

**SINTERIZAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE BIOCERÂMICA  
FELDSPÁTICA PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA**

**ZULMIRA ALICE SOARES GUIMARÃES**

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE DARCY  
RIBEIRO – UENF

CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ  
MARÇO DE 2017

# **SINTERIZAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE BIOCERÂMICA FELDSPÁTICA PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA**

**ZULMIRA ALICE SOARES GUIMARÃES**

Tese apresentada ao Laboratório de Materiais Avançados (LAMAV) do Centro de Ciência e Tecnologia (CCT) da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro (UENF), como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Doutora em Engenharia e Ciência dos Materiais.

Orientador: Prof. Marcello Filgueira

CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ

ABRIL DE 2017

## FICHA CATALOGRÁFICA

Preparada pela Biblioteca do CCT / UENF

50/2017

Guimarães, Zulmira Alice Soares

Sinterização e caracterização de biocerâmica feldspática para aplicação odontológica / Zulmira Alice Soares Guimarães. – Campos dos Goytacazes, 2017.

95 f. : il.

Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais) --  
Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Centro de  
Ciência e Tecnologia. Laboratório de Materiais Avançados. Campos  
dos Goytacazes, 2017.

Orientador: Marcello Filgueira.

SINTERIZAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE BIOCERÂMICA  
FELDSPÁTICA PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA

**ZULMIRA ALICE SOARES GUIMARÃES**

Tese apresentada ao Centro de Ciência e Tecnologia da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Doutora em Engenharia e Ciência dos Materiais.

Aprovada em 07 de Abril de 2017

Comissão Examinadora:

---

Prof. Carlos Maurício Fontes Vieira (Doutor em Engenharia e Ciência dos Materiais)  
- UENF

---

Prof. Rogério Bolzan Mathias (Doutor em Engenharia e Ciência dos Materiais) –  
IFES

---

Prof<sup>a</sup>. Lara Pessin Rodrigues (Doutora em Engenharia e Ciência dos Materiais) -  
SEEDUC

---

Prof.. Michel Picanço Oliveira (Doutor em Engenharia e Ciência dos Materiais) -  
UCAM

---

Prof. Marcello Filgueira (Doutor em Engenharia e Ciência dos Materiais) - UENF  
(Orientador)

“No que diz respeito ao empenho, ao compromisso, ao esforço, à dedicação, não existe meio termo. Ou você faz uma coisa bem feita ou não faz.”

(Ayrton Senna da Silva)

## DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus pais, José Guimarães e Nely, que me apoiaram em todos os momentos para que eu alcançasse esse objetivo tão almejado.

Aos meus irmãos, que sempre me apoiaram e estiveram presentes nos melhores e piores momentos.

Ao meu companheiro Gustavo, que sonhou comigo e se dedicou, principalmente nesses momentos finais, acreditando e me fazendo acreditar que eu sou capaz de chegar ao fim do caminho.

## AGRADECIMENTOS

À Deus, por ter me capacitado para a realização desse sonho.

Ao professor e orientador Marcello Filgueira, pelo apoio, confiança e paciência dispensados a mim nessa jornada de seis anos entre mestrado e doutorado, com quem muito aprendi e sou eternamente grata.

À minha família, que acredita em mim, que muitas vezes abriu mão da minha presença, me apoiando na realização desse sonho. Peça fundamental e essencial à minha felicidade.

Aos meus sogros e meus cunhados que se tornaram também minha família, me apoiaram e incentivaram em todos os momentos ao longo da caminhada até aqui.

Ao meu companheiro Gustavo, fundamental para a realização desse trabalho. Meu grande incentivador, que nunca deixou que eu me abatesse diante dos obstáculos enfrentados ao longo desse trabalho.

A todos os amigos que fiz na UENF ao longo dessa caminhada: Isabela, Cássio, Eliete, Adriano, Matheus, Rogério, Humberto, Renata, Nicole, Emilene. As experiências trocadas, os cafés, os dias de estudo e de risos foram muito importantes para que o peso da responsabilidade se tornasse mais leve. Companheiros de jornada, levo-os no meu coração.

Especialmente aos amigos Valdenir e Everton, os quais sempre estão dispostos a me ouvir e me indicar os melhores caminhos, com quem posso contar e partilhar as experiências do dia a dia. Presentes que a UENF me proporcionou.

Especialmente as amigas Crislaine, Águida e Élide, com as quais convivi boa parte do tempo que estive em Campos dos Goytacazes, que se tornaram grandes amigas, confidentes. Obrigada pela companhia, pelas noites em claro, pelo apoio. Nossos dias foram inesquecíveis.

Ao técnico e amigo Michel, que me ajudou na condução dos experimentos, principalmente nos momentos finais do doutorado. Que sempre demonstrou boa vontade e companheirismo na UENF para com todos, ao qual tenho grande admiração.

Ao técnico e amigo Renan, por ter me recebido nos primeiros dias no LAMAV e ter me ensinado a conduzir os primeiros experimentos, que sempre esteve disposto a me ajudar no decorrer do trabalho, com bom humor, tornando os dias no LAMAV mais agradáveis.

Aos técnicos Sílvio e Gabriel, pelas análises realizadas no LAMAV, me atendendo com responsabilidade, sempre dispostos a fazer o melhor.

Aos amigos Luciano e Cristiane, que me receberam na UENF, e se tornaram grandes amigos. Obrigada pelas broncas e pelo companheirismo de sempre.

Ao professor Renato Augusto DaMatta por ter nos recebido no CBB e ter nos dado todo auxílio e apoio necessários para a realização de parte deste estudo.

Aos professores e funcionários do LAMAV, pelo apoio na realização dos ensaios e pelo incentivo diário.

A todos os amigos e familiares, que sempre me apoiaram e incentivaram na realização desse sonho.

## SUMÁRIO

ÍNDICE DE FIGURAS .....	iii
ÍNDICE DE TABELAS .....	v
LISTA DE ABREVIATURAS .....	vi
CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO .....	1
1.1. OBJETIVOS .....	3
1.1.1. Objetivo Geral.....	3
1.1.2. Objetivos Específicos.....	3
1.2. JUSTIFICATIVA .....	3
1.3 INEDITISMO .....	4
CAPÍTULO 2: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	6
2.1. Biocerâmicas.....	6
2.1.1. Cerâmicas Odontológicas .....	8
2.2. Feldspatos.....	13
2.2.1 Ocorrência e aplicação no Brasil .....	17
2.2.2 Biocerâmicas Feldspáticas para aplicações odontológicas .....	18
CAPÍTULO 3. MATERIAIS E MÉTODO .....	27
3.3. Processamento do Material Cerâmico .....	30
3.4. Caracterização das amostras Sinterizadas .....	31
3.4.1. Medidas de Densidade .....	31
3.4.2. Porosidade.....	32
3.4.3. Capacidade de absorção de água .....	33
3.4.4. Retração linear .....	33
3.4.5. Preparação Metalográfica.....	34
3.4.6. Análise Microestrutural .....	34
3.4.7. Difratomia de Raio X .....	35
3.4.9. Ensaio de Dureza Vickers (HV) .....	36
3.4.10. Tenacidade à fratura ( $K_{1c}$ ) .....	36

3.4.11. Ensaio de compressão .....	37
3.4.12. Tratamento estatístico dos dados para caracterização .....	37
3.5. Resposta Celular à Biocerâmica Feldspática .....	37
3.5.1. Cultura e manutenção de células VERO .....	37
3.5.2. Ensaio de Viabilidade .....	38
CAPÍTULO 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	40
4.1. Caracterização da matéria prima .....	40
4.1.1. Composição Química .....	40
4.1.2. Morfologia .....	40
4.1.3. Sedigrafia a Laser.....	42
4.1.4. Análises Térmicas .....	43
4.1.5. DRX .....	44
4.2. Caracterização da Biocerâmica Sinterizada.....	45
4.2.1. Propriedades Físicas .....	46
4.2.2. Análise Microestrutural .....	49
4.2.3. Análise Estrutural.....	58
4.2.4. Avaliação de Propriedades Mecânicas.....	63
4.3. Viabilidade Celular .....	70
CAPÍTULO 6. REFERÊNCIAS .....	74
APÊNDICES.....	88
APÊNDICE A: IDENTIFICAÇÃO POR DIFRAÇÃO DE RAIOS X DAS FASES PRESENTES NO FELDSPATO K.....	88
APÊNDICE B: ANÁLISE ESTATÍSTICA DO ENSAIO DE VIABILIDADE POR ANOVA.....	90
APÊNDICE C. RUGOSIDADE CALCULADA EM MICROSCÓPIO CONFOCAL .....	91
APENCIDE D: COMPOSIÇÃO DAS FASES OBTIDAS NO DRX OBTIDAS NO PROGRAMA ORINGI 9.....	92

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Classificação de cerâmicas para restauração proposta por Gracis et al.,(2015). .....	10
Figura 2. Amostra de pegmatito granítico, rico em feldspatos alcalinos, quartzo, e mica (IFBA, 2016). .....	14
Figura 3. (a) A unidade básica de construção da estrutura dos feldspatos são anéis de quatro membros de tetraedros, que se unem para formar uma camada (tetraedros distinguíveis T1 e T2, relacionados entre si por simetria). (b) Os anéis em uma camada se ligam a anéis nas camadas acima e abaixo, formando uma cadeia (Smith e Brown 1988). .....	15
Figura 4. Diagramas triangulares An-Ab-Or (em proporções moleculares) para o grupo dos feldspatos, ilustrando a nomenclatura dos feldspatos de temperaturas mais altas (com estruturas desordenadas) em a e mais baixas (estruturas ordenadas) em b (Vlach, 2002). .....	16
Figura 5. Restaurações cerâmicas, Onlay, Inlay e Coroa. ....	18
Figura 6. Diagrama de equilíbrio ternário $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-K}_2\text{O}$ . As porcelanas dentais são formuladas no intervalo entre 1000 e 1600°C (Kingery, 1992). .....	20
Figura 7. Estratificação de cerâmica feldspática de recobrimento sobre infraestrutura cerâmica. (Raposo, <i>et al.</i> , 2012). .....	24
Figura 8. Remanescente radicular (A), Reconstrução radicular com pino de fibra de vidro (B), Prova de Infraestrutura In Ceram Alumina (C), Caso finalizado (D) (Silva, 2009). .....	25
Figura 9. Aplicação do sistema Cerec CAD/CAM em um consultório odontológico. .	26
Figura 10. Fluxograma da metodologia utilizada nesse estudo. ....	27
Figura 11. Morfologia das partículas em pó de fedspato potássico, por MEV em aumento de 300X (A). Composição química das partículas em pó de fedspato potássico por EDS (B). .....	41
Figura 12. Representação gráfica da distribuição granulométrica do Feldspato potássico. ....	42
Figura 13. Curvas resultantes das análises térmica e termogravimétrica do feldspato K. ....	43

Figura 14. Difratoômetro de Raios-X do feldspato potássico em pó. ....	45
Figura 15. Amostras de Feldspato K sinterizadas, sobre suporte de alumina. ....	46
Figura 16. Micrografias de Microscopia Confocal da superfície da amostra estudada. ....	48
Figura 17. Micrografia de varredura da biocerâmica feldspática, evidenciando um poro. ....	49
Figura 18. Cerâmica feldspática sem tratamento metalográfico observada em Confocal. ....	50
Figura 19. Perfil de rugosidade da amostra em Microscópio confocal. ....	51
Figura 20. Cerâmica feldspática observada em confocal, após tratamento metalográfico. ....	52
Figura 21. Micrografia de varredura da superfície da amostra após tratamento metalográfico. ....	53
Figura 22. Micrografia da superfície da biocerâmica em estudo. ....	54
Figura 23. Composição química relativa ao ponto 1 na figura 14. ....	54
Figura 24. Composição química do ponto 2 na figura 14. ....	55
Figura 25. Composição química do ponto 3 na figura 14. ....	55
Figura 26. Micrografia de varredura destacando um grão de quartzo fraturado. ....	56
Figura 27. Mapeamento da superfície da amostra de biocerâmica. ....	57
Figura 28. Difratoograma da Biocerâmica sinterizada. ....	58
Figura 30. Composição das fases do material em estudo. ....	59
Figura 29. Diagrama de equilíbrio ternário $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-K}_2\text{O}$ (Kingery, 1992). ....	60
Figura 31. Espectro FTIR do Feldspato potássico em pó. ....	62
Figura 32. Espectro FTIR do feldspático potássico sinterizado. ....	62
Figura 33. Indentação observada em micrografia confocal. ....	64
Figura 34. Curvas tensão-deformação das amostras estudadas. ....	68
Figura 35. Viabilidade celular na presença de biocerâmica feldspática. ....	71

## ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1. Forma, fase e função de Biocerâmicos (Hench E Wilson, 1993).....	8
Tabela 2- Principais características e indicações dos diferentes sistemas cerâmicos (Gomes <i>et al.</i> , 2008). .....	12
Tabela 3- Características básicas dos Feldspatos (Lira e Neves, 2003).....	15
Tabela 4. Principais estatísticas do Brasil em 2014 (DNPM, 2016) .....	17
Tabela 5. Marcas comerciais de cerâmicas feldspáticas com aplicações odontológicas, indicações e resistência à flexão.....	21
Tabela 5. Propriedades mecânicas de diferentes tipos de cerâmicas ( Drumond, Thompson e Super, 2005; Yoshimura et al, 2005; Guazato et al, 2004 <sup>a</sup> ) .....	67
Tabela 7- Percentual de elementos em Feldspato K.....	39
Tabela 8. Resultados obtidos no estudo. ....	45
Tabela 9. Tenacidade à fratura de Biocerâmicas feldspáticas. ....	62
Tabela 10: Módulos de Elasticidade encontrados no estudo. ....	67

## LISTA DE ABREVIATURAS

Ab- Albita

An- Anortita

CAD- *Computer-aided design* – Desenho assistido por computador

CAM- *Computer-aided manufacturing* – Manufatura assistida por computador

CCT- Centro de Ciência e Tecnologia

DNPM- Departamento Nacional de Produção Mineral

DRX - Difração de raios X

DTA - Análise térmica diferencial

EDS - Espectroscopia de Energia Dispersiva

EDX- Energia dispersiva por raios x

FTIR- Espectroscopia de infravermelho por Transformada de Fourier

GPa- Gigapascal

LAMAV - Laboratório de Materiais Avançados

LECIV- Laboratório de Engenharia Civil

MCL - Microscopia confocal a laser

Mev - Microscopia Eletrônica de Varredura

MPa - Megapascal

MTT - 3-(4,5-dimetiltiazol-2-il)2,5-difenil brometo de tetrazolium

Or – Ortoclásio

PBS- *Phosphate buffered saline* – tampão fosfato salino

TGA - Análise termogravimétrica

## RESUMO

Nos últimos anos observa-se uma demanda significativa para procedimentos associados à estética dental, os quais além de proporcionar satisfação na aparência, tem importante papel social, uma vez que promovem a melhoria da autoestima da população, bem como suprem as necessidades funcionais como mastigação e deglutição, implicando diretamente na saúde, bem estar e qualidade de vida do indivíduo. Considerando que os profissionais têm optado pela redução da utilização de estruturas metálicas nas restaurações para obtenção de uma estética dental melhorada, essa tese propõe o controle e melhoria de propriedades físicas e mecânicas de uma biocerâmica feldspática, com base na metalurgia do pó, para utilização em restaurações odontológicas. Para tanto foram processadas amostras de Feldspato Potássico ( $K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$ ) via metalurgia do pó. As amostras foram misturadas e prensadas uniaxialmente à pressão de 200 MPa, sinterizadas a 1200°C, com taxa de aquecimento de 2°C por minuto, durante duas horas em forno tipo mufla. As amostras sinterizadas foram observadas por microscopia confocal e microscopia eletrônica de varredura, e foram caracterizadas quanto às propriedades físicas, microestruturais, estruturais e mecânicas, apresentando densidade relativa de 93% com porosidade aparente de  $2,23 \pm 0,97\%$  dureza de  $4,75 \pm 0,37$  GPa, tenacidade à fratura em torno de  $3,15 \pm 0,88$  MPa m<sup>1/2</sup>, resistência à compressão de  $278,08 \pm 96,51$  MPa e módulo de elasticidade de  $72,51 \pm 30,68$  GPa. Através de um ensaio de viabilidade celular, constatou-se ausência de toxicidade no material em estudo, atendendo os requisitos básicos para utilização como biocerâmica odontológica.

## ABSTRACT

In recent years there has been a significant demand for procedures associated with dental aesthetics, which besides satisfying appearance have an important social role, since they promote the improvement of the population's self-esteem, as well as provide functional needs such as chewing and Swallowing, directly implying the health, well-being and quality of life of the individual. Considering that professionals have chosen to reduce the use of metal structures in restorations to obtain an improved dental aesthetic, this thesis proposes the control and improvement of physical and mechanical properties of a feldspathic bioceramic based on powder metallurgy for use in Dental restorations. Samples of Potassium Feldspar ( $K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$ ) were processed through powder metallurgy. The samples were mixed and pressed uniaxially at 200MPa pressure, sintered at 1200°C, with heating rate of 2°C per minute, for two hours in a muffle furnace. The sintered samples were observed by confocal microscopy and scanning electron microscopy. They were characterized by physical, microstructural, structural and mechanical properties, presenting a relative density of 93% with an apparent porosity of  $2.23 \pm 0,97\%$ , hardness of  $4,75 \pm 0,37GPa$ , fracture toughness around  $3,15 MPa m^{1/2}$ , compressive strength of  $278,08 \pm 96,51MPa$  and modulus of elasticity of  $72,51 \pm 30,68 GPa$ . Through a cell viability assay, it was verified absence of toxicity in the study material, meeting the basic requirements for use as dental bioceramics.

## CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO

Um sorriso harmonioso é um pré-requisito ao bom convívio em sociedade e consequente ascensão profissional, influenciando, portanto, na qualidade de vida do indivíduo. Nesse sentido, a busca por soluções protéticas e restaurações estéticas se destaca na odontologia, motivando o aperfeiçoamento mecânico e tecnológico dos materiais restauradores (Souza *et al.*, 2007).

As razões mais frequentes que ocasionam perda da estética dental estão relacionadas à descoloração dos dentes por cáries, restaurações amplas e traumas, que podem ser revertidos por procedimentos restauradores (Chong, 1993; Baratieri *et al.*, 1995).

Atualmente, dentre os materiais restauradores estéticos, a cerâmica pode ser considerada a melhor escolha para reproduzir os dentes naturais, devido às vantagens como: estética, biocompatibilidade, resistência à compressão, condutibilidade térmica, radiopacidade, integridade marginal e estabilidade de cor semelhante à dos tecidos dentais (Zahran, 2008). De acordo com Rego *et al.*, (1997), a utilização da cerâmica em restaurações dentárias proporciona também menor retenção de placa bacteriana, além de apresentar boa resistência à abrasão.

As cerâmicas odontológicas foram utilizadas pela primeira vez, em 1774, na França, como dentes artificiais para próteses totais em substituição ao marfim. Ao longo do tempo, com a evolução científica, muitos estudos foram realizados com intuito de melhorar suas propriedades físicas e mecânicas para suprir as necessidades exigidas pela sociedade moderna (Kelly *et al.*, 1996).

As porcelanas feldspáticas foram as primeiras cerâmicas utilizadas como material de restauração dentária, apresentando excelentes propriedades como: translucidez, estabilidade química, compatibilidade biológica e resistência à abrasão, porém apresentaram baixa resistência mecânica, limitando sua utilização a áreas suscetíveis a baixas tensões (Seghi *et al.*, 1990; Roseblum e Schulman, 1997; Chain, 2000; Conceição, 2005).

Em meados do século XX as cerâmicas feldspáticas passaram a ser utilizadas em associação a metais, em restaurações metalocerâmicas, como alternativa à baixa resistência, o que proporcionou resultados satisfatórios em próteses fixas, mas limitou o resultado estético devido à ausência de translucidez do substrato metálico (Kina, 2005).

O desenvolvimento dos sistemas cerâmicos dentais e das novas tecnologias empregadas no processo de desenho e confecção, ocasionou o uso de coroas totalmente revestidas por cerâmicas como sendo uma excelente opção terapêutica, devido principalmente à sua semelhança ao dente natural e a alta taxa de sucesso clínico, juntamente à evolução de técnicas adesivas avançadas, que garantiram ao clínico e ao paciente a oportunidade de alcançar bons resultados em longo prazo (Heffernan *et al.*, 2002; Higashi *et al.*, 2006; Lins do Vale *et al.*, 2010; Grote, 2007).

Estudos sobre cerâmicas puras, livres de metal, constataram que estas possuem excelente estética; ausência de margem metálica; não possuem zona de sombreamento cervical; possuem biocompatibilidade; boa interação com tecidos gengivais, não apresentando correntes galvânicas, já que não existe presença de metal, e mantendo a saúde do tecido periodontal pulpar; além de baixa condutibilidade térmica e menor acúmulo de placa bacteriana (Rosa e Gresseir, 2001).

A microestrutura das porcelanas exerce significativo efeito nas propriedades físicas das mesmas, sendo dependente das condições de sinterização de cada fase da cerâmica, que ditará propriedades como coeficiente de expansão térmica, valores de resistência, solubilidade química, transparência e aparência (Della Bona e Anusavice, 2013).

Considerando que as restaurações de porcelana feldspática, por possuírem uma fase vítrea proporcionalmente maior do que a fase cristalina; conseguem reproduzir nuances de translucidez do esmalte de forma mais complexa e natural, esta tese propõe a introdução de uma biocerâmica composta por feldspato de potássio puro como material para utilização em restaurações dentárias. A metalurgia do pó é utilizada como base para controle de propriedades mecânicas e físicas do material.

## 1.1. OBJETIVOS

### 1.1.1. Objetivo Geral

O presente estudo tem como objetivo a sinterização e estudo de propriedades de uma biocerâmica de feldspato potássico puro ( $K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$ ), para utilização em reparações odontológicas.

### 1.1.2. Objetivos Específicos

Os objetivos específicos desse estudo são:

- Analisar a microestrutura da biocerâmica feldspática;
- Avaliar a influência das características microestruturais no comportamento mecânico do material;
- Analisar as propriedades mecânicas e físicas do material;
- Observar as mudanças de fase ocorridas após sinterização;
- Atestar a viabilidade celular na presença do feldspato potássico.

## 1.2. JUSTIFICATIVA

A necessidade de obtenção de novos materiais para substituição de partes do corpo humano danificadas conduziu à investigação de novos materiais utilizados para implantes.

Atualmente, embora os materiais biocerâmicos na odontologia estejam agregados ao uso de aditivos que auxiliam no processo de síntese e aumentam a resistência, ocorre uma busca desenfreada de uma odontologia estética, rápida e conservadora, considerando clinicamente atrativas as porcelanas dentais puras em função da sua estética, biocompatibilidade, inatividade química melhorada, propriedades físicas e mecânicas adequadas, além das suas

propriedades ópticas que, aliadas às suas características naturais, conferem -lhe a capacidade de ser o material sintético que mais se assemelha à estrutura dental (Clavijo *et al.*, 2008; Conrad *et al.*, 2007).

Estudos das rotas de síntese demonstram uma grande influência dos métodos de preparação sobre as propriedades das biocerâmicas, cujas variáveis determinantes destas propriedades como a estequiometria, a estrutura cristalina e a porosidade são essenciais para o comportamento biológico de tais materiais (Liu, 1996). Foram alcançadas melhorias nas propriedades mecânicas das cerâmicas pelo aprimoramento do método de processamento e pela introdução de novas fases cristalinas (Martins *et al.*, 2010).

Uma grande variedade de classes cerâmicas está disponível atualmente para distintas indicações, de acordo com seus fabricantes, porém, não existe um único sistema totalmente cerâmico capaz de ser empregado em todas as situações clínicas (uma vez que estes materiais são frágeis e suscetíveis à fratura por fadiga quando submetidos ao carregamento cíclico), mas conhecendo suas características e limitações, o profissional pode fazer a seleção apropriada do material para cada situação clínica (Lawn, Deng e Thompson, 2001; Zhang *et al.*, 2013).

Focando essencialmente no método de preparação, essa tese cria a possibilidade de uma biocerâmica, sem qualquer aditivo, para aplicação em reparações odontológicas, com características melhoradas somente pela técnica da metalurgia do pó.

Nesse contexto, o estudo serve de base para outras pesquisas relacionadas, além de ter potencial para geração de suposta patente.

### **1.3 INEDITISMO**

Desde sua introdução na odontologia as cerâmicas têm merecido atenção e destaque pela beleza e naturalidade com a qual conseguem substituir ou reparar os dentes, contribuindo para a saúde oral e conseqüentemente a qualidade de vida do indivíduo.

Apesar da evolução dos sistemas preventivos na odontologia, ainda é muito presente a necessidade de reabilitações de dentes de forma parcial ou total em função de cáries, fraturas, ou pela constante procura por estética.

As porcelanas feldspáticas foram as primeiras cerâmicas utilizadas como material de restauração dentária, apresentando excelentes propriedades como translucidez, estabilidade química, compatibilidade biológica e resistência à abrasão, porém apresentaram baixa resistência mecânica, limitando sua utilização a áreas suscetíveis a baixas tensões. Ao longo do tempo as cerâmicas feldspáticas foram reforçadas por óxidos, agregadas a metais em restaurações metalocerâmicas ou substituídas por materiais mais resistentes que suportam a força de oclusão proporcionada pela mastigação (Rosemblum e Schulman, 1997; Seghi *et al.*, 1990; Chain, 2000; Conceição, 2005).

Considerando que as restaurações odontológicas metalocerâmicas não reproduzem a translucidez ideal para o sucesso e satisfação do paciente, se comparadas às cerâmicas livres de metal, esta tese propõe sinterizar e caracterizar uma cerâmica de feldspato de potássio natural, com intuito de estudar suas propriedades físico-mecânicas com a técnica da metalurgia do pó.

Observa-se na literatura diferentes rotas de processamento, nas quais a sinterização ocorre, geralmente sob vácuo, ou como parte de tratamentos térmicos.

É importante afirmar que a rota de preparação por compactação e sinterização em atmosfera ambiente é reportada na literatura, mas não são encontrados dados de cerâmica de feldspato potássico puro com os parâmetros técnicos utilizados nesse estudo.

Trata-se de um trabalho inédito, no qual o processo de preparação da cerâmica ocorre de maneira simples, com baixo custo, mas com parâmetros técnicos até então não descritos na literatura, baseados em tempo e temperatura de sinterização controlados, na ausência de atmosfera protetora ou controle de pressão atmosférica.

## CAPÍTULO 2: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1. Biocerâmicas

As cerâmicas são materiais inorgânicos que consistem de elementos metálicos e não-metálicos, apresentando ligações covalentes, iônicas ou ambas (Smith, 1998).

A cerâmica tem sido utilizada na prática clínica, apresentando resultados satisfatórios, os quais são continuamente estudados para alcançar melhores performances.

O potencial das cerâmicas como biomateriais está na compatibilidade com o ambiente fisiológico, porque são compostas de íons comumente encontrados no meio ambiente e óxidos que apresentam baixa toxicidade aos tecidos do organismo (Moraes, 2004).

As cerâmicas utilizadas para a reparação e reconstrução de partes danificadas do organismo, mais especificamente do sistema músculo-esquelético, capazes de alcançar um comportamento fisiológico específico são denominadas biocerâmicas. Estas, de acordo com a resposta desenvolvida na interface osso/implante, podem ser (Hench, 1998):

- bioinertes, que não interagem química ou biologicamente com os tecidos do corpo humano ( alumina e zircônia);
- reabsorvíveis, que são degradadas ao longo do tempo e substituídas pelos tecidos (fosfato tricálcico);
- bioativas, que interagem com o corpo humano, ligando-se aos tecidos (hidroxiapatita, vidros bioativos);
- porosas, para o intracrescimento de tecido ósseo (alumina, metais revestidos com hidroxiapatita)

Para aplicações médicas, estes materiais são fornecidos na forma de pó, peças porosas, peças densas, misturas e revestimentos injetáveis.

As biocerâmicas possuem propriedades que permitem sua utilização na medicina e odontologia, como baixa densidade, estabilidade química, alta resistência ao desgaste, biocompatibilidade, semelhança estrutural ao componente inorgânico do osso, devido suas composições que contêm íons normalmente encontrados no ambiente fisiológico, como:  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$  e  $\text{Na}^+$  (Hench, 1998; Wang, 2003;

Abukawa *et al.*, 2006; Burg *et al.*, 2000). Suas limitações relacionam-se à baixa rigidez estrutural e à sua natureza porosa, o que restringe sua utilização em regiões de grande esforço mecânico (Wan *et al.*, 2006).

A resistência mecânica das biocerâmicas é controlada pelo tamanho de defeitos presentes na superfície ou volume das peças. Geralmente as trincas crescem no caminho onde há menor energia, como a fase vítrea. A velocidade de crescimento da trinca está condicionada ao tamanho inicial do defeito, ao ambiente químico e ao modelo e tempo de carregamento do material (Guazzato *et al.*, 2004; Taskonak *et al.*, 2007)

A aplicação de biocerâmicas para implantes encontra-se nas áreas ortopédica, buco-maxilo-facial e odontológica, para substituição de articulações, dentes, reparação de patologias periodontais, reconstrução maxilo-facial, substituição e estabilização da mandíbula, fusão espinhal, enxerto ósseo, e suporte para enzimas (Hench, 1993; Zavaglia, 1993; Bose *et al.*, 2002)

A utilização de cerâmicas como biomaterial ortopédico foi relatada em 1894, por Dreesman, que utilizou o gesso ( $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ ) como um possível substituto para ossos, o qual apresentou resistência mecânica muito baixa e foi completamente reabsorvido pelo organismo, resultando em uma rápida fragmentação e degradação, fato que praticamente excluiu esse material da utilização como biomaterial implantável.

Em 1969, Hench, apresentou, nos Estados Unidos, uma nova classe de materiais médicos conhecidos como biovidros, com uma excelente fixação aos ossos (Krieger, 2003).

O uso intenso de biocerâmicas, ocorreu, no entanto, a partir de meados do século XX, principalmente com a utilização de alumina ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ), devido a sua biocompatibilidade e elevada resistência mecânica e ao desgaste. Com o crescente desenvolvimento das pesquisas na área, outras biocerâmicas como vitrocerâmicas de sílica, fosfato de cálcio, hidroxiapatita, zircônia e compósitos são utilizados em reparações ósseas ou dentárias. A alumina atualmente é utilizada em próteses totais de quadril, na substituição da cabeça do fêmur e na substituição de dentes (Hench, 1993, Krieger, 2003).

Valet-Regí, 2010, relata que a primeira geração de biocerâmicas caracterizava-se por material inerte que visava substituir o osso natural; a segunda geração teve como objetivo apenas mimetizar funções relacionadas com a

biomineralização, e a terceira geração busca fornecer um sistema de andaime que ajuda as células ósseas executar seus processos.

Atualmente, biocerâmicas sintéticas de estrutura porosa, denominadas *scaffolds*, são utilizadas como suporte para células e indução de moléculas, capazes de conduzir a autorregeneração de tecidos. São utilizadas na engenharia de tecidos para tratamento de traumas e patologias ósseas, ou liberação controlada de fármacos (Burg *et al.*, 2000).

Produzido em diferentes formas, com diferentes fases, para diferentes funções de reparação do corpo, o material biocerâmico é indicado na medicina e odontologia como indicado na tabela 1.

Tabela 1. Forma, fase e função de Biocerâmicos (Hench e Wilson, 1993).

<b>Forma</b>	<b>Fase</b>	<b>Função</b>
<b>Pó</b>	Policristalino Vidro	Preenchimento de espaços ósseos, tratamento terapêutico, regeneração de tecidos.
<b>Revestimento</b>	Policristalino Vidro Vidro-cerâmico	Fixação de tecido, proteção contra corrosão, tromboresistência.
<b>Massa cerâmica</b>	Cristal único Policristalino Vidro Vidro-cerâmico Compósito (polifásicos)	Substituição e aumento de tecido, substituição de partes funcionais.

### 2.1.1. Cerâmicas Odontológicas

As cerâmicas odontológicas, tradicionalmente conhecidas por porcelanas dentais são materiais de aparência semelhante ao dente natural, devido sua adequada propriedade óptica e durabilidade química. São compostos inorgânicos de elementos metálicos (Alumínio, Cálcio, Lítio, Magnésio, Potássio, Sódio, Zircônio, Titânio) e não metálicos (Oxigênio, Silício, Boro, Flúor), que combinados resultam em duas fases principais: uma fase cristalina, opaca, com cristais dispersos,

circundada por uma fase vítrea de silicato, transparente e de estrutura espacial amorfa. A fase vítrea está relacionada com a translucidez do material, e a fase cristalina confere resistência (Gomes *et al.*, 2008; Baratieri *et al.*, 2015,).

De acordo com Kina (2005), as cerâmicas odontológicas são estruturas complexas, que apresentam núcleos cristalinos não incorporados à matriz vítrea formada, atuando como arcabouço de reforço, o que as torna mais resistentes que o vidro comum. Esta natureza vítrea e cristalina proporciona uma interação de reflexão óptica mais elaborada, bem semelhante à estrutura dentária.

Segundo Bottino *et al.*, (2001), a forma mais simples e comum de classificar porcelanas dentais é pela sua temperatura de fusão, onde:

- Porcelana de alta fusão – funde-se de 1290°C a 1370°C;
- Porcelana de média fusão- funde-se de 1090°C a 1260°C;
- Porcelana de baixa fusão - funde-se a 870 a 1065°C;
- Porcelana de ultra baixa fusão- funde-se a menos de 850°C.

Os autores consideram que a maior parte das porcelanas dentais disponíveis no mercado até então pode ser classificada como do tipo média e alta fusão, e afirmam que a classificação pela composição química também é importante.

Considerando o foco em indicações clínicas, diferentes classificações para as cerâmicas odontológicas têm sido propostas. Gracis *et al.*, (2015), propuseram um novo sistema de classificação de cerâmicas odontológicas restauradoras, com base nas fases presentes na composição química, que segundo os autores, permite a categorização dos materiais protéticos recentemente introduzidos. A classificação caracteriza tais cerâmicas em três famílias, que se dividem em subgrupos de acordo com sua composição (Fig 1):

- Cerâmica de matriz de vidro, a qual compõe-se de material cerâmico não metálico, inorgânico, que contém uma fase vítrea.
- Cerâmica policristalina é o material cerâmico não metálico, inorgânico.
- Cerâmica de matriz de resina é composta de matrizes de polímeros contendo predominantemente materiais refratários inorgânicos, podendo incluir porcelanas, vidros, cerâmica e vitro-cerâmica.

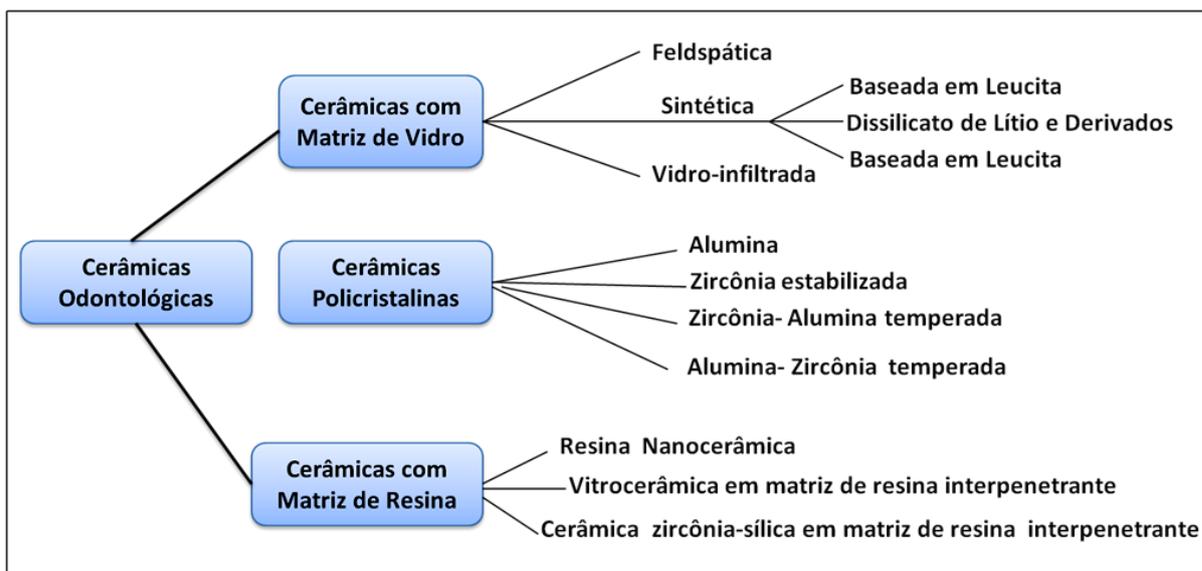


Figura 1. Classificação de cerâmicas para restauração proposta por Gracis *et al.*,(2015).

As porcelanas dentais devem apresentar fundibilidade, moldabilidade, injetabilidade, usinabilidade, cor, opacidade, translucidez, resistência à abrasão, resistência e tenacidade à fratura (Craig, 2013; Della Bona *et al.*, 2004).

De acordo com Burg e colaboradores (2000), nas últimas décadas houve um avanço em termos de propriedades mecânicas de cerâmicas, reduzindo a presença de defeitos e melhorando a microestrutura objetivando o aumento da resistência.

Acompanhando a evolução da odontologia, as cerâmicas odontológicas evoluíram e aperfeiçoaram suas características funcionais e estéticas.

Há indícios da utilização de cerâmicas na odontologia desde a civilização Maia, quando dentes perdidos eram substituídos por estruturas de madrepérola. No entanto, apenas no século XVIII, com registros datados de 1774, na França, a cerâmica começou a ser utilizada clinicamente em substituição ao marfim, na fabricação de dentes para próteses totais (Noort, 2004; Chevalier e Gremillard, 2009).

No final do século XIX, surgiram as próteses parciais fixas em cerâmica, denominadas de coroas de jaquetas, que passaram a ser amplamente utilizadas, desde que foi patenteada e desenvolvida a técnica da folha de platina (Shillingburg, 2014; Metzler, 1999).

As cerâmicas feldspáticas foram as pioneiras a serem confeccionadas sobre lâminas de platina, e embora possuíssem ótima qualidade estética, tiveram a

utilização limitada apenas para coroas unitárias anteriores em situações de pequeno stress oclusal, devido a baixa resistência (Bader e Shugars , 2009; Krämer *et al.*, 2009; Stevenson e Ibbetson , 2010; Kelly e Benetti, 2011, ).

Em meados do século XX, adicionou-se leucita à formulação da porcelana feldspática visando aumentar o coeficiente de expansão térmica e possibilitar sua fusão com certas ligas áureas, para confecção de coroas totais e próteses parciais fixas. Contudo, devido o custo elevado do ouro, gerou pesquisas em busca de uma liga alternativa de menor custo como a níquel-cromo e prata-paládio (Kelly *et al.*, 1996; Callegari *et al.*, 2008).

Após esse período, com o intuito de aumentar a resistência dos materiais cerâmicos surgiram aditivos como alumina, e óxidos, como de zircônia que proporcionaram maior resistência à flexão e tenacidade à fratura (Wagner e Chu, 1996; Guazzato *et al.*,2004; Jager *et al.*, 2006)

No final do século XX diversos sistemas foram introduzidos no mercado visando a confecção de restaurações cerâmicas livres de metal.

Foi comercializado o sistema In-Ceram (Vita), processado pela técnica de dupla sinterização (*slip casting*). Nesta técnica, é confeccionada, na primeira cocção, uma infraestrutura de óxido de alumínio, sobre um troquel de revestimento. Esta infra-estrutura, depois de sinterizada, recebe a cobertura de uma mistura de pó de óxido de lantânio com água destilada, proporcionando, após a difusão decorrente da segunda cocção, resistência à flexão e tenacidade à fratura ao redor de 430 MPa e 4,50 MPa.m<sup>1/2</sup> respectivamente. Completam o produto, *copings* com a adição de óxido de magnésio (InCeram Spinel), mais estéticos, porém com resistência à flexão e tenacidade à fratura inferiores, ao redor de 280 MPa e 1,79 MPa.m<sup>1/2</sup> respectivamente, e de zircônio (In-Ceram Zirconia), menos estéticos e mais resistentes, indicados para infra-estruturas de prótese parcial fixa, com resistência à flexão por volta de 630 MPa (Magne e Belser, 1997).

Também nessa época, foi disponibilizado o IPS Empress I, que utilizava leucita como reforço para a porcelana feldspática. Este possui resistência à flexão comparável à das porcelanas reforçadas por alumina, com média de 130 MPa e tenacidade à fratura de 1,70 MPa.m<sup>1/2</sup>. É fornecido sob a forma de pequenas pastilhas, que também são processadas por injeção, sob pressão a vácuo, em moldes obtidos pela técnica da cera perdida. a injeção não é apenas um método de processamento responsável em definir melhor forma, contorno e adaptação das

restaurações, mas também uma técnica capaz de influenciar a resistência mecânica do material, reduzindo sua porosidade (Dong *et al.*, 1992; Wagner e Chu, 1996; Zeng *et al.*, 1998; Drumond *et al.*, 2000).

Em 1998, a cerâmica IPS-Empress 2 (Ivoclar), reforçada por cristais de dissilicato de lítio, foi comercializada para a confecção de infraestruturas de prótese parcial fixa. Este material, também processado por injeção, em moldes de revestimento obtidos pela técnica da cera perdida, apresenta resistência à flexão e tenacidade à fratura ao redor de 400 MPa e  $2,80 \text{ MPa.m}^{1/2}$  (Holand *et al.*, 2000; Cattell *et al.*; 2002; Quinn *et al.*, 2003).

Desenvolvido igualmente a partir da década de 1990, as cerâmicas do sistema Procera, com resistência à flexão superior a 600 MPa e tenacidade à fratura de  $4,48 \text{ MPa.m}^{1/2}$ , também utiliza a sinterização do pó de óxido de alumínio (99,8%, aproximadamente), porém, associada à Introdução da técnica CAD-CAM, com escaneamento por contato de preparos dentais e processamento da infra-estrutura totalmente controlados por computador (Wagner e Chu, 1996; Zeng *et al.*, 1998).

As principais características e indicações das cerâmicas dentais estão representadas na tabela 2.

Tabela 2- Principais características e indicações dos diferentes sistemas cerâmicos (Gomes *et al.*, 2008).

<b>Sistema Cerâmico</b>	<b>Nome Comercial</b>	<b>Material do Núcleo</b>	<b>Resistência à flexão (MPa)</b>	<b>Indicação</b>
Cerâmica Feldspática	—	Feldspato com adição de leucita	46,4-66,7	Coroa unitária anterior e posterior e PPF.
Cerâmica de Fundição Vidro contendo 45% de cristais de mica tetrasilica com flúor 90	Dicor	Vidro contendo 45% de cristais de mica Tetrasilica com flúor 90	90- 120	Coroa unitária anterior e posterior, inlay, onlay e faceta.
Sistema cerâmico prensado	IPS Empress I	Cerâmica vítrea reforçada por leucita	97- 180	Coroa unitária anterior e posterior, inlay, onlay e faceta.
Sistema cerâmico prensado	IPS Empress II	Dissilicato de lítio	300-400	Coroa unitária anterior e posterior, inlay, onlay, faceta, PPF de 3 elementos (até 20 PM).

Sistema cerâmico infiltrado	In-Ceram Alumina	Cerâmica vítrea infiltrada por alumina	236-600	Coroa unitária anterior e posterior, PPF de 3 elementos (incisivo central a canino).
Sistema cerâm In	In-Ceram Zircônia	Cerâmica vítrea infiltrada por alumina e partículas estabilizadoras de zircônia	421-800	Coroa unitária posterior sobre dentes naturais ou implante e PPF posterior de 3 elementos.
Sistema cerâmico infiltrado In	In Ceram Spinel	Cerâmica vítrea infiltrada por aluminato de magnésio	280- 380	Coroa unitária anterior, inlay, onlay e faceta
Sistema cerâmico fresado	Procera AllCeram	Alumina pura densamente sinterizada	487699	Coroa unitária anterior e posterior, PPF de 3 elementos (até 1 <sup>o</sup> molar), supra
Sistema cerâmico fresado	Cercon	Y-TPZ	900-1200	Coroa unitária anterior e posterior e PPF de 3 a 8 elementos.
Sistema cerâmico fresado	Lava	Y-TPZ	900-1200	Coroa unitária anterior e posterior e PPF de 3 a 4 elementos.

Atualmente, os estudos de biocerâmicas odontológicas visam viabilizar o uso clínico, utilizando todas as propriedades desejadas e diminuindo as desvantagens do material cerâmico.

A predisposição à fratura configura a principal desvantagem das cerâmicas odontológicas. A fratura frágil pode resultar na formação ou propagação de trincas pré-existentes, e em ambiente com pH ácido, a tendência à fratura aumenta (Thompson, 2004).

## 2.2. Feldspatos

Os feldspatos constituem grupos de minerais abundantes na crosta terrestre (cerca de 60%) e compreendem os silicatos de alumínio combinados com sódio, potássio, cálcio e, eventualmente, bário (Lira e Neves, 2013). Os principais minerais são:

- ortoclásio/microclínio -  $(K_2O.Al_2O_3.6SiO_2)$ ;
- albita -  $(Na_2O.Al_2O_3.6SiO_2)$ ;
- anortita -  $(CaO.Al_2O_3.2SiO_2)$ .

São encontrados em rochas ígneas, metamórficas e sedimentares, principalmente em pegmatito granítico, e apresentam estrutura tetraédrica (Fig. 2).



Figura 2. Amostra de pegmatito granítico, rico em feldspatos alcalinos, quartzo, e mica (IFBA, 2016).

A estrutura dos feldspatos compõe-se por tetraedros  $AlO_4$  compartilhando vértices com tetraedros  $SiO_4$ , unidos em um arranjo tridimensional, cuja composição caracteriza-se pela fórmula geral  $MT_4O_8$ , na qual T é Al ou Si. O sitio M é ocupado por um cátion divalente Ca ou Ba nos feldspatos alcalino-terrosos, e um cátion monovalente Na ou K nos feldspatos alcalinos, constituindo séries de solução sólida. Os tetraedros são ligados pelos vértices por átomos de oxigênio (Figura 3). (Smith e Brown, 1988).

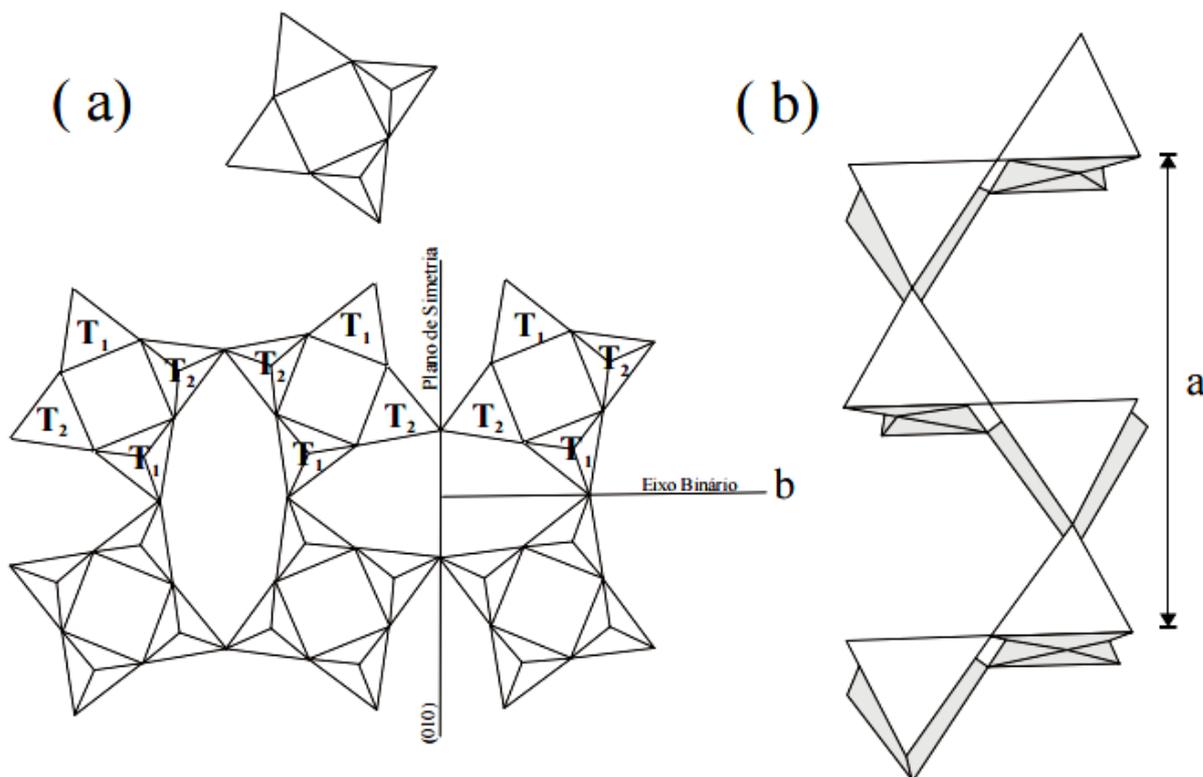


Figura 3. (a) A unidade básica de construção da estrutura dos feldspatos são anéis de quatro membros de tetraedros, que se unem para formar uma camada (tetraedros distinguíveis T1 e T2, relacionados entre si por simetria). (b) Os anéis em uma camada se ligam a anéis nas camadas acima e abaixo, formando uma cadeia (Smith e Brown 1988).

A tabela 3 apresenta as principais características dos Feldspatos.

Tabela 3- Características básicas dos Feldspatos (Lira e Neves, 2013)

<b>Densidade</b>	2,54 a 2,76 g/cm <sup>3</sup> ;
<b>Dureza</b>	6 a 6,5 (escala Mohs);
<b>Cores</b>	branco, cinza, róseo;
<b>Sistema de Cristalização</b>	monoclínico, triclínico;
<b>Aspecto Ótico</b>	Translúcido, transparente (menos freqüente);
<b>Clivagem</b>	perfeita em duas direções formando ângulos de 90° ou próximo deste valor.

A composição química da maioria dos feldspatos naturais pode ser expressa por soluções sólidas substitucionais no sistema ternário, como demonstrado na Figura 4, definido por Anortita (An) ( $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ ), Albita (Ab) ( $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ ) e Feldspato Potássico (Or) ( $\text{KAlSi}_3\text{O}_8$ ) (Vlach, 2002 ).

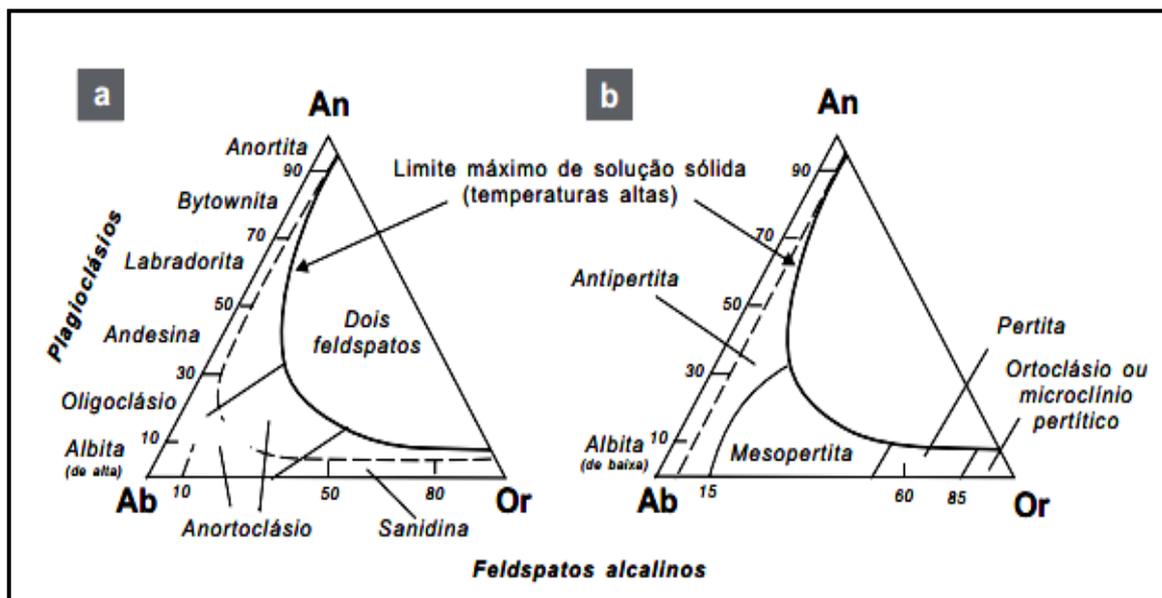


Figura 4. Diagramas triangulares An-Ab-Or (em proporções moleculares) para o grupo dos feldspatos, ilustrando a nomenclatura dos feldspatos de temperaturas mais altas (com estruturas desordenadas) em a e mais baixas (estruturas ordenadas) em b (Vlach, 2002).

A série dos alcalinos (Or-Ab) apresenta solução sólida completa em altas temperaturas e incompleta em baixas temperaturas, e envolve a substituição de potássio por sódio. A série de plagioclásio (Ab-An) apresenta essencialmente solução sólida completa tanto em altas como em baixas temperaturas, neste caso ocorre à substituição acoplada de sódio e silício por cálcio e alumínio. O sistema An-Or apresenta tendência de solução sólida limitada (Enciclopédia Britânica, 2010).

Os feldspatos alcalinos possuem menor índice de refração e menor densidade em relação aos plagioclásios (Deer *et al.*, 1966; Klein e Hurlbut Jr., 1993).

A completa caracterização de um feldspato requer conhecimentos da composição química e estado estrutural. O estado estrutural (distribuição do Al e Si em posições tetraédricas distintas) depende da temperatura de cristalização e da subsequente história térmica. Em geral, os feldspatos que cristalizaram a baixas

temperaturas, ou que foram resfriados vagarosamente a partir de temperaturas elevadas, têm estado estrutural baixo (distribuição Si–Al altamente ordenada). Aqueles que resfriam rapidamente, cristalizando-se a elevadas temperaturas, têm estado estrutural alto (distribuição Si–Al desordenada). Existe uma continuidade de estados estruturais, cada um diferindo principalmente na distribuição de Si e Al em posições independentes nos tetraedros na estrutura cristalina (Papike e Cameron, 1976).

### 2.2.1 Ocorrência e aplicação no Brasil

De acordo com o Departamento Nacional de Produção Mineral (DNPM), (2016), considerando o último relatório, com base no ano de 2014, a produção brasileira de Feldspatos corresponde a aproximadamente 1,9% do total mundial. Há 316 milhões de toneladas em reservas de Feldspato no Brasil, distribuídas entre os estados do Paraná (28,3%), Minas Gerais (13,3%), Paraíba (10,4%), Rio Grande do Norte (10,2%), Rio de Janeiro (10,2%), Bahia (8,9%), São Paulo (8,2%), Santa Catarina (6,2%) e Tocantins (4,3)%.

Entre os principais consumidores de feldspato no Brasil estão as indústrias de cerâmica e vidro, nas quais o mesmo atua respectivamente como fundente e fonte de sílica ( $\text{SiO}_2$ ), e como fundente e fonte de alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), álcalis ( $\text{Na}_2\text{O}$  e  $\text{K}_2\text{O}$ ) e sílica ( $\text{SiO}_2$ ). O feldspato é também utilizado nas indústrias de tintas, plásticos, borrachas, abrasivos leves e como insumo na indústria de eletrodos para soldas (DNPM, 2016).

As principais estatísticas do mercado de feldspatos no Brasil, no ano de 2014, encontram-se descritas na tabela 4, na qual: (1) produção de empresas detentoras de concessão de lavra, (2) produção+importação-exportação, (3) preço médio-FOB, mercado interno, (4) preço médio do feldspato exportado, (p) dados preliminares, (r) dados revisados.

Tabela 4. Principais estatísticas do Brasil em 2014 (DNPM, 2016)

	Discriminação	Unidade	2012 (r)	2013(r)	2014 (p)
Produção <sup>(1)</sup>	Bruta	(t)	328.001	421.039	496.894
	Beneficiada	(t)	247.152	294.357	417.771
Importação	Feldspato	(t)	149	418	214
	NCM 2529100	(US\$-FOB)	239.179	336.629	210.000
Exportação	Feldspato	(t)	3.631	707	3.709
	NCM 2529100	(US\$-FOB)	961.365	245.581	1.258.000
Consumo aparente <sup>(2)</sup>	Beneficiada	(t)	243.670	294.068	414,276
	Bruto <sup>(3)</sup>	(R\$/t-FOB)	105,44	133,90	139,37
Preços	Beneficiado <sup>(3)</sup>	(R\$/t-FOB)	134,61	135,56	149,93
	Exportação <sup>(4)</sup>	(US\$/t-FOB)	264,84	347,36	339,17

### 2.2.2 Biocerâmicas Feldspáticas para aplicações odontológicas

As porcelanas feldspáticas apresentam translucidez e coeficiente de expansão térmica semelhante aos dos dentes; são resistentes à compressão e à degradação hidrolítica promovida pelos fluidos orais, além de não possuírem potencial corrosivo. No entanto, apresentam baixa resistência à tração e flexão e elevada dureza (Gomes, 2008)

As cerâmicas feldspáticas e vitrocerâmicas leucíticas, são indicadas para restaurações estéticas como *inlays*, *onlays* e coroas de acordo com suas propriedades mecânicas e óticas (Fig. 5) (Yin *et al.*, 2006).

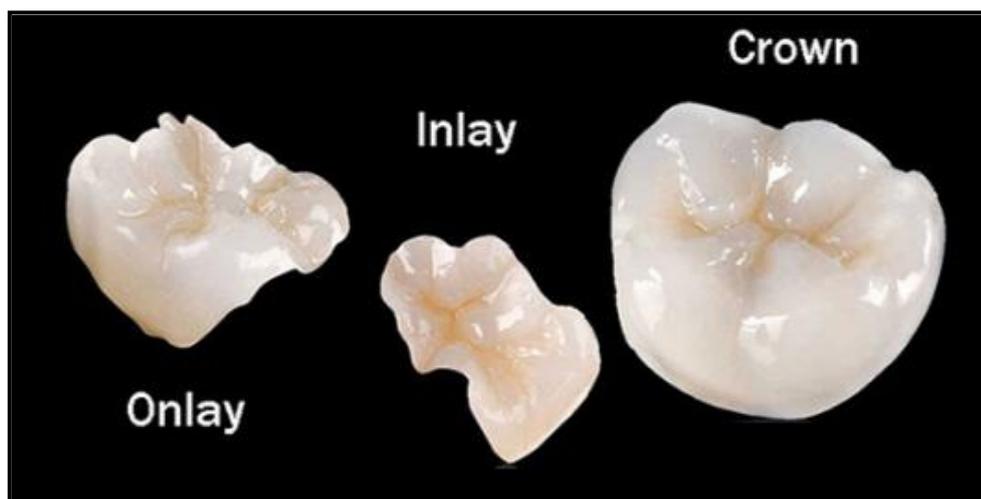


Figura 5. Restaurações cerâmicas, *Onlay*, *Inlay* e Coroa.

O feldspato, quando misturado com vários outros óxidos metálicos e sinterizado em alta temperatura, pode dar origem a uma fase cristalina chamada leucita ( $K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 4SiO_2$ ), juntamente com uma outra fase vítrea líquida, denominada fase eutética. Esta fase promove a coalescência das partículas do pó cerâmico quando sinterizadas no estado sólido. Isto é, a fase líquida envolve as partículas remanescentes, formando um sólido denso através de um processo que é chamado de sinterização por fase líquida (Fig. 6).

A leucita apresenta alto coeficiente de contração e expansão térmica, que funciona como uma fase de reforço, conferindo uma maior resistência à flexão ao material cerâmico, permitindo sua utilização em trabalhos puramente cerâmicos o que possibilitou compatibilidade com os coeficientes das ligas metálicas áureas e o desenvolvimento do sistema metalocerâmico (Craig, 2004; Dib e Saddy, 2006; Guerra *et al.*, 2007.) .

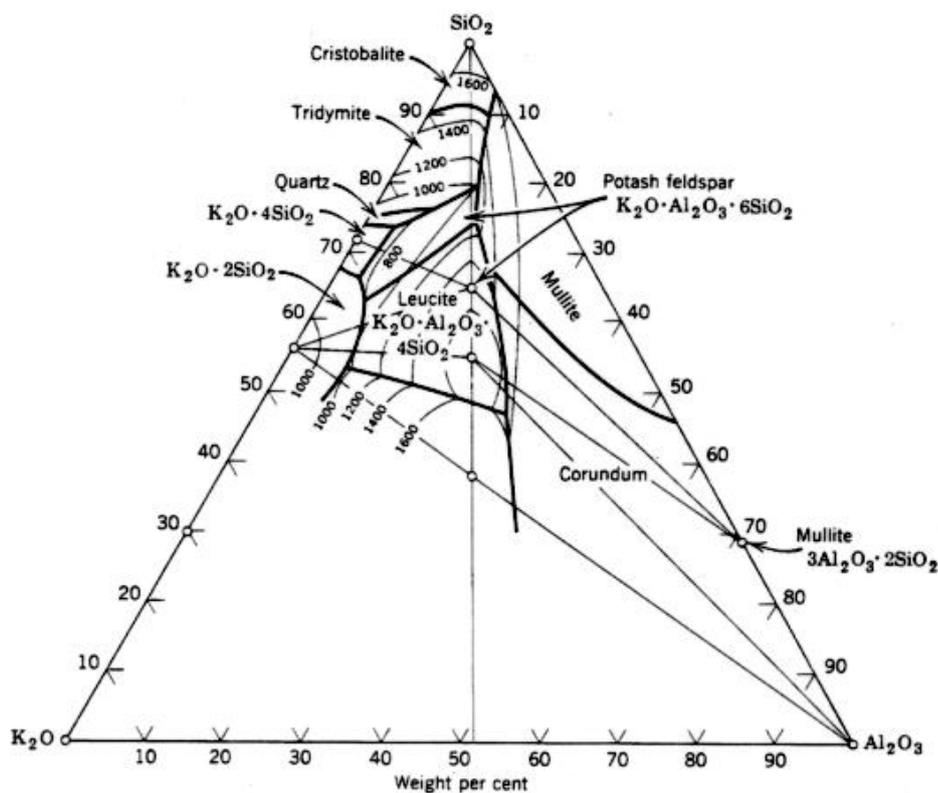


Figura 6. Diagrama de equilíbrio ternário  $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-K}_2\text{O}$ . As porcelanas dentais são formuladas no intervalo entre 1000 e 1600°C (Kingery, 1992).

As porcelanas feldspáticas foram as primeiras cerâmicas utilizadas na odontologia, inicialmente como coberturas em restaurações, devido à limitação de baixa resistência à flexão, ao redor de 70 MPa, e das técnicas adesivas de cimentação, passaram também a ser indicadas em restaurações unitárias, como facetas estéticas (Roseblum e Schulman, 1997).

No início dos anos 90, foi introduzida no mercado uma cerâmica feldspática reforçada por 40 a 50% de cristais de leucita (40 a 50%) denominada Empress I (Ivoclar), indicada para coroas dentárias unitárias anteriores e posteriores, inlays, onlays e facetas laminadas. A resistência à flexão dessa cerâmica está entre 90 e 180 MPa (Feller e Gorab, 2000; Gordman et al., 2000, Holland et al., 2000).

A introdução da leucita, inicialmente, ocorreu para melhorar a compatibilidade entre os coeficientes de expansão térmica das porcelanas, mas atualmente a leucita é utilizada como agente tenacificador em porcelanas para restaurações de cerâmica pura (Cattell *et al.*, 2005)

O IPS Empress I foi utilizado com sucesso para aplicações dentárias por mais de 10 anos, apresentando um grau elevado de translucidez e uma resistência à compressão favorável de 97 a 180 MPa, tentando compensar o alto grau de porosidade das porcelanas convencionais. O processamento do material ocorria pela técnica da cera perdida por injeção e sobre pressão na confecção de restaurações cerâmicas, em temperatura controlada, em forno próprio deste sistema (Pellizzer *et al.*, 2005).

Entre as vantagens do sistema IPS Empress, destacam-se a diminuição da contração da subestrutura quando comparado às porcelanas convencionais, maior resistência, e ainda passividade de condicionamento com ácido fluorídrico e de tratamento com agentes de união, fazendo com que essa cerâmica possa se aderir à estrutura dental (Fradeani *et al.*, 1997; Pellizzer *et al.*, 2005). Segundo Frankenberger *et al.*, (2000), esse sistema apresenta um sucesso de até 95%, dependendo da aplicação, e índices de falha de 7% in vivo após seis anos.

Outros fabricantes desenvolveram cerâmicas do tipo leucita adicional para aplicações e técnicas de moldagem nos anos subseqüentes: por exemplo. Authentic (Ceramay), Ceramco Press (Dentsply, EUA), Super Porcelain EX-3 Press (Noritake,

Japão), Vitablocs Mark I e II. Algumas das cerâmicas feldspáticas mais utilizadas, segundo Miranda, (2005), estão descritas na tabela 5.

Tabela 5. Marcas comerciais de cerâmicas feldspáticas com aplicações odontológicas, indicações e resistência à flexão (Miranda 2005)

<b>Cerâmica</b>	<b>Tipo</b>	<b>Resistência à flexão</b>	<b>Indicações</b>
Ceramco II (Dentisply)	Feldspática	75MPa	Inlay/onlay Laminado Metalocerâmica
Noritake EX3(Noritake)	Feldspática	70 MPa	Inlay/onlay Laminado Metalocerâmica
Vita Ômega 900 (Vita)	Feldspática	70 MPa	Inlay/onlay Laminado Metalocerâmica
Symbio Ceram (Dentisply-Degussa)	Feldspática hidrotérmica	70 MPa	Inlay/onlay Laminado
Duceragold	Feldspática hidrotérmica	70 MPa	Metalocerâmica com degunorm Cobertura do Cergogold
Duceram –LFC	Feldspática hidrotérmica	70 MPa	Inlay/onlay Laminado
Vitadur N (Vita)	Feldspática hidrotérmica	125 MPa	Infra-estrutura Inlay/onlay Coroa pura

## **2.3. Processamento de Cerâmicas Odontológicas**

### **2.3.1. Sinterização**

A sinterização consiste em aquecimento do material cerâmico, previamente prensado na forma de partículas em pó com água. Os corpos verdes são levados a um forno específico, no qual ocorre o processo de sinterização, em temperaturas e tempos variados, com o objetivo de unir as partículas do pó, aumentando a densidade da massa por meio da redução de porosidade (César, 2006).

A sinterização das cerâmicas é normalmente realizada em fornos elétricos, a resistência ou indução (fornos geralmente a vácuo); onde o objetivo principal é realizar uma forte união entre as partículas do pó inicial, por ativação térmica (Silva, 1998).

O processo de sinterização ocorre em temperaturas abaixo do ponto de fusão do material e destacam-se dois tipos básicos de sinterização: a sinterização por fase sólida e a sinterização por fase líquida.

Na sinterização por fase líquida há presença de uma fase líquida na estrutura gerada a partir de aditivos que se fundem em temperaturas inferiores à da temperatura de sinterização do material da matriz, ativando outros mecanismos de difusão atômica ou mesmo reações químicas termicamente ativadas (Silva, 1998). Tal líquido aproxima as partículas, permitindo seu deslizamento e rearranjo para uma configuração mais densa (Pinheiro, 2005)

Na sinterização por fase sólida, material é transportado sem que haja qualquer tipo de líquido na estrutura. O transporte de material para a região de contato entre partículas vizinhas pode ser por fluxo viscoso (caso dos vidros, materiais amorfos e também cristalinos, submetidos à pressão), por difusão atômica (os cristais) ou por transporte de vapor (materiais com alta pressão de vapor) e deslizamento e rotação de partículas. Sejam quais forem os mecanismos atuantes, rigidez e densificação são conseguidas pelo aumento da área de contato entre as partículas e o melhor empacotamento de matéria (Silva e Júnior, 1998)

### 2.3.2. Técnica de cera perdida

Na técnica de cera perdida um lingote de cerâmica é injetado a alta temperatura (1150°C) fazendo com que o material escoe para dentro de um molde refratário previamente preparado, de revestimento aglutinado por fosfato, o forno especial apresenta um punção vertical que aplica pressão até 5KPa e a injeção é realizada sob vácuo. Os lingotes são mantidos no interior do molde conseguido a partir do modelo de trabalho ou pela técnica de estratificação (Martins Jr., 2005).

O procedimento de injeção do material dura mais de 45 minutos sob alta temperatura para produzir a subestrutura cerâmica. Com a injeção da cerâmica líquida sob pressão para dentro do molde reduz-se o problema de contração de queima da porcelana feldspática convencional (sistema pó/líquido). Desta forma ocorre apenas uma pequena mudança dimensional que pode ser controlada pelo revestimento que poderá oferecer uma adequada expansão do molde. (Della Bona, 1996, Conceição, 2005)

A estratificação consiste na aplicação da cerâmica com diferentes opacidades (opaco, dentina, esmalte, translúcido etc.) e saturações de cor em camadas sucessivas por meio da condensação.

Na técnica de estratificação, modela-se o pó com líquido aglutinador (água destilada pura ou com adições de glicerina, propileno glicol ou álcool) para manter as partículas do pó cerâmico unidas. Em sequência, a pasta é colocada sobre troquel refratário ou infraestrutura pela técnica do pincel, vibração ou espatulação. A remoção do excesso de água pode ser realizada utilizando-se papel absorvente, vibração ou adição de pó seco à superfície (Gomes, 2008).

Na etapa de sinterização, a cerâmica deve passar pelo processo de secagem, por três a cinco minutos com temperatura inicial de 650°C (média), para então ser inserida no forno programado até atingir a temperatura de 960° (variável de acordo com o fabricante), preferencialmente em ambiente com vácuo. Após a sinterização, o volume da cerâmica sofre contração de aproximadamente 30%, devido à perda de água durante a secagem e densificação. Atualmente, esta forma de processamento ainda é a mais amplamente utilizada nos laboratórios de prótese, sendo empregada principalmente na aplicação de cerâmicas feldspáticas, como IPS Empress (Figura 7) (Conceição, 2005; Anusavice *et al.*, 2013; Gomes, 2008).

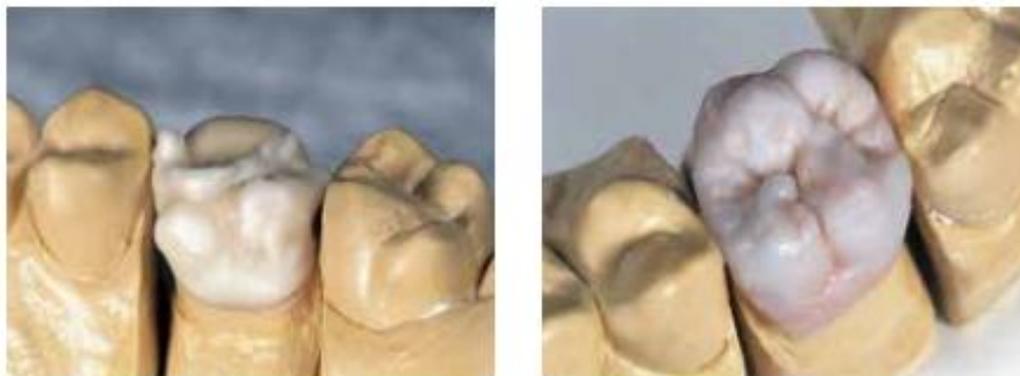


Figura 7. Estratificação de cerâmica feldspática de recobrimento sobre infraestrutura cerâmica. (Raposo, *et al.*, 2012).

### 2.3.3. Infiltração de vidro- *Slip-cast*

Neste método, a infraestrutura cerâmica composta apenas pela fase cristalina é esculpida em um troquel por meio da técnica do pó e líquido, tendo então uma sinterização parcial da cerâmica. Em seguida, por meio da técnica de infiltração de vidro, uma matriz vítrea (à base de óxido de lantânio) é inserida e sinterizada sobre a estrutura ainda porosa, com a posterior remoção dos excessos de vidro, o que resulta em uma infraestrutura finalizada. O ciclo de queima é de dez horas em um forno especial, a 1120°C (Sorensen *et al.*, 1993; Raposo *et al.*, 2012; Anusavice *et al.*, 2013)

Esse processamento é aplicado aos exemplos comercial In-Ceram (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) (Fig. 8).

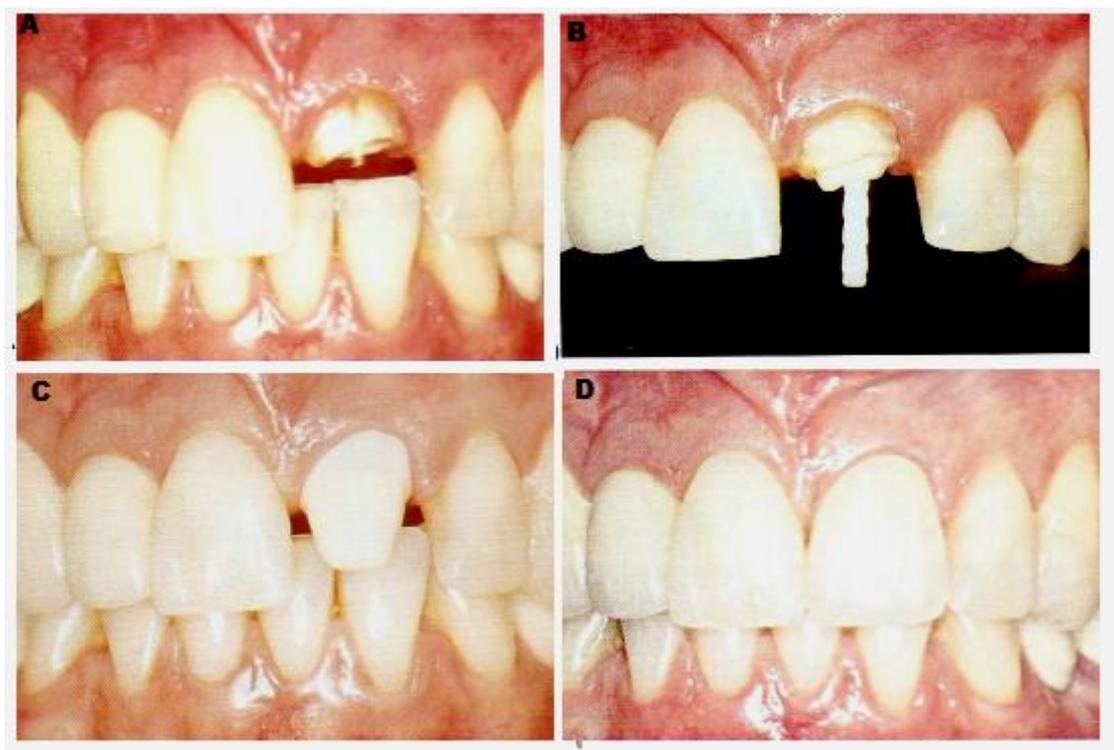


Figura 8. Remanescente radicular (A), Reconstrução radicular com pino de fibra de vidro (B), Prova de Infraestrutura In Ceram Alumina (C), Caso finalizado (D) (Silva, 2009).

#### 2.3.4. Sistema CAD/CAM

O sistema CAD/CAM, sigla derivada do inglês “*Computer Aided Design – Computer Aided Manufacturing*” é uma tecnologia que se baseia no desenho de uma estrutura protética em um computador seguida de sua confecção em uma máquina de fresagem. O desenho computadorizado da peça pode ser realizado por uma microcâmera digital, sistema CEREC ou por um scanner especializado, como ocorre com os sistemas PROCERA (Estefan *et al.*, 1999, Ferreira, 2014).

O scanner pode ser utilizado sobre um modelo de gesso ou diretamente no preparo em boca. O computador irá converter as informações digitalizadas em pontos tridimensionais, que reproduzirão com alta fidelidade os contornos do preparo dentário na tela do computador. Após o processamento destes dados, é possível, por meio de um programa (*software*) específico, trabalhar sobre este preparo definindo suas margens, estabelecendo espessura uniforme da

infraestrutura protética, tipo de colar cervical e espessura do espaço interno para o agente cimentante, entre outros detalhes (Ferreira, 2014) (Fig. 9).

Nos últimos anos, os sistemas CAD/CAM contribuíram para um avanço na Odontologia, principalmente através do surgimento de cerâmicas reforçadas e na otimização da produção de estruturas protéticas, dentre as vantagens desse sistema destacam-se: rapidez nos procedimentos comparadas com as técnicas convencionais, dispensa a realização de modelos refratários, biocompatibilidade, ausência de fundição de metal, estética natural das restaurações, durabilidade, baixa taxa de fraturas devido à alta qualidade dos blocos cerâmicos, os quais são confeccionados industrialmente, garantindo alta homogeneidade dos seus componentes e pouquíssima porosidade interna no bloco de cerâmica (Silva, 2009).

A principal desvantagem do sistema CAD/CAM é a necessidade de um equipamento de alto custo. Além disso, as restaurações apresentam desvantagens na cor, adaptação e escultura, além da falta de controle do processamento computadorizado. Como vantagem, em alguns sistemas, é dispensado o uso de material de moldagem e técnico de laboratório, reduzindo o tempo na cadeira odontológica e o número de sessões (Chain *et al.*, 2000).

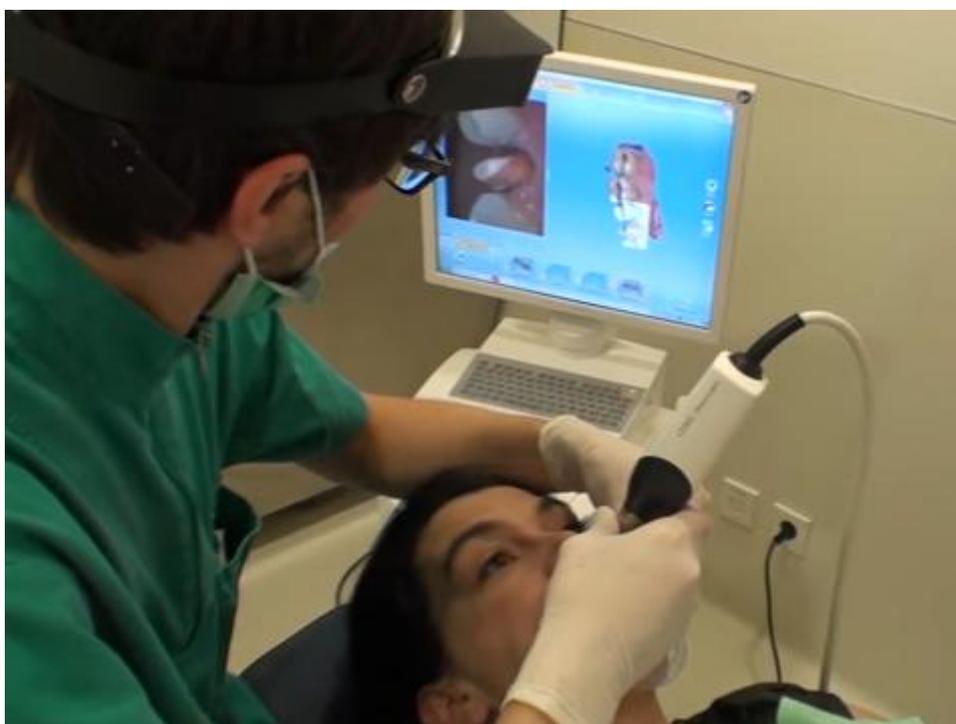


Figura 9. Aplicação do sistema Cerec CAD/CAM em um consultório odontológico.

## CAPÍTULO 3. MATERIAIS E MÉTODO

### 3.1. Procedimento experimental

No fluxograma descrito na Figura 10 está contido o procedimento metodológico utilizado para realização deste trabalho.

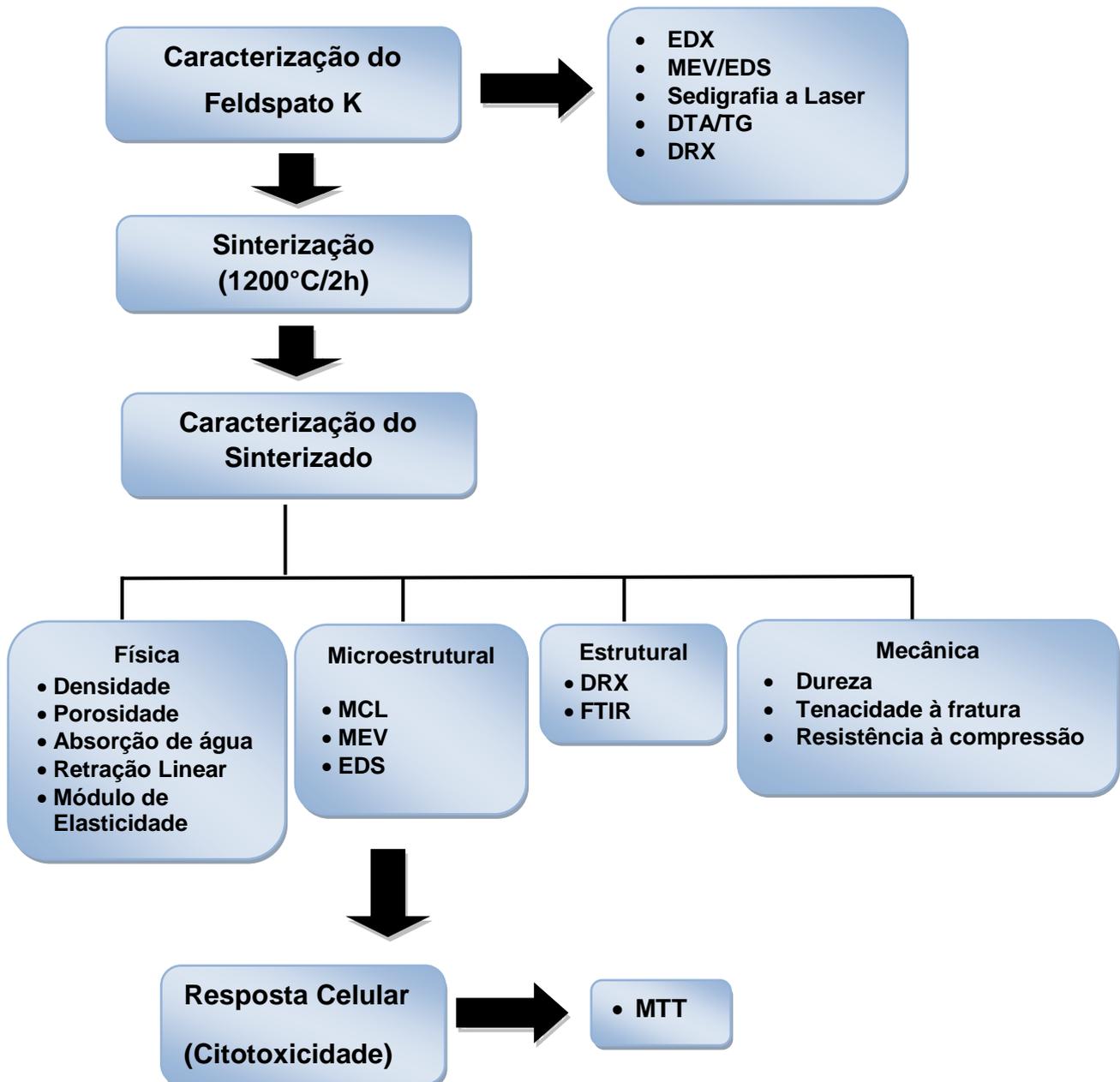


Figura 10. Fluxograma da metodologia utilizada nesse estudo.

O procedimento experimental realizado nesse trabalho foi dividido em três etapas. A primeira etapa compreendeu caracterização da matéria prima, a segunda etapa compreendeu o processamento da matéria prima, e na terceira etapa foram realizados os ensaios físico-mecânicos para caracterização da amostra sinterizada.

### **3.2. Material Utilizado**

Neste estudo foi utilizado feldspato potássico em pó ( $K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$ ) cedido pela Arnil Mineração do Nordeste Ltda., localizada em Parelhas, Rio Grande do Norte, Brasil.

#### **3.2.1. Caracterização Química**

A determinação dos constituintes químicos e as suas proporções no material cerâmico foi obtida por fluorescência de raios-X (EDX), em espectrômetro de fluorescência EDX 720, marca Shimadzu, disponível no LECIV/CCT/UENF.

#### **3.2.2. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) / Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)**

As análises por MEV-EDS foram realizadas no microscópio eletrônico modelo SUPERSCAN/SS500-50, Shimadzu, disponível no LAMAV/CCT/UENF. As amostras foram previamente metalizadas, com deposição de ouro por 3 minutos, em voltagem 10 kV.

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e a Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) foram utilizadas para identificação morfológica e composição química, semi-quantitativa, da amostra em pó.

### 3.2.3. Sedigrafia a Laser

Para determinação do tamanho de partícula do feldspato foi realizada sedigrafia a laser da amostra em pó. A técnica utilizada determina a granulometria com base na sedimentação de partículas numa determinada suspensão, associada à absorção de luz.

Para essa determinação utilizou-se o granulômetro a laser modelo Cilas, 1180, disponível na Universidade Federal do Rio Grande do Norte.

O granulômetro a laser é um equipamento analisador de distribuição do tamanho de partículas, cujo princípio de funcionamento é a captação da fração de luz que atravessa uma amostra contendo a solução em suspensão. O uso deste princípio ótico possibilita o registro da porcentagem de massa acumulada em função do diâmetro equivalente das partículas, que tendem a se depositar mais rapidamente quanto maior seu diâmetro (Mota, 2016).

### 3.2.4. Análise Térmica Diferencial e Análise Termogravimétrica (DTA/TG)

A análise térmica diferencial (DTA) foi utilizada para observação de possíveis transições de fase ou reações químicas no material estudado, advindas do calor absorvido ou liberado.

Foi realizada análise termogravimétrica (TGA), para verificação de perda ou agregação de massa à amostra com o aquecimento, decorrente de processos como oxidação ou de decomposição.

As curvas térmicas foram obtidas por meio de um sistema de Análises Térmicas BP Engenharia, modelo RB-3000, disponível no LAMAV/CCT/UENF, com razão de aquecimento de 10°C/min em atmosfera ambiente. A temperatura máxima foi de 1000°C.

### 3.2.4.1. Análise por Difração de Raios X

A análise por Difração de Raios X (DRX) é uma técnica utilizada na caracterização estrutural de materiais cristalinos. Esta técnica consiste na irradiação da amostra pelos raios X característicos que sofrem a difração nos planos cristalográficos da rede cristalina, interferem entre si e reforçam a amplitude numa determinada direção. A condição de DRX é dada pela Equação 1, de Bragg.

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta \quad (\text{eq. 1})$$

onde:

$n$  é o número de ordem de reflexão,

$\lambda$  é o comprimento de onda de raios X incidentes,

$d$  é a distância interplanar dos planos cristalográficos que originam a difração

$\theta$  é o ângulo de difração.

A análise de DRX do Feldspato foi realizada no difratômetro 7000 SHIMADZU disponível no LAMAV/CCT/UENF, utilizando a radiação de Cu-K $\alpha$  com  $\lambda=1,54178 \text{ \AA}$ , empregando filtro de níquel.

O regime de execução das análises foi na faixa de ângulo  $2\theta$  entre 0 e  $140^\circ$ , com um passo de varredura de  $0,05^\circ$  por 2 segundos. A identificação das fases presentes nas amostras foi comparada com as estruturas presentes no banco de dados do programa JCPDS-2006.

A Difractometria de Raios-X (DRX) foi utilizada para a identificação das fases cristalinas presentes no material cerâmico.

### 3.3. Processamento do Material Cerâmico

O feldspato potássico em pó foi misturado manualmente, com 10% de cânfora em gel, visando maior aglomeração das partículas de pó e lubrificação na etapa seguinte de compactação.

A mistura foi submetida à compactação por prensagem uniaxial, em matriz cilíndrica de aço inoxidável, à pressão de compactação de 200 MPa, em prensa manual de 15 toneladas de capacidade.

A prensagem tem como objetivo obter peças uniformes, de acordo com as dimensões e a geometria pré-estabelecidas, contribuir para a obtenção de uma microestrutura adequada e às características finais desejadas e fornecer resistência mecânica suficiente para manuseio e transporte das peças para secagem (Amorós, 2000).

Após a compactação as amostras foram secas em estufa, a 130°C por 24h. A secagem permite a eliminação da água livre e o corpo adquire resistência mecânica para a sinterização, evitando problemas de trincas e contrações diferenciais. É essencial que a água seja eliminada lenta e gradualmente para evitar tensões e consequentemente defeitos nas peças (Norton, 1973, Melo *et al.*, 2002)

Após a secagem as amostras foram sinterizadas em forno do tipo mufla, da marca EDG, modelo 3P-S, 7000, disponível no LAMAV/CCT/UENF. Os parâmetros de sinterização foram: aquecimento a 1200°C, com taxa contínua de 2°C/min, com patamar de 2h.

É importante ressaltar que os parâmetros de sinterização escolhidos para utilização nesse estudo foram obtidos através de testes empíricos, nos quais utilizou-se uma variação entre as temperaturas de 1.100°C, 1.150°C e 1200°C, com patamares entre 2h e 4h e taxas de aquecimento de 2°C/min e 10°C/min. Os parâmetros foram escolhidos com base na coloração da amostra, ausência de trincas ou defeitos pontuais, integridade das bordas ou arestas e resistência à compressão.

### **3.4. Caracterização das amostras Sinterizadas**

#### **3.4.1. Medidas de Densidade**

As medidas de densidade nas amostras sinterizadas foram realizadas pelo teste de densidade por imersão, conhecido como método de Arquimedes (ASTM C373-88, 1999), representado pela Equação 2, em comparação com o método convencional de massa e volume.

$$MEA = \frac{MS}{MA-MI} * \rho_{H2O} \quad (\text{eq.2})$$

Onde:

MEA: Massa específica aparente,

MS: Massa seca,

MI: Massa imersa

MA: massa saturada, ou úmida,

$\rho_{H_2O}$ : densidade da água

### 3.4.2. Porosidade

A porosidade aparente é definida como o percentual volumétrico de porosidade aberta existente na amostra. Sua medição é feita pelo método gravimétrico, e de acordo com a Equação 3 (Richerson, 1992).

$$P_{ap} = \frac{M_u - M_S}{M_u - M_i} \times 100 \quad (\text{eq. 3})$$

Onde:

Pap: porosidade aparente (%)

Mu: Massa do material úmido (g)

Ms: Massa do material seco em estufa (g)

Mi: Massa do material imerso (g)

A partir da determinação da densidade teórica, com os dados calculados da densidade aparente, a porosidade total dos corpos de prova foi avaliada conforme Equação 4.

$$P_{total} = \frac{P_c - P_{ap}}{P_c} \times 100 \quad (\text{eq.4})$$

Onde:

Ptotal: porosidade total (%)

pap: densidade aparente (g/cm<sup>3</sup>)

pc: densidade do compósito (g/cm<sup>3</sup>)

A porosidade total das amostras foi calculada pela Equação 5:

$$PT = (1 - Pr) \times 100 \quad (\text{eq.5})$$

Onde:

PT: porosidade total da amostra

Pr: densidade relativa da amostra

### 3.4.3. Capacidade de absorção de água

Quando em contato com líquidos, uma estrutura ou material tende a absorvê-los devido a forças de capilaridade. A absorção de água é definida como o ganho percentual de massa que tem a amostra, quando absorve o máximo de água (Richerson, 1992).

A verificação da absorção de água foi realizada de acordo com a norma NBR 6480 (ABNT), segundo a qual a amostra seca foi pesada e imersa em água destilada por 24 horas, em temperatura ambiente, após esse período a amostra foi suspensa, seca em pano úmido e a quantidade de água obtida pela Equação 6.

$$AA = \left( \frac{Mu - Ms}{Ms} \right) \times 100\% \quad (\text{eq. 6})$$

Onde:

AA: absorção de água

Mu: massa da amostra úmida

Ms: massa da amostra seca

### 3.4.4. Retração linear

A retração linear ocorre devido ao agrupamento de moléculas que compõem o material cerâmico, durante o processo de sinterização, aumentando a densidade do material e conseqüentemente diminuindo suas dimensões (Jung *et al.*, 2012).

A retração linear da cerâmica feldspática foi definida com base na Equação 7.

$$RL = \left( \frac{C_{inicial} - C_{sint}}{C_{sint}} \right) \times 100 \quad (\text{eq. 7})$$

Onde:

RL: retração linear

$C_{inicial}$ : comprimento do corpo de prova antes da sinterização

$C_{sint}$ : comprimento do corpo de prova após sinterização.

### 3.4.5. Preparação Metalográfica

As amostras foram embutidas em baquelite, lixadas sob fluxo contínuo de água, nas granas 200, 400, 600, e 1200 mesh, e polidas com alumina 0,1 $\mu$ m. Em seguida realizou-se um ataque químico com ácido fluorídrico (HF) a 2%, por 10s, para revelação da microestrutura.

### 3.4.6. Análise Microestrutural

#### 3.4.6.1. Microscopia Confocal a Laser (MCL)

Através da MCL foi observado o aspecto superficial do material em estudo e seu perfil de rugosidade superficial antes do tratamento metalográfico. Observou-se também após tratamento metalográfico, a distribuição superficial e morfologia dos poros formados.

As análises foram realizadas em microscópio confocal Olympus, modelo FV 1200, disponível no LAMAV/CCT/UENF.

#### 3.4.6.2. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Foi realizada análise por MEV para verificação dos aspectos morfológicos do material, eficácia da sinterização, tamanho e distribuição de poros formados e distribuição de fase vítrea. As análises foram realizadas nas superfícies polidas do material em estudo.

Também realizou-se análise de elementos químicos por EDS. A análise por EDS permitiu obter o mapa composicional da região em observação, bem como elementos químicos em pontos isolados.

As análises por MEV-EDS foram realizadas no microscópio eletrônico modelo SUPERSCAN/SS500-50 Shimadzu, disponível no LAMAV/CCT/UENF com EDS acoplado. As amostras foram previamente metalizadas, com deposição de ouro por 3 minutos, em voltagem 10 kV.

#### **3.4.7. Difratometria de Raio X**

A Difratometria de Raios-X (DRX) foi utilizada para a identificação das fases cristalinas presentes no material cerâmico, bem como sua composição definida pelo método das áreas.

Os parâmetros utilizados foram: voltagem de 35 kV, corrente de 40 mA, ângulo  $2\theta$  variando de 0 a  $140^{\circ}\text{C}$  com passo de  $0,05^{\circ}\text{C}$  e tempo de 1 segundo, para tanto foi utilizado foi um difratômetro 7000 SHIMADZU disponível no LAMAV/CCT/UENF, utilizando a radiação de  $\text{Cu-K}\alpha$ , com filtro de níquel.

A identificação das fases presentes nas amostras foi comparada com as estruturas presentes no banco de dados do programa JCPDS-2000.

#### **3.4.8. Espectroscopia de absorção no infravermelho (FTIR)**

Para identificação dos grupamentos moleculares presentes na estrutura do feldspato potássico espectros de absorção no infravermelho (FTIR – infravermelho por transformada de Fourier) foram obtidos antes e após a sinterização do material cerâmico, por um espectrofotômetro Shimadzu, modelo Irapinity-1 pertencente ao laboratório de química da UENF.

Os átomos ligados em sistemas moleculares vibram à frequências entre 1012 e 1014 Hz. As forças interatômicas entre os átomos ligados controlam a frequência exata das vibrações. Pares de átomos ou grupamentos moleculares têm um número de frequências vibracionais fundamentais, ou modos vibracionais, segundo os quais eles podem vibrar e isto corresponde a um estado de energia específica da molécula. Estas energias estão situadas no espectro infravermelho e, devido a isto,

as transições entre níveis de energia vibracionais de uma molécula podem ser induzidas por radiação infravermelha incidente, a qual será absorvida como a frequência correspondente ao modo vibracional na amostra (De Oliveira, 2001).

Os espectros foram tomados na região de  $400\text{ cm}^{-1}$  a  $4.000\text{ cm}^{-1}$  com uma resolução de  $4\text{ cm}^{-1}$ . As leituras das bandas foram obtidas por meio de um software Win– Bomem Easy, versão 3.01C.

### **3.4.9. Ensaio de Dureza Vickers (HV)**

A dureza Vickers (HV) das amostras processadas neste estudo foi realizada em um durômetro Pantec, RBS, disponível no LAMAV/CCT/UENF, sob a carga de 30Kgf, utilizando 5 amostras, com 10 indentações cada.

O equipamento possui ciclo motorizado que permite que a velocidade do ensaio seja constante, garantindo precisão no ensaio e repetibilidade de valores de dureza.

### **3.4.10. Tenacidade à fratura ( $K_{1c}$ )**

A tenacidade à fratura é uma medida da absorção de energia de materiais frágeis, a qual está relacionada ao nível de tensão antes da fratura ocorrer (Rosenstiel e Porter, 1988).

A determinação da Tenacidade à fratura das cerâmicas odontológicas é muito importante no entendimento das suas propriedades mecânicas, uma vez que aquelas constituem material praticamente não dúctil, ou seja, sem deformação plástica, e quando submetidas à tensão fraturam em dois ou mais pedaços (Campbell, 1989).

Nesse estudo, os valores de tenacidade à fratura da biocerâmica Feldspática foram determinados com base na impressão Vickers, que em comparação com outras técnicas, permite um ensaio rápido, preciso e econômico.

Após a aplicação das cargas e obtenção dos valores de dureza vickers, a extensão das fissuras formadas foi medida em microscópio confocal.

A tenacidade à fratura foi calculada através da Equação de Anstis, utilizada para materiais que apresentam trincas do tipo radial mediana (Liang e Fantozzi, 1990):

$$K1_c = 0,016 \left( \frac{E}{H} \right)^{1/2} \cdot \frac{P}{c^{3/2}} \quad (\text{eq. 8})$$

Sendo:

$K1_c$  = tenacidade à fratura ( $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ );

HV = dureza Vickers (GPa);

P = carga aplicada (N);

C = maior extensão lateral da fissura (m).

### 3.4.11. Ensaios de compressão

Ensaios de compressão uniaxial foram realizados em máquina de ensaios universal, da marca Instron, modelo 5582, a uma velocidade de 1mm/mim. Para estes ensaios foram confeccionados corpos de prova cilíndricos, de 8mm de diâmetro e 12mm de altura.

Foram obtidos os valores limite de resistência à compressão, e módulo de elasticidade determinado a partir da região elástica.

### 3.4.12. Tratamento estatístico dos dados para caracterização

Os dados apresentados foram submetidos ao tratamento estatístico, assumindo a confiabilidade de 95%, com coeficiente de student de 1,96.

## 3.5. Resposta Celular à Biocerâmica Feldspática

### 3.5.1. Cultura e manutenção de células VERO

A viabilidade celular na presença da biocerâmica feldspática foi avaliada, utilizando uma cultura de células VERO, adquirida no Laboratório de Biologia Celular e Tecidual (LBCT), do Centro de Biociências e Biotecnologia (CBB) da UENF, no qual foram realizados os ensaios.

As células VERO constituem uma linhagem celular do tipo fibroblastos originários de rim de Macaco Verde Africano (*Cercopithecus aethiops*), sendo recomendada pela norma ISO 10993-5 para teste de citotoxicidade “in vitro”.

Nesse estudo, as células foram mantidas em garrafas de cultura de 25mm<sup>2</sup> contendo meio DMEM suplementado com 5% de SFB, armazenadas em estufa com 5% de CO<sub>2</sub>, a 37°C, por 48h. Após confluência, as células foram retiradas da garrafa por tripsinização (0,25% de tripsina), diluídas em PBS, contadas em hemocítômetro (câmara de Neubauer), em microscópio óptico, diluídas em meio DMEM e transferidas para placas de 96 poços, contendo os tratamentos desejados. O plaqueamento ocorreu em triplicata, na densidade de 8x10<sup>4</sup> cels/ml em cada poço.

### 3.5.2. Ensaio de Viabilidade

As células plaqueadas foram submetidas à avaliação de viabilidade, baseada na capacidade das células viáveis reduzirem metabolicamente o sal de MTT (3-(4,5-dimetiltiazol-2-il)2,5-difenil brometo de tetrazolium).

A redução do MTT é um método colorimétrico rápido, frequentemente usado para medir proliferação celular e citotoxicidade (Mosman, 1983). Neste ensaio, o MTT é acumulado pelas células por endocitose e a redução do anel tetrazólico deste sal resulta na formação de cristais de *formazan* de cor azul, que se acumulam em compartimentos endossomais e/ou lisossomais, sendo depois transportados para fora das células por exocitose. Sendo a endocitose um mecanismo fundamental das células vivas (Liu *et al.*, 1997). O ensaio do MTT tem sido usado frequentemente como ensaio de viabilidade celular.

No ensaio, parte das células foi exposta a biocerâmica em estudo. Foram utilizados como controle negativo para viabilidade (CN) 1% de triton X100 e como controle positivo (CP) as próprias células.

Os sobrenadantes das culturas celulares, contendo ou não os agentes testados, foram removidos e as células cultivadas com uma solução de MTT (5 mg/ml) em PBS, durante 1 hora a 37°C. A absorvência foi medida num leitor automático de placas de cultura (SLT Spectra) a um comprimento de onda de 570 nm, com um filtro de referência de 620 nm, disponível no LBCT/CBB/UENF. Os

valores da viabilidade celular foram expressos em percentagem relativamente à absorvência determinada nas células controle.

Todas as amostras foram em triplicatas e os dados obtidos foram tratados com teste estatístico ANOVA.

## CAPÍTULO 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1. Caracterização da matéria prima

#### 4.1.1. Composição Química

A tabela 6 representa a composição química do material em pó, determinada por EDX. Observa-se tratar de um feldspato alcalino, que apresenta as proporções de compostos químicos próximas as descritas por Vlach, (2002), para Feldspatos alcalinos, proporção Al:Si de 1:3 e (Na+K):AL de 1:1.

Tabela 6- Percentual de elementos em Feldspato K.

Elemento	Percentual (%)
SiO <sub>2</sub>	62,144
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	19,260
K <sub>2</sub> O	17,153
Na <sub>2</sub> O	1,252
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,096

Os percentuais da maioria dos elementos encontrados, distribuem-se de acordo com dados constatados por Da Silva (2010), os quais indicam que a maioria dos feldspatos apresenta teores de álcalis maiores que 14%, de sílica, maiores que 62,5%, de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, maiores que 18% e uma parte variável de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, entre 0,06 a 0,13%. A razão entre K<sub>2</sub>O/Na<sub>2</sub>O para feldspatos com alto teor de K<sub>2</sub>O está entre 11,1% e 13,9%.

#### 4.1.2. Morfologia

As partículas em pó de feldspato potássico apresentaram variados tamanhos, morfologia irregular, na sua maioria alongada. As mesmas distribuíram-se de forma

heterogênea, com partículas grandes distribuídas entre partículas menores, que provavelmente resultam da fratura das grandes, tais partículas tendem a se aglomerar entre si ou sobre as maiores (Fig. 11 A). Nota-se no espectrograma a presença dos elementos, Si, Al, K, Na, O, indicando tratar-se de um feldspato alcalino (Fig. 11 B)

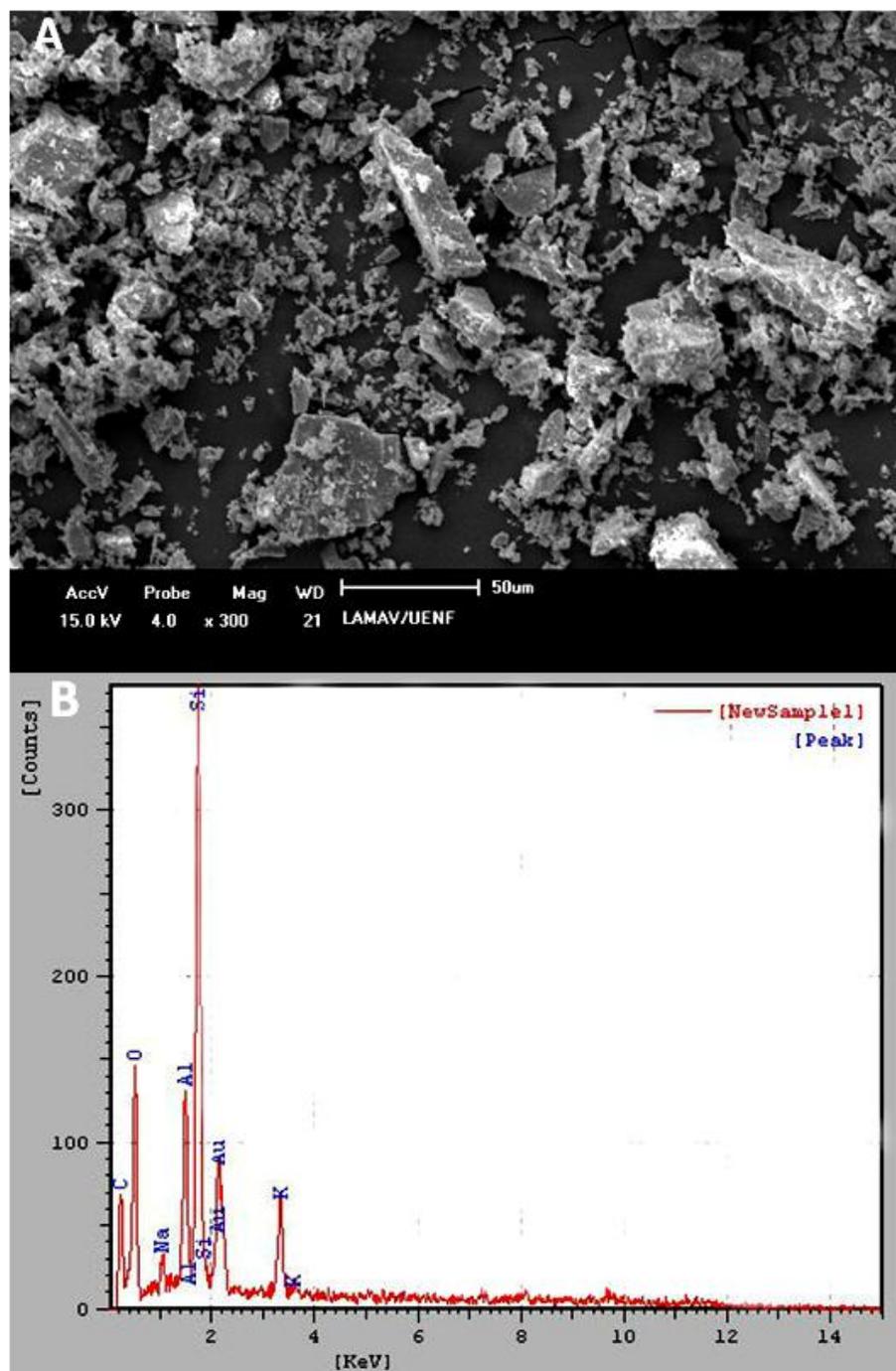


Figura 11. Morfologia das partículas em pó de feldspato potássico, por MEV em aumento de 300X (A). Composição química das partículas em pó de fedspato potássico por EDS (B).

### 4.1.3. Sedigrafia a Laser

A figura 12 mostra a distribuição granulométrica do Feldspato potássico. A curva de distribuição de tamanhos de partícula é trimodal, com tamanho de partícula variando na faixa entre 0,30 e 32 $\mu$ m, com diâmetro médio de 8,89 $\mu$ m, dos quais 10% em volume tem diâmetro inferior a 1,33 $\mu$ m, 50% inferior a 7,29 $\mu$ m, 90% inferior a 18,55 $\mu$ m. Observou-se uma distribuição heterogênea de tamanho de partículas.

Segundo Sousa (2005), quanto mais fina a granulometria da massa cerâmica, maior será a reatividade entre as partículas durante a sinterização. No caso de misturas bimodais e trimodais, partículas pequenas tendem a fundir nos interstícios do agregado de partículas maiores melhorando o empacotamento e, conseqüentemente, aumentando a densidade do material e diminuindo a contração de sinterização (Rasmussen *et al.*, 1997).

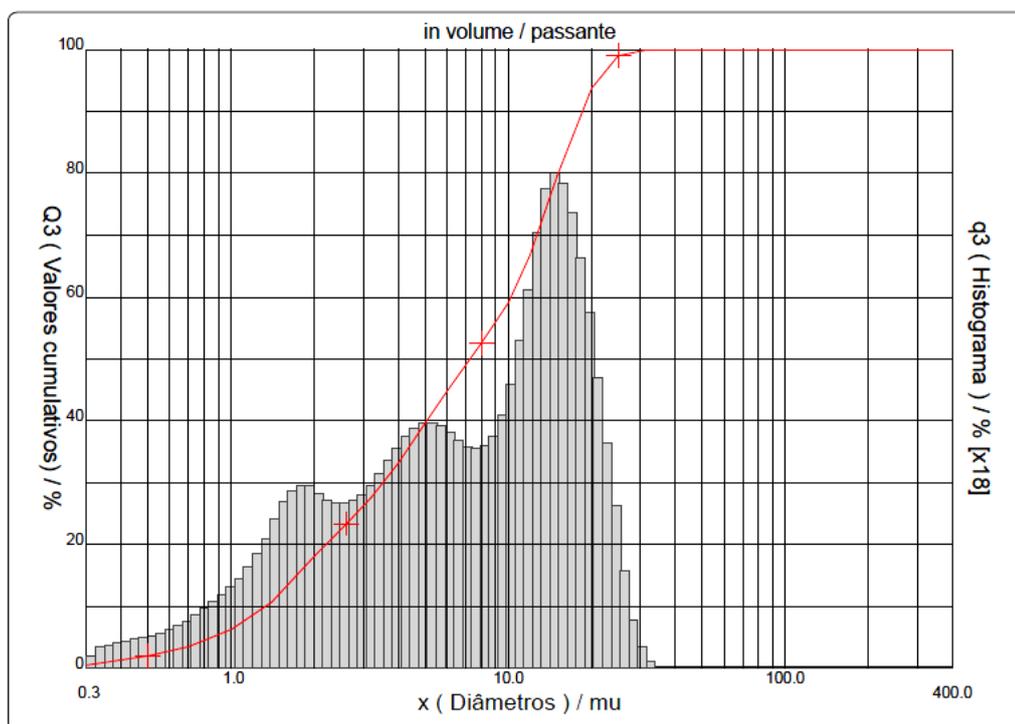


Figura 12. Representação gráfica da distribuição granulométrica do Feldspato potássico.

Provavelmente as partículas maiores, entre 10 e 50  $\mu$ m correspondem ao quartzo.

#### 4.1.4. Análises Térmicas

A figura 13 corresponde às curvas termogravimétrica e térmica diferencial da amostra em pó de feldspato K. De acordo com Arab, (2015), o evento observado na temperatura de 48°C refere-se à perda de água adsorvida.

Observa-se em torno de 573°C um discreto pico endotérmico referente à transformação alotrópica do quartzo  $\alpha$  em quartzo  $\beta$ .

Pequena perda gradativa é observada a partir de 600°C até 1000°C, provavelmente devido à perda de voláteis orgânicos, indicando que o Feldspato em questão apresenta alta estabilidade térmica.

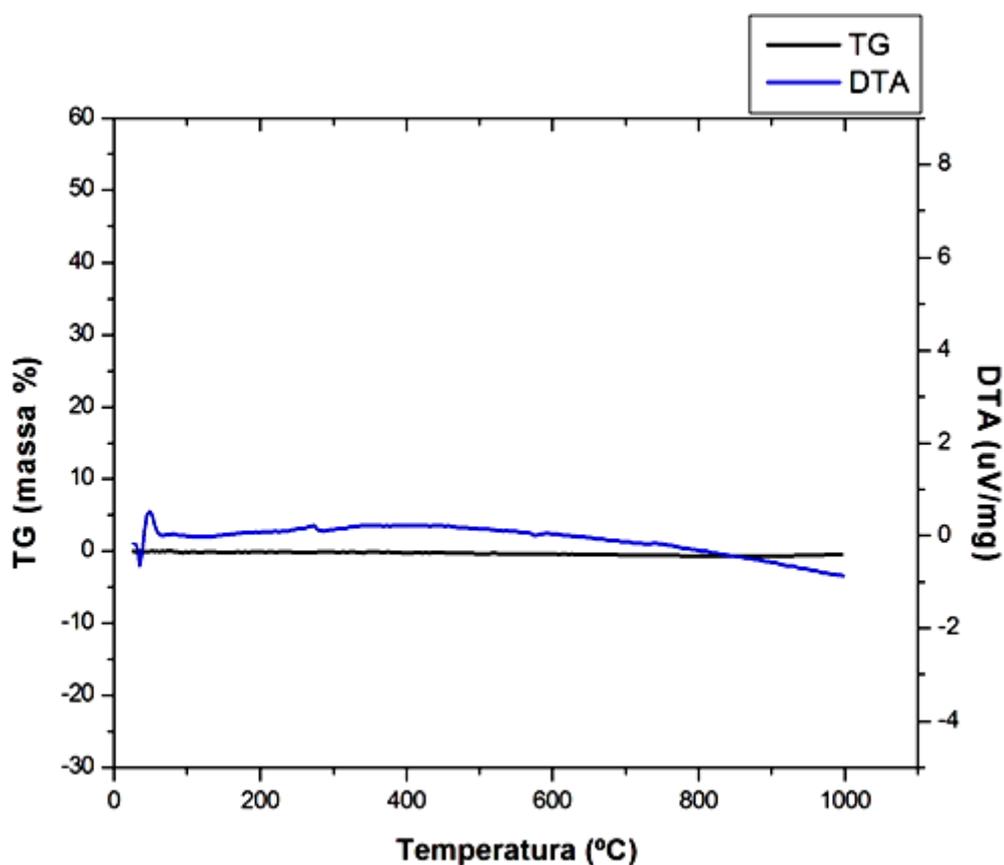


Figura 13. Curvas resultantes das análises térmica e termogravimétrica do feldspato K.

O material mostrou-se bastante estável dentro da faixa de temperatura de análise, não houve variação de massa na análise termogravimétrica segundo a curva apresentada.

#### 4.1.5. DRX

A partir do difratograma do feldspato potássico (Fig.14) identifica-se a presença de picos de quartzo ( $\text{SiO}_2$ ), silimanita ( $\text{Al}_2\text{SiO}_5$ ), ortoclásio ( $\text{K(AlSi}_3\text{O}_8)$ ) e Leucita ( $\text{K(AlSi}_2\text{O}_6)$ ), elementos característicos dos feldspatos alcalinos.

O ortoclásio ( $\text{K}_2\text{OAl}_2\text{O}_3\text{6SiO}_2$ ) aparece como fase majoritária, cuja principal função em massa cerâmica é aumentar a densificação do corpo aumentando a resistência mecânica e diminuir a porosidade após a sinterização (Castro *et al.*, 2015).

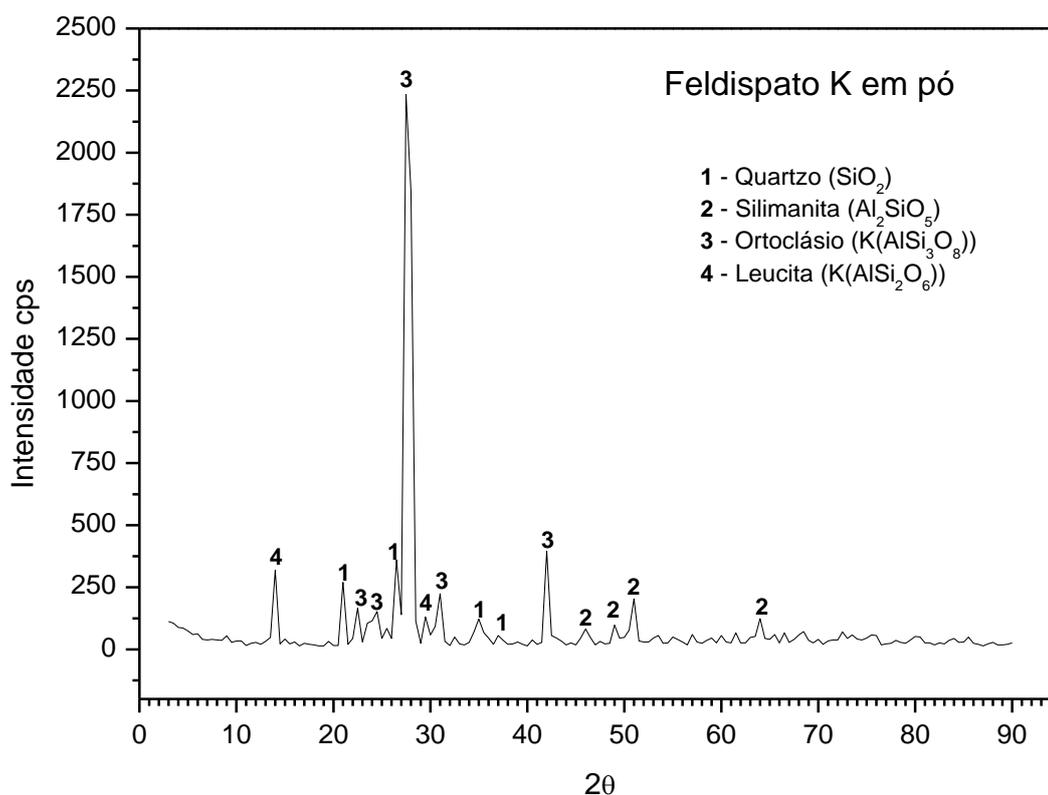


Figura 14. Difratorômetro de Raios-X do feldspato potássico em pó.

Segundo Gracis *et al.*, (2015), o feldspato potássico forma cristais de leucita, que dependendo da quantidade, não somente aumentam a resistência intrínseca da restauração, como tornam essa porcelana adequada para o recobrimento de subestruturas metálicas, podendo ser utilizadas também como substratos cerâmicos e material estético ligado à estrutura dentária.

#### 4.2. Caracterização da Biocerâmica Sinterizada

As biocerâmicas cilíndricas, sinterizadas, com tamanho de 5x5mm, em suporte de alumina, podem ser observadas na figura 15.



Figura 15. Amostras de Feldspato K sinterizadas, sobre suporte de alumina.

#### 4.2.1. Propriedades Físicas

A tabela 7 representa os valores de densidade, porosidade, absorção de água e retração linear obtidos nesse estudo. Observou-se uma densidade relativa de 93%, Porosidade aparente de  $2,23\% \pm 0,97$ , Absorção de água de  $0,98\% \pm 0,42$  Retração Linear de  $10,74\% \pm 2,81$ .

Tabela 7. Resultados obtidos no estudo.

Amostras	Absorção de Água (%)	Densidade Aparente (g/cm <sup>3</sup> )	Porosidade Aparente (%)	Retração linear Total (%)
1	1,025	2,22	2,301	12,77
2	1,103	2,22	2,482	11,43
3	0,862	2,25	1,957	10,64
4	0,933	2,24	2,116	9,93
5	0,622	2,25	1,41	12,06
6	1,117	2,32	2,616	10,11
7	1,186	2,36	2,830	10,84
8	1,036	2,32	2,432	9,41

---

<b>9</b>	1,014	2,31	2,367	11,36
<b>10</b>	0,891	2,26	2,029	10,34
<b>11</b>	0,503	2,31	1,166	8,14
<b>12</b>	0,888	2,30	2,059	10,34
<b>13</b>	0,928	2,13	1,994	8,86
<b>14</b>	1,307	2,13	2,817	13,64
<b>15</b>	1,245	2,35	2,861	11,24

---

O valor de densidade aparente nas amostras estudadas (entre 1,76 e 2,34 g/cm<sup>3</sup>) equipara-se ao encontrado por da Silva, (2010).

Resultados da literatura mostram que a densidade influencia em propriedades como dureza, resistência à flexão e tenacidade à fratura (Kunes, *et al.*, 2000; Heijman, 2002; Lin e Duh, 2002). Geralmente, amostras cerâmicas sinterizadas com maior densidade relativa exibem melhores propriedades mecânicas.

Absorção de água e porosidade aparente expressam a quantidade de porosidade aberta presente no material, aquela através da percentagem em ganho de peso da estrutura em consequência da água que preenche os poros enquanto que esta através da percentagem em volume (Pinheiro, Holanda e Da Silva., 2005). Sendo assim essas propriedades devem exibir o mesmo comportamento, como ocorrido nesse estudo.

Estudos realizados com porcelanas odontológicas misturadas com água destilada ou líquido de mistura reportam valores de densidade aparente variando entre 2,04 e 2,67 g/cm<sup>3</sup> e de porosidade entre 2,4% e 4,5% (Palin *et al.*, 2001; Cheung e Darvell, 2002; Zhang *et al.*, 2004). Tais valores corroboram com os valores encontrados nesse estudo.

De acordo com Callister, (2014), a resistência mecânica das cerâmicas diminui exponencialmente com a porosidade. Os poros funcionam como concentradores de tensões podendo ocasionar diminuição da área resistente.

A porosidade aparente observada no estudo é satisfatória para aplicação odontológica da cerâmica em estudo. Altos valores de porosidade impossibilitam sua utilização na cavidade oral, uma vez que a superfície propicia a formação de biofilme bacteriano e acúmulo de pigmentos, o que causa manchas no material, tornando-o esteticamente inaceitável (Silva, 2009)

A Figura 16 mostra a superfície da amostra sinterizada nesse estudo. Observa-se poros, em sua maioria, esféricos e isolados. A superfície da amostra apresenta-se livre de porosidade aberta, explicando os baixos valores de absorção de água e porosidade aparente. A sinterização possibilitou a redução de porosidade. Esses poros podem ser apenas superficiais, oriundos de degassificação e remoção de cânfora remanescente mediante a sinterização.

Segundo Mortel, (2000), a liberação de gases pode acontecer devido à dissolução do quartzo e cristalização de fases.

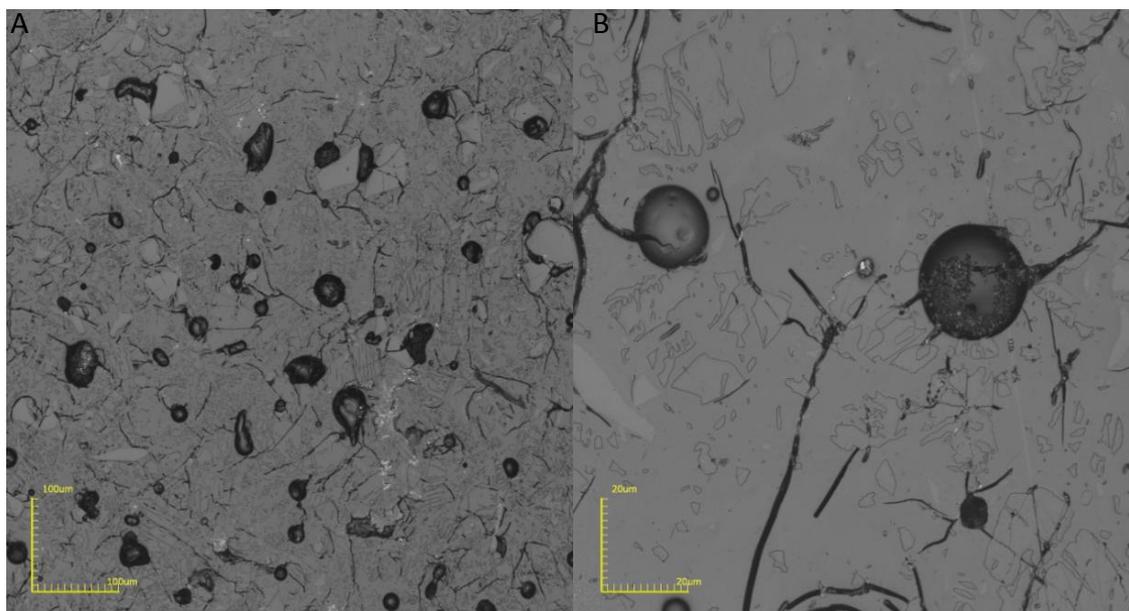


Figura 16. Micrografias de Microscopia Confocal da superfície da amostra estudada.

Poros fechados podem ser causados pelo fechamento de poros abertos, devido à evolução da sinterização, ou pela evolução de gases da fase sólida e estes gases não conseguem sair da estrutura. Estes últimos tendem a assumir forma esférica (Da Silva, 2014).

Segundo Kobayashi *et al.*, 1992 poros interconectados, em vez de isolados, são mais deletérios à resistência mecânica. A posição e o formato de poro devem ser analisados, pois poros arredondados não são tão prejudiciais, de um modo geral.

A partir do MEV constatou-se que os poros observados no material estudado apresentam diâmetros próximos a 20µm e formato esférico (Fig. 17).

Não somente a densidade e a fração volumétrica dos poros nas porcelanas odontológicas podem afetar suas propriedades mecânicas, como, mais especificamente, o diâmetro dos poros mostra-se deletério à resistência mecânica das peças cerâmicas (Fleming, Shane e Marquis, 2000).

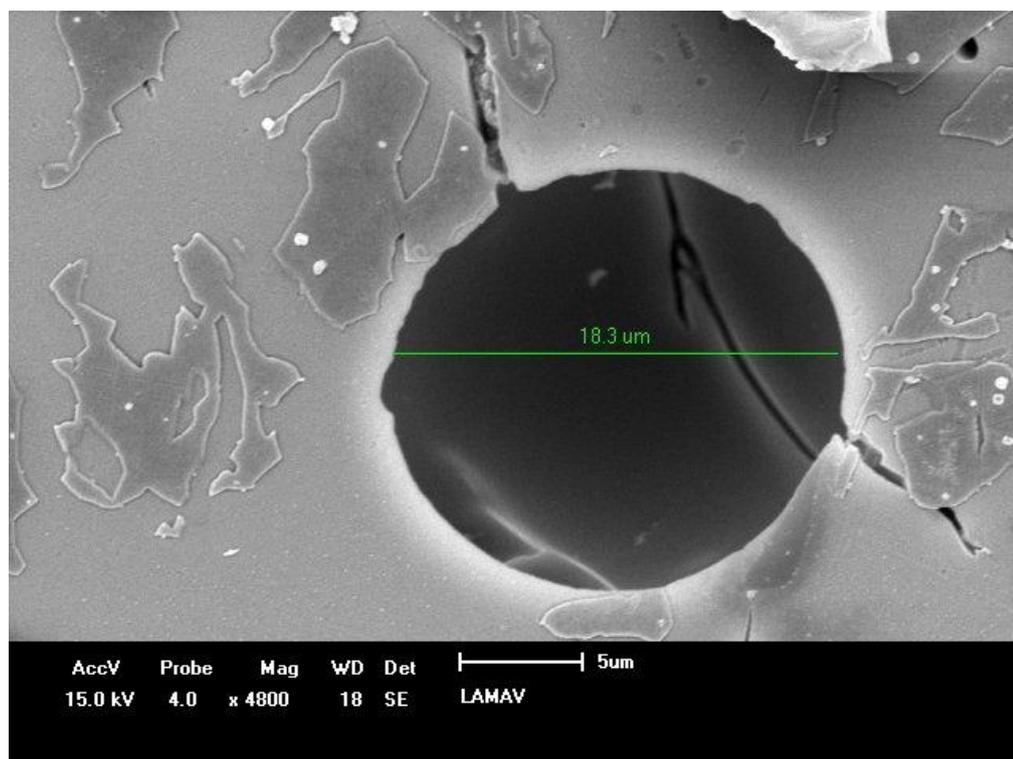


Figura 17. Micrografia de varredura da biocerâmica feldspática, evidenciando um poro.

#### 4.2.2. Análise Microestrutural

As amostras sem preparação metalográfica foram observadas por Microscópio Eletrônico confocal. Notam-se regiões com diferença de relevos, com formato irregular, superfície rugosa, com a presença de poros e regiões mais escuras (Fig 18).

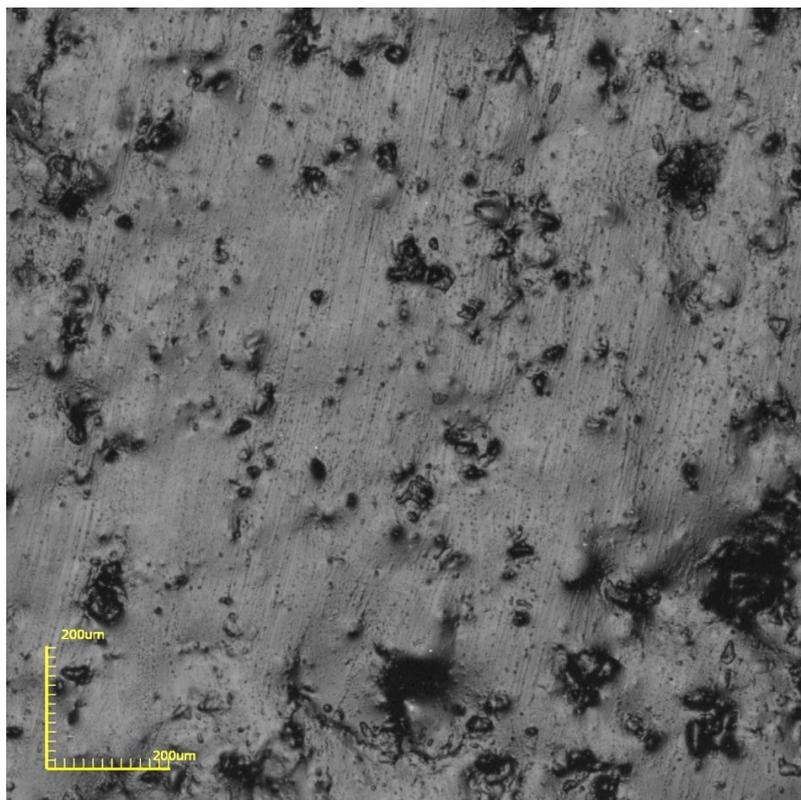


Figura 18. Cerâmica feldspática sem tratamento metalográfico observada em Confocal.

Nos trabalhos científicos odontológicos, o parâmetro frequentemente utilizado para a avaliação da qualidade da superfície de materiais dentários é a rugosidade superficial em valores Ra ( $\mu\text{m}$ ), abreviatura do inglês *roughness average* (rugosidade média), que corresponde à média aritmética dos valores absolutos das ordenadas de afastamento (picos e vales) em relação à linha média dentro do percurso de medição ( Al-Hiyasat, *et al.*, 1998; Fuzzi *et al.*, 1996).

A rugosidade encontrada na superfície do material obtido nesse estudo, de acordo com o perfil gerado na figura 19 foi de  $1,6 \mu\text{m}$ .

Segundo Kantorski *et al.*, (2009), a rugosidade dos materiais de recobrimento dos pilares de implantes, tais como a porcelana, é fator determinante na manutenção da saúde dos tecidos peri-implantares, já que a adesão das bactérias orais em materiais restauradores e nas estruturas dentais desempenham papel chave nas doenças orais.

Brentel, (2008), analisou a rugosidade superficial da cerâmica feldspática VM7 (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha), Enamel, sinterizada a  $900 \text{ }^\circ\text{C}$ ,

antes e após diferentes procedimentos de acabamento e polimento e constatou rugosidade média em torno de 2  $\mu\text{m}$  na cerâmica logo após sinterização.

Pequenas irregularidades são pontos iniciais para a adesão e colonização bacteriana, pois funcionam como nichos onde bactérias permanecem protegidas de forças mecânicas de remoção do biofilme comumente presentes na cavidade bucal (Hanning, 1997)

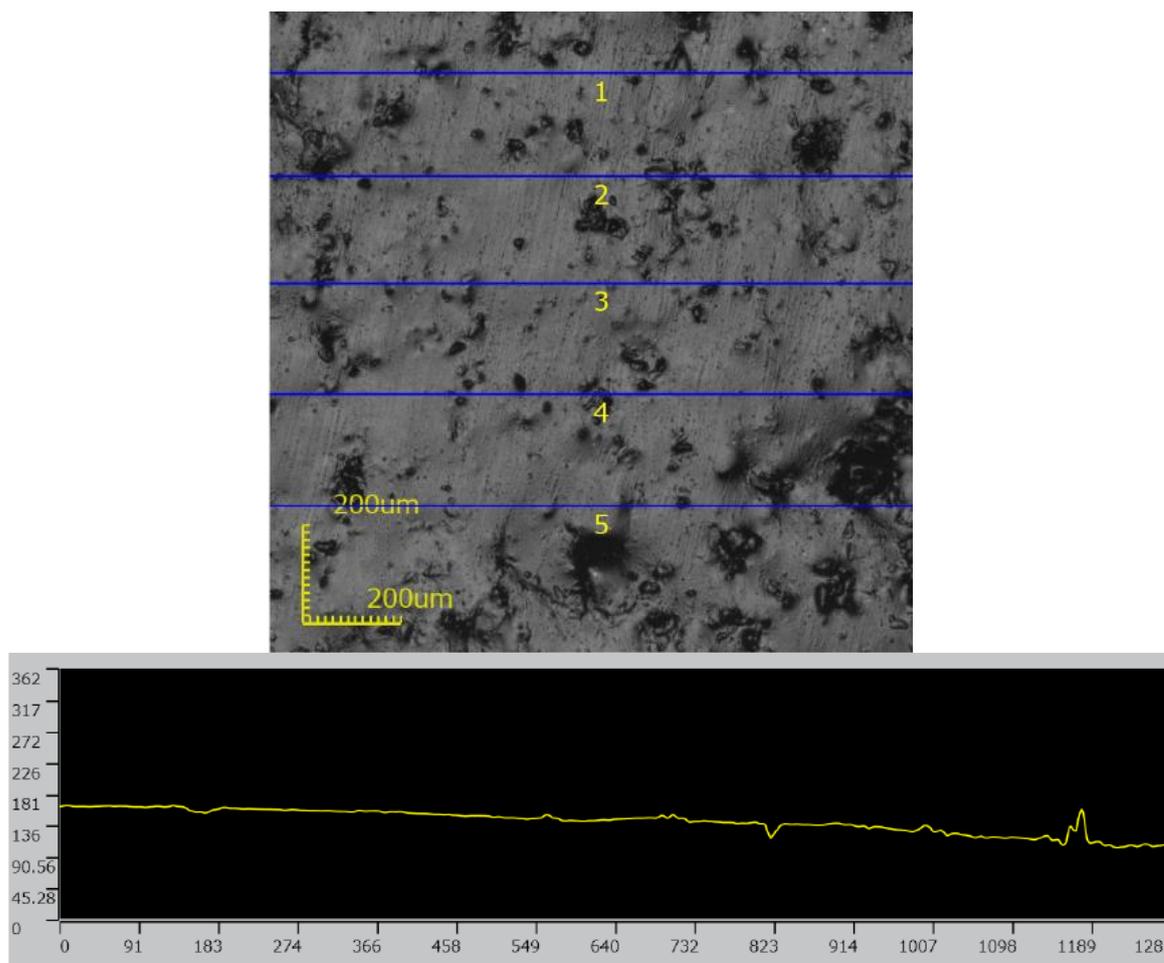


Figura 19. Perfil de rugosidade da amostra em Microscópio confocal.

Após a preparação metalográfica observa-se, além da distribuição de poros, a presença de trincas distribuídas pela superfície do material (Fig. 20). A natureza das trincas em porcelanas depende dos coeficientes de expansão da matriz e das partículas. Se a partícula contrai mais que a matriz, então a tensão resulta em uma trinca na interface em volta das partículas. Este é o caso da partícula de quartzo em na matriz de feldspato vítreo (Bragança e Bergman, 2004).

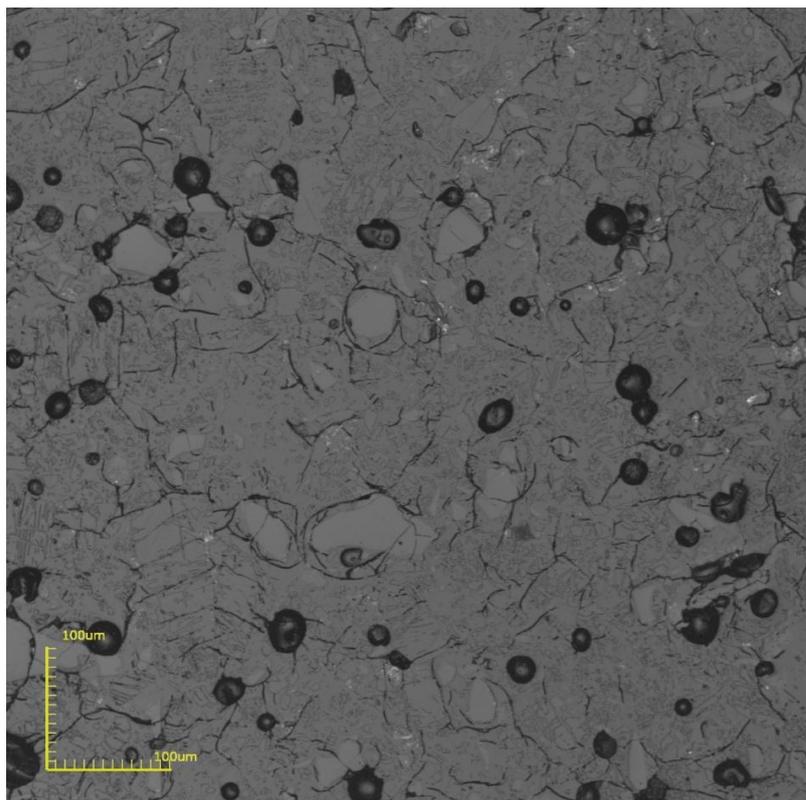


Figura 20. Cerâmica feldspática observada em confocal, após tratamento metalográfico.

De acordo com Kingery e colaboradores, (1997), e Chinelatto (2004), o quartzo apresenta transformações polimórficas durante o resfriamento, em 573°C o material sofre uma transformação deslocativa ou de inversão de  $\beta$  para  $\alpha$ , acompanhada de variação de volume, gerando uma diminuição do volume de cerca de 2%, gerando tensões capazes de ocasionar fissuras ou microtrincas no grão e na matriz (Fig. 20).

A figura 21 apresenta a microestrutura da biocerâmica observada por MEV. Nota-se a presença de grãos mais escuros dispersos em uma matriz de coloração mais clara, com a presença de trincas distribuídas aleatoriamente. Observa-se que quase não há poros evidenciados na superfície após o tratamento metalográfico, sendo indicativo que os poros observados nas figuras 16 e 17 são superficiais.

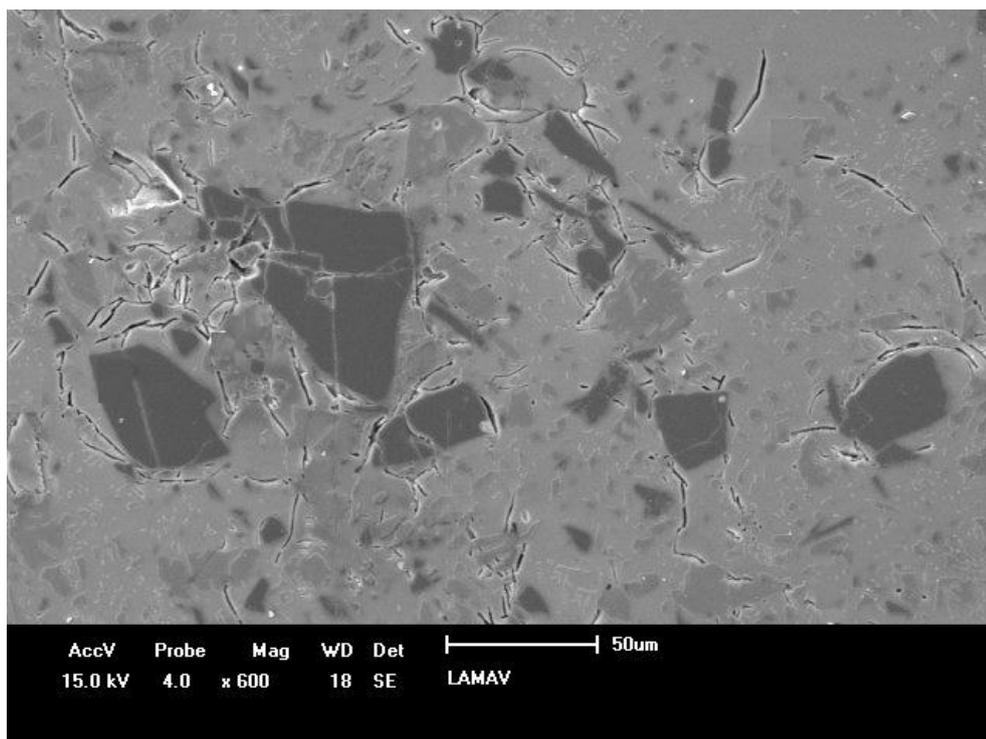


Figura 21. Micrografia de varredura da superfície da amostra após tratamento metalográfico.

A microestrutura obtida após sinterização pode ser melhor observada em maior aumento (Fig. 22), na qual os pontos 1, 2 e 3, correspondem as análises químicas pontuais por EDS (Fig.23, 24 e 25) .

A análise química pontual por EDS da fase 1 revela teores de Si, Al, K e O (Fig. 23), confirmando, após associação com os resultados obtidos por DRX, a hipótese de que esta fase consiste de leucita. O ponto 2 apresenta picos representativos para os elementos Si, Al, K, Na e O, enquanto o ponto 3 apresenta apenas Si e O, caracterizando o quartzo. Estes resultados foram coerentes com a análise química da matéria prima, representada na tabela 6.

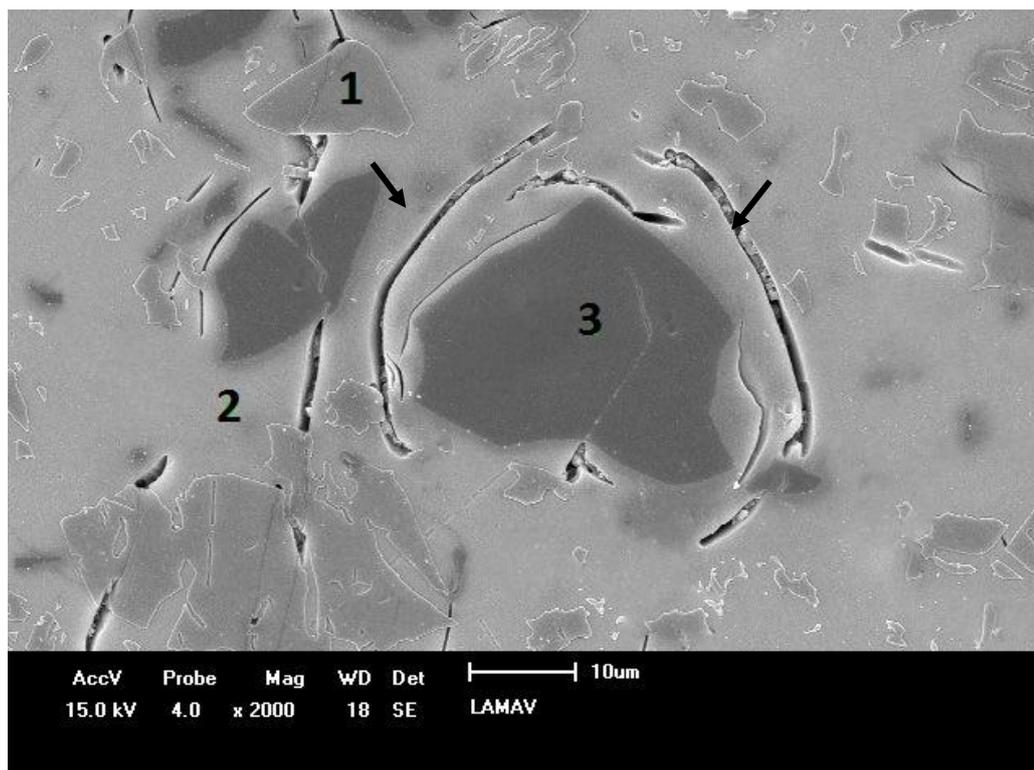


Figura 22. Micrografia da superfície da biocerâmica em estudo.

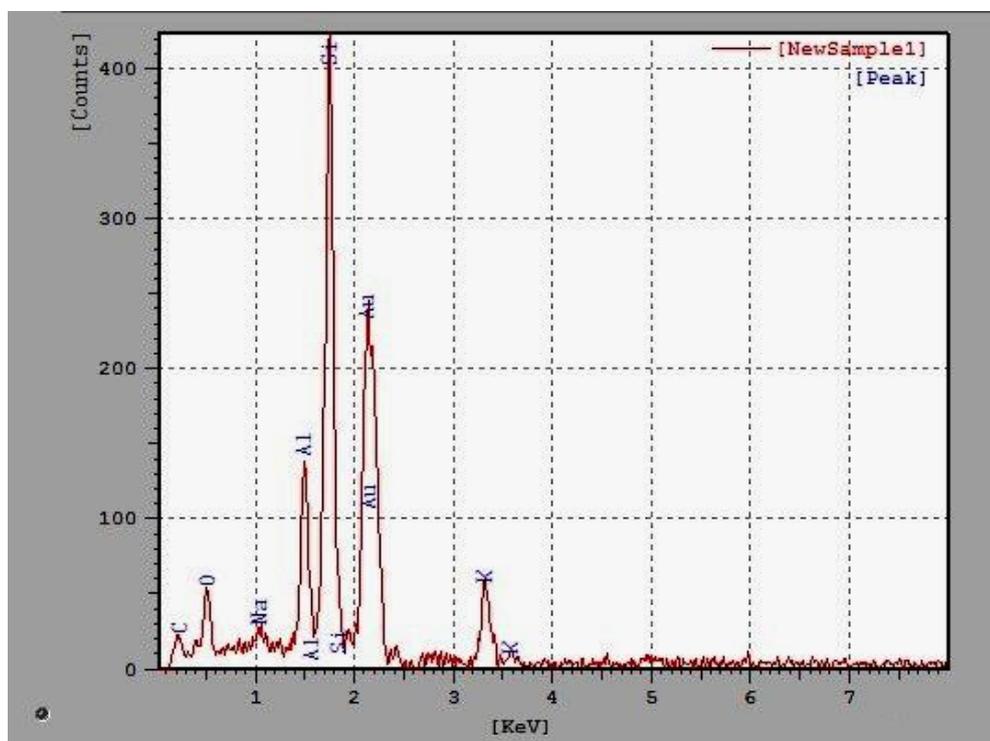


Figura 23. Composição química relativa ao ponto 1 na figura 14.

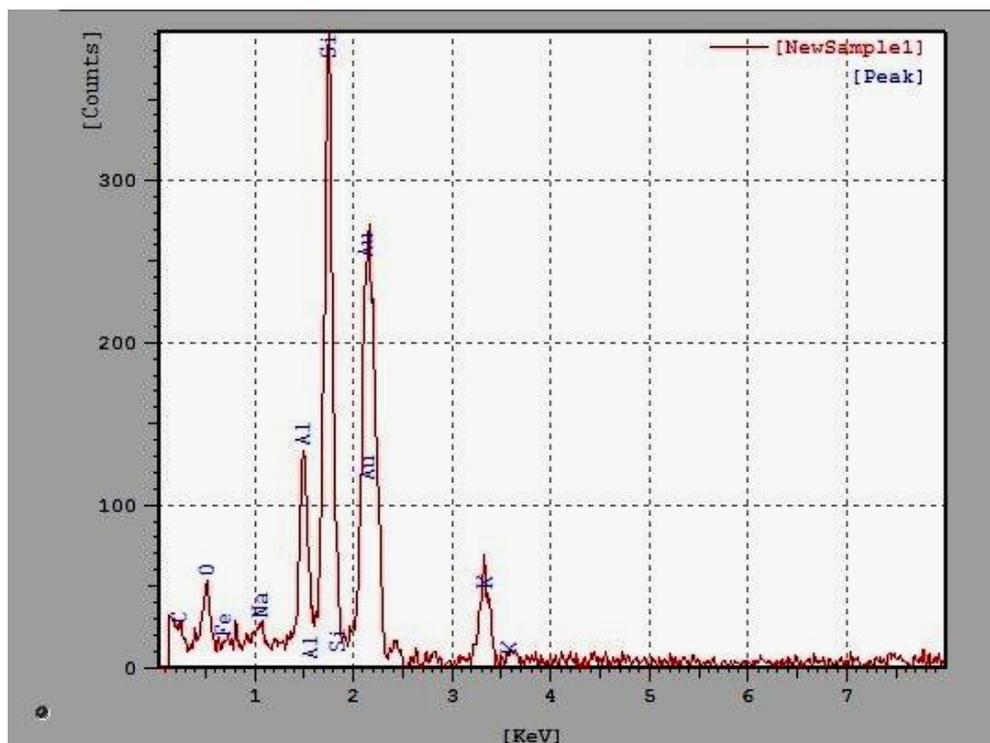


Figura 24. Composição química do ponto 2 na figura 14.

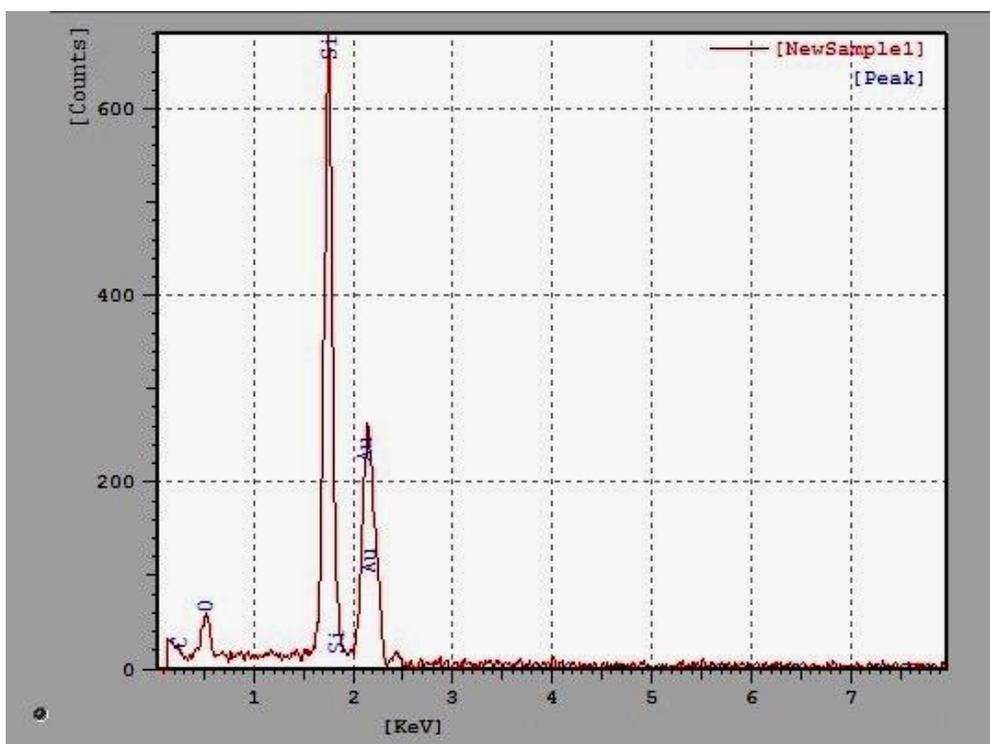


Figura 25. Composição química do ponto 3 na figura 14.

Observa-se que a partícula de quartzo destaca-se sobre a matriz com trincas térmicas ao redor (setas), ocasionadas pela diferença de expansão térmica, e está fraturada, indicando que a tensão térmica residual foi alta suficiente para quebrar a partícula durante o resfriamento das amostras (Fig. 22) (Bragança e Bergmann, 2004).

Nas figuras 22 e 26 observa-se que os grãos de leucita retêm a propagação de trincas na superfície do material, caracterizando o mecanismo de tenacificação do material em questão, o que pode aumentar a resistência mecânica e a energia de fratura (Bragança e Bergman, 2004).

O mecanismo de deflexão das trincas durante a propagação da fratura é um dos principais mecanismos que atua nas porcelanas com leucita. A deflexão das trincas, nesse caso, provavelmente ocorre quando essas encontram as tensões tangenciais de compressão, sendo em seguida guiadas pelas tensões radiais de tração presentes na matriz ao redor das partículas, decorrentes da diferença entre os coeficientes de expansão térmica linear da matriz vítrea e da leucita tetragonal (Lee *et al.*, 1997; Freimam *et al.*, 2005)

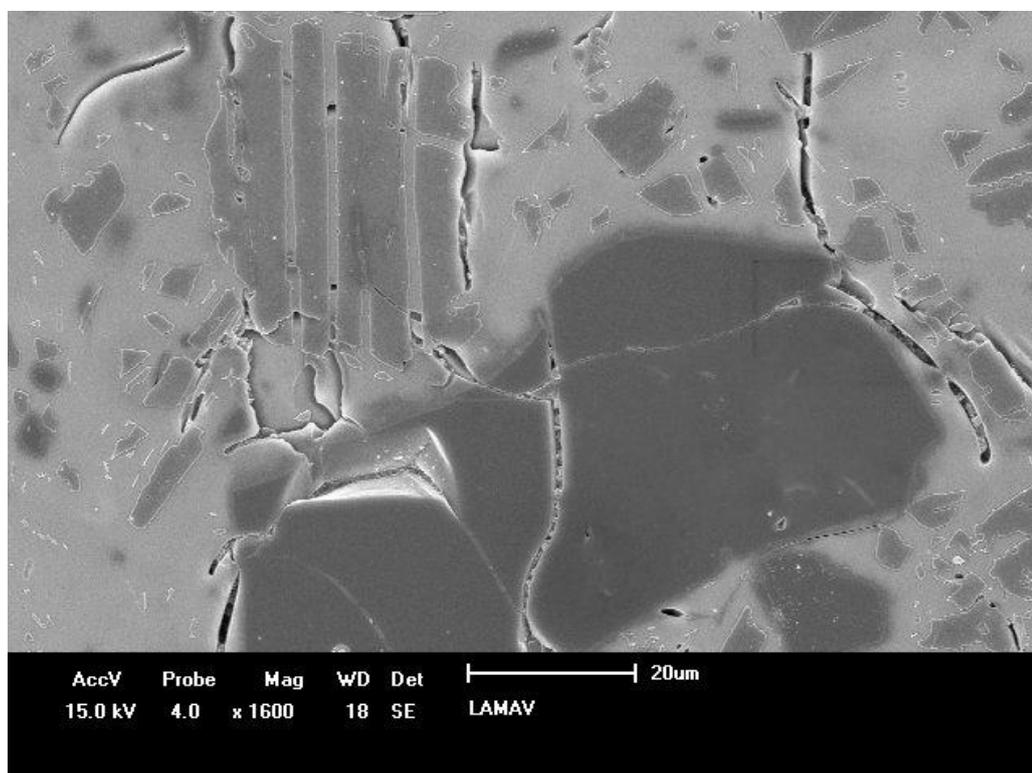


Figura 26. Micrografia de varredura destacando um grão de quartzo fraturado.

O mapeamento verificado na figura 27 demonstra a distribuição dos elementos químicos na superfície da cerâmica feldspática, permitindo reafirmar, pela composição química na região, que o grão fraturado trata-se de fato do grão de quartzo.

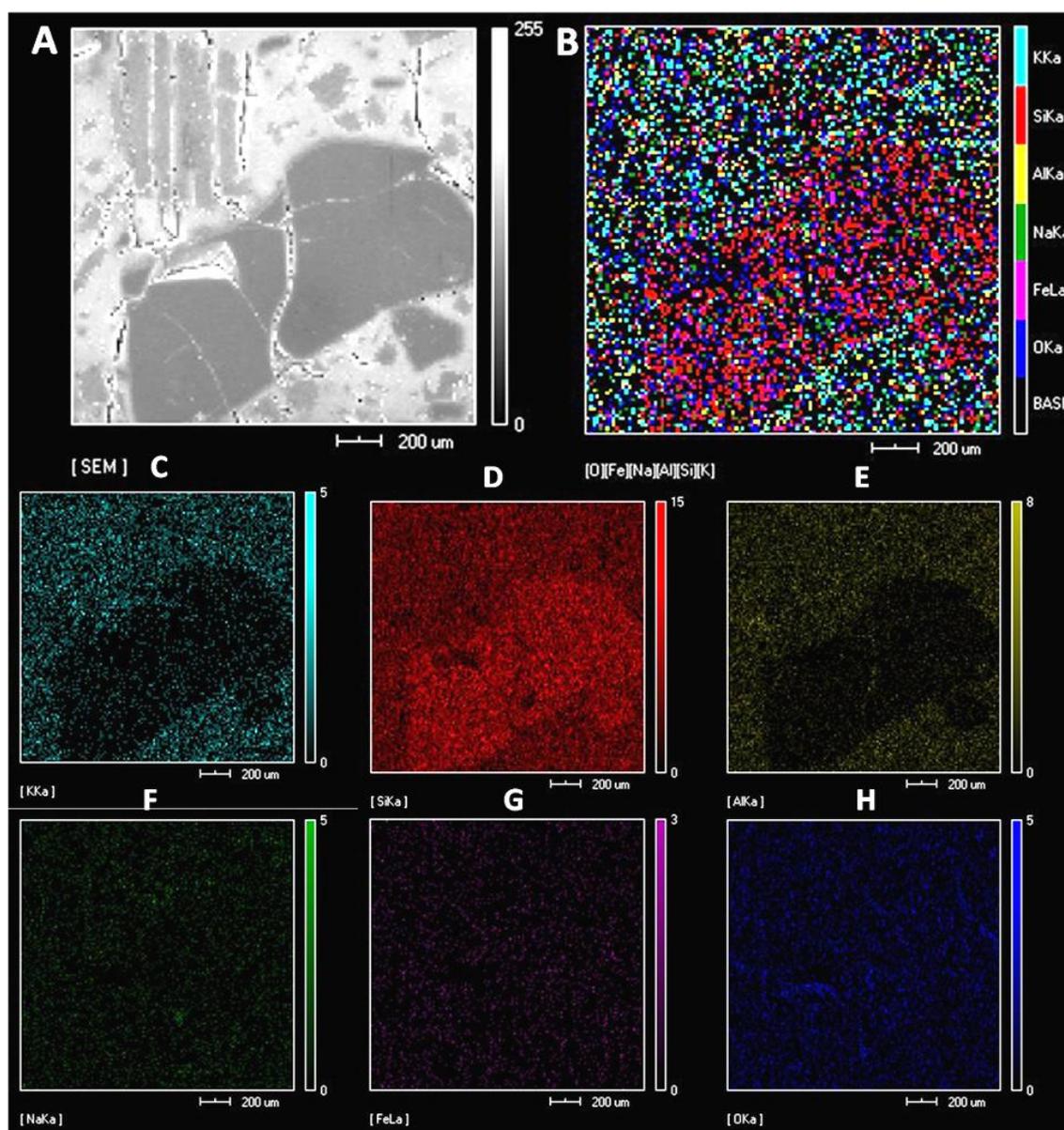


Figura 27. Mapeamento da superfície da amostra de biocerâmica.

### 4.2.3. Análise Estrutural

#### 4.2.3.1. DRX

Pela comparação dos difratogramas obtidos antes e após a sinterização, observa-se que após a sinterização ocorre a diminuição na intensidade dos picos de difração do quartzo, ortoclásio e silimanita e o alargamento do pico de leucita, que está bem acentuado (Fig. 28).

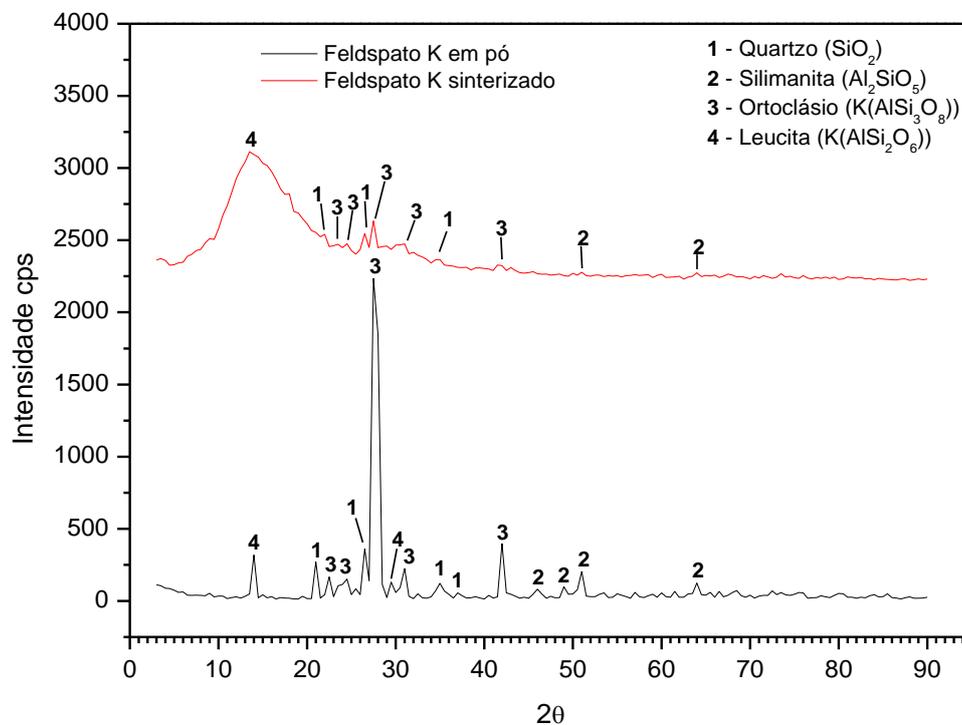


Figura 28. Difratograma da Biocerâmica sinterizada.

O alargamento das linhas de difração após a sinterização caracteriza significativa diferença no grau de cristalinidade entre as amostras, associada a menor cristalinidade deste material. Sabe-se que em altas temperaturas, o feldspato decompõe-se numa fase vítrea com estrutura amorfa (Craig, 2013)

Estudos indicam que, em geral, o alargamento nas linhas de difração é atribuído ao decréscimo do tamanho do cristalito, defeitos estruturais ou tensões na

rede (Weller, 1994; West, 2014; Mayrhofer *et al*, 2006). Neste estudo é provável que o alargamento dos picos de difração esteja relacionado com tensões na rede. Em cristais que estão submetidos a uma compressão uniforme, o padrão de difração pode mudar o espaçamento  $d$  para valores inferiores, se a tensão não é uniforme, cristais diferentes ou partes diferentes do mesmo cristal sofrem deformações diferenciadas e as linhas de difração de raios X de um diagrama também são alargadas (West, 2014).

A percentagem de cada fase cristalina presente nas amostras foi estimada a partir da intensidade relativa dos picos correspondentes as fases no difratograma de DRX, utilizando-se o cálculo de áreas pelo programa *origin 9*. Os percentuais de cada fase presente no material, antes e após a sinterização, está representada pelo histograma na figura 30.

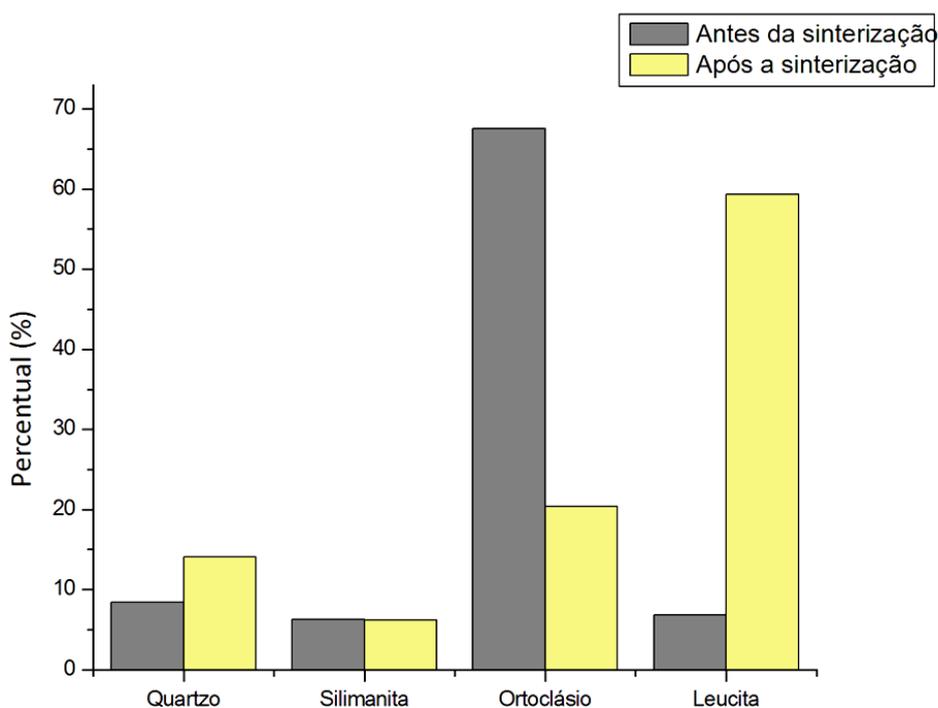


Figura 29. Composição das fases do material em estudo

Observa-se que houve um aumento significativo do percentual de leucita após a sinterização, bem como diminuição do ortoclásio.

Segundo Pinheiro, (2005) durante a sinterização a reatividade do quartzo permanece baixa garantindo a integridade estrutural da peça e ajudando a prevenir a deformação do corpo.

O diagrama ternário representado na figura 29, já mencionado no texto na figura 6, foi utilizado como ferramenta para a compreensão do comportamento das fases presentes no feldspato potássico, identificadas por DRX durante o processo de sinterização.

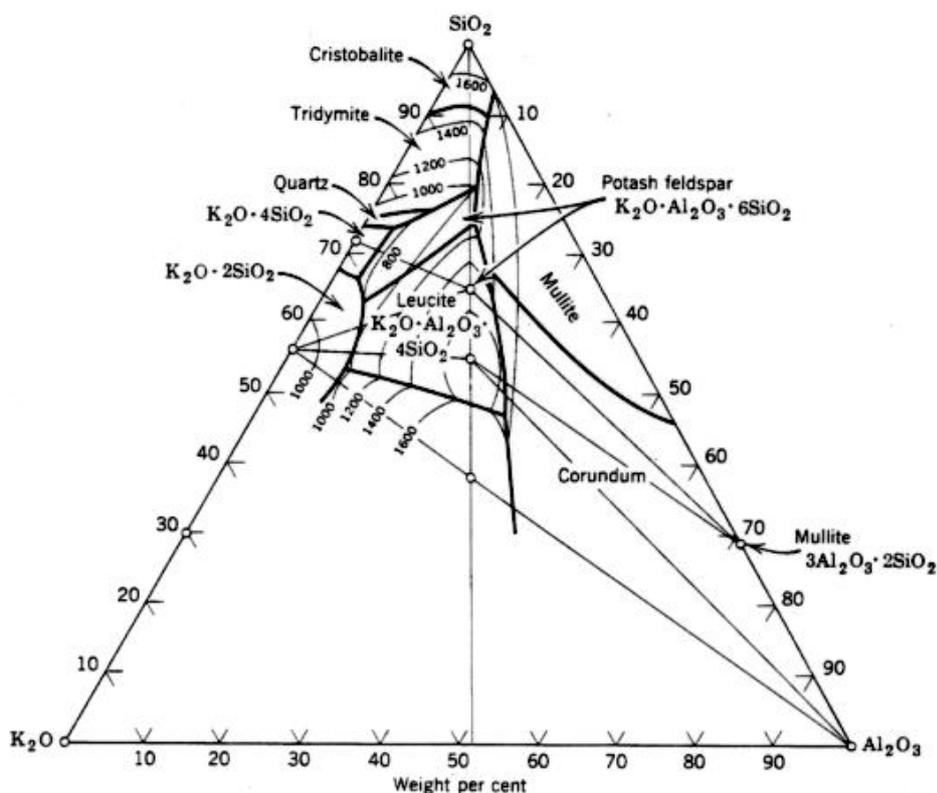


Figura 30. Diagrama de equilíbrio ternário SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-K<sub>2</sub>O (Kingery, 1992).

Observa-se que em temperaturas mais elevadas o quartzo se dissolve na fase vítrea aumentando a quantidade de silício e mantendo sua viscosidade elevada, o que é vantajoso tecnologicamente, uma vez que uma fase líquida de alta viscosidade pode ajudar a prevenir deformação pirolástica (causada pelo enfraquecimento que ocorre em regiões de baixa viscosidade na matriz) (Pinheiro, 2005).

Observa-se que a leucita pode ser produzida através da fusão incongruente do feldspato potássico, quando o mesmo é aquecido a temperaturas entre 1150°C e

1530°C. A fusão incongruente é o processo onde o material se funde formando uma fase líquida e uma nova fase cristalina (leucita) (Anusavice, 2005; Ong *et al.*, 2000).

Estudos indicam que vidros feldspáticos compostos de uma quantidade entre 11-12% de K<sub>2</sub>O resultam em uma significativa cristalização da leucita (Cattell *et al.*, 2005, Ong *et al.*, 2000).

Ao iniciar o resfriamento das porcelanas feldspáticas, ocorrem trocas iônicas entre os átomos dos diferentes elementos colocados em contato. Essas trocas vão ocasionar um rearranjo eletrônico, buscando a eletro-neutralidade do material, até atingir seu nível de energia interna mínimo, ou energia de equilíbrio. A partir do núcleo formado, este novo arranjo promove o crescimento dos grãos de leucita (K<sub>2</sub>O Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 4SiO<sub>2</sub>), originando a fase cristalina (Kingery, 1992).

Segundo Souza *et al.* (2007), o coeficiente de expansão térmica para a leucita tetragonal varia entre  $22,3 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}$  e  $25 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}$  (25-400°C) e para a leucita cúbica é de  $21,5 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}$  (400-700°C), e há mudança de fase reversível de leucita cúbica para tetragonal por volta de 605-625°C (Cattell *et al.*, 2005).

O alto percentual de leucita observado após a sinterização da biocerâmica em estudo pode ser utilizado para justificar o aumento da resistência à compressão e tenacidade em relação às cerâmicas feldspáticas odontológicas, uma vez que, segundo Cattell *et al.*, (2005), a cristalização da leucita tetragonal na matriz vítrea é favorável por aumentar suficientemente o coeficiente de expansão térmica do material de forma a permitir uma eficiente ligação com o substrato metálico. Além disso, a diferença em expansão térmica que existe entre os cristais de leucita tetragonal e a matriz vítrea ( $8,6 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}$ ) propicia uma tensão tangencial compressiva ao redor dos cristais, sendo esta responsável por um notável reforço no material, reduzindo, deste modo, a propagação de trincas (Cattell *et al.*, 2005).

#### 4.2.3.2. FTIR

As figuras 31 e 32 representam os resultados da espectroscopia de infravermelho, com transformada de Fourier, do feldspato potássico, antes e após a sinterização, respectivamente.

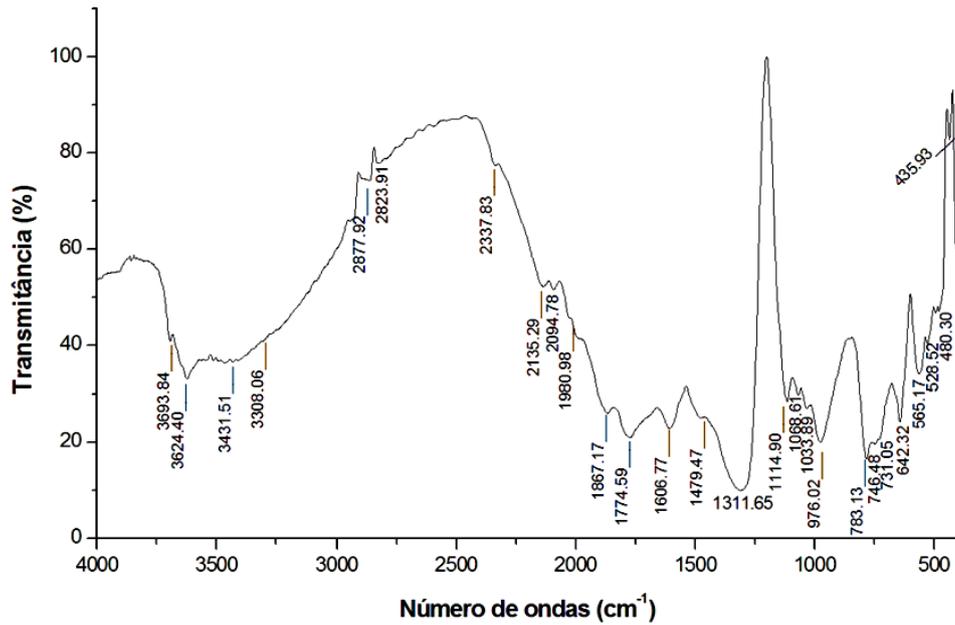


Figura 31. Espectro FTIR do Feldspato potássico em pó.

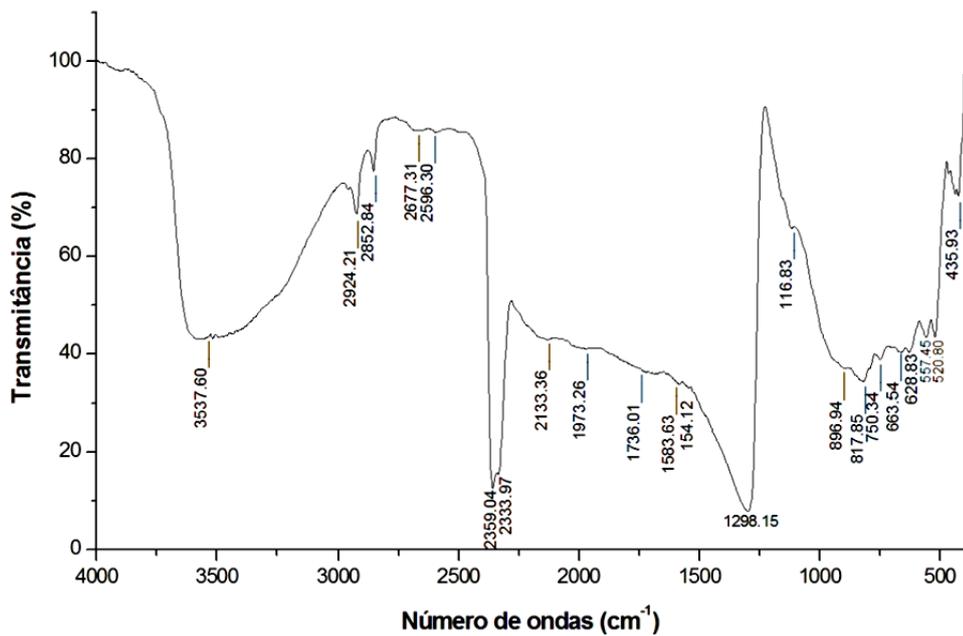


Figura 32. Espectro FTIR do feldspático potássico sinterizado.

Segundo Theodosoglou, (2010), as bandas entre 460 e 546  $\text{cm}^{-1}$  podem ser atribuídas ao acoplamento entre vibrações de estiramento de O-Si-O e estiramento de K-O.

O pico  $642,32\text{ cm}^{-1}$  relativo a vibrações de flexão O-Si (Al), desaparece com a sinterização (Theodosoglou, 2010).

Para as regiões do espectro compreendidas entre  $700\text{-}800\text{ cm}^{-1}$  observa-se ligações Al-O na estrutura do mineral, que tende a desaparecer após a sinterização, devido à quebra de ligações químicas.

Entre  $1000$  e  $1200$  são atribuídas principalmente à vibração de estiramento de Si-O em ortoclásios (Theodosoglou, 2010). Observa-se que após a sinterização ocorre a diminuição das vibrações Si-O indicando a deterioração da estrutura cristalina durante o processo de vitrificação (Aarão *et al.*, 2016).

De acordo com Wilkins e Sabine, (1973); Rossmam (1993), os picos na região entre  $2.800\text{ cm}^{-1}$  e  $3.900\text{ cm}^{-1}$  correspondem a ligações OH.

O pico de  $2.337,83$  pode estar relacionado com vibrações de moléculas de  $\text{CO}_2$ .

O perfil dos espectros de FTIR mostraram concordância com as bandas de vibração características dos feldspatos potássicos encontradas na literatura (Wilkins e Sabine, 1973; Rossmam 1993; Theodosoglou, 2010)

#### **4.2.4. Avaliação de Propriedades Mecânicas**

##### **4.2.4.1. Dureza**

A dureza média encontrada na Biocerâmica é  $484,28\text{HV}$  equivalente a  $4,75 \pm 0,37\text{ GPa}$ .

O valor apresentado é muito próximo ao valor de dureza do esmalte dental, que é  $4,9\text{ GPa}$  (Mahoney *et al.*, 2000), característica positiva em algumas aplicações clínicas, uma vez que a confecção de próteses com material com alta dureza pode acarretar desgaste dos dentes antagonistas.

Os fabricantes de cerâmicas dentais utilizam valores de dureza como referência para o possível desgaste que estes materiais podem exercer sobre a dentição antagonista, o que indica a dureza como um fator determinante de desgaste em porcelanas (Kelly *et al.*, 1996).

A figura 33 representa uma medida de dureza no material em estudo, com as trincas geradas, observadas por microscopia confocal a laser.

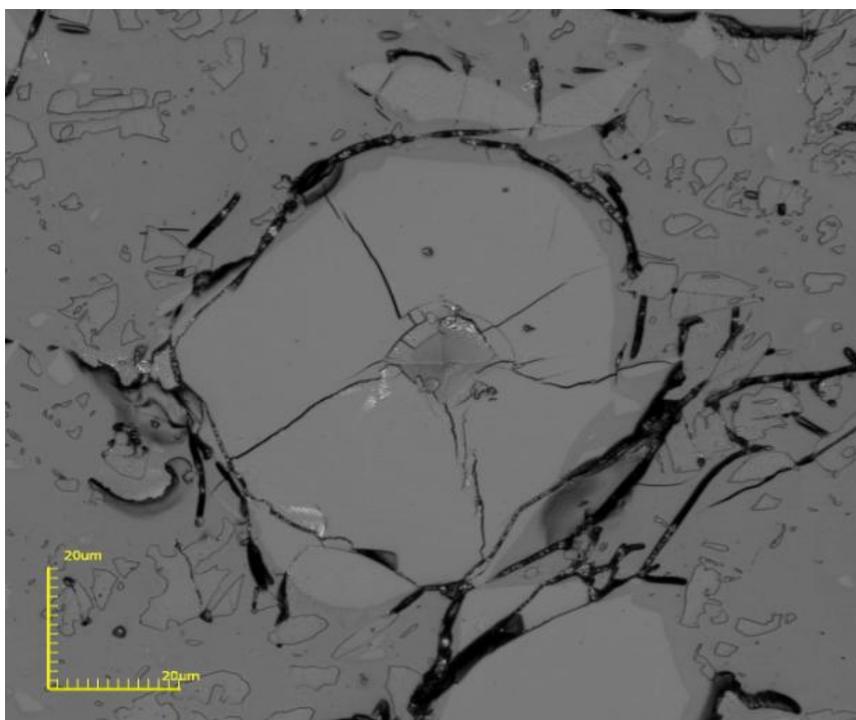


Figura 33. Indentação observada em micrografia confocal a laser.

Um estudo realizado por Rasmussen e colaboradores, (1998), em uma porcelana com alto teor de leucita, constatou dureza Vickers de 3,75 a 4,25 GPa.

Oliva, (2003) avaliou a dureza na escala Vickers das cerâmicas feldspáticas: All Ceram, processada por sinterização, Ceragold, processada por injeção à vácuo, e Ceramco 2, processada por sinterização convencional e por injeção. Os materiais apresentaram, na mesma sequência descrita, as durezas: 478,8 HV, 495,3 HV, 451 HV. Os valores estão bem próximos do valor encontrado nesse estudo, indicando a possibilidade de utilização do material para fins odontológicos, uma vez que as cerâmicas mencionadas são utilizadas com sucesso em aplicações odontológicas em escala comercial.

#### 4.2.4.2. Tenacidade à Fratura

Os valores de tenacidade à fratura obtidos nesse estudo estão representados

na tabela 8. A tenacidade média encontrada no material estudado é  $3,15 \pm 0,88$  MPa.m<sup>1/2</sup>.

Tabela 8. Tenacidade à fratura de Biocerâmicas feldspáticas.

Amostras	Tenacidade à fratura MPa.m <sup>1/2</sup>
1	2,64 ±0,11
2	3,17 ± 0,2
3	2,79 ±0,06
4	3,72 ±0,14
5	3,45 ±0,16

Segundo Fischer e Marx, (2002), quanto maior o valor do K<sub>Ic</sub>, melhor é o comportamento mecânico do material. O valor encontrado nesse estudo é considerado alto em comparação aos estudos realizados com cerâmicas feldspáticas.

Philippe *et al.*, (2017), listaram valores de tenacidade à fratura de algumas cerâmicas odontológicas comerciais: IPS Empress .max CAD (dissilicato de lítio), 2,2 MPa.m<sup>1/2</sup>, IPS Empress (vidrocerâmica reforçada com leucita), 1,3 MPa.m<sup>1/2</sup>, vita Mark II (porcelana feldspática), 1,7 MPa.m<sup>1/2</sup>, Enamic (cerâmica feldspática infiltrada com polímero), 1,5 MPa.m<sup>1/2</sup>, Lava Ultimate (composto de resina reforçado com nanocerâmica, 2,0 MPa.m<sup>1/2</sup>.

Utilizando a mesma equação relatada nesse trabalho, Wagner e Chu, (1996), avaliaram a tenacidade à fratura de três cerâmicas para infra-estrutura, IPS Empress, In-Ceram, Alumina e Procera AllCeram, utilizando cargas de 98 N a 196N, por indentação Vickers. Os autores observaram que as cerâmicas In-Ceram Alumina (4,49 MPa.m<sup>1/2</sup>) e Procera All-Ceram (4,48 MPa.m<sup>1/2</sup>) apresentaram-se estatisticamente iguais entre si, mas superiores em relação à IPS Empress (1,74 MPa.m<sup>1/2</sup>) e que todas as cerâmicas estudadas obtiveram valores superiores em relação aos valores das porcelanas feldspáticas (1,0 ± 0,2 MPa.m<sup>1/2</sup>).

Observa-se que o valor de K<sub>Ic</sub> encontrado nesse estudo é superior aos valores encontrados na literatura para cerâmicas feldspáticas, no entanto, é importante considerar que as propriedades mecânicas dos materiais cerâmicos dependem da

interação de vários fatores, entre eles composição, concentração da fase cristalina, largura e distribuição dos cristais, além da presença de defeitos internos e do método de processamento (Tinschert *et al.*, 2000, Quinn *et al.*, 2003, César, *et al.*, 2005).

Tem sido relatado que os maiores valores de  $K_{Ic}$  estão associados com maior conteúdo cristalino (Quinn *et al.*, 2003, César, *et al.*, 2005;). Estudos apontam que na composição das cerâmicas feldspáticas, o conteúdo de leucita presente tem o papel primordial de aumentar o coeficiente de expansão térmica da cerâmica e também melhorar as propriedades mecânicas do material, conforme reportado por vários autores (Mackert, Twiggs, Evans-Williams, 1995; Tsetsekou, Papadopoulos e Abamopoulos, 2002; Cesar *et al.*, 2005;). Há estudos que reportam o aumento da tenacidade ( $K_{Ic}$ ) à fratura do material cerâmico à medida que se aumenta o conteúdo de leucita (Cesar *et al.*, 2005).

Cesar *et al.*, (2005), estudaram a correlação entre a tenacidade à fratura e o conteúdo de leucita presente nas cerâmicas estudadas. Os materiais estudados e suas respectivas quantidades de leucita foram: Ceramco I (22% de leucita), Ceramco II (22%), Finesse (6%), d. Sign (15%), Cerabien (0%) e Vitadur Alpha (0%). As cerâmicas com alta quantidade de leucita mostraram tenacidade à fratura variando entre 1,23 e 1,22 MPa.m<sup>1/2</sup>, com quantidade média de leucita, valores de 0,81 a 0,93 MPa.m<sup>1/2</sup> e, as sem adição de leucita 0,71 e 0,75 MPa.m<sup>1/2</sup>. Os autores concluíram que a quantidade de leucita presente nas cerâmicas está diretamente relacionada à tenacidade à fratura.

Como já mencionado no texto, o coeficiente de expansão térmica para a leucita tetragonal varia entre  $22,3 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}$  e  $25 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}$  (25-400°C) e para a leucita cúbica é de  $21,5 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}$  (400-700 °C). No entanto, a mudança de fase reversível de leucita cúbica para tetragonal acontece por volta de 605-625 °C (Cattell *et al.*, 2005, SOUZA *et al.*, 2007).

De acordo com os autores mencionados acima, a cristalização da leucita tetragonal na matriz vítrea é favorável, visto que aumenta suficientemente o coeficiente de expansão térmica da vidrocerâmica a um ótimo nível de forma a permitir uma eficiente ligação com o substrato metálico. Além disso, a diferença em expansão térmica que existe entre os cristais de leucita tetragonal e a matriz vítrea ( $8,6 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}$ ) propicia uma tensão tangencial compressiva ao redor dos cristais,

sendo esta responsável por um notável reforço no material, reduzindo, deste modo, a propagação de trincas.

Estudos indicam que os principais fatores que resultam na tenacificação da Empress I são a uniforme distribuição dos cristais de leucita e a formação de microtrincas em decorrência da diferença de coeficiente de expansão térmico entre as fases vítrea e cristalina (Guazzato *et al.*, 2004, Holand *et al.*, 2000). Um dos efeitos dessas trincas é a ocorrência de deflexão de uma trinca que está se propagando no material, com conseqüente redistribuição da sua energia elástica, resultando em aumento da resistência e tenacidade à fratura (Green, 1998, César *et al.*, 2005; Yoshimura *et al.*, 2005).

#### 4.2.4.3. Resistência à Compressão

A resistência à compressão das biocerâmicas produzidas nesse estudo, apresenta-se na figura 34.

Perelmuter, (1993), afirmou que a porcelana reforçada por leucita apresenta resistência máxima à compressão de 200 MPa, enquanto a porcelana feldspática pura apresenta 75MPa.

Segundo Bottino, (2001) e Della Bona, (2009) McLean e Hughes desenvolveram em 1965 na Inglaterra a primeira cerâmica odontológica aluminizada reforçada pelo aumento da fase cristalina, com a incorporação de 40% em peso de alumina à fase vítrea, o que resultou no dobro da resistência (120 a 180 MPa) quando comparadas às cerâmicas feldspáticas convencionais, sem sacrificar a estética.

Da Nóbrega, (2009) realizou um estudo comparativo da resistência à força de compressão de dentes hígidos restaurados com coroas puras em porcelanas feldspáticas, coroas em porcelana aluminizada infiltrada por vidro (Sistem In Ceram) e na ausência das restaurações tendo como resultados a resistência média de  $47,8 \pm 17,4$  MPa para coroas feldspáticas,  $88,99 \pm 28,29$  MPa para In Ceram e  $105,48 \pm 19,3$  MPa para dentes hígidos.

Observa-se que as amostras avaliadas apresentaram resistência à compressão variando entre 200 e 370 MPa, valores acima dos encontrados na literatura para cerâmicas feldspáticas.

O ganho em resistência pode estar relacionado ao reforço à matriz vítrea, conferido pela quantidade de cristais de leucita formados após a sinterização e distribuídos na matriz do feldspato potássico.

A fratura destas cerâmicas propaga-se ao longo da fase vítrea por entre os cristais de leucite, com um mínimo de cristais a serem completamente atravessados pela fratura; a matriz vítrea é mais frágil do que os cristais de leucite e oferece menos resistência à propagação da fratura. A melhor distribuição dos cristais de leucite contribui para o aumento da resistência (Dong *et al.*, 1992; Denry e Rosenstiel, 1995; Mackert *et al.*, 1995, Kelly *et al.*, 1996, Ong e Farley, 2000; Anusavice e Phillips 2013)

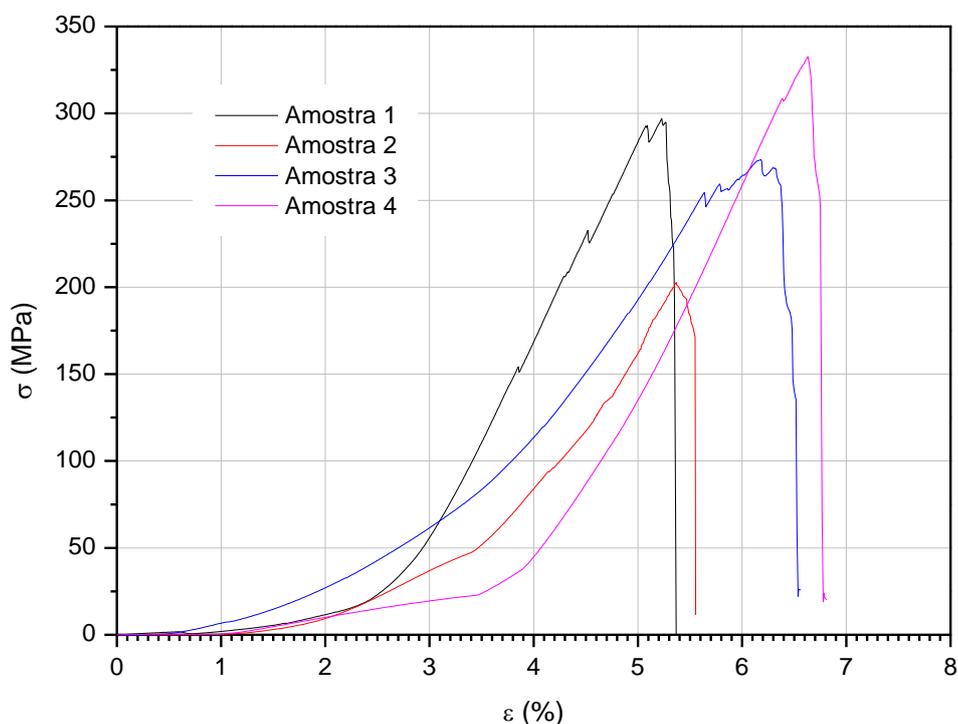


Figura 34. Curvas tensão-deformação das amostras estudadas.

Do ponto de vista clínico, é interessante o ganho em resistência mecânica para as restaurações estéticas indiretas. As cerâmicas vítreas, indicadas para facetas, inlays/onlays e coroas totais anteriores, embora satisfatórias podem ser melhoradas (De Aza, 2003; Conrad *et al.* 2007).

#### 4.2.4.4. Módulo Elástico

A tabela 7 representa os módulos de Elasticidade encontrados nas amostras de biocerâmica analisadas. A cerâmica estudada apresentou módulo elástico médio de  $72,98 \pm 30,68$  GPa.

Tabela 10: Módulos de Elasticidade encontrados no estudo.

Amostras	Módulo Elástico (GPa)
1	89,48
2	60,31
3	86,35
4	53,88
5	74,88

Alguns estudos constataram que o módulo de elasticidade da porcelana feldspática é 69 MPa (Craig,1993; Hondrume e O'Brien, 1988).

Outros estudos demonstram variações de módulos de elasticidade para cerâmicas odontológicas. As porcelanas feldspáticas apresentam E entre 63 e 83 GPa, a Empress I, 65 e 86 GPa, a Empress II 96 e 105 GPa e a In Ceram, 250 e 290 GPa (Guazato *et al.*, 2004; Drumond, Thompson e Super, 2005; Yoshimura *et al.*, 2005;).

As porcelanas feldspáticas apresentam valores geralmente mais baixos de módulo de elasticidade (67,5 a 83 GPa) em comparação com o esmalte do dente (87,66 GPa) (Craig, 1997; Xu *et al.*, 1998, Mahoney *et al.*, 2000; Rizkalla e Jones, 2004; Weig *et al.*, 2011)

O módulo elástico e a tenacidade à fratura são propriedades inerentes de grande importância para a cerâmica dentária. O módulo elástico representa a rigidez de um material dentro do intervalo elástico quando as forças de tração ou de compressão são aplicadas e é também uma indicação da quantidade de deformação reversível que ocorrerá em uma estrutura quando uma carga é aplicada a ele. Na

escala atômica, a deformação elástica pode ser expressa como uma medida da resistência à separação dos átomos adjacentes, expressa como pequenas mudanças no espaçamento interatômico causado pelo alongamento das ligações (Callister, 2014; Suansuwan, 2001;).

A tenacidade à fratura pode ser definida como a medida da capacidade de um material para absorver energia a partir de deformação elástica, em relação ao nível de tensão de tração que pode ser alcançado perto da ponta da rachadura antes do início de uma fratura catastrófica. As cerâmicas dentárias, assim como todos os materiais frágeis, são incapazes de absorver quantidades apreciáveis de energia de deformação elástica antes da fratura e a tenacidade à fratura pode ser considerada uma medida da Capacidade de absorção de energia de deformação de um material quebradiço (Morena, 1986).

Todas as cerâmicas dentárias tendem a falhar em uma tensão crítica de aproximadamente 0,1% e, por esta razão, tem sido argumentado que qualquer aumento na força e tenacidade só pode ser alcançado por um aumento no módulo elástico (Rizkalla, 2004).

Essa afirmativa não foi observada nesse trabalho, no qual os valores de módulo elástico obtidos no estudo corroboram com os encontrados na literatura para biocerâmicas feldspáticas.

### **4.3. Viabilidade Celular**

Nos materiais dentários, a biocompatibilidade é medida na base das respostas de citotoxicidade localizada (como resposta pulpar e mucosa), efeitos sistêmicos, alergenicidade e efeito carcinogênico (Anusavice, 1996; Craig, 1993).

Segundo Freshney, (2011), a ausência de citotoxicidade é o principal elemento da biocompatibilidade. O método mais utilizado para a avaliação da citotoxicidade de materiais dentários é o método *in vitro* de cultivo de células por contato direto ou indireto, onde a viabilidade celular pode ser evidenciada com auxílio de corantes.

O ensaio de citotoxicidade *in vitro* realizado nesse estudo apresentou os resultados expressos na figura 35. Estes foram submetidos à análise estatística por ANOVA, com teste de Tukey, significativo a 1%, demonstrando que a viabilidade celular das amostras de feldspato potássico e do controle positivo (CP) não diferiram

estatisticamente. Somente a viabilidade do controle negativo apresentou diferença estatística dos demais tratamentos (Apêndice 2).

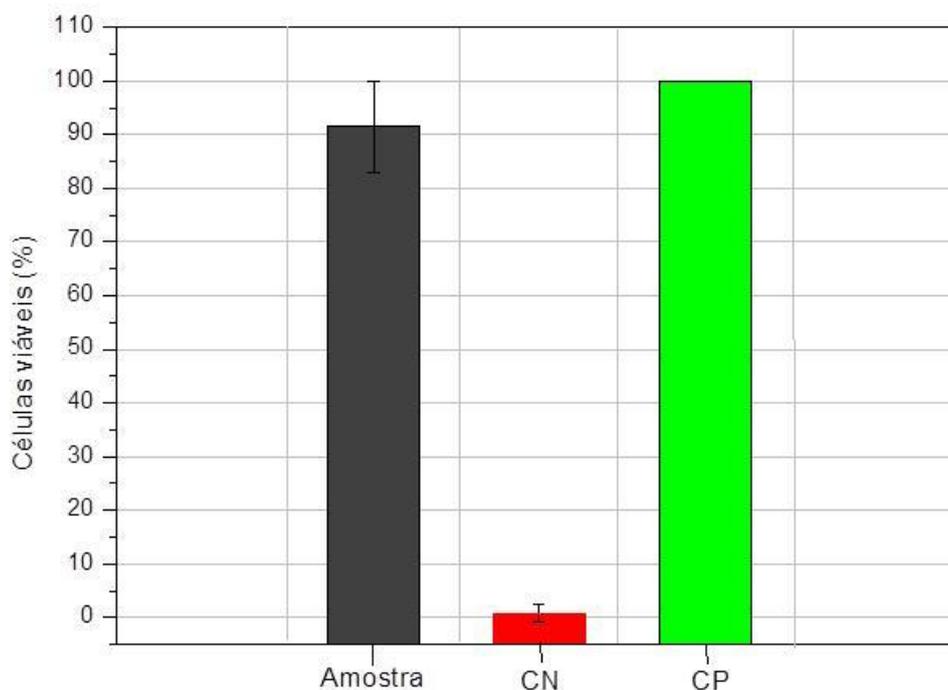


Figura 35. Viabilidade celular na presença de biocerâmica feldspática.

Sjogren *et al.*, (2000), utilizaram o teste de MTT para analisar a viabilidade celular de células fibroblásticas de rato, na presença de diferentes cerâmicas dentárias comerciais (Vitadur Alpha, Vita VMK 95, Empress, Duracetin T., Duracetin D.) Não houve citotoxicidade das cerâmicas, indicando boa biocompatibilidade *in vitro*.

Kontonasaki *et al.*(2008) avaliaram a microestrutura e propriedades físicas, mecânicas e biológicas de três cerâmicas: duas cerâmicas feldspáticas (uma de baixa e outra de alta fusão) e uma cerâmica à base de fluorapatita de alta fusão (GC initialLF Dentine GC Corporation, Japão). Para o teste biológico foi avaliada a proliferação celular de fibroblastos periodontais humanos nas cerâmicas. As células foram incubadas em contato com as cerâmicas durante 5 dias. Houve proliferação celular e as células apresentaram-se viáveis.

Estudos demonstram que, no ambiente oral, a superfície vitrificada da cerâmica, extremamente lisa e polida é a que retém menos placa bacteriana, mostrando-se

muito delicada para os tecidos gengivais, retendo até sete vezes menos placa bacteriana que as superfícies metálicas (Wall e Cipra, 1992; Hondrum, 1992; Craig, 1993; Anusavice, 1996).

Um estudo realizado por Kononen et al., (1992) sobre a topografia dos materiais restauradores observou relação entre rugosidade, aderência e proliferação de fibroblastos, apresentando maior afinidade para superfícies lisas ou sulcadas do que para superfícies finamente rugosas. Essa afinidade tem influência na fase inicial de adaptação dos fibroblastos que é importante no desenvolvimento da saúde do tecido gengival peri-implantar (Tete et al., 2014; Yamano et al., 2011; Zizzari et al., 2013)

## CAPÍTULO 5. CONCLUSÃO

A partir dos resultados obtidos nesse estudo, conclui-se que:

- O material apresentou como propriedades físicas: densificação de 93%, porosidade  $2,23\% \pm 0,97$  e baixa retenção de água de  $0,98\% \pm 0,42$ . Propriedades consideradas ótimas para aplicação como biocerâmica odontológica.
- A rugosidade média de  $1,6 \mu\text{m}$  da biocerâmica antes dos processos de polimento foi considerada aceitável, considerando outros estudos com cerâmicas feldspáticas odontológicas.
- O material em estudo apresentou módulo elástico de 69 GPa compatível com os encontrados em cerâmicas feldspáticas para fins odontológicos, viabilizando a utilização do mesmo em relação a esta propriedade.
- Observou-se alta taxa de formação da fase leucítica após a sinterização da biocerâmica, fator considerado vantajoso, uma vez que representou reforço para a matriz vítrea e aumento da resistência do material.
- A tenacidade à fratura encontrada no feldspato sinterizado nesse estudo,  $3,15 \pm 0,88 \text{ MPa.m}^{1/2}$ , apresentou-se elevada em relação aos valores obtidos das cerâmicas odontológicas desse grupo ( $0,7$  a  $2,0 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ), em comparação com a literatura, provavelmente devido ao alto conteúdo de leucita formado após a sinterização, uma vez que esta fase atua na tenacificação do material pela deflexão de trincas superficiais.
- A dureza de  $4,75 \pm 0,37 \text{ GPa}$  obtida do material em estudo, condiz com os valores encontrados na literatura para cerâmicas feldspáticas odontológicas comerciais e está muito próximo ao valor de dureza do esmalte dental, característica positiva dependendo da aplicação clínica do material, viabilizando a utilização do mesmo como cerâmica odontológica.
- A biocerâmica sinterizada nesse estudo apresentou resistência à compressão variando entre 200 e 370 MPa, valores acima dos encontrados na literatura para cerâmicas feldspáticas, o que pode estar relacionado ao reforço da matriz proporcionado pela quantidade de cristais de leucita formados após a sinterização.

**CAPÍTULO 6. REFERÊNCIAS**

Abukawa, H.; Papadaki M.; Abulikemu M.; Leaf J.; Vacanti J. P.; Kaban L. B.; Troulis M. J. (2006) The Engineering of Craniofacial Tissues in the Laboratory: A Review of Biomaterials for Scaffolds and Implant Coatings. *Dent. Clin. N. Am.*, v.50, p. 205-216.

Albakry, M. (2003) Biaxial flexural strength, elastic moduli, and x-ray diffraction characterization of three pressable all-ceramic materials. *J Prosthet Dent*, v. 89, n. 4, p. 374-80.

Al-Hiyasat, A. S.; Saunders, W. P.; Sharkey, S. W.; Smith, G. M.; Gilmour, W. H. (1998) Investigation of human enamel wear against four dental ceramics and gold. *J. Dent*, v. 26, p. 287-95.

Amorós, J. L. A. (2000) A operação de Prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial. Parte 1: O Preenchimento das cavidades do molde. *Cerâmica Industrial*. v. 5, n. 5, p.23-28.

Anami, L. C.; Pereira C. A.; Guerra E.; Assuncao e Souza, R. O.; Jorge, A. O.; Bottino M. A. (2012) Morphology and bacterial colonisation of tooth/ceramic restoration interface after different cement excess removal techniques. *J Dent.*, v. 40, n. 9, p.742-9.

Anusavice, K. J., Shen, C. Rawls H. R. (2013) *Phillips Materiais Dentários*, 12 ed., Rio de Janeiro, Elsevier Ltda. 592 p.

Arab, P. B.; Pejon O. J. (2015) Identification of clay minerals in mixtures subjected to differential thermal and thermogravimetry analyses and methylene blue adsorption tests. *Appl. Clay Sci*. V.114, p. 133-140

Bader J. D.; Shugars D. A. (2009) Summary review of the survival of single crowns. *Gen Dent*. v. 57, n. 1, p. 74-81.

Bansal, N. P.; Boccaccini, A. R. (2012) *Ceramics and Composites processing methods. Sintering: Fundamentals and Practice*. 1 ed., John Wiley e Sons. 596 p.

Baratieri, L. N. (1995) *Estética-restaurações adesivas diretas em dentes anteriores fraturados*. São Paulo, Quintessence. 397p.

Baratieri, L. N. et al. (2015) *Odontologia restauradora: fundamentos e possibilidades*. 4. ed. São Paulo, Ed. Santos. 852p.

Bernard, D.; Gendron, D.; Heintz, J. M.; Bordere, S.; Etourneau, J. (2005) First direct 3D visualization of microstructural evolutions during sintering through X-ray computed microtomography. *Acta Materialia*, v. 53, n.1, p.121-128.

- Bose, S; Darsell, J; Kintner, M; Hosick, H. (2003) Bandyopadhyay. Pore size and pore volume effects on alumina and TCPceramic scaffolds. *Materials Science and Engineering*, v. 23, n. 4, p 479-486.
- Bottino, M. A.; Quintas, A. F.; Miyashita, E.; Giannini, V. (2001) *Estética em reabilitação oral metal-free*. São Paulo: Artes Médicas. 496 p.
- Bottino, M. A.; Giannini, V.; Miyashita, E.; Quintas, A. F. (2000) *Estética em reabilitação oral: metal free*. São Paulo. Artes Médicas. 496 p.
- Braganca, S. R.; Bergmann, C. P. (2004) Aspectos teóricos e práticos sobre a resistência mecânica de porcelanas. *Cerâmica* vol. 50, n. 314, p.145-155.
- Braganca, S. R.; Bergmann, C. P. (2004) Microestrutura e propriedades de porcelanas. *Cerâmica*, v. 50, n. 316, p. 291-299.
- Brentel, A. S. (2008) Efeito do sistema de acabamento e polimento na rugosidade superficial e formação in situ de biofilme dentário inicial em cerâmica feldspática micro-particulada. *Dissertação de Mestrado, UNESP*. 126 p.
- Burg, K. J. L.; Porter, S.; Kellam, J.F. (2000) Biomaterial developments for bone tissue engineering. *Biomaterials*, v. 21, p. 2347-2359.
- Callegari A.; Macedo M. C. S.; Bonmbana A. C. (2008) *Atualização em Clínica Odontológica*. São Paulo: Artes Médicas. p. 680-7.
- Callister Jr., W. D.; Rethwisch D. G. (2014) *Materials Science and Engineering: An Introduction*. 9 ed., New York, Wiley. 984 p.
- Campbell S. D. (1989) A comparative strength study of metal ceramic and all-ceramic esthetic materials: modulus of rupture. *J Prosthet Dent*. V.62, p. 476-9.
- Castro, R. J. S.; Soares R. A. L.; Nascimentoc, R. M.; Bisond E. C. (2015) Estudo do Efeito do Feldspato e Resíduo de Caulim na Produção de Revestimento Cerâmico. *Cerâmica industrial*. v. 20, n. 1, p. 30-36.
- Cattell, M. J.; Chadwick, T. C.; Knowles, J. C.; (2005) The Crystallization of an Aluminosilicate Glass in the K<sub>2</sub>O-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> System. *Dental Materials*, v. 21, p. 811-822.
- Cattell, M. J.; Palumbo, R. P.; Knowles J. C.; Clarke R. L.; Samarawickrama D. Y. (2002) The effect of veneering and heat treatment on the flexural strength of Empress 2 ceramics. *J Dent*. v. 30, p. 161-9.
- Cesar P. F.; Yoshimura H. N.; Miranda Jr. W. G.; Okada C. Y. (2005) Correlation between fracture toughness and leucite content in dental porcelains. *J. Dent*. v. 33, p. 721-729.

- César, P. F. (2006) Cerâmicas odontológicas. Cerâmicas. Texto Colunas USP. Disponível em:  
<[https://edisciplinas.usp.br/pluginfile.php/321282/mod\\_resource/content/0/2-Cer%C3%A2micas-2006-Texto-Colunas.pdf](https://edisciplinas.usp.br/pluginfile.php/321282/mod_resource/content/0/2-Cer%C3%A2micas-2006-Texto-Colunas.pdf)> Acesso em: 25/08/2016
- Chain N. M. C.; Arcari G. M; Lopes G. C. (2000) Restaurações cerâmicas estéticas e próteses livres de metal. Rev Gaúcha Odontol.v. 48, p. 67-70
- Chain, M. C. et al. (2000) Restaurações cerâmicas estéticas e próteses livres de metal: as novas alternativas possibilitadas pelas novas porcelanas. Revista Gaúcha de Odontologia, v. 48, n. 2, p.67-70.
- Cheung, K. C.; Darvell, B. W. (2002) Sintering of dental porcelain: effect of time and temperature on appearance and porosity. Dent Mater., v. 18, p. 163-73
- Chevalier, J.; Gremillard, L. (2009) Ceramics for medical applications: A Picture for the next 20 years. J. Eur. Ceram. Soc., v. 29, p.1245-1255.
- Chong, Y. H. (1993) Single discolored tooth: an alternative treatment approach. Quintessence Int., Berlin, v. 24, n. 41, p. 233-235.
- Christensen, G. J. (2007) Longevity versus esthetics: the great restorative debate. Journal of the American Dental Association, v. 138, n. 7, p. 1013-1015.
- Christensen, G. J. (2005) The advantages of minimally invasive dentistry. Journal of the American Dental Association, v. 136, n. 11, p. 1563-1565.
- Christensen, G. J. (2006) The future significance of CAD/CAM for dentistry. In: Mörmann, W. H. (Ed.), State of the Art of CAD/CAM Restorations, 20 Years of CEREC. Quintessence Pub. Co., p. 19–28.
- Clavijo, V. G. R.; Monsano, R.; Oliveira Junior, O. B.; Andrade, M. F. (2008) Ceramic Inlays And Onlays After Six Years: Clinical Behavior. Oper Dent., v.25, p.459- 465.
- Conceição, E. M.; Sphor, A. M. (2005) Fundamentos dos sistemas cerâmicos. Porto Alegre: Artmed. 308 p.
- Conceição, E. N. (2005) Restaurações Estéticas: Compósitos, Cerâmicas e Implantes. São Paulo, Artmed. 342 p
- Conrad, H. J.; Seong, W. J.; Pesun, I. J. (2007) Current ceramic material and systems with clinical recommendations: A systematic review. J Prosthet Dent, v. 98, p. 389-404.
- Craig, R. G. (2013) Restorative Dental Materials. 13 ed. St. Louis, Mosby. 416p.
- Curran, P.; Cattani-Lorente, M.; Anselm Wiskott H. W.; Durual S.; Scherrer S. S. (2017) Grinding damage assessment for CAD-CAM restorative materials. Dental materials, v. 33, p. 294–308

- Da Nóbrega, A. A. (2009) Estudo comparativo da resistência à compressão entre coroa de porcelana aluminizada infiltrada por vidro, coroa de porcelana feldspática e dente natural permanente hígido. Dissertação de Mestrado, Universidade de São Paulo. 101 p.
- Da Silva, A. G. (2014) Estrutura e Propriedades de Materiais Cerâmicos Capítulo VII: Propriedades Físicas. Apostila. Universidade Estadual do norte Fluminense. p. 173-178.
- Da Silva, C. A. M. (2009) Estruturas a base de zircônia e alumina utilizadas na confecção de infra-estruturas para coroas e pontes fixas. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Rio Grande do Norte. 83.p.
- Da Silva, E. C. (2010) Obtenção de uma porcelana dielétrica a partir de matérias primas do Rio Grande do Norte. Tese de doutorado. Universidade Federal do Rio Grande do Norte. 250 p.
- De Aza, A. H.; Chevalier, J.; Fantozzi G. (2003) Slow-crack-growth of zirconiatoughened alumina ceramics processed by different methods. J Am Ceram Soc. v. 86, p. 115-20.
- De Jager, N.; de Kler, M.; Van der Zel, J. M. (2006) The influence of different core material on the FEA-determined stress distribution in dental crowns. Dent. Mater., v. 22, n. 3, p. 234-242.
- Deer W. A., Howie R. A.; Zussman J. (1966) An introduction to the rock forming minerals. 1 ed. London: Longman Scientific & Tecnical. 689 p.
- Della Bona A.; Shen C.; Anusavice K. J.; (2004) Work of adhesion of resin on treated lithia disilicate-based ceramic. Dent Mater. v. 20, p. 338-44.
- Della Bona, A., Anusavice, K. J. (2002) Microestrutura, composition and etching topography of dental ceramics. Int. J. Prosthodont., v. 15, n. 2, p. 159-167.
- Della Bona, A. (2009) Adesão às cerâmicas: evidências científicas para uso clínico. São Paulo, Artes Médicas. 276 p.
- Della-Bona, A. (1996) Cerâmicas : desenvolvimento e tecnologia. Rev Fac Odontol, v. 1, n. 1, p.13-23.
- Denry, I. L.; Rosenstiel S. F. (1995) Phase Transformations in Feldspathic Dental Porcelains. In: Fischman, G.; Clare, A.; Hench, L. (eds.). Bioceramics: Materials and Applications. Col. Ceramic Transactions. v. 48, p. 149-156.
- Departamento Nacional de Produção Mineral. (2014) Sumário Mineral, Brasília. 141p.
- Dib, L. L.; Saddy, M. S. (2006) Atualização na clínica odontológica: estética e prótese. vol.3. São Paulo: Artes Médicas.

- Dong, J. K.; Luthy, H.; Wohlwend, A.; Schärer, P. (1992) Heat-Pressed Ceramics: Technology and Strength. *Int J Prosthodont*, v. 5, p. 9-16.
- Dreesman, H. (1894) Resorption characteristics of calcium sulphate implants. *Beitr. Klin. Chir*, v. 9, p 804-810.
- Drummond, J. L.; King, T. J.; Bapna M. S.; Koperski R. D. (2000) Mechanical property evaluation of pressable restorative ceramics. *Dent Mater*. v. 16, p. 226-33.
- Estefan, D.; David, A.; David, S.; Calama, J. (1999) A new approach to restorative fabrication ceramic restorations using CEREC CAD/CAM. *Compedium*, v.20, n.6, p. 555-558.
- Feller, C.; Gorab, R. (2000) Atualização na clínica odontológica. *Artes médicas*, v. 2, p. 31-45.
- Ferreira Y. F.; Ferreira, C. F.; Guedes, A. S.; De Souza Jr., A. R.; Pego, R. S.; SantaFischer H.; Marx R. (2002) Fracture toughness of dental ceramics: comparison of bending and indentation method. *Dent Mat*. v. 18, p.12-19.
- Fradeani, M.; Redemagni, M. (2002) An 11-year clinical evaluation of leucitereinforced glass-ceramic crown: a retrospective study, /*Quintessence Int*. 33 503– 510.
- Fradeani, M.; Aquilano, A.; Basscin, L. (1997) Longitudinal study of pressed glassceramic inlays after four and half years. *J Prosthet Dent.*, v.78, p. 346-353.
- Frankenberg, R.; Petschelt, A.; Krämer, N. (2000) Leucite-Reinforced Glass Laminados cerâmicos. *Int J Braz Dent*. v.4, p.164- 173.
- Fuzzi, M.; Zaccheroni, Z.; Vallania, G. (1996) Scanning electron microscopy and profilometer evaluation of glazed and polished dental porcelain. *Int J Prosthodont*, v. 9, p. 452-8.
- Gill R. (2014) Rochas e processos ígneos: um guia prático. Porto Alegre, Bookman. p 469.
- Gomes, E. A.; Assuncao, W. G.; Rocha, E. P.; Santos, P. H. (2008) Cerâmicas odontológicas: o estado atual. *Cerâmica*, n. 54, p. 319-325.
- Gordman, C. M.; Mcdevitt, W. E.; Hill, R. G. (2000) Comparisson of two heat-pressed all-ceramic dental materials. *Dent. Mater*. v. 16, n. 6, p. 389-95.
- Gracis, S., Thompson, V. P., Ferencz, J. L., Silva, N. R. F. A., Bonfante, E. A. (2015) A New Classification System for All-Ceramicand Ceramic-like Restorative Materials. *The International Journal of Prosthodontics*, v. 28, n.3. p. 227-235.
- Green, D. J. (1998) An introduction to the mechanical properties of ceramics. Cambridge, University Press. 177p.

- Grote, N. M. (2007) Complete esthetic and functional rehabilitation with adhesively luted all-ceramic restorations: Case report over 4.5 years. *Quintessence*, v. 38, n.9, p. 723-731
- Guazzato, M.; Albakry, M.; Ringer, S. P.; Swain, M. V. (2004) Strength fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part 1. Pressable and alumina glass-infiltrated ceramics. *Dent. Mater*, v. 20, p. 441-8.
- Guazzato, M.; Proos, K.; Sara, G.; Swain, M. V. (2004) Strength, reliability, and mode of fracture of bilayered porcelain/core ceramics. *Int. J. Prosthodont.* v. 17, n. 2, p. 142-149.
- Hahnel, S.; Rosentritt, M.; Handel, G.; Burgers, R. (2009) Surface characterization of dental ceramics and initial streptococcal adhesion in vitro. *Dent Mater.* V. 25, n. 8, p. 969-75.
- Hamouda, I. M.; Waseffv, N. A.; Hasan, A. M.; El-Falal L. (2010) Evaluation of an experimental dental porcelain. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials.* V. 3, n. 8, p. 610–618
- Hannig, C.; Hannig, M. (2009) The oral cavity a key system to understand substratum dependent bioadhesion on solid surfaces in man. *Clin Oral Investig.*v.13, n. 2, p. 123-39.
- Hanning M. (1997) Transmission electron microscopic study of in vivo pellicle formation on dental restorative materials. *Eur J Oral Sci.*, v. 105, n.5, p. 422-33.
- Heffernan, M. J.; Aquino, S. A.; Diaz -Arnold, A. M.; Haselton, D. R.; Stanford, C. M.; Vargas, M. A. (2002) Relative translucency of six all-ceramic systems. Part II: core and veneer materials. *J. Prosthet. Dent.* v.88, n.1, p. 10-15.
- Heijman, M. J. G. W.; Benes N. E.; Tem Elshof J. E.; Verweij H. (2002) Quantitative analysis of the microstructural homogeneity of zirconia-alumina composites. *Materials Research Bulletin*, v.1904, p. 1-10.
- Hench L. L. (1998) Bioceramics. *Journal of the American Ceramic Society.* v. 81, p. 1705-1728.
- Hench, L. L.; Wilson, J. (1993) Introduction to bioceramics. Word Scientific, Singapore. 396 p
- Henriques, A. C. G.; Da Costa, D. P. T. S.; Barros, K. M. A.; Beatrice, L. C. S.; Menezes Filho, P. F. (2008) Cerâmicas Odontológicas: aspectos atuais, propriedades e indicações. *Odontologia. Clín.-Cientif.* v. 7, n.4, p.289-294.
- Higashi, C.; Gomes, J. C.; Kina, S.; Andrade, O. S.; Hirata, R. (2006) Planejamento estético em dentes anteriores. Disponível em:

[http://www.ronaldohirata.com.br/wpcontent/uploads/2012/09/planej\\_estet\\_dentes\\_ater\\_final.pdf](http://www.ronaldohirata.com.br/wpcontent/uploads/2012/09/planej_estet_dentes_ater_final.pdf). Acesso em: 22/05/16.

Holland W.; Shwieger, M.; Frank, M.; Rheinberg V. A. (2000) Comparison of the microstructure and properties of the IPS Empress 2 and the IPS Empress glass ceramics. *J. Biomed Mater Res.* v. 53, n. 4, p 297-303.

Hondrum, S. O. (1992) A review of the strength properties of dental ceramics. *J Prosthet Dent.*, v. 67, p. 859-865.

Instituto Federal De Educação, Ciência e Tecnologia da Bahia. Método de catalogação e organização de acervo de materiais rochosos. Pegmatito granítico. Disponível em: <http://www.mineracao.ifba.edu.br/litoteca/2016/01/28/pegmatitomif003/> Acesso em: 23/04/2016

Jacobsen, J. (1995) Coroas e laminados em porcelanas prensada. *Rev. Assoc. Paul Cir. Dent.*, v. 49. n. 1, p. 58-64.

Jung, M; Camisa, I. S.; Albanaz, I; Pereira, S. L. da S.; Cargnin. M. (2012) Comparativo entre diferentes métodos de determinação da retração linear de placas cerâmicas. 1º Simpósio de Integração Científica e Tecnológica do Sul. Disponível em: <<https://periodicos.ifsc.edu.br/index.php/rct/article/viewFile/623/442>> Acesso em 3 de novembro de 2015.

Kantorski, K. Z.; Scotti, R.; Valandro, L. F.; Bottino, M. A.; Koga-Ito C. Y.; Jorge A. O. (2008) Adherence of *Streptococcus mutans* to uncoated and saliva-coated glassceramics and composites. *Gen Dent.* v. 56, n. 7, p. 740-7.

Kantorski, K. Z.; Scotti, R.; Valandro, L. F.; Bottino, M. A.; Koga-Ito, C. Y.; Jorge, A. O. (2009) Surface Roughness and Bacterial Adherence to Resin Composites and Ceramics. *Oral Health Prev Dent*, v.7, n.1, p. 29-32.

Kelly, J. R. (2004) Dental ceramics: current thinking and trends. *Dental Clinics North America*, v. 48, p. 513-530.

Kelly, J. R. (2008) Dental ceramics: what is this stuff anyway? *Journal of the American Dental Association*, v. 139, n. 4, p. 4-7.

Kelly, J. R.; Benetti, P. (2011) Ceramic materials in dentistry: historical evolution and current practice. *Australian Dental Journal*, v. 56, n. 1, p. 84-96.

Kelly, J. R.; Nishimura I.; Campbell S. D. (1996) Ceramics in dentistry: Historical roots and current perspectives. *J Prosthet Dent.*, v. 75, p. 18-32.

Kina, S. (2005) Cerâmicas dentárias. *R. Dental Press Estet.*v. 2, n. 2, p. 111-128, Kingery, W. D.; Boweb H. K.; Uhlmann D. R. (2004) *Introduction to Ceramics*. 2 ed. John Wiley e Sons, New York. 597 p. xx

- Kingery, W. D.; Chiang, Y. M.; Birnie, D. P. (1997) *Physical ceramics: principles for ceramic science and Engineering*. 1 ed., John Wiley & Sons. 544 p.
- Klein, C.; Hurlbut Jr., C. S. (1993) *Manual of Mineralogy*. 21ed. John Wiley & Sons, New York. 681p.
- Kobayashi, Y.; Ohira, O.; Kato, E. (1992) Effect of firing temperature on bending strength of porcelains for tableware. *J. Am. Ceram. Soc.*, v. 75, n. 7, p. 1801-1806.
- Kononen, M., Hormia, M., Kivilahti, J., Hautaniemi, J., Thesleff, I. (1992) Effect of surface processing on the attachment, orientation, and proliferation of human gingival fibroblasts on titanium. *Oral Health Prev Dent.*, v. 26, n.10, p. 1325-41.
- Krämer N.; Reinelt C.; Richter G.; Frankenberger R. (2009) Four-year clinical performance and marginal analysis of pressed glass ceramic inlays luted with ormocer restorative vs. conventional luting composite. *J Dent.* v. 37, n.11, p. 813-9.
- Krieger, S. (2003) *Biocerâmica: fundamentos de mineralogia aplicada*. São Paulo, Universidade de São Paulo. p.1-6.
- Kunes, K.; Havrda, J.; Hroníková, K.; Gregorova, E.; Pabst, W. (2000) Stabilization of bioceramic suspensions prepared from alumina-containing zirconia powders. *Ceramics-Silikáty*, v. 44, n.1, p. 1-8.
- Lawn, B. R.; Deng, Y.; Thompson, V. P. (2001) Use of contact testing in the characterization and design of all-ceramic crownlike layer structures: a review. *J Prosthet Dent.*, v. 86, n. 5, p. 495-510.
- Liang, K. M., Fantozzi, G., (1990) Evaluation by indentation of fracture toughness of ceramic materials. *J. Mat. Sci.*, v. 25, p. 207-214.
- Lin, J. D.; Duh J. G. (2002) Fracture toughness and hardness of ceria- and yttriodoped tetragonal zirconia ceramics. *Materials Chemistry and Physics*, v. 78, p. 253-261.
- Lins Do Valle, A.; Martins, L. M.; Chidiak -Tawil, R.; Pimental, G. H. D.; Rodrigues, . G. S.; Ramos, M. B.; Lorenzoni, F. C. (2010) *Sistemas cerâmicos atuais: Revisão de Literatura*. *Revista Dental Press. Estética*, v.7, n. 1, p. 106 -117.
- Lira H. L.; Neves. G. A. (2013) Feldspatos: conceitos, estrutura cristalina, propriedades físicas, origem e ocorrências, aplicações, reservas e produção. *Revista Eletrônica de Materiais e Processos*, v.8. n. 3, p. 110 -117
- Liu Y.; Peterson D. A.; Kimura H. Schubert D. (1997) Mechanism of cellular 3- (4,5-dimethylthiazol-2-yl)- 2,5- diphenyltetrazolium bromide (MTT) reduction. *J. Neurochem.* v. 69, n. 2, p. 581-93.
- Macedo, Z. S.; Ferrari, C. R.; Hernandez A. C. (2004) Selfpropagation high temperature synthesis of bismuth titanate. *Powder Technol.* v.139 175-181.

- Mackert Jr. J. R.; Twigg S. W.; Evans-Williams, A. L. (1995) Isothermal anneal effect on leucite content in dental porcelain. *J. Dent. Res.* v. 74, p. 1259-1265
- Magne, P.; Belser, U. (1997) Esthetic improvements and in vitro testing of InCeram alumina and spinell ceramic. *Int J Prosthodont.* v.10, p. 459-66.
- Martin Jr. M. (2005) IPS-Empress, In-Ceram e Procera: composições, indicações e limitações. *Ver. Bras. Odontol.*, v. 62, n. 3 e 4, p. 277-280
- Martins, L. M.; Lorenzoni, F. C.; Farias, B. C.; Lopes, L. D.; Bonfante, G.; Rubo, J. H. (2010) Biomechanical behavior of dental ceramics: review. *Cerâmica*, v. 56, p. 148-155.
- Maythofer, P. H.; Mitterer, C., Hultman L.; Clemens H. (2006) Microstructural design of hard coatings. *Prog. Mat. Sci.*, v. 51, p.1032-114.
- Melo, M. A. F.; Neto, S. G.; Melo, D. M. A.; Carvalho, L. P., Galdino, J. N.; Silva, S. A. G. (2002) Cor e Propriedades Mecânicas de Algumas argilas do Rio Grande do Norte para Uso em cerâmica Branca. *Cerâmica* v. 48, n.308, p. 183-186.
- Metzler, K. T.; Woody R. D.; Miller, A. W.; Miller, B. H. (1999) In vitro investigation of the wear of human enamel by dental porcelain. *Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 81, n. 3, p.356-364.
- Mezzomo, E. (2012) Reabilitação Oral Contemporânea. São Paulo: Santos, 2006. 871 p.
- Miranda, C. C. (2005) Coroas metalocerâmicas X ceramocerâmicas. In: *Anais 16º Conclave Internacional de Campinas*. p. 115.
- Moraes, M. C. C. S. B. (2004) Microestrutura e propriedades mecânicas de compósitos alumina-zircônia para próteses dentárias. Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais) - Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro. 258p.
- Morena, R.; Lockwood, P. E.; Fairhurst, C. W. (1986) Fracture toughness of commercial dental porcelains. *Dent. Mater.* v. 2, n. 2, p. 58-62.
- Mosmann T. (1983), Rapid colorimetric assay for cellular growth and survival: application to proliferation and cytotoxicity assays. *J.Immunol.Methods*, v. 65, p.55-63
- Mota, D. A. (2016) Influência da adição de materiais pozolânicos na corrosibilidade do concreto armado, analisada por meio de potencial de corrosão e resistividade elétrica. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal da Bahia. 167p.
- Nogueira de Oliveira, F. A. (2001) Estudo do processo de piroexpansão de feldspatos pegmatíticos e caracterização tecnológica do feldspato potássico. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Minas Gerais. 70p.

- Noort, R. V. (2004) Introdução aos materiais dentários. 2. ed. Rio de Janeiro, Elsevier Editora Ltda. 344p
- Norton, F. H. (1973) Introdução à tecnologia Cerâmica. São Paulo, Edgard blucher Ltda. 325p.
- Oliva, E. A. (2003) Influência do método de processamento na resistência à flexão, tração diametral e dureza dos sistemas cerâmicos. Dissertação de Mestrado, Universidade Estadual Paulista. 126 p.
- Ong, J. L. Farley, D. W. (2000) Quantification of leucite concentration using X-ray diffraction. Dent Mater., v. 16, p. 20-25
- Palin W. M.; Fleming, G. J.; Marquis, P. M. (2001) Na evaluation of the technique sensitivity of a hydrithermal low-fusing dental ceramic. J Dent., v. 29, p. 443-449.
- Papike, J. J.; Cameron, M. (1976) Crystal chemistry of Silicate Minerals of Geophysical interest. Reviews of Geophysics and Space Physics. 14 n.1, p. 65-70.
- Pellizzer, E. P.; Martin, M. Jr.; Archangelo, C. M. (2005) Considerações estéticas em implantodontia. Revista de Odontologia da Metodista, v. 13, n.25, p. 5-18.
- Perelmuter, S. (1993) Evolution du concept In-Ceram. Cah Prothese, v. 83, p. 87-93, Piché, P. W.; O'Brien, W. J.; Groh C. L.; Boenke, K. M. (1994) Leucite content of selected dental porcelains. J. Biom. Mater. v. 28, p. 603-609.
- Pinheiro, B. C. A. Análise microestrutural de porcelana tradicional. Dissertação de Mestrado. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. 115 p.
- Pinheiro, B. C. A.; Silva, A. G. P.; Holanda, J. N. F. (2005). Análise microestrutural de porcelana tradicional. Anais de 49º Congresso Brasileiro de Cerâmica. São Pedro - SP, Brasil.
- Piorno, F. N., Furlan, J. P., Cunha, P., Melo, F. C. L., Cairo, C. A. A, Deveras, T. C. (1988) Desenvolvimento de uma metodologia de ensaio de K1c por impressão Vickers. Anais do 32º Congresso Brasileiro de Cerâmica. Natal.RN. p 422-442.
- Queiroz, J. R. C. (2007) Study of glass system to alumina infiltration. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal. 64 p.
- Quinn, J. B.; Sundar, V.; Lloyd K. (2003) Influence of microstructure and chemistry on the fracture toughness of dental ceramics. Dent Mater, v. 19, p. 603–11.
- Quirynen, M.; De Soete, M.; Van Steenberghe, D. (2002) Infectious risks for oral implants: a review of the literature. Clinical oral implants research. Clin Oral Implants, v.13, n.1, p. 1-19.
- Raposo, L. H. A.; Davi, L. R.; Simamoto Júnior, P. C; Das Neves, F. D.; Soares P. V.; Simamoto, V. R. N, Machado, A. C.; Pereira A. G.; Borella P. S. (2012) Restaurações

Totalmente Cerâmicas: Características, Aplicações Clínicas e Longevidade. ProOdonto Prótese e Dentística, v. 2. 66 p.

Rasmussen S. T.; Groh, C. L.; O'Brien W. J. (1998) Stress induced phase transformation of a cesium stabilized leucite porcelain and associated properties. Dent. Mater. v. 14, n. 3, p. 202-211.

Rasmussen, S. T.; Ngaji-Okumu, W.; Boenke, K.; O'Brien, W. J. (1997) Optimum particle size distribution for reduced sintering shrinkage of a dental porcelain. Dent. Mater. v. 13, p. 43-50.

Rego, M. A.; Silva, R. C.; Araújo, M. A. (1997) Restaurações de porcelana inlayonlay - caso clinico. JBC, v. 1, p. 45-49

Richerson, D. W. (1992) Modern Ceramic Engineering. Properties, Processing and Use in Design. 2 ed, Ed. Marcel Dekker, 728 p.

Ritzberger, C.; Schweiger, M.; Höland, W. (2016) Principles of crystal phase formation in Ivoclar Vivadent glass-ceramics for dental restorations. Journal of NonCrystalline Solids, v. 432, p.137–142

Rizkalla, A. S.; Jones, D. W. (2004) Indentation fracture toughness and dynamic elastic moduli for commercial feldspathic dental porcelain materials. Dent. Mater. v. 20, n. 2, p. 198–206.

Rizkalla, A. S.; Jones, D. W. (2004) Mechanical properties of commercial high strength ceramic core materials. Dent. Mater. v.20, n.2, p. 207-212.

Rosa, J. C. M.; Gressler, A. E. N. (2001) Prótese fixa em porcelana livre de metal: sistema In-Ceram com reforço de zircônia. Rev. Assoc Paul Cir Dent. v. 55, n.4. p. 291-295.

Rosa, T. T. A. (2014) CAD/CAM system: characteristics and innovations in the recovery of smiling. EFDeports-Revista Digital. v.19, n. 197.

Rosemblum, M. A.; Schulman, A. (1997) A review of all-ceramic restorations. J. Am. Dent Assoc. V. 128, p. 298-307.

Rosentiel S. F; Porter S. S. (1988) Apparent fracture toughness of dental porcelain with a metal substructure. Dent. Mat., v. 4, p.187-90

Seghi R. R.; Denry L. L.; Rosentiel S. F. (1990) Relative flexural strength of dental restorative ceramics. Dent Mater. v. 6, n. 3, p. 181-4.

Seghi, R. R.; Sorensen, J. A. (1995) Relative flexural strength of six new ceramic materials. Int J Prosthodont. v. 8, p. 239-46.

Shilingburg Jr., H. T.; Hobo, S.; Whitsett, L. D.; Jacob, R.; BrackettS. E. (2014) Fundamentos de prótese fixa. São Paulo, Artes Médicas. 144p.

- Silva, A. G. P.; Alves Jr. C. (1998) A sinterização rápida: sua aplicação, análises e relação com as técnicas inovadoras de sinterização. *Cerâmica.*; 44: 225-32.
- Silva, A. G. P.; Alves Jr., C. (1998) Teoria de sinterização por fase sólida; uma análise crítica de sua aplicação. *Cerâmica*, v. 44, p.171-6.
- Smith, J. V.; Brown, W. L. (1988). *Feldspars Minerals. Crystal Structures, Physical, Chemical and Microtextural Properties*. Berlin, Springer-Verlag. 828p.
- Smith, W. F. (1998) *Princípios de Ciência e Engenharia dos Materiais*. 3. ed. Portugal, McGraw-Hill. 892 p
- Sorensen, J. A. (1998) In-Ceram fixed partial dentures: three-year clinical Trial results. *J. Calif. Dent. Ass.*, v. 26, n. 3, p.207-214.
- Souza, J. C. M.; Nascimento, R. M.; Martinelli, A. E. (2007) Efeito da Condensação e Queima na Formação de Defeitos Microestruturais em Cerâmicas Feldspáticas Dentárias. *Cerâmica*, v. 53, p. 288-294.
- Stevenson B.; Ibbetson R. (2010) The effect of the substructure on the colour of samples/ restorations veneered with ceramic: a literature review. *J Dent*. v. 38, n. 5, p. 361-8.
- Streicher R. M.; Semlitsch M.; Schön R. (1991) Articulation of ceramic surfaces against polyethylene. In: Ravaglioli A.; Krjewski A. *Bioceramics and the human body*. Elsevier, New York. p. 118-23.
- Suansuwan N.; Swain M. V. (2001) Determination of elastic properties of metal alloys and dental porcelains, *J. Oral Rehabil.*, v. 28, n. 2, p.133-139.
- Tete, S.; Zizzari, V. L.; Borelli, B.; De Colli, M.; Zara, S.; Sorrentino, R. (2014) Proliferation and adhesion capability of human gingival fibroblasts onto zirconia, lithium disilicate and feldspathic veneering ceramic in vitro. *Dent Mater J*. v. 33, n. 1, p. 7-15.
- Teughels, W.; Van Assche, N.; Sliepen, I.; Quirynen, M. (2006) Effect of material characteristics and/or surface topography on biofilm development. *Clin Oral Implants*, v. 6, n. 17, p. 68-81.
- Tinschert, J.; Zvez, D.; Marx, R.; Anusavice, K. J. (2000) Structural reliability of alumina, feldspar, leucite, mica and zirconia-based ceramics. *J Dent.*; v. 28, p. 529-535.
- Touati, B.; Miara, P.; Nathanson D. (2000) Sistemas cerâmicos atuais. In: *Odontologia estética e restaurações cerâmicas*. São Paulo: Santos. p 25-36.
- Tsetsekou A.; Papadopoulos T.; Abamopoulos O. (2002) Microstructure effect on the properties of a commercial lowfusing dental porcelain. *J. Mater. Sci: Mater*. v. 13, p. 407-416.

- Vallet-Regí, M. (2010) Evolution of bioceramics within the field of biomaterials. *C. R. Chimie*, v. 13, p. 174-185.
- Vlach, Silvio Roberto Farias. (2002) A classe dos tectossilicatos: guia geral da teoria e exercício. *Geologia USP, Série. didática.*, v.1, p.1- 49.
- Wagner, W. C.; Chu T. M. (1996) Biaxial flexural strength and indentation fracture toughness of three new dental core ceramics. *J Prosthet Dent*. v. 76, p. 140-4.
- Wall, J. G.; Cipra D. L. (1992) Alternative Crowns Systems: Is the Metal-Ceramic Always the Restoration of Choice? *Dental Clinics of North America*. v. 36, p. 765-782.
- Wan, D. C.; Nacamuli, R. P.; Longaker, M. T. (2006) Craniofacial Bone Tissue Engineering. *Dent. Clin. N. Am.*, v.50, n.2, p.175-190.
- Wang, M. (2003) Developing bioactive composite materials for tissue replacement. *Biomaterials*. V. 24; p. 2133-2151.
- Weller, M. T. (1994) *Inorganic Materials Chemistry*. Oxford: New york. P. 16-28.
- Wen, M. Y.; Mueller, H. J.; Chai, J.; Wozniak, W. T. (1999) Comparative mechanical property characterization of 3 all-ceramic core materials. *Int J Prosthodont*, v.12, p. 534-41.
- West A. R: (2014) *Solid State Chemistry*. 2 ed., New York, Wiley. 584 p.
- Yamano, S., Ma, A. K.; Shanti, R. M.; Kim S. W.; Wada, K.; Sukotjo, C. (2011) The influence of different implant materials on human gingival fibroblast morphology, proliferation, and gene expression. *Int J Oral Maxillofac Implants*, v. 26, n. 6, p. 247-55.
- Yoshimura, H. N.; Cesar, P. F.; Miranda Jr., W. G.; Gonzaga, C. C.; Okada, C. Y. (2005). Fracture toughness of dental porcelains evaluated by IF, SCF, and SEPB methods. *J. Am. Ceram. Soc.*, v. 88, p. 1680-1683.
- Zavaglia, C. A. C. (1993) *Aplicações de biocerâmica em próteses ortopédicas*. Campinas. Tese (Livre docência). Universidade Estadual de Campinas. 193p.
- Zeng, K.; Odén, A.; Rowcliffe, D. (1998) Evaluation of mechanical properties of dental ceramic core materials in combination with porcelains. *Int J Prosthodont*. v. 11 p. 183-189.
- Zhang, Y.; Griggis, J. A.; Benham A. W. (2004) Influence of powder/liquid mixing ratio on porosity and translucency of dental porcelains. *J. Prosthet dent.*, v. 91, p. 128-135.
- Zhang, Y.; Lee, J. J.; Srikanth, R.; Lawn, B. R. (2013) Edge chipping and flexural resistance of monolithic ceramics. *Dent Mater*, v. 29, n. 12, p. 1201-8.

---

Zizzari, V.; Borelli, B.; De Colli, M.; Tumedei, M.; Di Iorio, D.; Zara, S. (2013) SEM evaluation of human gingival fibroblasts growth onto CAD/CAM zirconia and veneering ceramic for zirconia. *Ann Stomatol*, v. 4, n. 3-4, p. 244-9.

## APÊNDICES

## APÊNDICE A: IDENTIFICAÇÃO POR DIFRAÇÃO DE RAIOS X DAS FASES PRESENTES NO FELDSPATO K.

**Tabela 1** – Comparação entre os valores identificados no difratograma do Feldspato K em pó com os valores apresentados nas fichas JCPDS.

<b>Pesquisador:</b> Guimarães, Z. A. S.; Fillgueira, M (2016)								
<b>Instituição:</b> UENF/CCT/LAMAV								
<b>Material:</b> Feldspato K em pó								
<b>Amostra:</b> Matéria prima								
<b>Condições de análise de raios X:</b> radiação de Cu-K $\alpha$ , 2 $\theta$ de 3° a 90°, $\Delta$ de 0,5 e tempo de 1s.								
<b>Fichas JCPDS</b>	SiO <sub>2</sub> (Tridimita) – 88-1535 (Kato, K. <i>et al.</i> , 1998).							
	Al <sub>2</sub> SiO <sub>5</sub> (Silimanita) – 75-1576 (Taylor, W. H., 1928)							
	K(AlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub> ) (Ortoclásio) – 86-0439 (Tseng, W. Y., 1995)							
	K(AlSi <sub>2</sub> O <sub>6</sub> ) (Leucita) – 85-1626 (Palmer, D. C. <i>et al.</i> , 1997)							
<b>Resultados</b>				<b>Identificação e análise</b>				
<b>N° de picos</b>	<b>Intens./cps</b>	<b>2<math>\theta</math> (graus)</b>	<b>d (Å)</b>	<b>hkl</b>	<b>Fase</b>	<b>Intens./cps</b>	<b>D (Å)</b>	<b>Referências</b>
1	316	14,002	6,3248	(200)	K(AlSi <sub>2</sub> O <sub>6</sub> )	29	6,5273	85-1626
2	271	20,988	4,2327	(201)	SiO <sub>2</sub>	606	4,2292	88-1535
3	164	22,524	3,9474	(111)	K(AlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub> )	168	3,9460	86-0439
4	150	24,527	3,6294	(131)	K(AlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub> )	173	3,6162	86-0439
5	352	26,506	3,3627	(402)	SiO <sub>2</sub>	35	3,3846	88-1535
6	2226	27,532	3,2397	(002)	K(AlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub> )	800	3,2303	86-0439
7	118	29,484	3,0295	(204)	K(AlSi <sub>2</sub> O <sub>6</sub> )	41	3,0418	85-1626
8	210	30,981	2,8864	(022)	K(AlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub> )	268	2,8925	86-0439
9	124	35,026	2,5618	(518)	SiO <sub>2</sub>	27	2,5288	88-1535
10	122	35,012	2,5628	(2010)	SiO <sub>2</sub>	27	2,5288	88-1535
11	384	42,018	2,1503	(313)	K(AlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub> )	129	2,1598	86-0439
12	78	45,988	1,9735	(231)	Al <sub>2</sub> SiO <sub>5</sub>	14	1,9632	75-1576
13	98	48,972	1,8599	(103)	Al <sub>2</sub> SiO <sub>5</sub>	53	1,8528	75-1576
14	20	51,054	1,7889	(330)	Al <sub>2</sub> SiO <sub>5</sub>	6	1,7686	75-1576
15	118	64,049	1,4538	(242)	Al <sub>2</sub> SiO <sub>5</sub>	13	1,4557	75-1576

**Tabela 2** – Comparação entre os valores identificados no difratograma do Feldspato K sinterizado com os valores apresentados nas fichas JCPDS.

<b>Pesquisadores:</b> Guimarães, Z. A. S.; Fillgueira, M (2016)								
<b>Instituição:</b> UENF/CCT/LAMAV								
<b>Material:</b> Feldspato K sinterizado								
<b>Amostra:</b> Após a sinterização								
<b>Condições de análise de raios X:</b> radiação de Cu-K $\alpha$ , 2 $\theta$ de 3° a 90°, $\Delta$ de 0,5 e tempo de 1s.								
<b>Fichas JCPDS</b>	SiO <sub>2</sub> (Tridimita) – 88-1535 (Kato, K. <i>et al.</i> , 1998).							
	Al <sub>2</sub> SiO <sub>5</sub> (Silimanita) – 75-1576 (Taylor, W. H., 1928)							
	K(AlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub> ) (Ortoclásio) – 86-0439 (Tseng, W. Y., 1995)							
	K(AlSi <sub>2</sub> O <sub>6</sub> ) (Leucita) – 85-1626 (Palmer, D. C. <i>et al.</i> , 1997)							
<b>Resultados</b>				<b>Identificação e análise</b>				
N° de picos	Intens./Cps	2 $\theta$ (graus)	d (Å)	Hkl	Fase	Intens./cps	d (Å)	Referências
1	913	13,447	6,5846	(200)	K(AlSi <sub>2</sub> O <sub>6</sub> )	29	6,5273	85-1626
2	340	22,052	4,0308	(112)	SiO <sub>2</sub>	24	4,02067	88-1535
3	271	23,408	3,8003	(200)	K(AlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub> )	50	3,8608	86-0439
4	275	24,462	3,6389	(131)	K(AlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub> )	173	3,6162	86-0439
5	345	26,506	3,3627	(402)	SiO <sub>2</sub>	35	3,3846	88-1535
6	432	27,496	3,2439	(040)	K(AlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub> )	320	3,2483	86-0439
7	273	30,917	2,8923	(022)	K(AlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub> )	229	2,8925	86-0439
8	166	34,939	2,5680	(4010)	SiO <sub>2</sub>	9	2,569	88-1535
9	128	41,566	2,1726	(060)	K(AlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub> )	224	2,1655	86-0439
10	71	49,978	1,8249	(312)	Al <sub>2</sub> SiO <sub>5</sub>	3	1,8201	75-1576
11	76	51,033	1,7896	(041)	Al <sub>2</sub> SiO <sub>5</sub>	92	1,799	75-1576
12	74	64,049	1,4538	(004)	Al <sub>2</sub> SiO <sub>5</sub>	184	1,435	75-1576

## APÊNDICE B: ANÁLISE ESTATÍSTICA DO ENSAIO DE VIABILIDADE POR ANOVA

ASSISTAT Versão 7.7 beta (2016) - Homepage <http://www.assistat.com>  
 Por Francisco de A. S. e Silva - UFCG-Brasil - Atualiz. 01/10/2016

Arquivo temporário Data 19/10/2016 Hora 15:06:10

### EXPERIMENTO INTEIRAMENTE CASUALIZADO

#### QUADRO DE ANÁLISE

EV	GL	SQ	QM	F
Tratamentos	2	1.00435	0.50218	172.2995 **
Resíduo	6	0.01749	0.00291	
Total	8	1.02184		

\*\* significativo ao nível de 1% de probabilidade ( $p < .01$ )

\* significativo ao nível de 5% de probabilidade ( $.01 \leq p < .05$ )

ns não significativo ( $p \geq .05$ )

GL	GLR	F-crit	F	p
2	6	10.9248	172.2995	<.0001

#### MÉDIAS E MEDIDAS

##### Médias de tratamento

1	0.71250 a
2	0.00610 b
3	0.71697 a

DMS = 0.10800

MG = 0.47852

Ponto médio = 0.39635

CV% = 11.28

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste t ao nível de 5% de probabilidade

#### Normalidade dos dados (alfa = 5%)

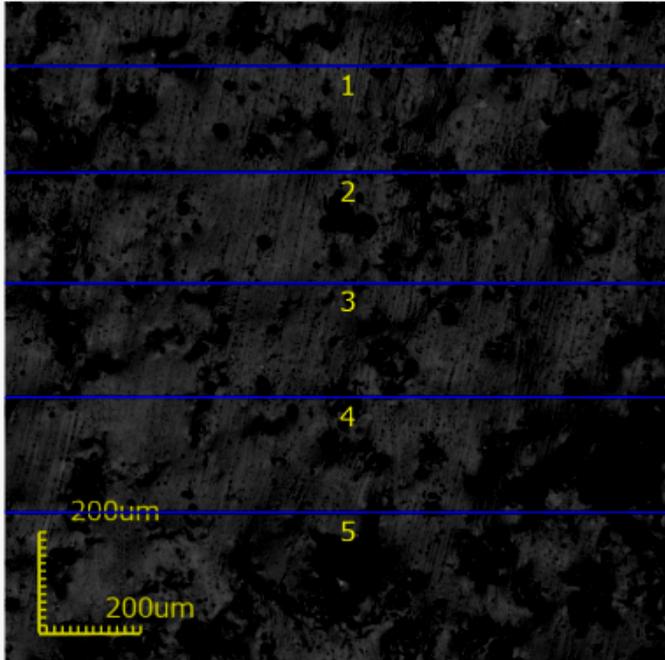
Teste (Estatística)	Valor	p-valor	Normal
Shapiro-Wilk (W)	0.71970	0.00241	Não

#### DADOS

.7061	.6866	.7448
.0017	.0134	.0032
.7409	.7910	.6190

APÊNDICE C. RUGOSIDADE CALCULADA EM MICROSCÓPIO CONFOCAL

# Report Title

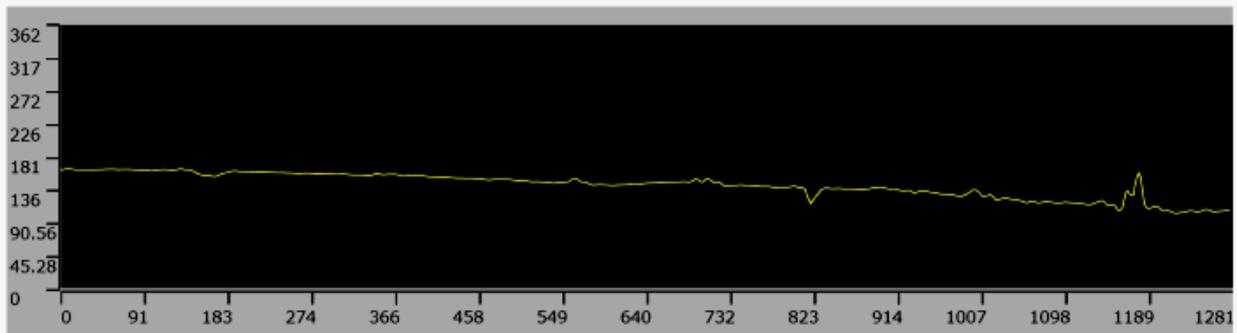


User ID: ADMIN  
 User name: Administrator  
 Description: FIRST ADMINISTRATOR USER

151204\_142207\_140  
 [Acquisition parameters]  
 Scanning mode: XYZ fast scan  
 Image size[pixels]: 1024X1024  
 Image size[µm]: 1281x1283  
 Objective lens: MPLFLN10x  
 Zoom: 1x  
 DIC: Off

Comment

No.	Result	Rq[µm]	Rv[µm]	Rz[µm]	Rc[µm]	Rt[µm]	Ra[µm]	Rq[µm]	Rsk	Rku	Rsm[µm]	RAq[°]	RZc[µm]	Rmr[%]	Ac[µm]	As[µm]	λf[µm]	File name
✓ 1		3.928	9.458	13.387	6.932	20.392	1.393	2.082	-1.576	9.672	69.925	27.287	2.249	100.000	250.000	-	-	151204_1422
✓ 2		6.052	12.585	18.637	11.600	57.726	2.506	3.738	-0.557	4.559	47.687	37.691	3.319	100.000	250.000	-	-	151204_1422
✓ 3		4.458	11.240	15.698	9.798	47.501	1.441	2.527	-0.656	9.263	85.244	29.272	2.103	100.000	250.000	-	-	151204_1422
✓ 4		4.569	3.752	8.321	5.136	31.163	0.963	1.292	0.421	4.684	73.656	19.049	1.768	100.000	250.000	-	-	151204_1422
✓ 5		12.605	8.243	20.848	8.895	63.097	1.968	3.261	0.192	8.666	57.899	38.118	2.722	100.000	250.000	-	-	151204_1422
Count		5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Average		6.322	9.056	15.378	8.472	43.976	1.654	2.580	-0.435	7.369	66.882	30.283	2.432	100.000				
Min.		3.928	3.752	8.321	5.136	20.392	0.963	1.292	-1.576	4.559	47.687	19.049	1.768	100.000				
Max.		12.605	12.585	20.848	11.600	63.097	2.506	3.738	0.421	9.672	85.244	38.118	3.319	100.000				
Range		8.677	8.833	12.527	6.464	42.705	1.543	2.446	1.997	5.113	37.557	19.069	1.551	0.000				
σ		3.600	3.398	4.858	2.511	17.941	0.595	0.964	0.789	2.534	14.504	7.945	0.603	0.000				
3σ		10.799	10.193	14.575	7.533	53.822	1.785	2.891	2.368	7.601	43.512	23.834	1.808	0.000				
Tolerance		Off	Off	Off	Off	Off	Off	Off	Off	Off	Off							
Upper tolerance		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Standard		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Lower tolerance		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0



**APENCIDE D: ÁREAS CORRESPONDENTES ÀS FASES PRESENTES NO DRX  
OBTIDAS NO PROGRAMA ORIGIN 9.**

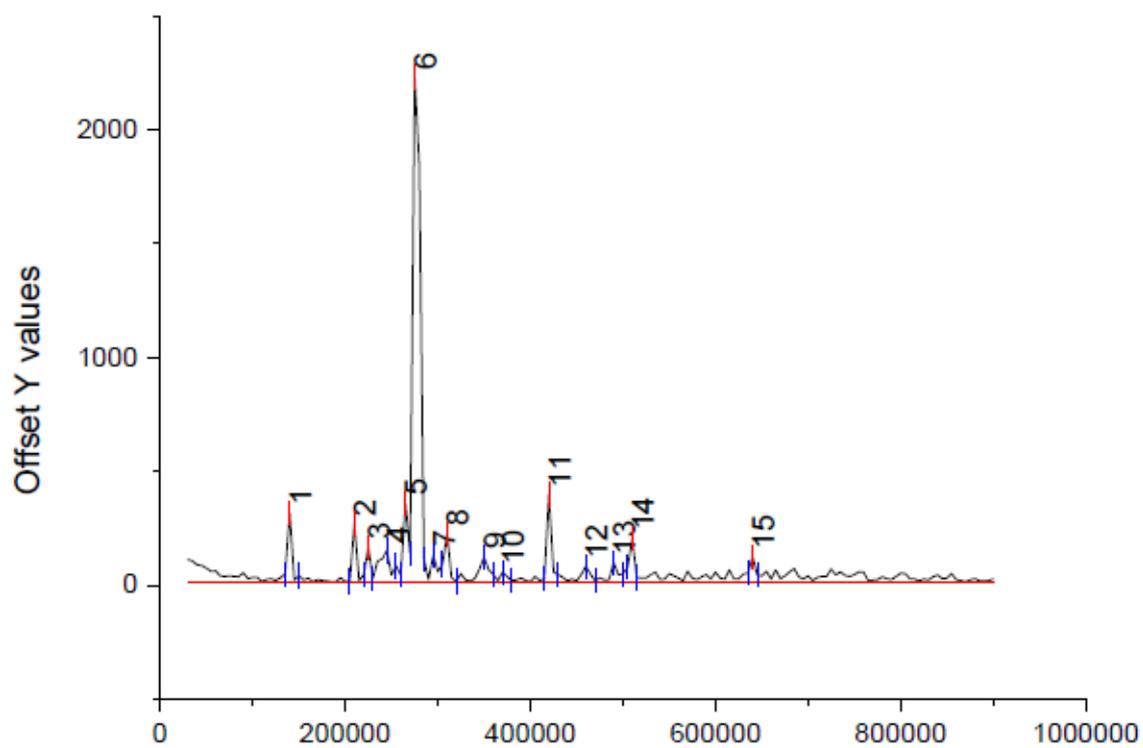


Figura 1. Marcação dos picos para cálculo de área, pelo programa Origin 9.

**Tabela 1.** Cálculo das áreas selecionadas no difratograma anterior de feldspato potássico em pó.

Index	Area
Integral Result of "tube"	Integral Result of "tube"
1	1,715E8
2	1,39E8
3	875000
4	670000
5	2,12E8
6	2,0815E7
7	705000
8	1,34E8
9	620000
10	230000
11	2,235E8
12	350000
13	455000
14	1,16E8
15	720000

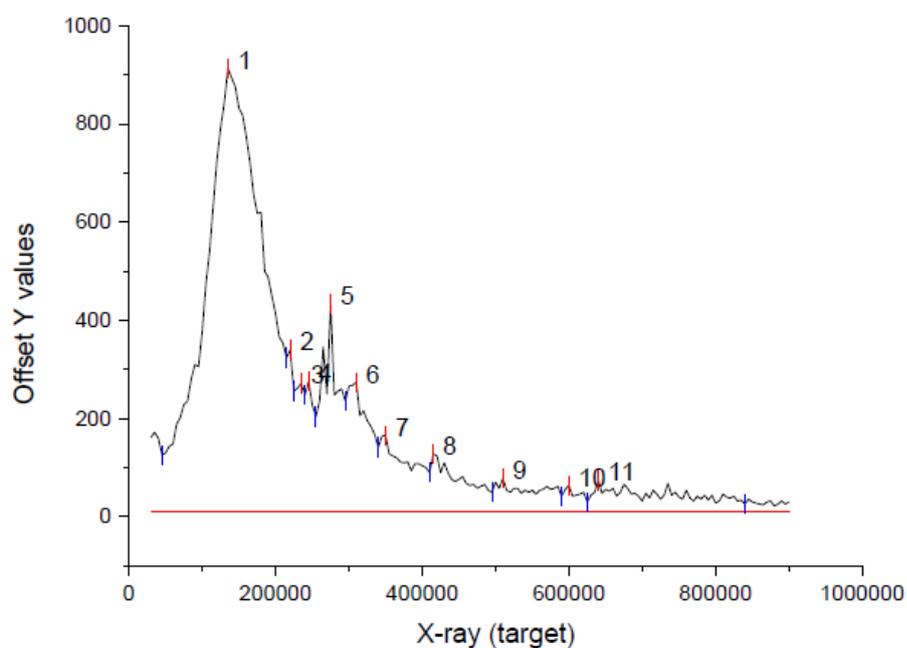


Figura 2. Marcação dos picos para cálculo de área, pelo programa Origin 9.

**Tabela 2.** Cálculo das áreas selecionadas no difratograma anterior do feldspato potássico sinterizado.

Index	Area
Integral Result of "tube"	Integral Result of "tube"
1	8,3695E7
2	3,05E6
3	3,78E6
4	3,5E6
5	1,085E7
6	9,385E6
7	7,63E6
8	5,93E6
9	4,41E6
10	1,34E6
11	7,42E6