

ANÁLISE DA INFLUÊNCIA DA SINTERIZAÇÃO DE ALUMINA E DO SISTEMA ALUMINA/ZIRCÔNIA EM FORNOS DE MICRO-ONDAS

M. Z. A. A. Maia⁽¹⁾, A. M. A. Maia⁽²⁾, V. J. da Silva⁽¹⁾, R. C. dos Santos⁽¹⁾; G. A. Neves⁽¹⁾, R. R. Menezes⁽¹⁾, L. N. L. Santana⁽¹⁾

(1)Universidade Federal de Campina Grande
Rua: Aprígio Veloso, 882

(2)Universidade Estadual da Paraíba
Campina Grande - PB
e-mail: lisiane@dema.ufcg.edu.br

RESUMO

Os óxidos de alumínio e zircônia são materiais cerâmicos bastante utilizados na fabricação produtos odontológicos, no entanto, as etapas de tratamento térmico exigem altas temperaturas. Visando diminuir o consumo de energia e o tempo necessário para os tratamentos térmicos, este trabalho tem como objetivo avaliar a influência da energia de micro-ondas sobre os processos térmicos de substrato de alumina e do sistema alumina/zircônia. As amostras foram confeccionadas por slip-casting e em seguidas submetidas a diferentes tratamentos térmicos. Para o forno de micro-ondas utilizou-se potências de 1,44 e 1,66 kW e tempos de permanência de 10, 15 e 20 minutos. As amostras foram submetidas à determinação de propriedades físico-mecânicas: resistência à flexão em três pontos, porosidade e microdureza Vickers. Pode-se concluir que, a energia de micro-ondas é promissora no processamento de cerâmicas odontológicas, reduzindo de forma significativa o tempo de queima.

Palavras-chaves: Alumina, zircônia, tratamento térmico, forno de micro-ondas.

INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de materiais odontológicos estéticos, resistentes e duráveis tem avançado significativamente nas últimas décadas. Nesse conceito, os materiais

cerâmicos puros, como coroas protéticas livres de metal, vêm sendo introduzidos com maior amplitude, visto a biocompatibilidade e estética favorável.

Os processos de fabricação de materiais cerâmicos são basicamente constituídos pelas etapas de formulação das massas, conformação, sinterização e acabamento final. No processo convencional de peças protéticas de materiais cerâmicos utiliza-se forno elétrico a vácuo, como ciclos de queima de longa duração, o que requer grande consumo de energia e tempo laboratorial.

A utilização de tecnologia de micro-ondas como uma fonte não convencional de energia vem atraindo interesses como uma alternativa para os processamentos térmicos convencionais (MENEZES et al., 2007; MENEZES et al., 2008; THOMAZINI et al., 2011; MARINIS et al., 2013).

Na área odontológica, a energia de micro-ondas tem sido usada em diversos procedimentos, tais como polimerização de resinas acrílicas, desinfecção ou esterilização de instrumentos e próteses odontológicas. Alguns pesquisadores (PRASAD et al., 2009) estudaram o efeito da tecnologia de micro-ondas sobre a vitrificação de cerâmicas odontológicas e analisaram três diferentes porcelanas quanto a vitrificação realizada em forno convencional e micro-ondas, estes verificaram que a resistência à flexão era similar quando comparadas quanto ao processo térmico de vitrificação.

Almazdi et al. (2012), compararam as propriedades mecânicas e físicas de amostras de blocos de zircônia odontológica estabilizada com itria, sinterizadas em forno convencional e forno de micro-ondas. Foi observado que a resistência à flexão não apresentou diferença significativa, a retração de queima para ambas as técnicas foi de 24,6%.

MATERIAIS E MÉTODOS

Para o desenvolvimento deste trabalho foram utilizados dois kits para confecção de próteses odontológicas: um de alumina e outro constituído de um compósito alumina com zircônia.

O processamento das amostras iniciou com a preparação da barbotina, que foi realizado de acordo com as normas estabelecidas pelas empresas fornecedoras das amostras. Após a obtenção das barbotinas de alumina e compósito alumina/zircônia foi iniciado o processo de conformação das amostras, com 10 amostras para cada

protocolo. Foi confeccionado molde de aço inoxidável com formato retangular, bi-partido, contendo 5 matrizes, com as seguintes dimensões: 20mm de comprimento, 4mm de largura e 2mm de altura de acordo com a norma ISO 6872. Também foi confeccionada uma base de gesso especial tipo IV (Durone – Dentsply – Argentina), preparada a partir de uma suspensão contendo 50g de gesso para 9,5ml de água destilada. Essa base dá suporte e auxilia na secagem e absorção da água da barbotina

Após a confecção das amostras, essas foram submetidas à secagem e posteriormente foram divididas em grupos para o tratamento térmico, o qual foi realizado em forno convencional (FC) e em forno de micro-ondas (MO).

Os corpos foram submetidos a dois ciclos de aquecimento, no primeiro se deu a retirada dos aditivos orgânicos para a produção de compactos com a porosidade adequada, para então no segundo ciclo queima se realizar o processo de infiltração do vidro. As amostras confeccionadas com alumina e alumina/zircônia foram submetidas ao tratamento térmico em forno convencional elétrico a vácuo, de acordo com as recomendações do fabricante. O forno de micro-ondas de uso doméstico foi adaptado para uso em laboratório, o mesmo tem potência total de 1800kW, 2,45GHz), porém foi utilizado com potência teste de 80 e 90 %, que equivale a 1,4 e 1,6kW, variando-se o tempo de 10, 15 e 20 minutos.

As amostras antes e após o processo de infiltração vítrea foram analisadas quanto a porosidade e resistência à flexão. A porosidade foi determinada segundo o princípio de Arquimedes e a resistência mecânica de acordo com a norma ISO 6872, utilizando uma máquina universal de ensaios, marca EMIC–Linha DL10.000,

As amostras foram submetidas a análise microestrutural, as quais foram polidas, metalizadas e analisadas por microscopia eletrônica de varredura, fabricado pela JEOL Modelo-636. Algumas amostras fraturadas foram planificadas transversalmente com disco diamantado e micromotor elétrico e em seguida, embutidas em cano PVC e resina acrílica para propiciar o polimento em politriz giratória com lixas d'água de granulação 420, 600 e 1200. O polimento realizado proporcionou a observação de características ópticas diferenciadas, confirmadas quanto à infiltração vítrea através da mensuração da indentação, com parâmetros, segundo escala Vickers, em 500gf por 10 segundos.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 1 apresenta os resultados de resistência à flexão em três pontos e porosidade aparente das amostras de alumina submetidas à primeira queima em forno de micro-ondas, potência de 1,4kW durante 10, 15 e 20 minutos e em forno convencional ($T=1120^{\circ}\text{C}$) e para a segunda queima (infiltração) com potência de 1,4kW por 10 e 20 minutos. A infiltração do vidro foi realizada nos dois lado das amostras.

Observa-se que, para a primeira queima em forno de micro-ondas, com o aumento do tempo houve uma melhora da resistência mecânica, estatisticamente significativa. Os valores de resistência a flexão observados para as amostras sem infiltração, apesar de baixos, estão de acordo com o esperado, pois se trata de uma estrutura porosa e, poros são concentradores de tensão e reduzem a resistência mecânica, que será melhorada posteriormente após a infiltração do vidro. No entanto, as amostras submetidas aos protocolos de 1,4kW por 10 e 15 minutos foram excluídas visto que a amostra deve apresentar resistência mecânica suficiente para ser submetida ao manuseio e as etapas posteriores de processamento.

Tabela 1: Valores de resistência à flexão e porosidade aparente de amostras de alumina submetidas a protocolos de primeira e segunda queima, com infiltração em todos os lados, em forno micro-ondas e forno convencional.

Grupo 1 ^a queima	Resistência à Flexão	Porosidade Aparente	Grupo 2 ^a queima	Resistência à Flexão	Porosidade Aparente
AI 1,4/10	3,3 ±0,8 ^d	---	---	---	---
AI 1,4/15	10,4 ±1,1 ^c	---	---	---	---
AI 1,4/20	44,3 ±5,2 ^a	20,8 ± 0,5	AI 1,4/10	58,87±16,2 ^g	---
			AI 1,4/20	326,30±62,3 ^e	0,2 ±0,02
AI FConv	34,1 ±3,4 ^b	21,3 ± 0,6	AI FC	262,98 ±43,4 ^f	0,3 ±0,01
Valor de P*	<0,001*	<0,001*		<0,001**	

*Teste Mann-Whitney: comparação dois a dois entre as médias de diferentes protocolos de primeira queima, diferentes letras sobrescritas representa diferença estatística.

**Teste ANOVA: comparação entre médias dos protocolos de segunda queima.

Dessa forma o protocolo de primeira queima de 1,4kW por 20 minutos foi escolhido, visto maior proximidade com os valores obtidos em forno convencional

(1120°C), alcançando-se porosidade similar. Provavelmente, o aquecimento volumétrico proporcionou uma intensificação das ligações, redução de área de superfície, maior densificação e menor porosidade.

Após segunda queima, o valor encontrado para as amostras infiltradas durante 10 minutos foi 58,87 MPa, comparando estes valores com os de resistência à flexão das amostras antes da infiltração, verificou-se um aumento de apenas 1,4 vezes. Provavelmente não foi atingindo uma temperatura suficiente para favorecer a fusão e infiltração do vidro.

Com o aumento do tempo para 20 minutos, a resistência mecânica atingiu valores na faixa 326,30 MPa, dentro do especificado pela norma (ISO 6872 de 300-600MPa), e porosidade mínima de 0,3%, com pasta vítrea aplicada em todos os lados do corpo de prova. O resultado foi ainda melhor que às amostras do forno convencional, sendo um indicativo que a temperatura e o tempo foram suficientes para infiltração do vidro. Na etapa de infiltração o melhor ângulo de contato, entre o líquido (fase vítrea) e o substrato poroso de alumina, provavelmente proporcionou melhor espalhamento, preenchimento dos poros, reduzindo a quantidade de defeitos, passando a existir uma força de ligação entre as partículas de alumina e a fase vítrea, favorecendo as propriedades mecânicas.

As micrografias referentes às amostras da segunda queima com aplicação da pasta vítrea de todos os lados, submetidas aos protocolos de potência de 1,4 kW por 10 e 20 minutos em forno micro-ondas e forno convencional, justificaram através da morfologia, as diferenças previamente observadas nas caracterizações físico-mecânicas apresentadas.

A Figura 1 apresenta as micrografias eletrônicas das amostras de Vitro–Ceram Alumina submetidas aos dois tratamentos (1ª queima e infiltração) térmicos em forno micro-ondas, potência 1,4kW durante 10 e 20 minutos, respectivamente.

A análise microestrutural confirmou que o vidro não fundiu para o tratamento de 10 minutos, podendo-se observar a presença de partículas dispersas de alumina e de poros. Com o aumento do tempo, pode-se observar a presença de uma fase homogênea, relacionado a matriz de alumina infiltrada com fase vítrea, provavelmente uma maior temperatura deve ter sido alcançada, a qual favoreceu a formação da fase líquida do vidro que se difundiu sobre o substrato de alumina, preenchendo os poros.

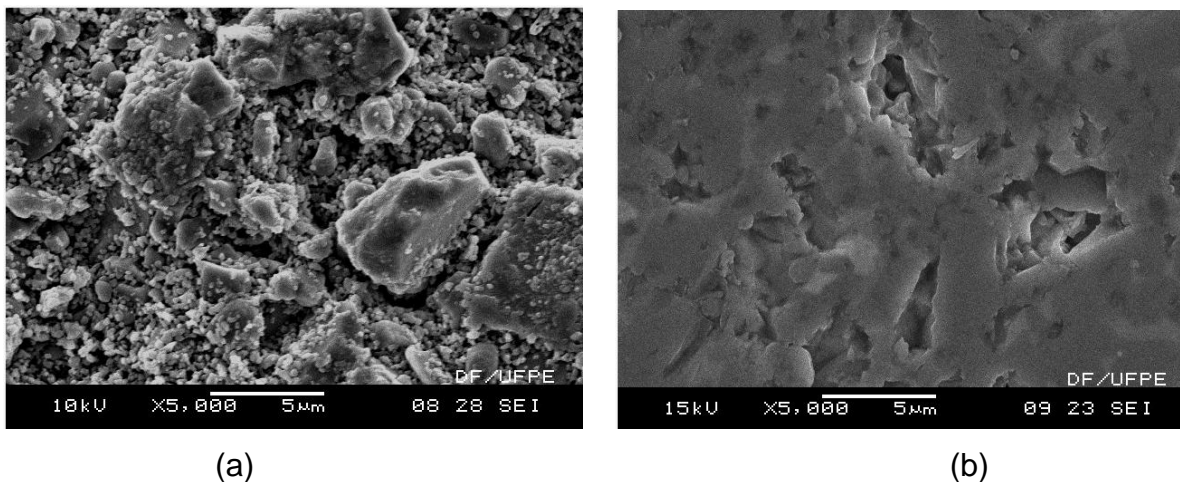


Figura 1: Micrografias das amostras de alumina submetida à segunda queima com potência de 1,4kW durante 10 (a) e 20 (b) minutos respectivamente.

A Tabela 2 apresenta os valores de resistência à flexão de amostras de alumina infiltradas com vidro em apenas um lado, em forno convencional e forno micro-ondas com potência 1,4kW e 1,6kW por 20 e 30 minutos

Tabela 2: Valores de resistência à flexão de amostras de alumina infiltradas com vidro em apenas um lado, em forno convencional e forno micro-ondas com potência 1,4kW e 1,6kW por 20 e 30 minutos.

Segunda queima	Média de Resistência à Flexão (MPa)	Redução da porosidade
Al 1,4/20	25,76 ± 1,8 ^c	24,1%
Al 1,4/30	77,43 ± 4,6 ^b	34,3%
Al 1,6/20	133,35 ± 8,1 ^a	43,3%
Al 1,6/30	105,25 ± 6,9 ^{ab}	58,6%
Al F Convencional	112,84 ± 7,2 ^{ab}	59,8%
Valor de p	<0,001*	

* Teste ANOVA na média entre os grupos; Teste Tukey descrito entre letras sobrescritas.

Pode observar que os valores apresentados pelas amostras submetidas a tratamento térmico em forno de micro-ondas, aplicando a menor potência (1,4kW), foi inferior ao alcançado para as amostras tratadas em forno convencional. No

entanto, com o aumento da potência e do tempo os valores obtidos foram satisfatórios, o que sugere que a temperatura alcançada com o aumento da potência permitiu maior difusão do vidro, alcançando-se estatisticamente valores compatíveis com as amostras submetidas a aquecimento em forno convencional. A faixa estabelecida para cerâmicas utilizadas em prótese odontológica na região anterior, segundo a Norma ISO 6872, consiste nos seguintes valores mínimos de resistência à flexão: 100MPa para infraestrutura cerâmica, 55MPa para cerâmica de corpo (dentina) e 50MPa para cerâmica de cobertura (esmalte), portanto, os resultados estão dentro dos valores recomendados.

A Tabela 3 apresenta os valores de resistência à flexão de amostras do compósito alumina/zircônia infiltradas com vidro em apenas um lado, em forno convencional e forno micro-ondas por 20 e 30 minutos. A variação da potência não apresentou influência na resistência a flexão, visto que, ao aumentar a potência e manter o tempo de 20 ou 30 minutos, não foi verificada diferença significativa nos resultados. O maior tempo de aquecimento proporcionou melhores resultados de resistência à flexão. O protocolo de 1,6kW por 30 minutos, apresentou porosidade e resistência a flexão mais próximas das amostras tratadas em forno convencional, provavelmente devido ao longo tempo de sinterização exigido pela zircônia, em torno de 10h em forno elétrico.

Tabela 3: Valores de resistência à flexão de amostras do compósito alumina/zircônia infiltradas com vidro em apenas um lado, em forno convencional e forno micro-ondas por 20 e 30 minutos.

Tempo de segunda queima	Média de Resistência à Flexão (MPa)	Redução da porosidade
Al Zr 1,4/20	18,09 ±2,3 ^b	12,9%
Al Zr 1,4/30	93,94 ±5,6 ^c	34,6%
Al Zr 1,6/20	42,86 ±3,4 ^b	22,9%
Al Zr 1,6/30	114,26 ±7,4 ^c	42,8%
Al Zr F convencional	140,6 ± 9,8 ^a	66,3%
Valor de p	<0,001*	

* Teste ANOVA na média entre os grupos; Teste Tukey descrito entre letras sobrescritas.

Através da análise da secção transversal polida das amostras dealumina infiltradas através da pasta vítrea aplicada apenas em uma das faces, foi possível diferenciar uma região infiltrada com vidro e uma região de substrato não infiltrado, visto que a superfície da alumina vitrificada apresenta um brilho reflexivo característico. A mensuração da penetração do vidro pode ser observada na secção transversal das amostras de alumina infiltradas em forno micro-ondas com potência de 1,4 e 1,6kW e tempos de 20 e 30 minutos esta apresentada na Figura 2, com espessura da camada vítrea em torno de 0,37 e 0,35 mm, respectivamente.

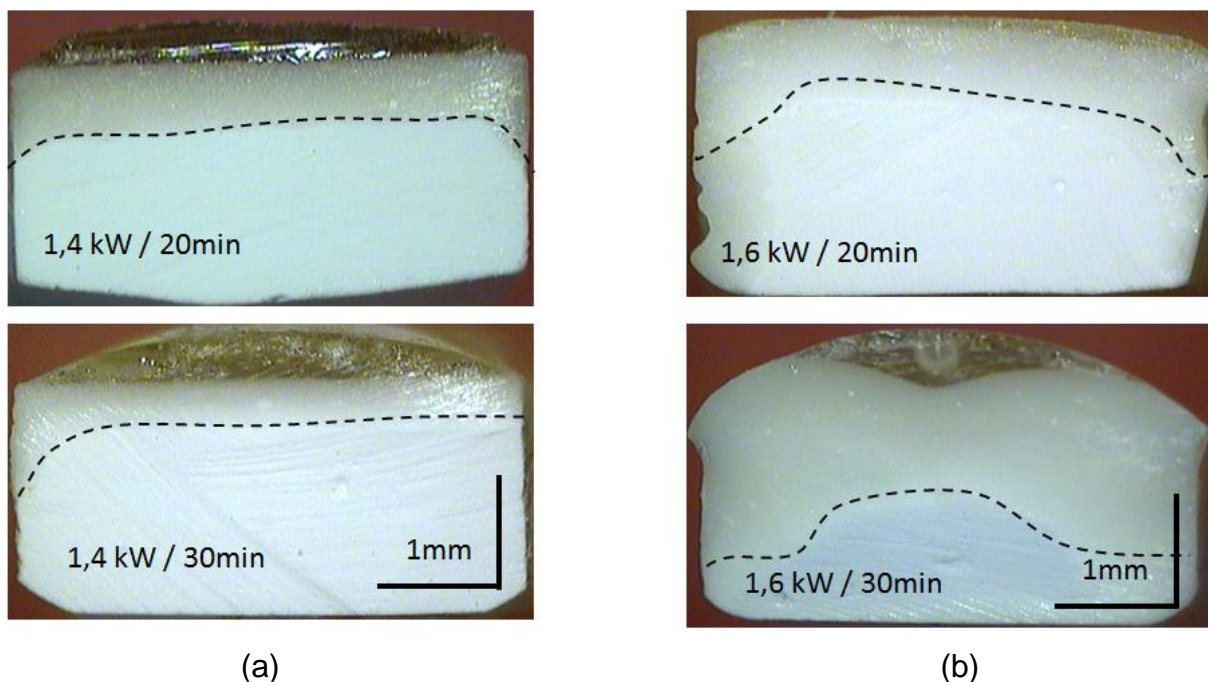


Figura 2: Secção transversal das amostras de alumina submetidas a 1,4kW(a) e 1,6kW (b), com 20 e 30 minutos de aquecimento durante infiltração vítrea.

A menor penetração vítrea pode estar relacionada com a menor viscosidade da fase líquida, como uma consequência da temperatura insuficiente para as condições ideais do processo de infiltração. Na região mais superficial observa-se o excesso da camada vítrea, em tonalidade amarelada, consequência comum neste tipo de processamento.

As amostras submetidas à potência de 1,6 kW e 20min apresentaram uma camada de vidro distribuída de forma mais uniforme sobre a superfície do substrato de alumina, compenetração média de 0,7mm, o dobro apresentado pelos grupos 1,4

kW com 20 e 30 minutos. O resultado aparentemente confirma a necessidade da aplicação de uma maior potência para se alcançar temperaturas mais altas.

A Tabela 4 apresenta os valores da espessura de camada vítrea mensurada e de microdureza. Pode-se observar que os valores de microdureza das amostras submetidas a tratamento térmico em micro-ondas foram aproximados.

Tabela 4: Valores da espessura e microdureza da camada vítrea linear, das amostras de alumina após infiltração vítrea, aquecidas em forno convencional e em forno micro-ondas.

Grupos	Espessura da camada vítrea (mm)	Microdureza Média (HV)
Al 1,4/20	0,31 ± 0,07	983,4 ± 75,2
Al 1,4/30	0,36 ± 0,03	1013,8 ± 45,2
Al 1,6/20	0,69 ± 0,12	1017,8 ± 103,9
Al 1,6/30	1,22 ± 0,27	1030,1 ± 79,5
Al F convencional	1,03 ± 0,05	1168,9 ± 159,8

Os valores alcançados foram próximos aos obtidos em trabalho realizado por FIGUEIREDO (2012), que foram de 1135MPa para a cerâmica infiltrada Alglass e 1210MPa para In-Ceram alumina. A mensuração da espessura da camada vítrea na seção transversal das amostras do compósito alumina/zircônia infiltradas em forno micro-ondas demonstrou que a potência de 1,4kW associada ao tempo de 20 minutos não promoveu penetração vítrea mensurável, em algumas amostras percebendo-se um máximo de 0,03mm, como demonstrado na Figura 3. Ao aumentar o tempo de sinterização de 20 para 30 minutos, na potência de 1,4kW, observou-se um aumento de penetração dez vezes maior, em torno de 0,34 mm, similar a penetração obtida nos corpos de prova de alumina.

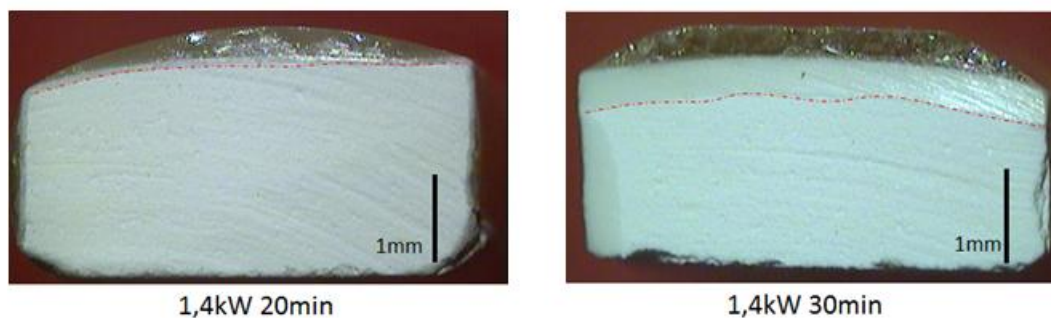


Figura 3: Secção transversal das amostras do composto alumina/zircônia submetidas a 1,4 kW, com 20 e 30 minutos de aquecimento durante infiltração vítrea.

A Tabela 5 apresenta os valores da espessura de camada vítrea mensurada e da microdureza qualitativa nessas áreas. Pode-se observar que os valores de microdureza das amostras submetidas a tratamento térmico em micro-ondas foram próximos, valor médio de 960HV.

Tabela 5: Microdureza das amostras do composto alumina/zircônia após infiltração vítrea e espessura de camada vítrea linear, medidas realizadas em três pontos para cada amostra.

Grupos	Espessura da camada vítrea (mm)	Microdureza Média (HV)
Al Zr F Convencional	1,21 ± 0,05	1025,5 ± 47,3
Al Zr 1,4/20	0,06 ± 0,009	---
Al Zr 1,4/30	0,35 ± 0,04	947,2 ± 52,2
Al Zr 1,6/20	0,13 ± 0,02	970,6 ± 80,1
Al Zr 1,6/30	0,42 ± 0,05	950,8 ± 86,9

Os valores inferiores de infiltração e resistência a flexão obtidos para o composto alumina/zircônia, podem estar relacionados à presença de poros com menores dimensões ou uma distribuição de tamanho de poros mais estreita no corpo sinterizado. O pó do composto alumina/zircônia apresenta uma distribuição de tamanho de partículas bimodal, com faixas bem definidas (sem sobreposições), o que pode implicar em poros menores. Poros menores irão requerer maior tempo para a infiltração do vidro, enquanto um material com poros maiores terá o fluxo de vidro (viscoso) facilitado no seu interior, não requerendo tempos tão longos para a infiltração.

CONCLUSÃO

A sinterização utilizando energia de micro-ondas possibilita em curtos ciclos de queima obter corpos cerâmicos com porosidade adequada para o processo de infiltração com pasta vítrea. Os resultados demonstraram que a diminuição da porosidade após infiltração vítrea tem forte correlação com o aumento da resistência a flexão, também verificado nas amostras com infiltração de todos os lados.

No tratamento térmico em micro-ondas a variação do tempo foi determinante para a infiltração do vidro no substrato do compósito alumina/zircônia, no entanto, não foram obtidas amostras com propriedades mecânicas similares as produzidas em forno convencional. As amostras de alumina sinterizadas aplicando-se potência de 1,6kW por 30 minutos, com energia de micro-ondas, apresentaram valores de resistência a flexão e porosidade próximos aos alcançados no forno convencional.

AGRADECIMENTOS

Ao Laboratório DENTAFIX, de prótese dentária, pela disponibilidade para a realização da sinterização das amostras no forno convencional. Ao Laboratório Lammea do Departamento de Mecânica, na pessoa do Professor João Batista, por toda ajuda e dedicação nos ensaios de microdureza.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

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

MARINIS, A., AQUILINO, STEVEN A, LUND, PS., GRATTON, DG., STANFORD, C M., DIAZ-ARNOLD, A M., QIAN, F. Fracture toughness of yttria-stabilized zirconia sintered in conventional and microwaves ovens. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 109, n. 3, p.165-171, 2013.

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

MENEZES, R.R.; SOUTO, P.M.; KIMINAMI, R.H.G.A. Microwave sintering of ceramics. Part I: Fundamental aspects. **Cerâmica**, v. 53, p. 1-10, 2007.

PRASAD, S.; MONACO, E. A; HYEONGIL, K; DAVIS, E L.; BREWER, J D. Comparison of porcelain surface and flexural strength obtained by microwave and

conventional oven glazing. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v.101, n. 1, p. 20-28, 2009.

THOMAZINI, D; GELFUSO, M.V.; CHINELLATO,A.S.; CHINELLATO,A.L.; SANSON,F.K.; NETO, F.T. Alumina ceramics obtained by chemical synthesis using conventional and microwave sintering. **Cerâmica**, v 57, p.45-49, 2011.

ANALYSIS OF INFLUENCE MICROWAVE SINTERING OF ALUMINA AND SYSTEM ALUMINA/ ZIRCONIA

ABSTRACT

Aluminum and zirconium oxides are ceramic materials widely used in manufacturing dental products, however, heat treatment steps require high temperature. Aiming to reduce the energy consumption and the required time for thermal treatments, this work aims to evaluate the mechanical properties of substrates prepared with alumina and alumina/zircônia using microwaves and conventional ovens. For the microwave oven it was used 1,44 and 1,66 kW and exposure time of 10, 15 and 20 minutes. The samples were subjected to the determination of physico-mechanical properties: porosity, flexural strength and Vickers hardness. Microstructural characterization was performed by optical microscopy and scanning electron microscopy. It can be concluded that the microwave energy is promising in the dental ceramics process, it significantly reduces the sintering time.

Keywords: alumina, zirconia, thermal treatment, microwave oven.