

Efeito da adição de Fe_2O_3 nas propriedades da zircônia estabilizada com ítria

Effect of Fe_2O_3 addition in yttria-stabilized zirconia properties

Pedro de Freitas Castro Mendes¹, Carlos Nelson Elias¹,
Heraldo Elias Salomão dos Santos¹

¹ Instituto Militar de Engenharia, Seção de Engenharia Mecânica e de Materiais, Laboratório de Biomateriais – Praça General Tibúrcio, 80, 22290-270, Praça Vermelha, Rio de Janeiro, RJ, Brasil e-mail: elias@ime.br

RESUMO

O óxido de zircônio (ZrO_2) policristalino parcialmente estabilizado com 3%mol de óxido de ítrio (Y_2O_3), ou 3Y-TZP, é usado como biomaterial nas restaurações protéticas odontológicas. Esta indicação possui limitação devido à coloração branca e alta opacidade da zircônia. Para melhorar a estética sem comprometer o desempenho funcional são adicionados outros óxidos à zircônia. Esta adição modifica a coloração da zircônia para tonalidades próximas a dos dentes naturais. Este trabalho avaliou o efeito da adição do Fe_2O_3 na microestrutura, nas propriedades mecânicas e nas propriedades ópticas da 3Y-TZP. Foram preparados cinco grupos de amostras com diferentes percentuais de Fe_2O_3 . A caracterização química dos grupos foi realizada por fluorescência de raios-X (FRX). As propriedades mecânicas foram determinadas em ensaios de dureza e de resistência a flexão em quatro pontos. A análise quantitativa de transformação de fases foi realizada pelo método de Rietveld dos dados dos ensaios de difração de raios-X (DRX). O MEV foi usado para caracterizar a morfologia da superfície antes e após o ensaio de flexão. Os resultados mostraram que a adição do Fe_2O_3 influencia na transformação de fase, aumenta a dureza e a resistência à fratura por flexão quando sua concentração se encontra entre 0,02% e 0,17% do peso total. Acima dessa faixa de concentração, as amostras apresentaram perdas no desempenho mecânico. A adição de Fe_2O_3 não induziu mudanças significativas na densidade e no tamanho médio de grão.

Palavras-chave: Zircônia; óxido de ferro; biomateriais.

ABSTRACT

The zirconium oxide (ZrO_2) polycrystalline partially stabilized by yttrium oxide (Y_2O_3) at 3mol%, 3Y-TZP, has its use been increased as a biomaterial. However, as dental prosthetics, its indication is still limited because of its white color and high opacity. Seeking improvements regarding aesthetics without compromising its functional performance, oxides such as iron oxide (Fe_2O_3) has been added to the microstructure of zirconia in order to provide a yellow-brownish color similar to natural teeth. This study evaluated the effect of adding Fe_2O_3 on the microstructure and mechanical and optical properties of 3Y-TZP. Five groups were investigated containing different concentrations of Fe_2O_3 . Firstly, a chemical characterization of each group was carried out through X-ray fluorescence test (XRF). Microstructural characterization was performed by density and average grain size measurements. Mechanical properties were evaluated by performing hardness and four points flexural strength tests. Quantitative analysis of phase transformation was done using the Rietveld method, for each group submitted to the test of X-ray diffraction (XRD). Fractography by SEM analysis were also made on the fracture surface of the samples from tensile test. The results showed that the Fe_2O_3 addition influenced the phase transformation process, and proportionally increased the samples hardness and flexural strength when their concentrations varied from 0.02% to 0.17% of the total weight. Above this range, the samples showed losses in their mechanical performance. The Fe_2O_3 additions showed no significant changes in the density and average grain size of 3Y-TZP.

Keywords: Zirconia; iron oxide; biomaterials.

1. INTRODUÇÃO

A zircônia é um material cerâmico policristalino, que possui resistência mecânica e tenacidade à fratura superior aos demais cerâmicos devido à sua capacidade de apresentar transformação de fase tetragonal para monoclinica (t-m) induzida por tensão. Esta característica pode ser amplamente controlada através dos processos de fabricação do produto final. DENRY e KELLY [1]

Entre as diversas áreas de aplicação da zircônia, pode-se destacar a área biomédica, devido à sua ótima biocompatibilidade, aliada às propriedades mecânicas. Na odontologia, seu uso é na fabricação de próteses cerâmicas de óxido de zircônio policristalino parcialmente estabilizado por óxido de ítrio (Y_2O_3) a 3% mol, conhecido como 3Y-TZP. GUAZZATO *et al.* [2]

O objetivo de uma restauração dentária é devolver ao paciente a função mastigatória e compor de forma harmoniosa os tecidos perdidos, imitando a estética dos dentes naturais. ZHAO *et al.* [3] Com este intuito, foram desenvolvidas estruturas metálicas recobertas com materiais cerâmicos e vitrocerâmicos. No entanto, estas próteses apresentam a incidência de lascamento do recobrimento e comprometem a mimetização dos tecidos dentários e a estética. Para melhorar a qualidade das próteses e substituir as ligas metálicas das infraestruturas, foram desenvolvidas cerâmicas a base de óxido de zircônio estabilizadas com ítria (3Y-TZP). As próteses destes materiais cerâmicos são usinadas com o emprego de sistemas CAD/CAM. Para a usinagem são utilizados blocos de 3Y-TZP pré-sinterizados. Os resultados obtidos são clinicamente confiáveis em relação às propriedades mecânicas CHRISTENSEN *et al.* [4]. SUAREZ *et al.* [5]. RAIGRODSKI *et al.* [6] No entanto, é possível perceber que os pacientes possuem prótese, uma vez que a zircônia por ser branca apresenta diferença dos tons amarelos dos dentes vizinhos ao da prótese, comprometendo a estética. Para minimizar este problema, a estrutura da prótese de zircônia usinada com o sistema CAD-CAM é recoberta por outro material cerâmico e com a tonalidade adequada para cada paciente. Este procedimento também apresenta o inconveniente que o recobrimento com cerâmico também pode sofrer lascamento (chipping), soltando-se da prótese de zircônia.

A interface de união entre a infraestrutura de zircônia e as cerâmicas vítreas utilizadas para o recobrimento, apesar de ser amplamente estudada, continua sendo crítica. O lascamento do recobrimento é associado às diferenças das propriedades mecânicas e físicas entre os materiais utilizados na estrutura e no recobrimento Lin *et al.* [7] Para solucionar este problema, foram idealizadas próteses totais de zircônia para evitar a diferença de tonalidades entre a prótese e os dentes naturais. O problema da coloração permanece, uma vez que coloração natural branca e o alto grau de opacidade da zircônia dificultam a obtenção das características ópticas encontrados nos dentes naturais humanos. A experiência clínica de um dos autores (Santos) mostrou que o emprego do recobrimento da restauração não apresenta bons resultados estéticos, principalmente na região anterior. Posteriormente, foram usadas técnicas de infiltrações, as quais apresentam difícil execução e baixa precisão dimensional. Além disto, são comercializados diferentes tipos de zircônia com vários graus de porosidade, afetando a cor final da prótese.

Atualmente, além da adição do óxido de ítrio (Y_2O_3) para estabilização da fase tetragonal à temperatura ambiente, tem-se pesquisado para a criação de pós cerâmicos a base de zircônia pré-coloridos. Nestes casos, faz-se a adição de óxidos para alterar a cor da zircônia, como o óxido de ferro (Fe_2O_3), que mesmo em baixas concentrações, afetam significativamente a coloração final do cerâmico KAYA [8]. Apesar de promissor, existe uma lacuna na literatura sobre a influência da adição dos óxidos nas propriedades mecânicas da zircônia metaestável. Estas propriedades são importantes no desempenho das próteses monolíticas de zircônia 3Y-TZP com características ópticas melhores, bem como a definição dos processos de fabricação e as mudanças na microestrutura.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Preparação das amostras

Para a usinagem das próteses dentárias de zircônia são empregados blocos com baixa dureza e resistência mecânica suficiente para ser manipulado sem fraturar. Para a confecção destes blocos são utilizadas misturas de pós cerâmicos compactadas na forma desejada. A seguir, os blocos “a verde” são aquecidos à baixa temperatura para obterem resistência mecânica e dureza adequada para a usinagem, recebendo a denominação de “blocos pré-sinterizados”. A zircônia é sinterizada somente após a usinagem CAD-CAM.

No presente trabalho foram confeccionados blocos pré-sinterizados a partir da mistura de pós de zircônia tetragonal estabilizada com Y_2O_3 a 3%mol (TZ-3Y) com e sem a adição de Fe_2O_3 (TZ-3Y-Fe) como agente colorante. A mistura e homogeneização foram realizadas com moinho de jarros Marconi (Marconi Equipamentos para Laboratórios Ltda, Piracicaba – SP). A homogeneidade da mistura foi verificada por microscopia. Foram preparados 5 grupos de blocos com diferentes percentuais do pó contendo de Fe_2O_3 . Os

grupos foram designados G1 (100% de zircônia TZ-3Y), G2 (75% TZ-3Y e 25% TZ-3Y-Fe), e assim sucessivamente, conforme mostrados na Tabela 1. A variação dos percentuais (TZ-3Y-Fe) teve como objetivo alterar a coloração da zircônia e obter tonalidades próximas às dos dentes naturais.

Tabela 1: Percentuais dos pós usados na preparação dos 5 grupos dos blocos de zircônia pré-sinterizados.

| | G1 | G2 | G3 | G4 | G5 |
|--------------|-----|----|----|----|-----|
| TZ-3Y (%) | 100 | 75 | 50 | 25 | 0 |
| TZ-3Y-Fe (%) | 0 | 25 | 50 | 75 | 100 |

De cada bloco pré-sinterizado foram cortados 10 corpos de prova com dimensões de 2,0 x 1,5 x 25 mm, conforme configuração A da norma ASTM C1161. Para os cortes dos corpos de prova foi usado um motor de 130W e 18.000 RPM (Bethil Ind. e Com. Ltda, São Paulo, Brasil) com disco diamantado (Microdant, São Paulo, Brasil).

Para a sinterização dos corpos de prova foram observadas as recomendações do fabricante quanto as velocidades de aquecimento, temperatura de sinterização, tempo no patamar e resfriamento. Nesta etapa foi usado um forno NBD 1700C (Henan Nobody Materials Science and Technology Co., Ltd, China), com taxa de aquecimento de 5 °C/min. A temperatura do patamar de sinterização foi mantida em 1530 °C por 2 horas e resfriamento com taxa de 5°C/min.

2.2 Caracterização

Para determinar a transformação de fase tetragonal para monoclinica e caracterizar as fases cristalinas do material estudado, foram feitos ensaios de difração de raios-X nas seguintes etapas do trabalho:

- Pós de 3Y-ZTP e Fe₂O₃ como recebidos (G1 e G5, com 100% de cada pó);
- Corpos de prova pré-sinterizados (G1 ao G5).
- Corpos de prova após a sinterização (G1 ao G5).
- Corpos de prova após o ensaio de flexão (G1 ao G5).

O difratômetro utilizado foi o modelo PANalytical X'Pert PRO. Os parâmetros utilizados foram os mesmos para todos os grupos e estão descritos na Tabela 2.

Tabela 2: Parâmetros utilizados para a análise por difração de raios X.

| | |
|------------------------------|------------|
| Tipo de <i>scan</i> | Contínuo |
| Ângulo inicial | 24,995° |
| Ângulo final | 79,992° |
| Passo angular (2 θ) | 0,0167113° |
| Tempo por passo (s) | 30,480 |
| Velocidade de scan (°/s) | 0,069630 |
| N° de passos | 3291 |
| Tempo de <i>scan</i> (h:m:s) | 00:13:43 |

Uma vez obtidos os difratogramas de raios-X, a análise quantitativa das fases presentes em cada amostra foi realizada com o software PANalytical X'Pert HighScore Plus v.3.0e. Os dados utilizados para a identificação dos picos referentes às fases cristalinas foram obtidos no banco de dados PDF2-2004 do International Centre for Diffraction Data (ICDD) e as fichas CIF foram extraídas do website da Inorganic Crystal Structure Database (ICSD).

O refinamento dos parâmetros obtidos a partir das estruturas cristalográficas foi realizado através do método de Rietveld. Esta técnica faz uso do método matemático de mínimos quadrados para refinar os perfis teóricos dos picos de difração até que esses perfis se apresentem muito próximos dos perfis medidos. Foi feito um refinamento manual dos vários parâmetros. Em alguns casos o refinamento foi repetido várias vezes em uma sequência considerada ótima pela literatura. A proximidade dos valores refinados com os valores

medidos é avaliada pelo parâmetro GOF (do inglês, Goodness of Fit, traduzido livremente para “Qualidade do ajuste”).

Os parâmetros refinados através dessa técnica foram:

1. Fator de escala
2. Background (4 coeficientes).
3. Perfil de pico.
4. Assimetria.
5. Parâmetros de Cagliotti (U, V e W).
6. Zero shift.
7. Deslocamento da amostra.
8. Célula unitária.

A caracterização da microestrutura dos corpos de prova sinterizados foi executada no microscópio eletrônico de varredura (MEV) modelo Quanta FEG 250, da FEI. Foram capturadas imagens da região de fratura dos corpos de prova submetidos ao ensaio de flexão por quatro pontos.

Antes das análises no MEV as amostras foram recoberta com platina. A deposição foi feita com o equipamento de deposição de filme de alto vácuo da Leica, modelo EM ACE600, corrente de 35 mA, taxa de *sputter* de 0,18 nm/s e duração de 22 segundos. O tamanho médio de grão foi determinado após a sinterização, lixamento, polimento e ataque térmico conforme sugestão da norma ASTM E-112 – 96/2004. Foi usado o método da interseção linear de Heyn.

2.3 Dureza

Foram realizados ensaios para determinar a dureza das amostras pré-sinterizadas com os diferentes percentuais de Fe₂O₃. A dureza dos blocos pré-sinterizados influencia no desgaste das fresas usadas na fabricação das próteses usinadas com sistema do tipo CAD-CAM.

Para o ensaio de dureza Vickers utilizou-se um microdurômetro Buehler Micromet 2003. A carga utilizada foi de 100gf e a microdureza medida em HV0,1. Para cada amostra, foram realizadas 5 medições e a partir de seus valores foi calculada a média e o desvio padrão. O ensaio foi realizado seguindo as recomendações da norma ASTM 1327-2008. No ensaio não foram detectadas microindentações fora do padrão de simetria, nem trincas com origem nos vértices das microindentações.

2.4 Resistência mecânica à fratura por flexão

Para a realização dos ensaios de flexão em quatro pontos foram observadas as recomendações da norma ASTM C1161-2008.

Conforme descrito anteriormente durante o processo de confecção dos corpos de prova, foi adotada a configuração A da norma, a qual recomenda que a distância L entre os roletes inferiores da base deve ser de 20mm, a distância entre os roletes superiores de L/2 (10mm). A taxa de carregamento adotada foi de 0,2mm/min e a célula de carga utilizada foi de 1000N. Os corpos de prova foram confeccionados com um comprimento de 25mm, tendo portanto, um excesso de 2,5mm de cada lado dos roletes inferiores. O ensaio foi realizado na máquina universal de ensaios mecânicos EMIC DL-10000 (EMIC, Brasil).

Os fragmentos dos corpos de prova após os ensaios de flexão foram recolhidos e suas partes identificadas para posterior análise no MEV. Além disso, as faces de fratura transversais também foram observadas no MEV, para a realização de uma análise qualitativa do tipo de fratura ocorrido durante o ensaio de flexão. A norma ASTM C1322 – 05b sugere o procedimento para caracterizar as origens de fraturas em cerâmicas avançadas.

2.5 Análise estatística

O método estatístico escolhido para analisar a distribuição dos valores de resistência à flexão foi o da distribuição de Weibull. Este é um método de distribuição de probabilidade contínua, muito utilizado no cálculo de confiabilidade. Em geral, sua aplicação visa determinar o tempo de vida médio ou probabilidade de falha de um material em função do tempo ou outro fator, no caso, da tensão aplicada sobre a barra.

O cálculo do módulo de Weibull (m), da tensão média de resistência (λ) e da probabilidade de sobrevivência (S), bem como o diagrama de Weibull de cada grupo de amostras foi realizado com emprego do *software* Origin Pro 8.5 (OriginLab Corp.).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O pó TZ-3Y apresentou 39,7% de fase monoclinica e 60,3% de fase tetragonal, enquanto que o pó TZ-3Y-Fe apresentou 42,3% e 57,7%, respectivamente. Essa diferença entre a quantidade de fases encontradas em cada pó pode ser explicada pela adição de Fe_2O_3 . Pode-se observar no difratograma (Fig 1) um pequeno deslocamento dos picos referentes ao G5 (azul) para a direita, além de uma diferença considerável na altura dos picos, o que podem ser indícios da influência do Fe_2O_3 na rede cristalina da zircônia parcialmente estabilizada com 3% de ítria. KELLY e DENRY [9]. VAGKOPOULOS [10]. KOUTAYAS *et al* [11].

Como esperado, após a sinterização, os corpos de prova apresentaram uma coloração amarronzada proveniente da adição do Fe_2O_3 . A coloração foi proporcionalmente mais intensa com o aumento da concentração de Fe_2O_3 (Fig 2).

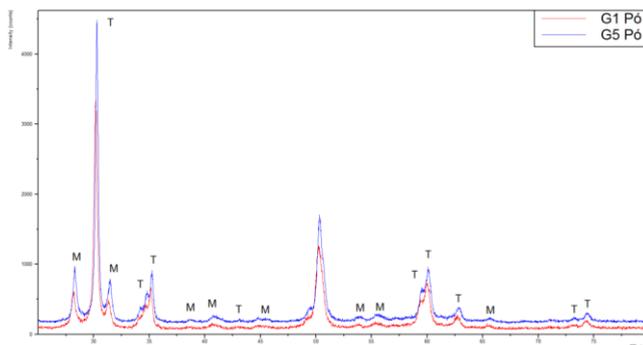


Figura 1: Difratograma dos pós TZ-3Y (G1) e TZ-3Y-Fe (G5).



Figura 2: Diferentes colorações dos corpos de prova dos grupos G2 (esquerda), G3, G4 e G5 (direita).

Os corpos de prova pré-sinterizados apresentaram diferentes percentuais da fase monoclinica (Fig 3). O grupo G1 apresentou maior percentual da fase monoclinica. Este resultado pode ser associado ao método de confecção dos corpos de prova em que houve o corte, desgaste mecânico e lixamento, ocasionando a transformação de fase tetragonal para monoclinica induzida por tensão. ZOLOTAR [12]. SANTOS [13].

Pode-se observar que o aumento do percentual da fase monoclinica é proporcional ao teor de óxido de ferro em cada grupo. Este aumento pode estar relacionado com uma melhor capacidade de transformação de fase induzida por tensão do material, tornando a peça cerâmica mais tenaz com o acréscimo de Fe_2O_3 .

Após a sinterização os corpos de prova não apresentaram percentuais significativos da fase monoclinica. O pequeno percentual da fase monoclinica era prevista [14], uma vez que o processo de sinterização ocorre acima da temperatura de transformação da fase tetragonal para monoclinica (aproximadamente 1170 °C). Durante o resfriamento, devido ao acréscimo de 3% de óxido de ítria, a fase tetragonal se manteve estável até atingir a temperatura ambiente. KELLY e DENRY [9]. Os mesmos corpos de prova foram analisados após a fratura por flexão por quatro pontos para determinar a influencia do carregamento na possível transformação de fase induzida por tensão (Fig 4).

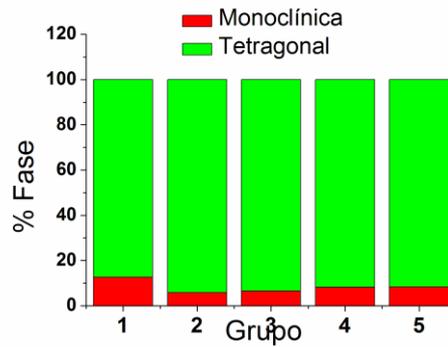


Figura 3: Percentuais das fases cristalinas nos corpos de prova pré-sinterizados.

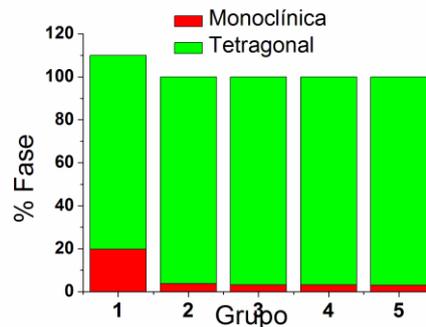


Figura 4: Percentuais das fases cristalinas nos corpos de prova sinterizados e submetidos ao ensaio de flexão.

O ensaio de dureza Vickers realizado nas amostras pré-sinterizadas mostrou que a adição de óxido de ferro influencia na dureza da zircônia. O aumento da dureza das amostras pré-sinterizadas foi proporcional ao percentual de Fe_2O_3 . A exceção a essa regra ocorreu quando se comparou os valores encontrados entre os G4 e G5, onde não foi observado aumento na dureza, mas sim uma diminuição de seu valor, mesmo para a amostra referente ao grupo G5 que possui uma concentração de Fe_2O_3 maior do que a do grupo G4. Este resultado sugere que um teor de Fe_2O_3 de até 0,17% pode influenciar no aumento da dureza da peça de zircônia parcialmente estabilizada com ítria a 3%. Valores acima de 0,17% influenciam negativamente na relação dos componentes microestruturais, refletindo nas propriedades mecânicas do material com um comportamento menos confiável.

Os valores de dureza das peças dos blocos de zircônia pré-sinterizados têm relevância na indústria, pois estão relacionados ao desgaste das ferramentas de corte utilizadas para a confecção das próteses cerâmicas no sistema de usinagem CAD/CAM. O aumento na dureza não é desejado e é uma desvantagem no custo-benefício final do produto. Os valores encontrados no ensaio de dureza HV0,1 estão listados na Tabela 3.

Tabela 3: Valores de dureza das amostras pré-sinterizadas de cada grupo.

| | G1 | G2 | G3 | G4 | G5 |
|----------------------|--------------|--------------|-------------|-------------|-------------|
| | 42,2 | 49,3 | 63,3 | 73,7 | 64,7 |
| | 40,1 | 49,3 | 55,3 | 73,1 | 74,3 |
| | 39,7 | 44,9 | 58,5 | 71,5 | 73,3 |
| | 40,3 | 50,5 | 50,5 | 74,4 | 68,7 |
| | 42,6 | 47,1 | 52,9 | 70,3 | 71,5 |
| Média (HV0,1) | 40,98 | 48,22 | 56,1 | 72,6 | 70,5 |
| Desvio Padrão | 1,3217 | 2,2253 | 4,996 | 1,6733 | 3,8781 |

Os resultados dos ensaios de flexão em quatro pontos forneceram informações importantes relacionadas ao comportamento mecânico da zircônia. Este tipo de ensaio simula as condições de carregamento encontradas nas próteses dentárias de três ou mais elementos. Na prótese, a região de pântico sofre cargas em mais

de um ponto durante os movimentos da mastigação. Este ensaio é indicado por apresentar melhor correlação entre o comportamento no laboratório e clínico. Este ensaio é o recomendado pela norma ASTM C 1161 – 02c para fins de caracterização do material usado em prótese dentária.

Na Tabela 4 são apresentados os valores encontrados no ensaio de flexão em quatro pontos. Foram utilizados 12 corpos de prova para cada grupo. Vale notar que houve uma dispersão considerável nos resultados encontrados, sobretudo no grupo G4, o que pode indicar certa instabilidade nas propriedades mecânicas relacionadas ao teor de Fe2O3 presente na microestrutura.

O tratamento estatístico de Weibull foi aplicado aos resultados do ensaio de resistência a flexão para determinar a confiabilidade do material com carregamento. O módulo de Weibull (m) está diretamente relacionado ao espalhamento nos valores de fratura das peças encontrado no ensaio.

Além disso, a tensão média de resistência, representada por λ , representa a tensão na qual a probabilidade de o material falhar é de 50%. Portanto, é tomada como medida de resistência final da amostra. Os valores de m e λ para os grupos G1 e G2 são mostrados nas Figuras 5 e 6, respectivamente.

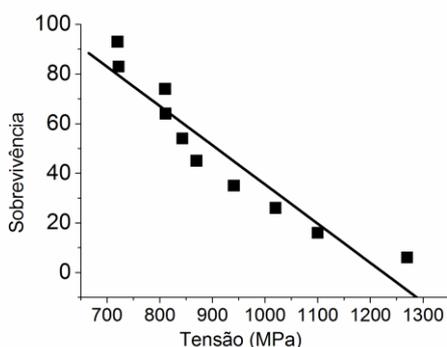


Figura 5: Distribuição de Weibull (G1).

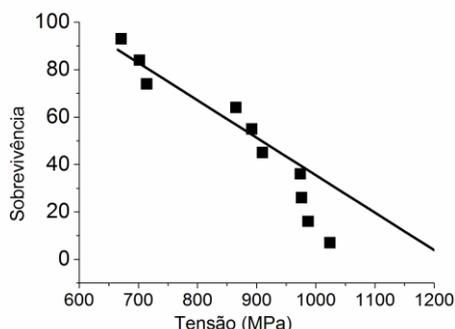


Figura 6: Distribuição de Weibull (G2).

Tabela 4: Resistência à fratura (MPa) obtida no ensaio de flexão em quatro pontos (G1-G5).

| | G1 | G2 | G3 | G4 | G5 |
|----------------------|---------------|---------------|---------------|----------------|---------------|
| | 1025,65 | 724,2 | 847,51 | 1173,30 | 987,59 |
| | 850,61 | 752,48 | 873,75 | 1545,59 | 945,94 |
| | 887,83 | 730,71 | 830,21 | 1338,71 | 800,82 |
| | 995,78 | 770,89 | 857,09 | 1494,15 | 874,40 |
| | 993,02 | 797,44 | 878,80 | 994,69 | 1095,44 |
| | 905,69 | 775,555 | 850,77 | 937,97 | 1111,94 |
| | 746,58 | 796,13 | 923,31 | 737,96 | 917,32 |
| | 1001,50 | 718,32 | 874,24 | 947,93 | 704,45 |
| | 964,32 | 731,33 | 880,34 | 934,10 | 976,98 |
| | 878,87 | 842,76 | 881,85 | 994,19 | 927,05 |
| | 717,40 | 737,65 | 783,55 | 1062,53 | 1074,88 |
| | 1000,22 | 755,93 | 856,46 | 1095,51 | 874,97 |
| Média (MPa) | 913,96 | 761,12 | 861,49 | 1104,72 | 940,98 |
| Desvio Padrão | 102,56 | 37,14 | 33,86 | 242,65 | 120,47 |

Apesar dos grupos G4 e G5 apresentarem aumento na tensão média de resistência (λ), o valor do módulo de Weibull (m) reflete uma maior dispersão nos resultados obtidos nos ensaios de flexão, o que diminui a confiabilidade dos materiais cerâmicos com as proporções testadas, já que a chance de fratura em determinada tensão é maior quando comparado aos demais grupos. Este comportamento também pode ser identificado pela menor inclinação da reta nos diagramas da distribuição de Weibull de cada grupo.

As amostras apresentaram características de fratura frágil típica de materiais cerâmicos densos e com pequeno tamanho de grão. Na Fig 7, a origem da fratura é o ponto levemente escurecido no lado esquerdo, local de divergência das trincas de propagação da fratura. Neste caso, a fratura teve origem na face do corpo de prova que foi submetida às forças de tração.

A região suave de “espelho” está presente próximo à origem da fratura, apresenta uma superfície lisa e planificada (Fig 7). Quanto maior esta região, maior é a energia necessária para ocorrer a fratura. A região “rugosa” possui estrias que se abrem em forma de leque e seguem a direção de propagação da trinca, tornando-se mais grosseira conforme se afastam da origem da trinca. Entre essas duas regiões está presente uma região de transição, chamada de região mista, onde são observadas estrias.

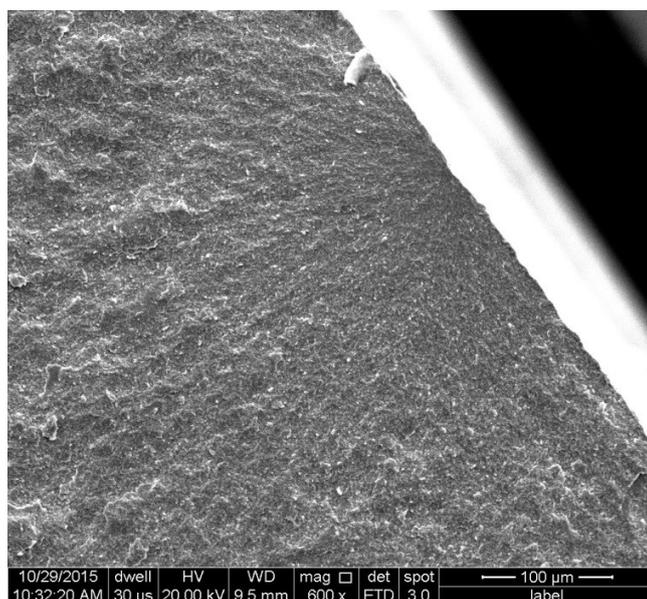


Figura 7: Morfologia representativa da superfície de fratura no ensaio de flexão em 4 pontos.

Assim como em trabalho anterior¹⁵, há necessidade de serem realizados ensaios para determinar a degradação hidrotérmica das propriedades mecânicas dos materiais analisados no presente trabalho.

4. CONCLUSÕES

O presente trabalho determinou a influência da adição de Fe_2O_3 nas propriedades mecânicas e na microestrutura da zircônia parcialmente estabilizada com 3% de ítria. Os resultados obtidos mostraram que:

- 1) A adição de Fe_2O_3 influencia nas propriedades mecânicas da zircônia. A resistência à fratura por flexão aumenta com a adição de percentual de Fe_2O_3 entre 0,02% e 0,17% e reduz com adição de 0,22%;
- 2) Com adições de 0,17% e 0,22% (grupos G4 e G5) houve aumento na tensão média de resistência (λ) à fratura por flexão. Porém o módulo de Weibull (m) diminuiu, indicando uma maior dispersão na resistência mecânica a flexão, e menor confiabilidade no desempenho;
- 3) As durezas das amostras pré-sinterizadas aumentaram proporcionalmente com a adição de Fe_2O_3 entre 0,02% e 0,17% e ligeira redução com adição de 0,22%.
- 4) Os espectros obtidos na difração de Raios-X mostraram que o percentual da fase monoclinica aumenta proporcionalmente com o teor de Fe_2O_3 ;
- 5) O aumento da fase monoclinica aumentou a tenacidade à fratura;
- 6) Para todos os grupos estudados, a fratura apresentou característica de frágil e intergranular, típica de materiais cerâmicos densos e com pequeno tamanho de grão.

5. BIBLIOGRAFIA

- [1] DENRY, I., KELLY, J., “State of the art of zirconia for dental applications”, *Dental Materials*, v. 24, n. 3, pp. 299-307, 2008.
- [2] GUAZZATO, M., “Strength, reliability and mode of fracture of bilayered porcelain/zirconia (Y-TZP) dental ceramics”, *Biomaterials*, v. 25, n. 20, pp. 5042-5052, 2004.
- [3] ZHAO J., SHEN, Z., SI, W., *et al.*, “Bi-colored zirconia as dental restoration ceramics”. *Ceramics International*, v. 39, n. 8, pp. 9277-9283, 2013.
- [4] CHRISTENSEN, G.J., “Ceramic vs porcelain-fused-to-metal crowns – give your patients a choice”, *Journal of the American Dental Association*, v. 125, n. 3, pp. 311-312, 314, 1994.
- [5] SUAREZ, M.J., LOZANO, J.F.L., SALIDO, M.P., *et al.*, Three-year clinical evaluation of in-ceram Zirconia posterior FPDs, *International Journal of Prosthodontics*, v.17, n.1, pp. 35-38, Jan-Feb 2004.
- [6] RAIGRODSKI, A.J., CHICHE, G.J., POTIKET, N., *et al.*, “The efficacy of posterior three-unit zirconium-oxide-based ceramic fixed partial dental prostheses: a perspective clinical pilot study”, *Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 96, n 4, pp. 237-244, 2006.
- [7] LIN, W.-S., ERCOLI, C., FENG, C., *et al.*, “The Effect of Core Material, Veneering Porcelain, and Fabrication Technique on the Biaxial Flexural Strength and Weibull Analysis of Selected Dental Ceramics”, *Journal of Prosthodontics*, v.21, pp. 353–362, 2012.
- [8] KAYA, G., “Production and characterization of self-colored dental zirconia blocks”, *Ceramics International*, v. 39, n. 1, pp. 511-517, 2013.
- [9] KELLY, R., DENRY, I., “Stabilized zirconia as a structural ceramic: An overview”, *Dental Materials*, v. 24, pp. 289-298, 2008.
- [10] VAGKOPOLOU, T., “Zirconia in dentistry: Part 1. Discovering the nature of an upcoming bioceramic”, *The European Journal of Esthetic Dentistry*, v. 4, n. 2, pp. 130-151, 2009.
- [11] KOUTAYAS, S.O., “Zirconia in dentistry: part 2. Evidence-based clinical breakthrough”, *The European Journal of Esthetic Dentistry*, v. 4, n. 4, pp. 348-380, 2009.
- [12] ZOLOTAR, M. S., Degradação da Microestrutura e da Tenacidade à Fratura da Zircônia Tetragonal Policristalina com Adições de Ítria em Meio Aquoso Fisiológico, Dissertação de M.Sc., Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP, Brasil, 1995.
- [13] SANTOS, H.E.S., Propriedades mecânicas da zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria submetida à degradação hidrotérmica, Dissertação de M.Sc., Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2012.
- [14] SOUZA, R.C., SANTOS C., BARBOZA M.J.R., *et al.*, “Performance of 3Y-TZP Bioceramics Under Cyclic Fatigue Loading”, *Materials Research*, v.11 n1, pp.89-92, 2008.
- [15] ELIAS, C.N., MELO, A.M., SANTOS, H.E.S. “Degradation and mechanical properties of zirconia 3-unit fixed dental prostheses machined on a CAD-CAM system”, *International Journal of Applied Ceramics Technology*, v.11, n.3, pp.513-523, 2014.