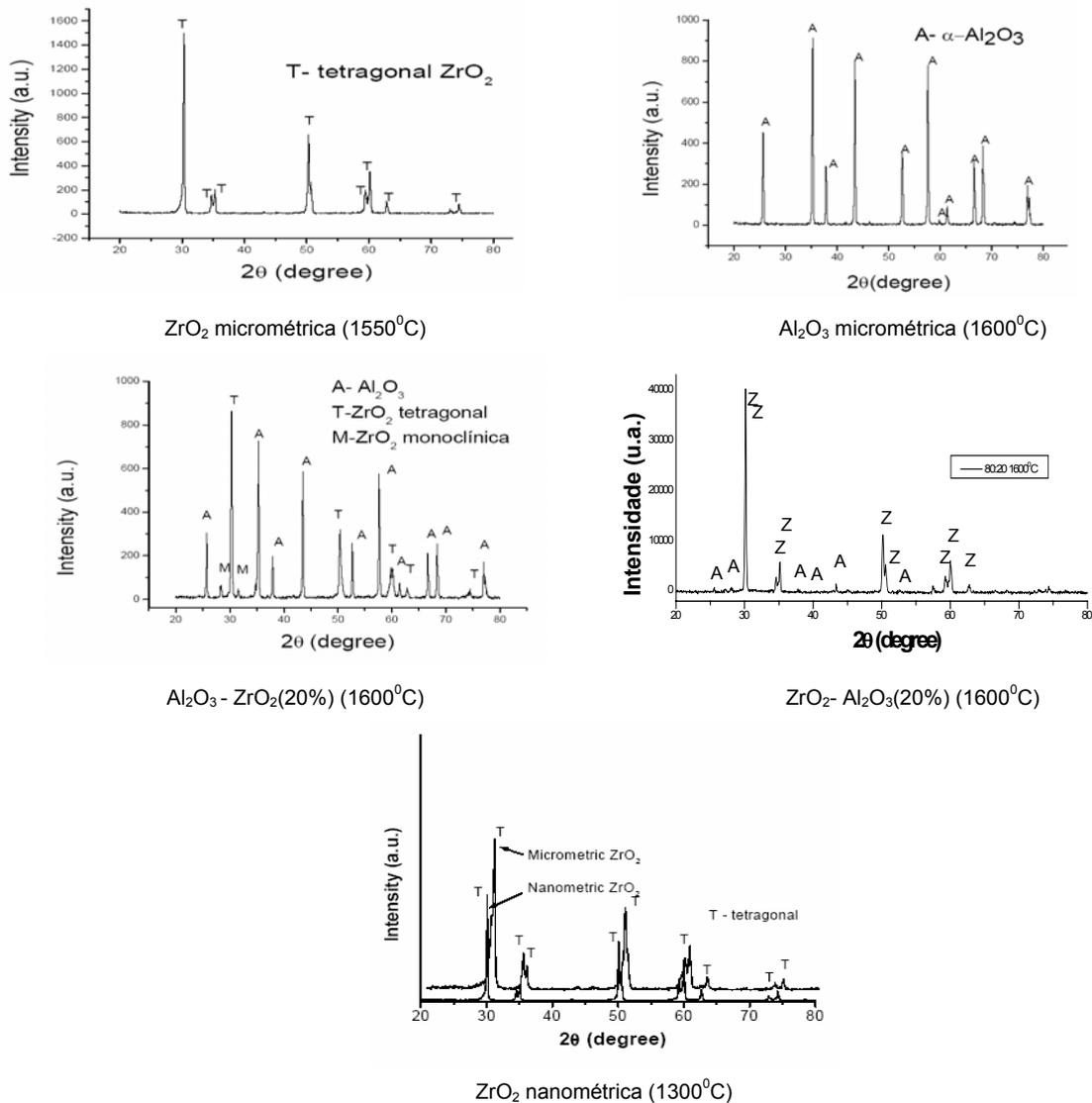


Figura 1 – Difratogramas de raios X das amostras sinterizadas.

Analisando os difratogramas, é observado que somente as fases ZrO_2 tetragonal e $\alpha-Al_2O_3$ estão presentes nos diferentes tipos de composição estudados nesse trabalho.

Densidade Relativa

Os resultados da densidade relativa das amostras sinterizadas estão apresentados na Tabela 2.

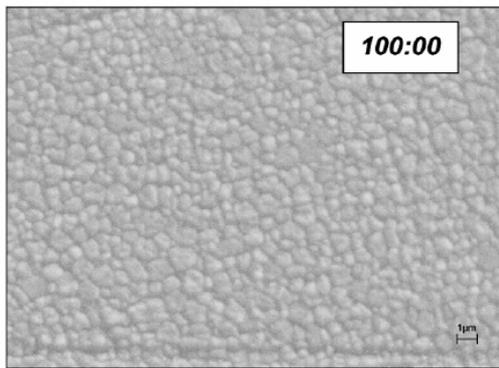
Tabela 2 – Resultados da densidade relativa das amostras após sinterização.

Material	Temperatura de sinterização ($^{\circ}C$)	Densidade relativa (%)
ZrO ₂ micrométrica	1550	99,8±0,2
ZrO ₂ nanométrica	1300	94,1±0,5
ZrO ₂ nanométrica	1350	99,8±0,2
Al ₂ O ₃ micrométrica	1600	97,5±0,7
ZrO ₂ - Al ₂ O ₃		99,2±0,3
Al ₂ O ₃ - ZrO ₂		98,8±0,3

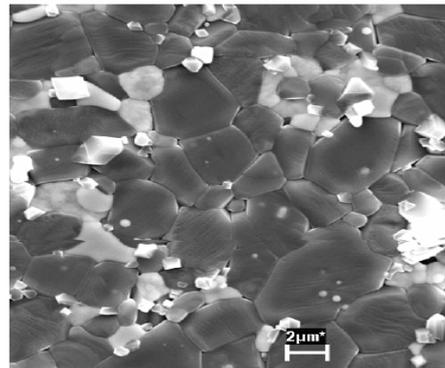
Os resultados encontrados nas amostras de Al₂O₃, Al₂O₃-ZrO₂ e ZrO₂ nanométrica (1300^oC) apresentam menores valores de densidades relativas indicando presença de poros na estrutura do material, e conseqüentemente isso poderá afetar os resultados das propriedades mecânicas. Diferentemente das amostras de ZrO₂ micrométrico, ZrO₂ nanométrica (1350^oC), ZrO₂-Al₂O₃ e ZrO₂-Al₂O₃ nanométrica apresentam maiores valores de densidades relativas indicando baixo grau de porosidade.

Microestruturas

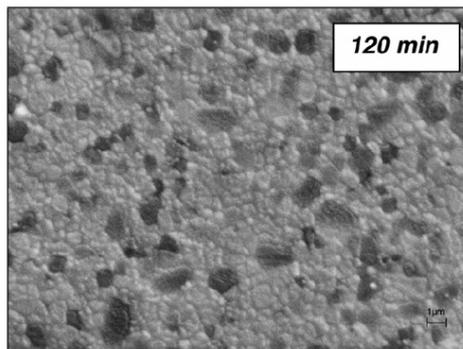
A figura 2 apresentam micrografias de diferentes cerâmicas estudadas nesse trabalho.



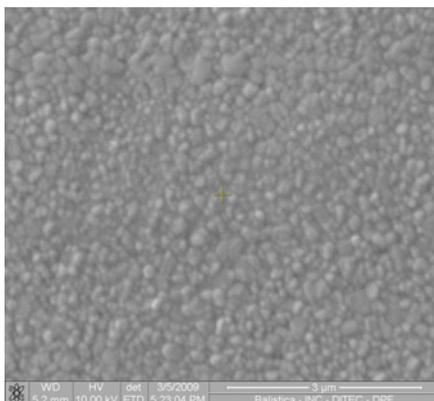
ZrO₂ micrométrica (1550°C)



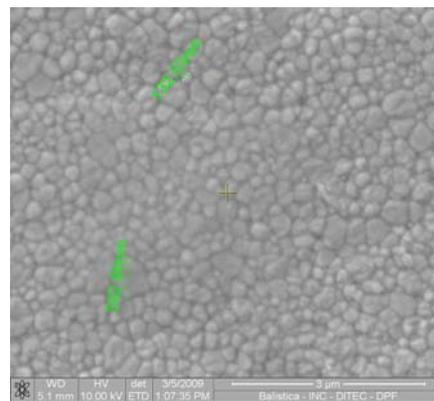
Al₂O₃- ZrO₂(20%) (1600°C)



ZrO₂- Al₂O₃(20%) (1600°C)



ZrO₂ nanométrica (1300°C)



ZrO₂ nanométrica (1350°C)

Figura 2 – Micrografia obtida por MEV das cerâmicas sinterizadas.

O tamanho médio dos grãos de Al₂O₃ no composto Al₂O₃-ZrO₂ é de 2μm e pela micrografia observamos que ocorreu aglomeração das partículas de Al₂O₃. Observa-se ainda que as partículas de Al₂O₃ não ficaram devidamente distribuídas na amostra possivelmente pela deficiência do processo de moagem.

O tamanho médio dos grãos de ZrO₂ micrométrico está em torno de 1μm da cerâmica ZrO₂. Observa-se que não há variações consideráveis nos tamanhos dos grãos analisados. Além disso, a presença da fase tetragonal identificada nos difratogramas possibilitará um maior valor de resistência mecânicas das amostras.

O tamanho médio dos grãos das zircônias nanométricas está em torno de 0,2 μm a 0,3 μm para amostras sinterizadas a 1300 $^{\circ}\text{C}$ e 1350 $^{\circ}\text{C}$. Além disso a micrografia do compósito $\text{ZrO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ sinterizada na temperatura de 1600 $^{\circ}\text{C}$ indica tamanho médio dos grãos menores que 1 μm .

Propriedades Mecânicas

A Tabela 3 apresenta o resumo das propriedades mecânicas avaliadas para diferentes cerâmicas sinterizadas.

Tabela 3 – Propriedades mecânicas das amostras sinterizadas

Material	HV (GPa)	σ_f (4 pontos)	K_{IC} (indentação)	K_{IC} (SEVNB)
ZrO ₂ micrométrica	12,9 ± 0,3	850 ± 40	9,1 ± 0,3	8,4 ± 0,15
ZrO ₂ nanométrica(1300 $^{\circ}\text{C}$)	12,2 ± 0,7	810 ± 30	8,4 ± 0,4	7,4 ± 0,6
ZrO ₂ nanométrica (1350 $^{\circ}\text{C}$)	13,2 ± 0,2	1020 ± 40	11,3 ± 0,2	10,1 ± 0,3
Al ₂ O ₃ micrométrica	15,3 ± 0,5	380 ± 90	4,5 ± 0,5	3,4 ± 0,2
ZrO ₂ - Al ₂ O ₃	15,2 ± 0,3	780 ± 40	8,2 ± 0,5	7,1 ± 0,3
Al ₂ O ₃ - ZrO ₂	14,1 ± 0,9	620 ± 30	7,2 ± 0,4	5,3 ± 0,5

Dureza e resistência a fratura

Os resultados indicam que a Al₂O₃ apresenta valores inferiores de tenacidade à fratura e resistência à flexão do que os outros materiais analisados. Com relação à dureza, o material apresentou dureza Vickers da ordem de 15,3GPa. Estes resultados estão coerentes com resultados apresentados na literatura. Os materiais nanométricos, compósitos ZrO₂-Al₂O₃ e ZrO₂ apresentaram maiores resultados de tenacidade à fratura e resistência a flexão, quando comparados com seus similares de microestrutura micrométrica. Em geral, a utilização de materiais nanoestruturados leva a um aumento médio de 10 a 20% na resistência a fratura por flexão.

Comparativo de resultados de tenacidade à fratura

Em respeito à tenacidade a fratura pode ser observado que os valores obtidos para a técnica de indentação Vickers são sempre superiores aos valores encontrados para a técnica SEVNB, com diferenças que podem variar de 8 a 30%, dependendo do tipo de material analisado. Essas diferenças podem ser relacionadas a microestrutura e aos campos de tensão que são gerados ao redor da indentação e que interferem diretamente nos resultados obtidos pela técnica de indentação Vickers. No caso das medidas realizadas pela técnica SEVNB, os resultados apesar

de inferiores, são muito mais próximos da realidade e, portanto mais confiáveis. Isso ocorre pelo fato de que nesses materiais um entalhe é gerado propositalmente sendo este o ponto iniciador do processo de fratura, e por onde, necessariamente, os materiais terão a propagação da trinca. Conhecendo de forma mais precisa as dimensões e geometria dessa falha e relacionando com as equações apresentadas anteriormente, pode-se prever a resistência à fratura do material, conhecendo os seus parâmetros fundamentais como módulo de elasticidade.

CONCLUSÕES

Diferentes materiais cerâmicos com potencial uso na confecção de materiais dentários foram sinterizados e caracterizados física e mecanicamente, com destaque para a avaliação da tenacidade a fratura por dois diferentes métodos. A técnica de indentação Vickers apresenta a vantagem de ser uma técnica simples e rápida que permite além da dureza Vickers, a tenacidade à fratura. Como desvantagem, está o fato de os resultados de tenacidade serem determinados a partir de trincas geradas como resposta a compressão realizada pelo indentador. Essas trincas estão sujeitas a uma série de esforços de dimensões e formas variadas, que geram como resposta, reflexos no crescimento das trincas, que por sua vez não refletirão os resultados reais de tenacidade à fratura desses materiais. Como alternativa o método SEVNB, que necessita de muito mais etapas preparatórias, permite que os resultados sejam mais confiáveis apesar de menores. Por ser realizado com a premissa de que apenas esforços trativos sejam realizados na superfície de fratura, e por possuir um entalhe previamente gerado que irá ser necessariamente o propagador da trinca, os resultados são mais próximos da realizado dos materiais, sendo então sugeridos para quando as aplicações são mais exigentes quanto a confiabilidade, como em aplicações em sistemas de próteses.

AGRADECIMENTOS

A FAPESP pelo apoio financeiro (processos 04/04386-1 e 06/50510-1).

REFERÊNCIAS

- [1] STEVENS, R., An introduction to zirconia: Zirconia and zirconia ceramics. 2nd Ed Twickenham: Magnesium elektrum, 1986, (Magnesium Elektron Publications, n113).
- [2] MUNZ, D., FETT., T., Ceramics – Mechanical properties, failure behavior, materials selection, Springer,1999, London.
- [3] KÜBLER J., Fracture toughness of ceramics using the SEVNB method: preliminary results, in: J.P. Singh (Ed.), Ceramic Engineering & Science Proceedings, American Ceramic Society, Vol. 18, Issue 4, 1997, pp. 155–162.
- [4] KÜBLER J., Fracture Toughness of Ceramics Using the SEVNB Method: Round Robin, VAMAS Report No.37/ESIS Document D2-99, EMPA. , Swiss Federal Laboratories for Materials Testing and Research, Dubendorf, Switzerland (1999).
- [5] DAMENY, D.J., DANZER, A., Method for fracture toughness testing of ceramics-ready for standardisation, in: M.W. Brawn, E.R. Riosand, K.J. Miller (Eds.), Fracture from Defects, Emas Publishing, 1998, pp. 491–496.
- [6] GOGOTSI, G.A. Fracture toughness of ceramics and ceramic matrix composites (SEVNB Method). Refractory and Technical Ceramics 11–12 (1998), pp. 7–13.
- [7] GOGOTSI, G.A. Fracture toughness of ceramics and ceramic composites Ceramics International 29 (2003) 777–784.
- [8] ASTM C1421-99, Standard Test Method for the Determination of Fracture Toughness of Advanced Ceramics at Ambient Temperature.

EVALUATION OF FRACTURE TOUGHNESS IN DENTAL CERAMICS USING INDENTATION AND SEVNB (SINGLE EDGE V-NOTCHED BEAM)-METHOD

ABSTRACT

In this work, the fracture toughness of different ceramics based on Al_2O_3 and ZrO_2 were evaluated using, comparatively two methods, Vickers indentation and SEVNB (Single Edge V-Notched Beam) method. Al_2O_3 , $ZrO_2(3\%Y_2O_3)$ micro-particled and $ZrO_2(3\%Y_2O_3)$ nanometric, $ZrO_2-Al_2O_3$ and $Al_2O_3-ZrO_2$ composites were sintered at different temperatures. Samples were characterized by relative density, X-ray

diffraction, SEM, and mechanical evaluation by hardness, bending strength and fracture toughness obtained by Vickers indentation and SEVNB-method. The results were presented comparing the densification and microstructural results. Furthermore, the advantages and limitations of each method were discussed..

Key-word: fracture toughness, ceramics, Vickers indentation method, SEVNB method.