

**PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO  
PROGRAMA DE MESTRADO PROFISSIONAL EM MATERIAIS**

**DESENVOLVIMENTO DO PRODUTO**

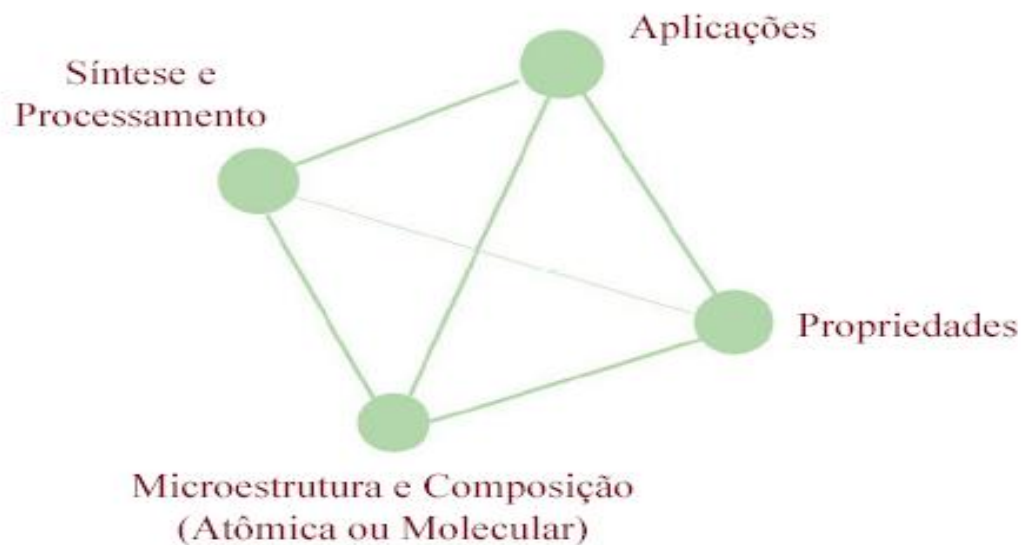
**“DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DO COMPÓSITO  
ESPINÉLIO-ZIRCÔNIA PARA APLICAÇÃO ODONTOLÓGICA”**

**Mestrando: Fernando da Silva Santos**

**Orientador: Prof. Dr. Roberto de Oliveira Magnago**

**Coorientador: Prof. Dr. Claudinei dos Santos**

# Ciência e Engenharia de Materiais



## □ INTRODUÇÃO

O espinélio,  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ , é um material cerâmico de excelente translucidez quando sinterizado em alta densificação, porém sua baixa sinterabilidade e dificuldade de tenacificação limitam seu uso como material de interesse para aplicações dentárias. O uso da zircônia estabilizada,  $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ , como agente tenacificante do espinélio é estudada neste trabalho. Teores de zircônia entre 10 e 50% foram misturados ao Espinélio e amostras foram compactadas uniaxial e isostaticamente. Os CPs foram sinterizados na temperatura de  $1575^\circ\text{C}$ , em patamares de 120min. As amostras foram caracterizadas por difração de raios X, MEV, densidade relativa, microdureza e tenacidade a fratura. As amostras com melhor desempenho mecânico foram aquelas 50% em peso de zircônia, prensadas a 400MPa e sinterizadas a  $1575^\circ\text{C}$ , com densidade relativa de 90%, dureza de 486HV e  $K_{IC}$  de  $2,42\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ .

## OBJETIVO E JUSTIFICATIVA

❑ Desenvolver um compósito à base de Espinélio ( $MgAl_2O_4$ ) e Zircônia estabilizada com Ítria ( $ZrO_2-Y_2O_3$ ) e investigar suas propriedades físicas e mecânicas para futuras aplicações na área odontológica.

## ❑ COMPÓSITO CERÂMICO ESPINÉLIO-ZIRCÔNIA

### ❑ Espinélio

Translucidez - qualidade estética

Dureza - Frágil

### ❑ Zircônia

Tenacidade

Custo

## OBJETO DE ESTUDO

- O uso da zircônia estabilizada, como agente tenacificante do espinélio;
- Teores de zircônia entre 10 a 50% foram misturados ao espinélio.

## FLUXO DE ATIVIDADES

PÓ DE ESPINÉLIO  
PÓ DE ZIRCÔNIA

Pó de Zircônia  
Calcinado a 700°C

CARACTERIZAÇÃO  
DAS MATÉRIAS  
PRIMAS

MEV e DRX dos Pós

MISTURA  
DIFERENTES  
TEORES DE  $ZrO_2 - Y_2O_3$

MOAGEM  
HOMOGENEIZAÇÃO

1

1 → SECAGEM

PENEIRAMENTO

CARACTERIZAÇÃO  
DAS MISTURAS

2

MEV e DRX dos Pós

2 → COMPACTAÇÃO

SINTERIZAÇÃO

CARACTERIZAÇÕES  
FINAIS

Uniaxial – 70 MPa  
Isostática – 300 MPa  
350 MPa – 400 MPa

1575 °C – 120 minutos

Densidade Relativa  
Microdureza e Tenacidade  
MEV e DRX

## □ REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

1- Cerâmicas e Cerâmicas Odontológicas

2- Espinélio -  $MgAl_2O_4$

3- Zircônia -  $ZrO_2$

4- Mecanismo de tenacificação associado à transformação tetragonal - monoclínica

5- Espinélio ( $MgAl_2O_4$  - Aluminato de Magnésio) na odontologia

6- Processamento de materiais cerâmicos

7- Processamento da Zircônia -  $ZrO_2$

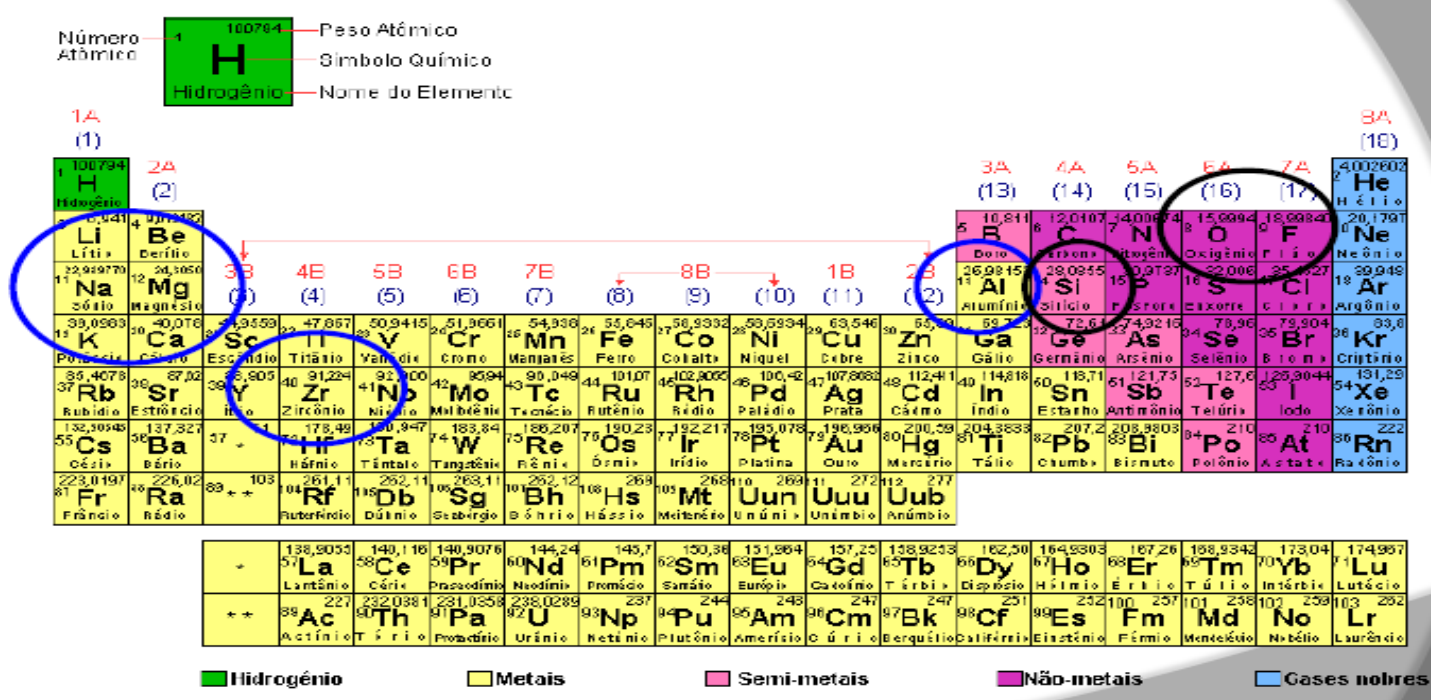


# 1. CERÂMICAS

Indústria Aeroespacial e modificados microestrutura

**CERÂMICAS**

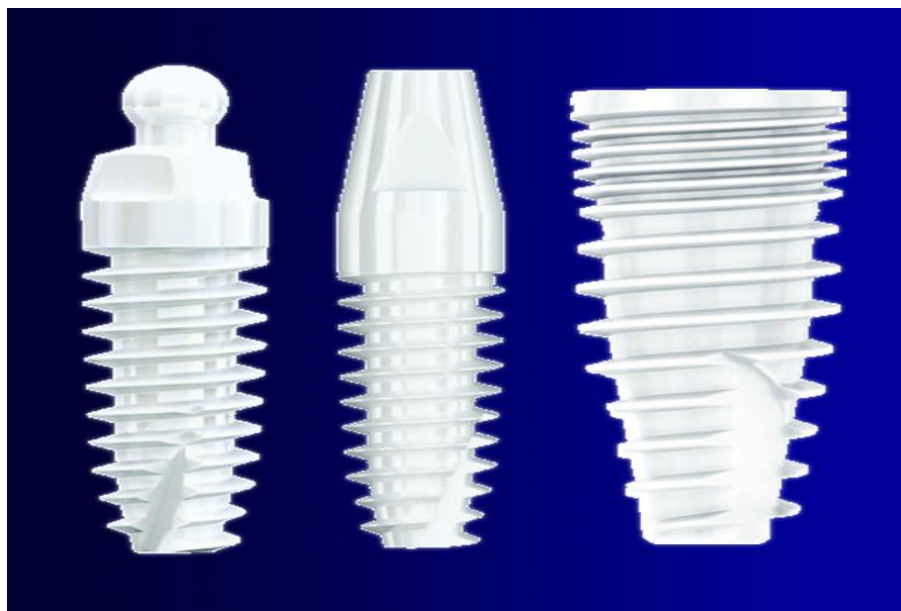
- São materiais compostos por uma combinação de elementos metálicos e não-metálicos.



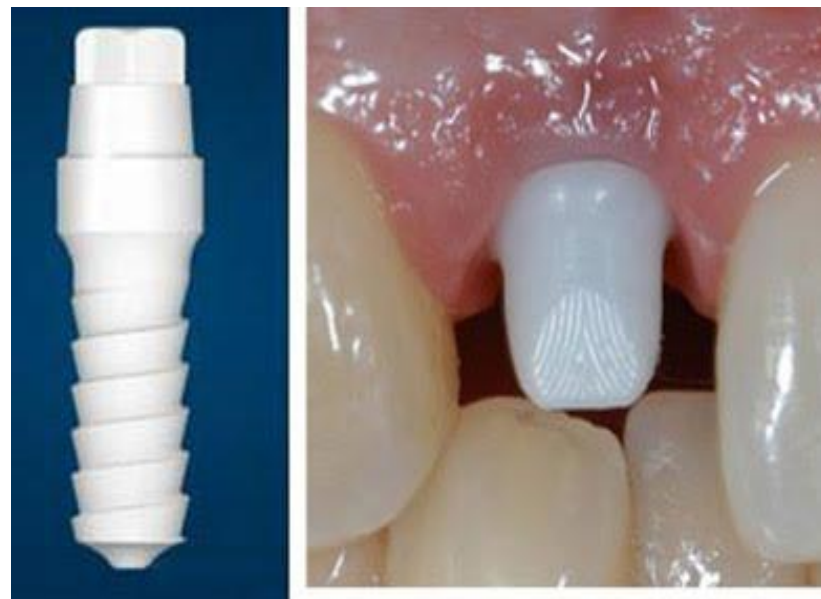


## □ CERÂMICAS ODONTOLÓGICAS

Restaurações das características funcionais e estéticas

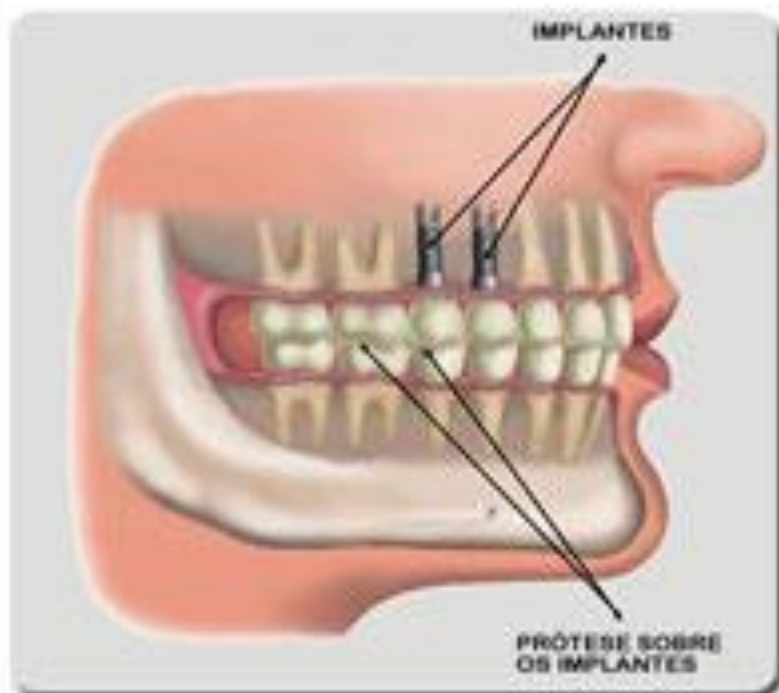


## Implante Materiais Cerâmicos



## □ DESTAQUES

### Implantes ósseo integrável



## □ METALOCERÂMICOS





## Prótese dentária com base de metal (Metalocerâmica)

- é possível que apareçam margens negras.



**ZIRCÔNIA branca sem metal (metal-free)** - Não aparecem margens negras.



**Antes**



**Depois**

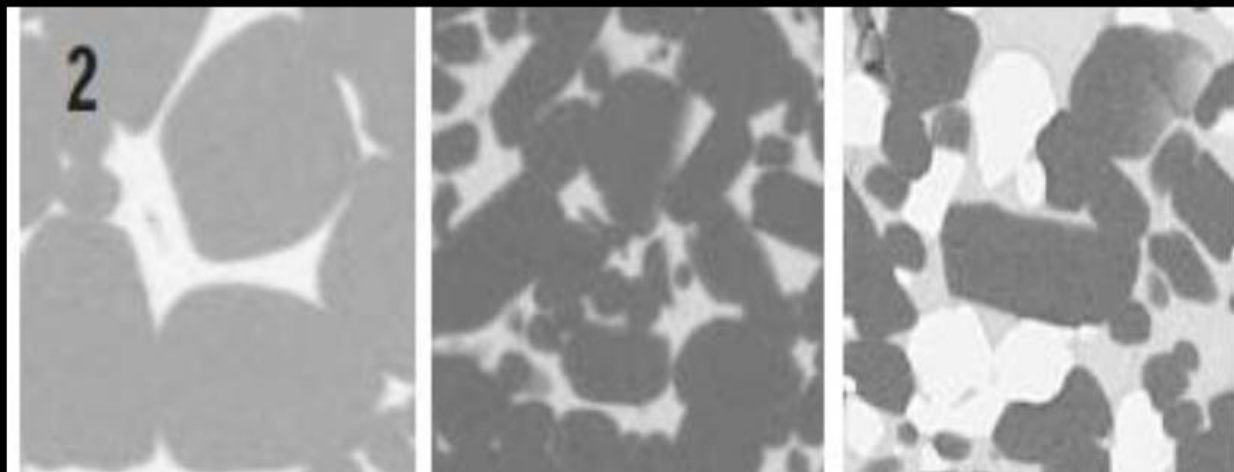


É possível mudar um sorriso por meio de **próteses dentárias em porcelana**, também chamadas de **metal-free (livre de metais)**.

Ao contrário da **prótese metalocerâmica**, a camada interna de reforço da coroa é de zircônia ou alumina, porcelanas muito resistentes.

Por não conter metal na sua estrutura a estética da coroa em porcelana com **zircônia (metal-free)** é muito mais natural. Além disso, o metal de uma **coroa metalocerâmica** pode aparecer como uma linha escura perto da gengiva depois de algum tempo.

# Microestrutura



In-Ceram Spinell

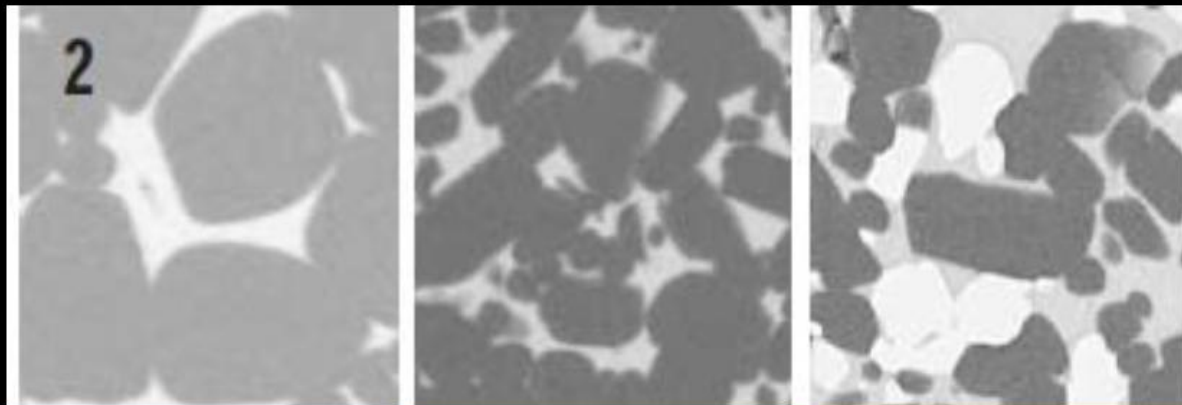
In-Ceram Alumina

In-Ceram Zirconia



Translucidez

# Microestrutura



In-Ceram Spinell

In-Ceram Alumina

In-Ceram Zirconia



Resistência à fratura e tenacidade à fratura



# Vantagens

✓ Término Cervical

✓ Biocompatibilidade



✓ Baixa condutividade térmica

✓ Alta resistência à abrasão

✓ Translucidez

## 2. ESPINÉLIO - $\text{MgAl}_2\text{O}_4$



Forma natural

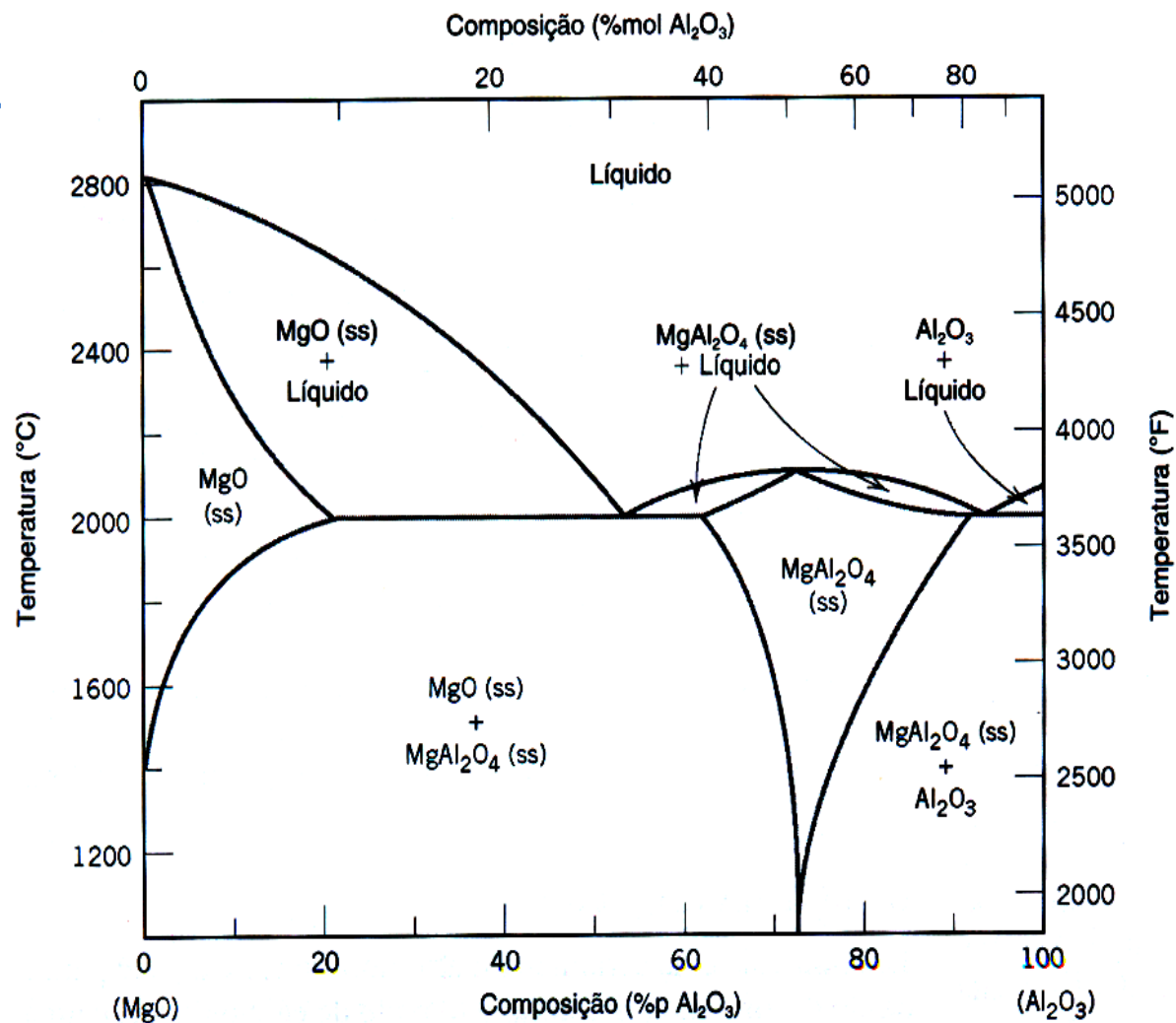
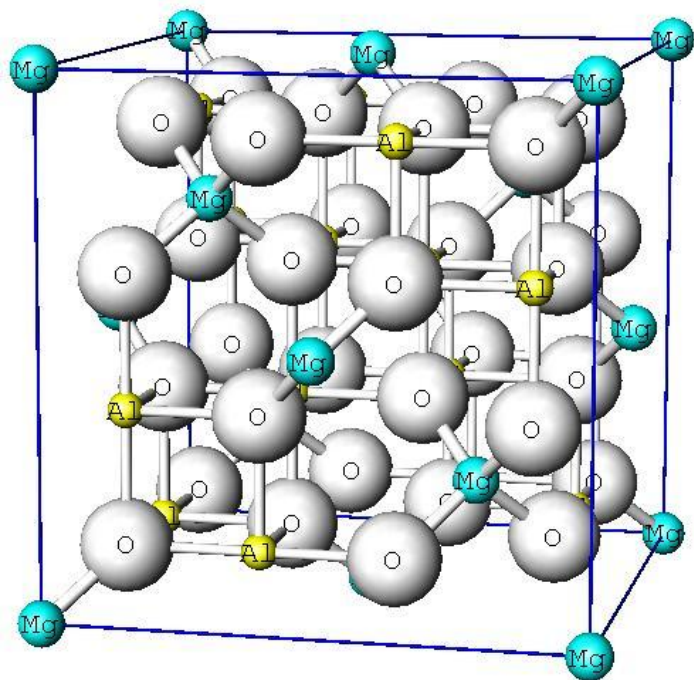


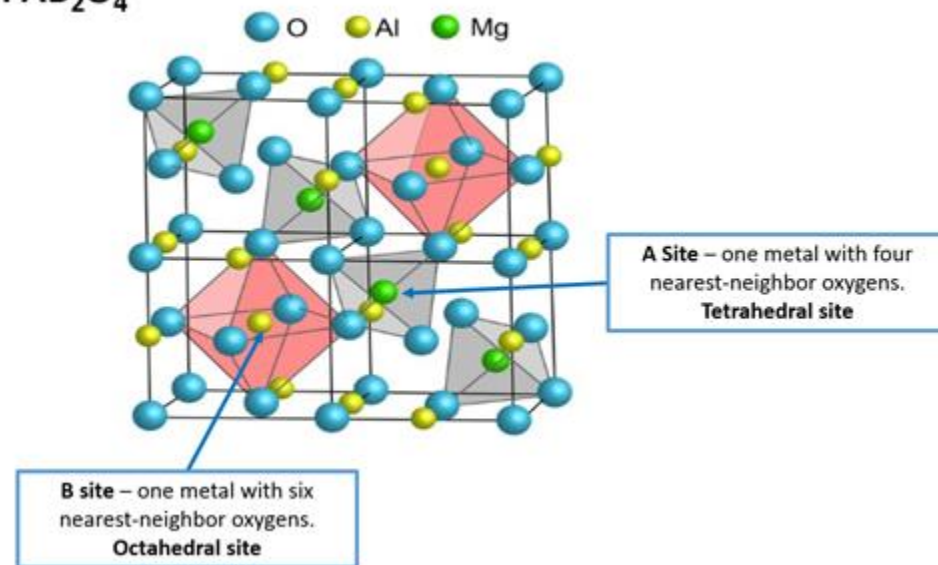
Diagrama de fases do Espinélio  
Estequiométrico  $\text{MgO-Al}_2\text{O}_3$

## ESPINÉLIO - $MgAl_2O_4$ Estrutura cristalina

Estruturas do tipo  $A_mB_nX_p$  (A- cátion; B- cátion; X- ânion)



Spinel  $AB_2O_4$



- Os íons oxigênio formam uma rede CFC; Os íons magnésio preenchem sítios tetraédricos; os íons alumínio ocupam sítios octaédricos.

## PROPRIEDADES DO ESPINÉLIO

<b>Massa Específica (<math>\rho</math>)</b>	3,58g/cm <sup>3</sup>	<b>Resistência à Flexão (<math>\sigma</math>)</b>	200~250MPa
<b>Condutividade Térmica (<math>\kappa</math>)</b>	5,0W.m/K	<b>Dureza (HV)</b>	15GPa
<b>Coefficiente de Expansão Térmica (<math>\alpha</math>)</b>	10,2x10 <sup>-6</sup> /°C	<b>Tenacidade (<math>K_{IC}</math>)</b>	1,72MPa.m <sup>1/2</sup>
<b>Módulo de Elasticidade (E)</b>	277GPa	<b>Módulo de Weibull</b>	19,5m

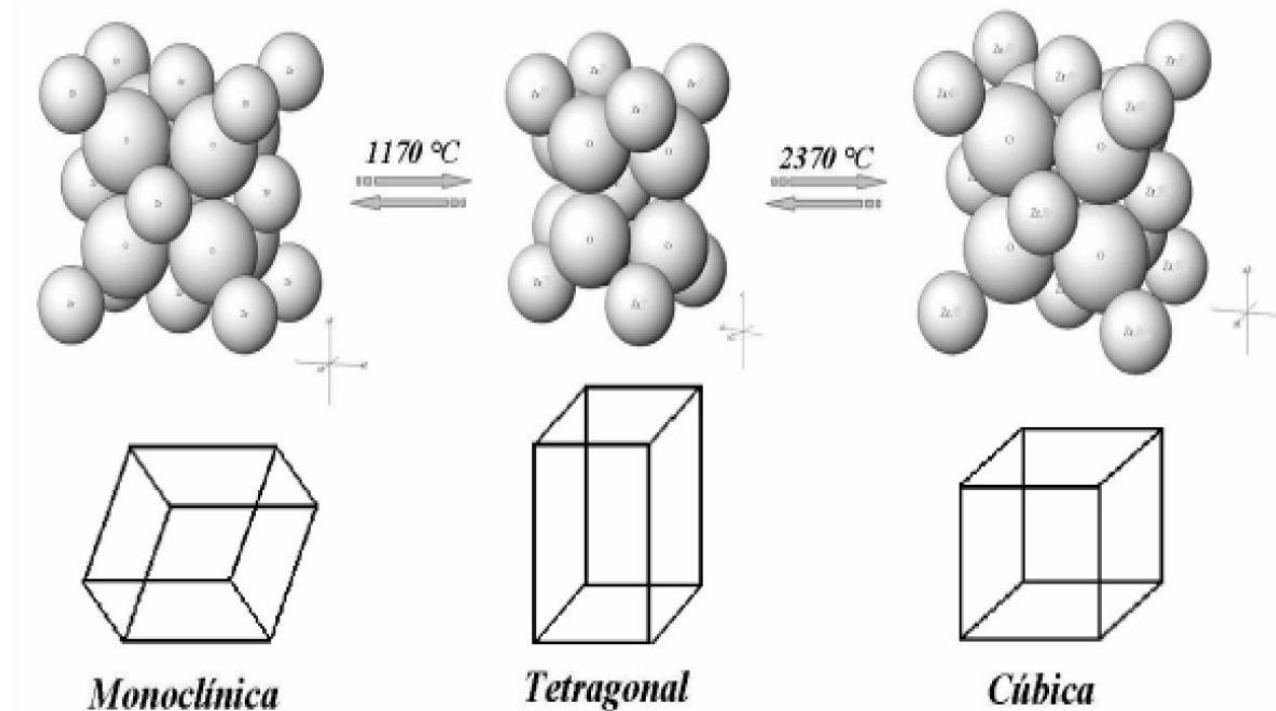


### 3. ZIRCÔNIA - $ZrO_2$

Propriedades típicas de cerâmicas de  $ZrO_2$  estabilizadas com  $Y_2O_3$

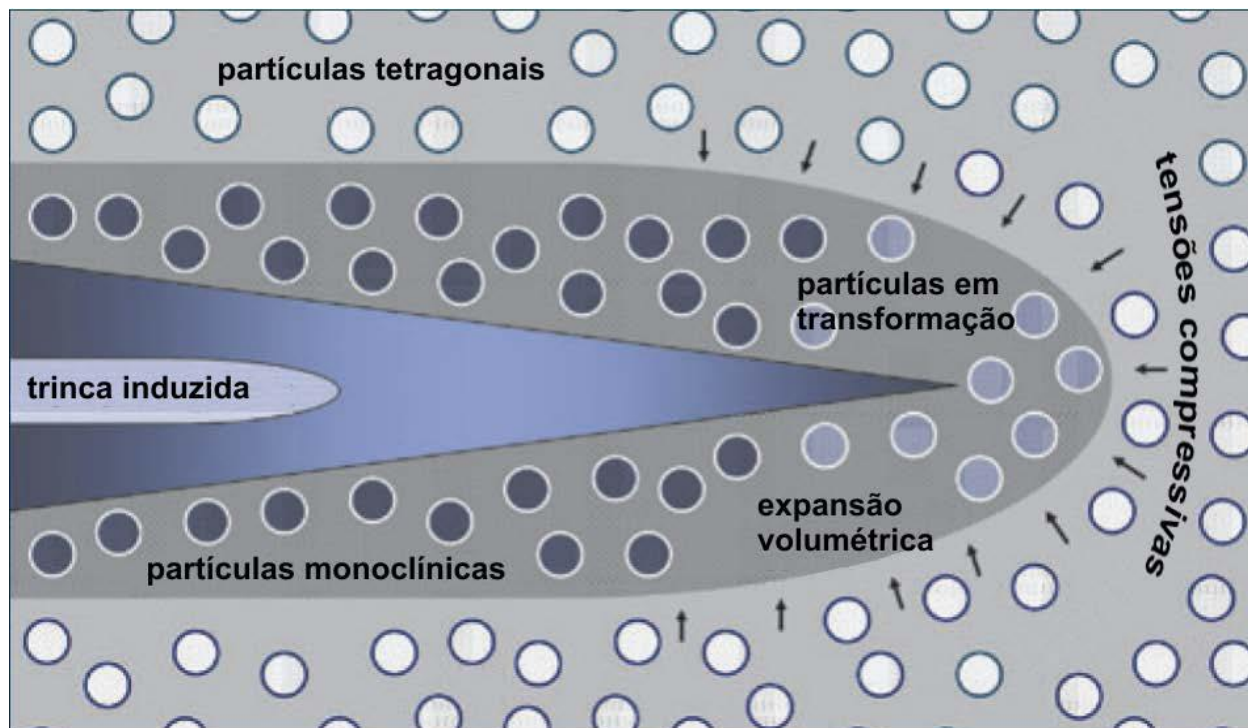
<b>Massa Específica (<math>\rho</math>)</b>	6,0~6,1 g/cm <sup>3</sup>	<b>Resistência à Flexão (<math>\sigma</math>)</b>	800~1000MPa
<b>Condutividade Térmica (<math>\kappa</math>)</b>	2,0~2,2 W.m/K	<b>Dureza (HV)</b>	13GPa
<b>Coefficiente de Expansão Térmica (<math>\alpha</math>)</b>	10,1~11x10 <sup>-6</sup> /°C	<b>Tenacidade (<math>K_{IC}</math>)</b>	9~10MPa.m <sup>1/2</sup>
<b>Resistência ao Choque Térmico (<math>\Delta T</math>)</b>	350°C	<b>Coefficiente de Poisson (<math>\mu</math>)</b>	0,23
<b>Módulo de Elasticidade (E)</b>	200~210GPa	<b>Módulo de Weibull</b>	12m
<b>Resistência à Compressão (<math>\sigma</math>)</b>	2000~2500MPa		

## Formas polimórficas da zircônia sob pressão atmosférica



## 4. MECANISMO TENACIFICAÇÃO DA ZIRCÔNIA

Mecanismo de tenacificação por transformação induzida por tensão



**Transformação martensítica (fase tetragonal-monoclinica)**  
**Aumento na tenacidade da zircônia.**



## 5. PROCESSAMENTO DO ESPINÉLIO - $MgAl_2O_4$

❑ De maneira convencional, o pó de espinélio  $MgAl_2O_4$  é produzido pelo processo de reação no estado sólido usando óxido de magnésio (MgO) e óxido de alumínio ( $Al_2O_3$ ) como materiais de partida.

❑ Neste processo, a mistura é calcinada a altas temperaturas como 1400-1600°C e o óxido de alumínio também pode ser calcinado antes da mistura, para alterar a reatividade da alumina.

## 6. PROCESSAMENTO DA ZIRCÔNIA -ZrO<sub>2</sub>

- O pó de zircônia pode ser obtido pelo o método da co-precipitação de sais, sendo o mais utilizado, pois é um método de baixo custo usado para produção em massa quando comparado com os outros métodos.
- Este método gera partículas com uma distribuição de tamanho não tão homogêneo.

## 7. PROCESSAMENTO COMPÓSITO ESPINÉLIO-ZIRCÔNIA - $\text{MgAl}_2\text{O}_4\text{-ZrO}_2$

- Fujita, preparou pó de espinélio, com 24% em peso de zircônia-espinélio composto por mistura do pó e alcóxidos de rotas.
  
- Oudjedi , preparou pós de materiais densos de espinélio com zircônia ( $\text{MgAl}_2\text{O}_4\text{-ZrO}_2$ ) compósitos (em relação densidade  $\geq 98\%$ ) por sinterização convencional de pós compostos sintetizados pelo método de sol-gel
  
- Suzuki, preparou pó composto de ítrio-estabilizado de zircônia ( $\text{ZrO}_2$ ) e espinélio ( $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ) por um bico duplo de pirólise de pulverização ultrassônica.
  
- Hyun e Song, preparou 20% em peso de zircônia ( $\text{ZrO}_2$ )- espinélio o composto de pó, pela emulsão à quente, com rota de querosene.

## □ PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

1.  **Materiais e Métodos**
2.  **Processamento das Misturas**
3.  **Caracterização das Matérias Primas**
4.  **Caracterização das Amostras Sinterizadas**
5.  **Propriedades Mecânicas das Amostras Sinterizadas - Dureza**

## 1. MATERIAIS e MÉTODOS

Descrição dos procedimentos experimentais adotados nas etapas de processamento e caracterização dos materiais utilizados neste trabalho.

### □ MATERIAIS

Para a realização deste trabalho, foram utilizados pós de espinélio,  $MgAl_2O_4$ , (Saint Gobain – Vinhedos–SP) e dióxido de zircônio estabilizado com itria,  $ZrO_2-Y_2O_3$ . (TOSOH – Japão).

ESPINÉLIO ( $MgAl_2O_4$ )		ZIRCÔNIA ( $ZrO_2-Y_2O_3$ )	
Fabricante: Saint Gobain®		Fabricante: TOSOH®	
Tamanho de partículas	1,50 $\mu$ m	Tamanho de partículas	0,60 $\mu$ m
Tamanho de cristalito	190nm	Tamanho de cristalito	90nm
Densidade	3,56g/cm <sup>3</sup>	Densidade	6,05g/cm <sup>3</sup>
<i>Composição de 99,9% em peso de <math>MgAl_2O_4</math></i>		<i>Composição de 5,85% em peso de <math>Y_2O_3</math></i>	

Especificações dos pós de espinélio e zircônia (dados dos fornecedores).

## ☐ MÉTODOS

### ☐ Calcinação

O pó de zirconia foi calcinado em forno MAITEC F1650, em temperatura de 700°C, por 4h, para eliminação do ligante orgânico, presente na matéria-prima e posteriormente desaglomerado e peneirado em peneira de 32µm.

### ☐ Caracterização das Matérias-Primas

As fases presentes, nas matérias primas das amostras, foram identificadas por difração de raios X (DRX), utilizando difratômetro modelo XRD-6100 da marca SHIMADZU.

A morfologia das partículas das matérias primas, foi analisada usando a microscopia eletrônica de varredura (MEV) utilizando microscópio eletrônico, modelo HITACHI TM3000.

## 2. PROCESSAMENTO DAS MISTURAS

### □ Mistura em Diferentes Teores de $ZrO_2 (Y_2O_3)$

Pós de alta pureza de espinélio foram misturados com micropartículas de zircônia utilizando moagem a úmido, com teores de zircônia estabilizada em ítria - $ZrO_2(Y_2O_3)$  de 10%, 20%, 30%, 40% e 50% em peso.

### □ Moagem e Homogeneização

Os pós de espinélio foram misturados com 10%, 20%, 30%, 40% e 50% em peso de zircônia estabilizada em ítria  $ZrO_2(Y_2O_3)$  e posteriormente moídos em moinho/misturador, modelo FRITSCH® Pulverisette P-5 utilizando álcool isopropílico.



## Secagem

As suspensões, após a moagem, foram secas por 48 horas em estufa a 120°C.

## Peneiramento

Os pós depois de secos foram peneirados na peneira de aço inox, com malha de 64 $\mu$ m.

## □ Compactação

Os pós das diferentes composições (espinélio com teores de  $ZrO_2$  ( $Y_2O_3$ ) de 10%, 20%, 30%, 40% ou 50% em peso) foram compactados em matriz de aço temperado de diâmetro de 15mm, em prensa uniaxial sob pressão de 70MPa por 30 segundos. Em seguida, parte dos compactos experimentaram subseqüentemente, prensagem isostática sob 300MPa, 350MPa e 400MPa de pressão. Prensa modelo KIP 100 E, marca Paul Weber.

## □ Sinterização

As amostras foram sinterizadas no forno MAITEC® F1650, sem controle atmosférico, com taxa de aquecimento e resfriamento de 5°C/min, atingindo temperatura final de 1525°C-120min (para compactados uniaxialmente) e 1575°C-120min em todas as condições de compactação uniaxial e isostáticas descritas no item anterior.

### 3. CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS SINTERIZADAS

#### Determinação da Densidade Relativa

A massa específica das amostras sinterizadas foi medida pelo método geométrico, devido alto grau de porosidade do material sinterizado. Micrômetro - 0,001mm e Balança analítica -  $10^{-5}$ g

#### Propriedades Mecânicas das Amostras Sinterizadas

Dureza e tenacidade à fratura foram avaliadas, utilizando método de Indentação de Vickers. Microdurômetro TIME-China e normas ASTM-C-1327-99 [51] e ASTM-C-1421-99

#### Análise Microestrutural – MEV

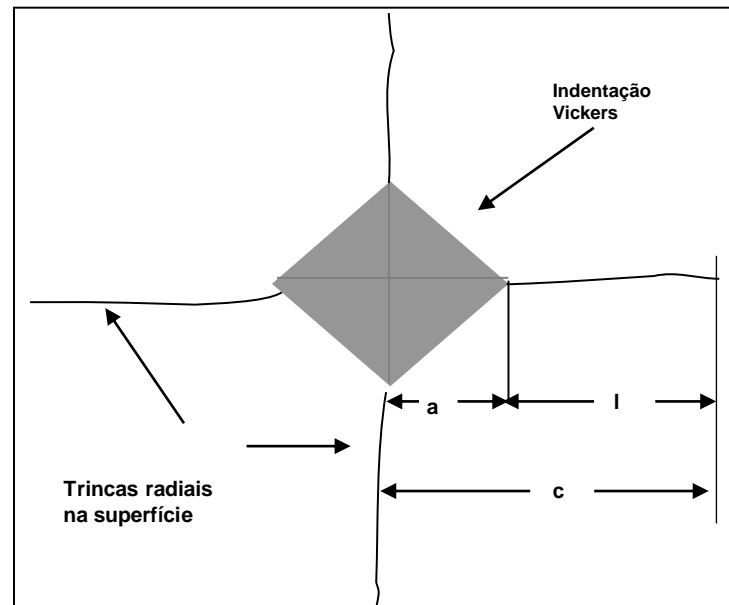
Análise microestrutural nos CP's foram realizados utilizando o MEV.

#### Análise Cristalográfica - DRX

As fases presentes foram identificadas por DRX.

## 4. PROPRIEDADES MECÂNICAS - DUREZA DE VICKERS

Por razões estatísticas, foram realizadas 10 impressões Vickers nas superfícies de cada uma das amostras polidas, utilizando-se uma carga de 1Kgf , aplicada durante 30 segundos, utilizando microdurômetro TIME<sup>®</sup>-China.



Desenho esquemático da Indentação Vickers

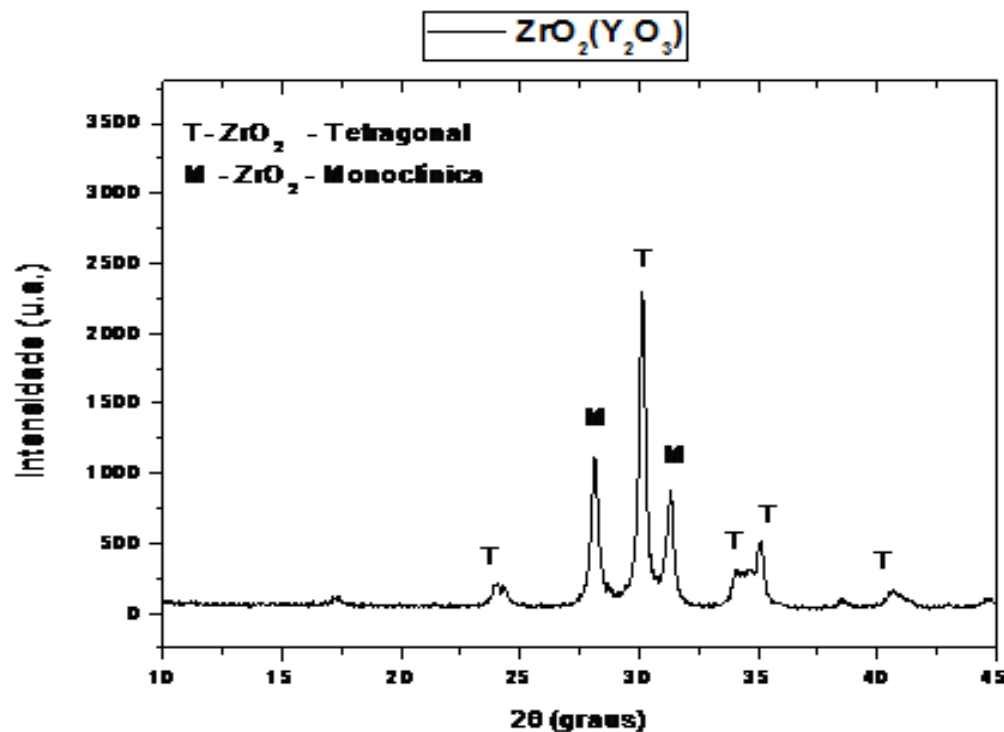
## □ RESULTADOS E DISCUSSÕES

1. Caracterização das Matérias-Primas
2. Caracterização dos Compactos
3. Caracterização dos Compactos Sinterizados
4. Propriedades Mecânicas

# 1. CARACTERIZAÇÃO DA MATÉRIAS PRIMAS

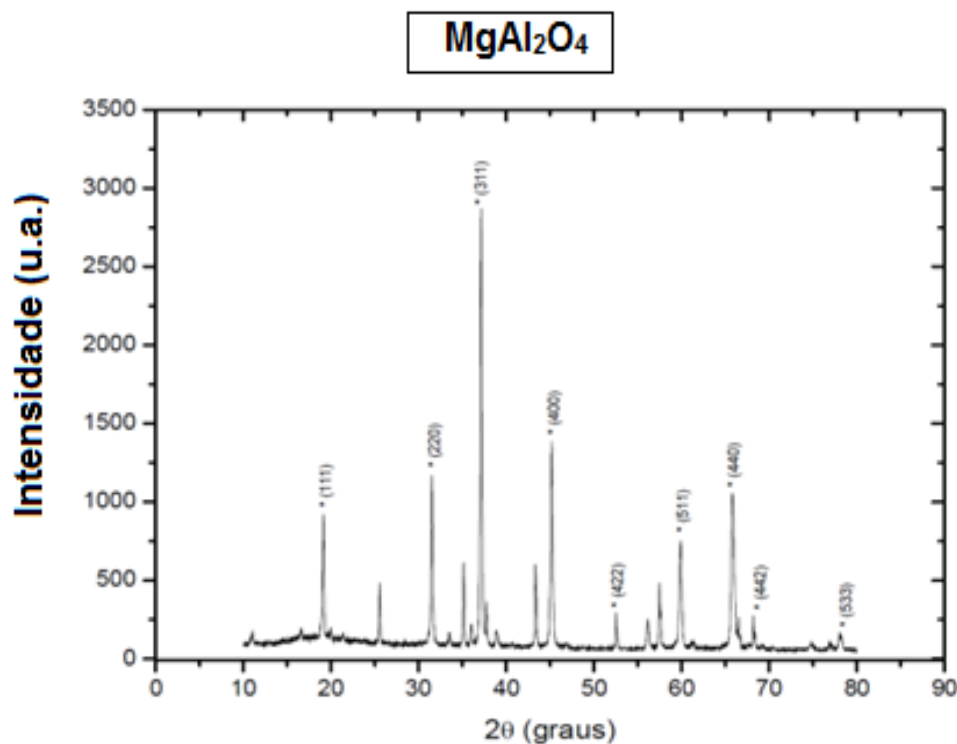
Difratograma de raios X das matérias-primas

$ZrO_2(Y_2O_3)$ , onde T –  $ZrO_2$  Tetragonal, M –  $ZrO_2$  Monoclínica



## Caracterização das Matérias-Primas - DRX

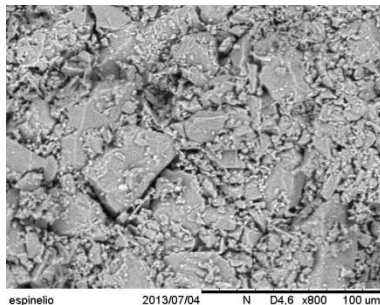
Difratograma de raios X das matérias-primas Espinélio,  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$



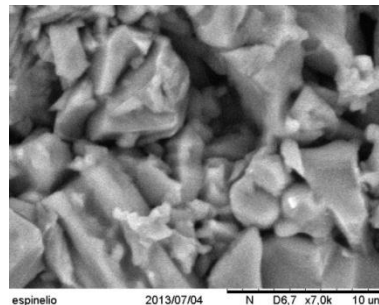


# Caracterização das Matérias-Primas - MEV

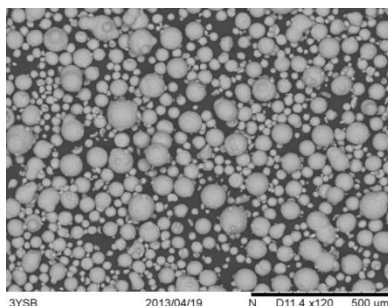
## Representativa dos sistemas de partículas



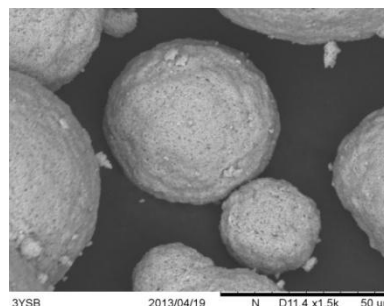
(a)



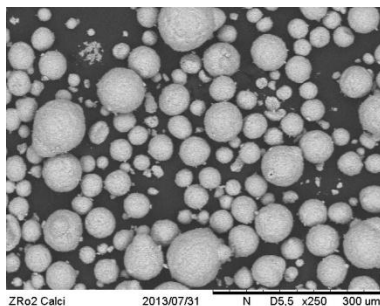
(a)  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$



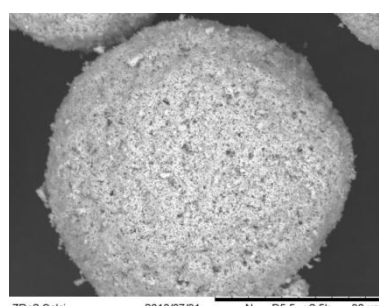
(b)



(b)  $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$   
antes da calcinação

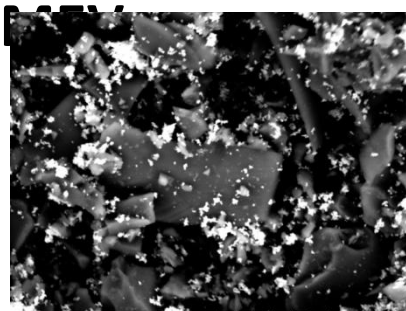


(c)



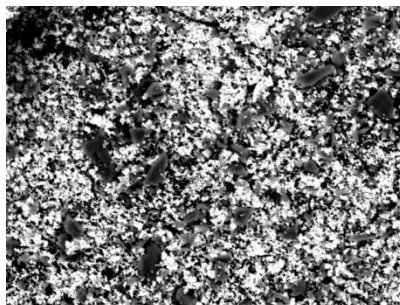
(c)  $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$   
após calcinação a  $700^\circ\text{C}$ -120min

## Caracterização das Misturas Espinélio-Zircônia após a Moagem/Homegeneização



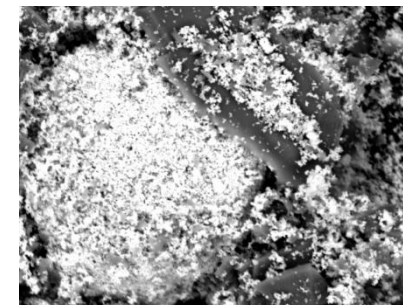
1A0151 2014/06/13 19:58 N 20 um

**90% em peso de  $MgAl_2O_4$ :  
10%  $ZrO_2(Y_2O_3)$**



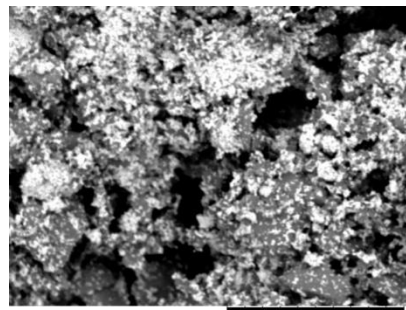
0033 2014/06/18 20:51 N 30 um

**80% em peso de  $MgAl_2O_4$ :  
20%  $ZrO_2(Y_2O_3)$**



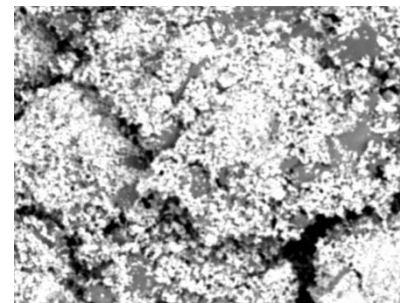
0049 2014/06/18 21:39 N 30 um

**70% em peso de  $MgAl_2O_4$ :  
30%  $ZrO_2(Y_2O_3)$**



0086 2014/06/20 19:16 F 50 um

**60% em peso de  $MgAl_2O_4$ :  
50%  $ZrO_2(Y_2O_3)$**



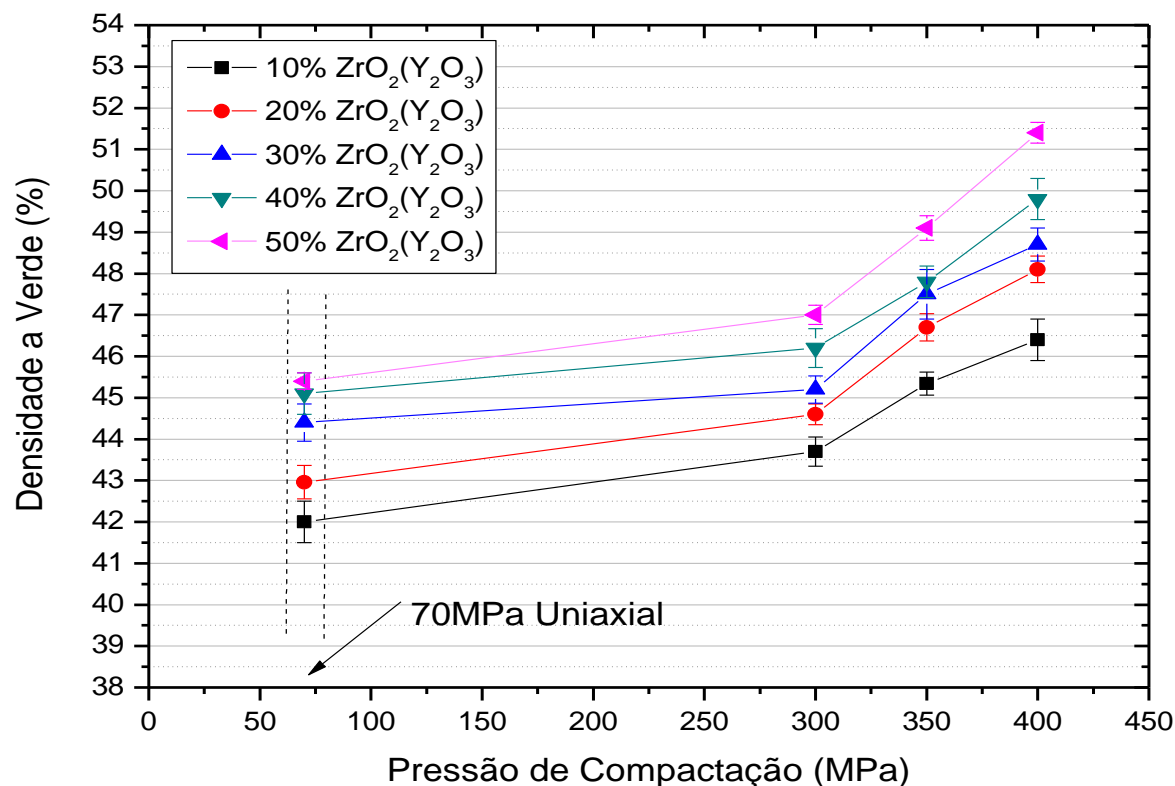
0107 2014/06/20 20:22 F 30 um

**50% em peso de  $MgAl_2O_4$ :  
50%  $ZrO_2(Y_2O_3)$**

## 2. CARACTERIZAÇÃO DOS COMPACTOS

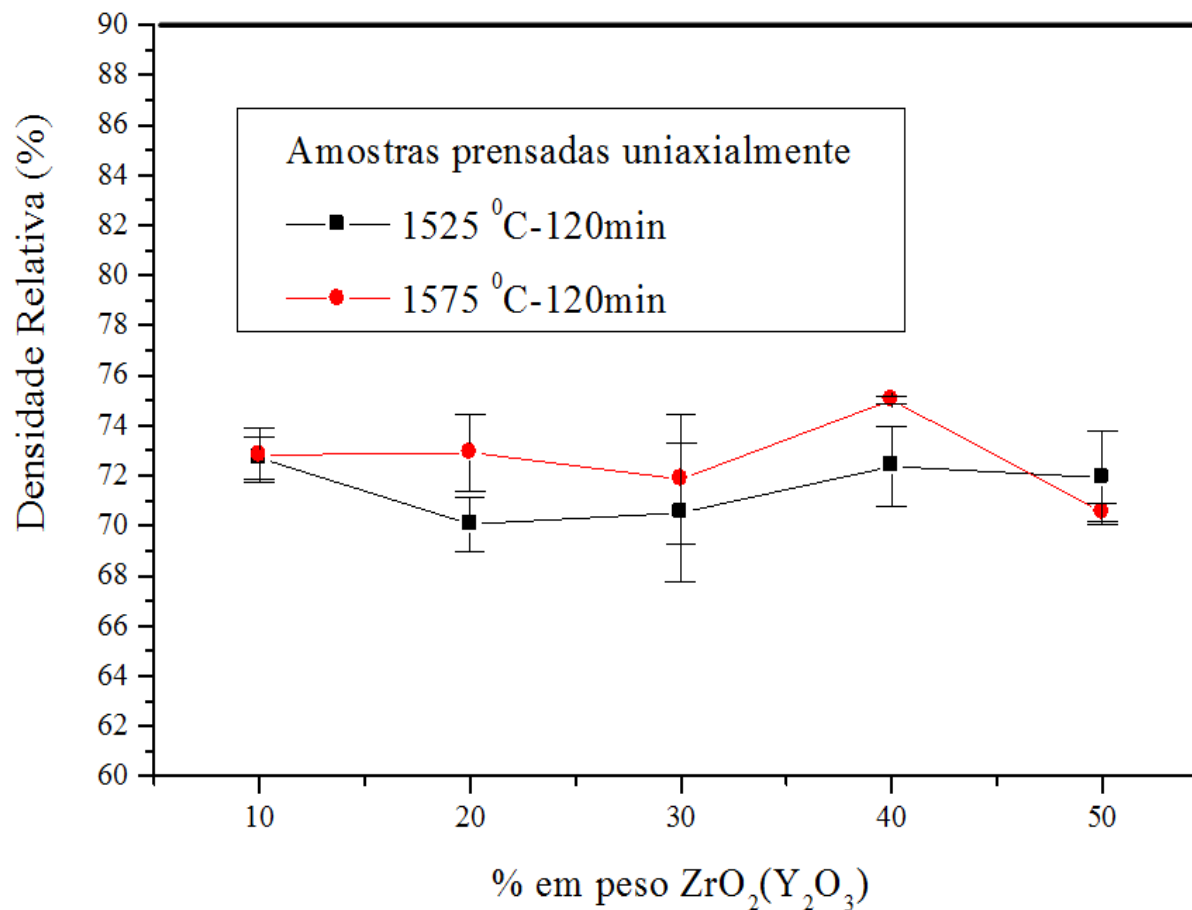
### Caracterização dos Compactos de Espinélio-Zircônia

Densidade a Verde em função da pressão de compactação e do teor de  $ZrO_2(Y_2O_3)$



## Caracterização dos Compactos de Espinélio-Zircônia Sinterizados

### Densidade Relativa em função da pressão de compactação - Uniaxialmente e do teor de $ZrO_2(Y_2O_3)$

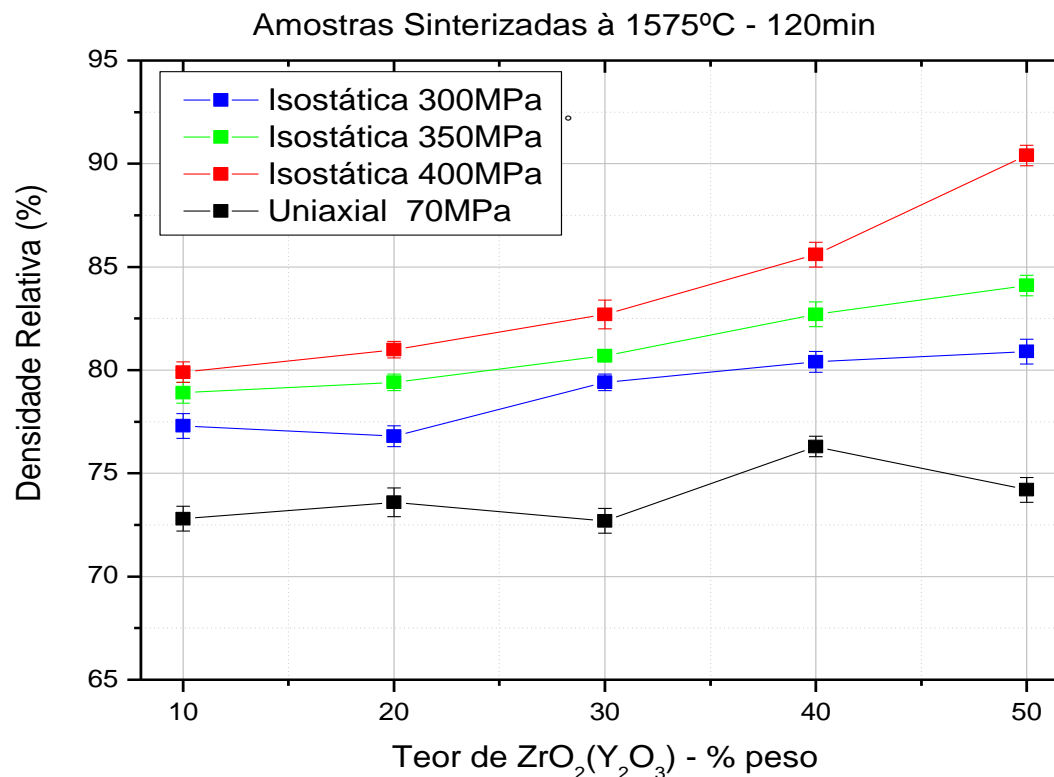




### 3. CARACTERIZAÇÃO DOS COMPACTOS SINTERIZADOS

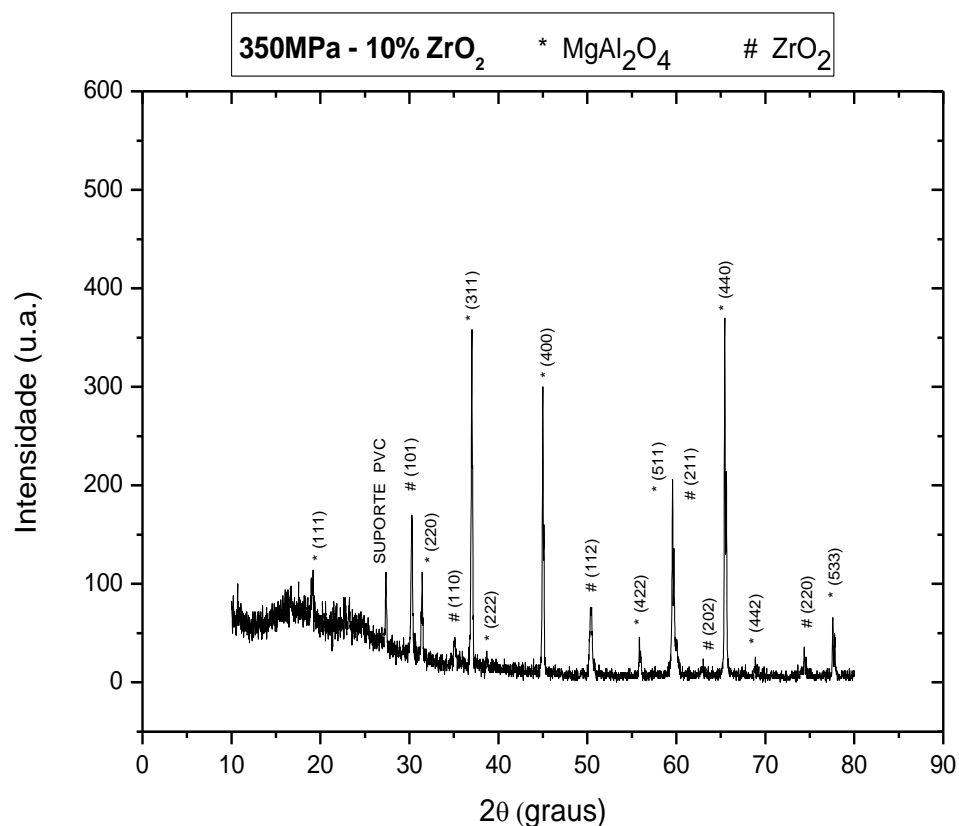
#### Espinélio-Zircônia Sinterizados

Densidade Relativa em função da pressão de compactação – Uniaxialmente e Isostaticamente e do teor de  $ZrO_2(Y_2O_3)$



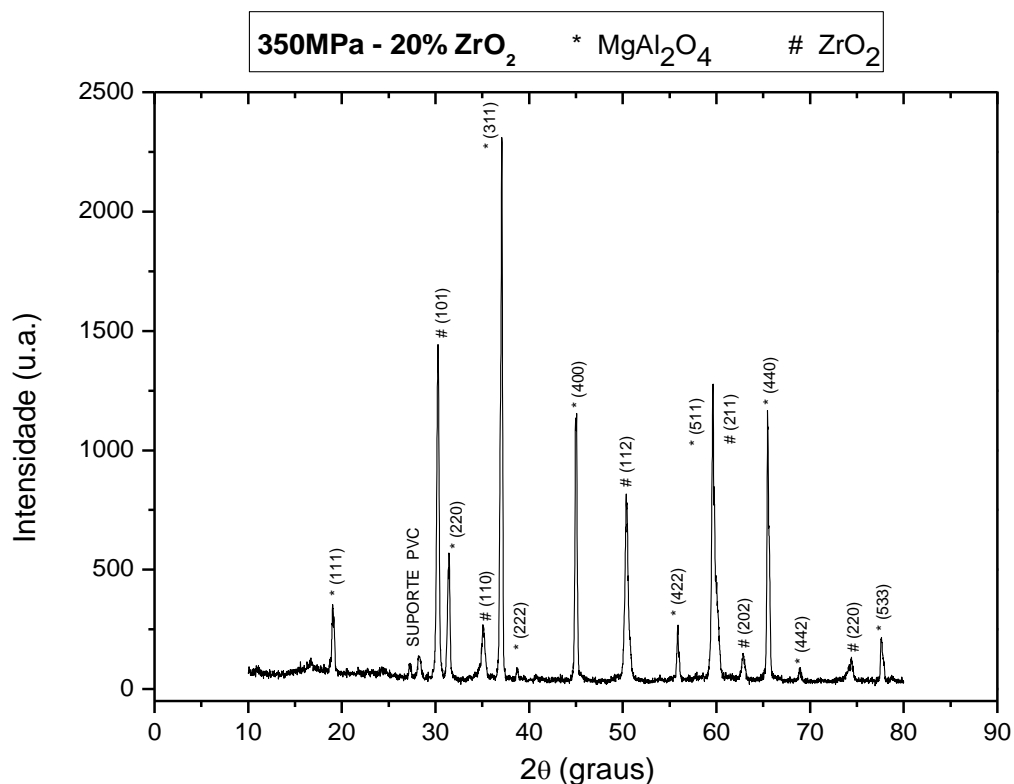
# Caracterização dos Compactos de Espinélio-Zircônia , prensados Isostaticamente a 350 MPa e sinterizados 1575°C-120 minutos

## Análise Cristalográfica - DRX



# Caracterização dos Compactos de Espinélio-Zircônia , prensados Isostaticamente a 350 MPa e sinterizados 1575°C-120 minutos

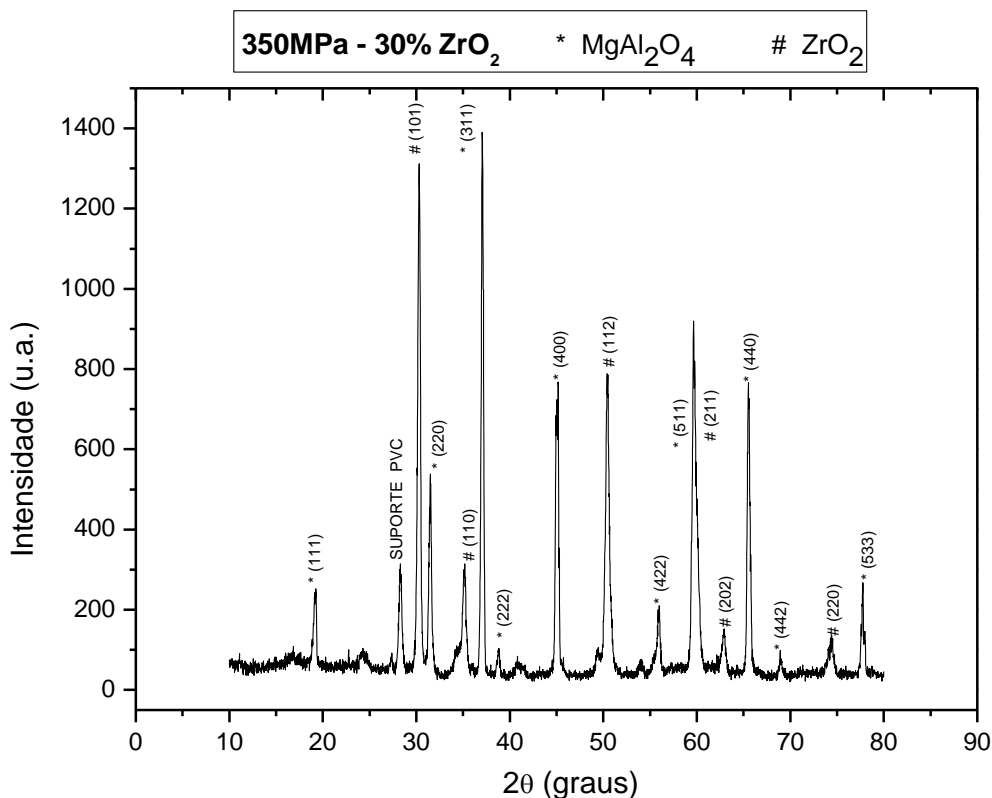
## Análise Cristalográfica - DRX





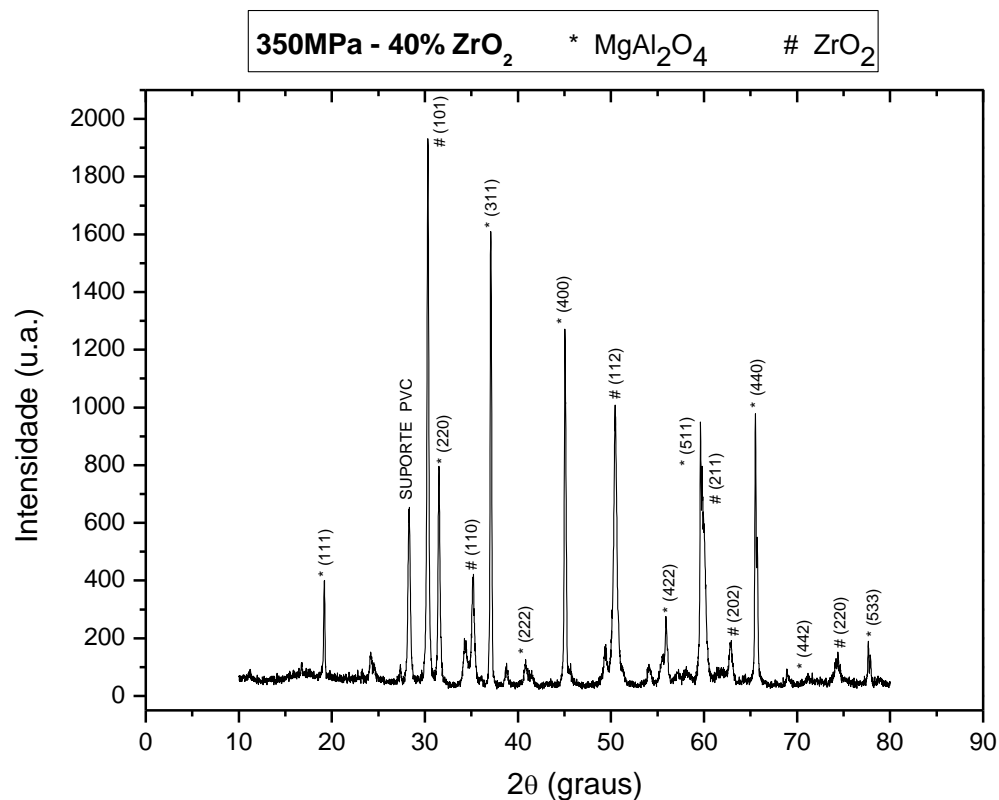
# Caracterização dos Compactos de Espinélio-Zircônia , prensados Isostaticamente a 350 MPa e sinterizados 1575°C-120 minutos

## Análise Cristalográfica - DRX



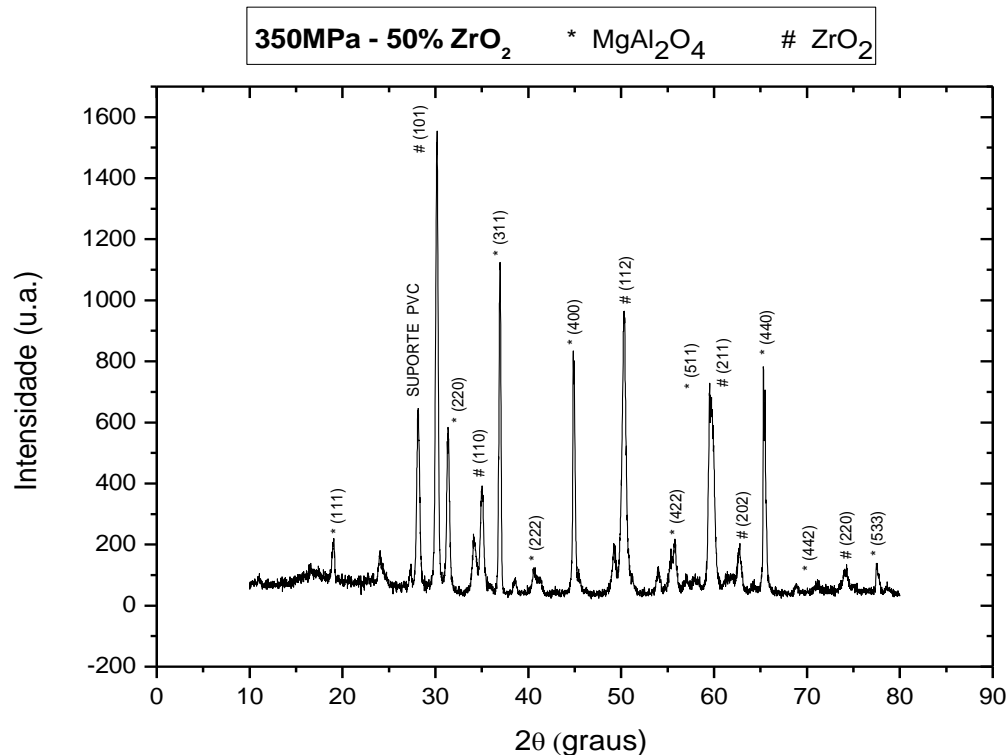
# Caracterização dos Compactos de Espinélio-Zircônia , prensados Isostaticamente a 350 MPa e sinterizados 1575°C-120 minutos

## Análise Cristalográfica - DRX

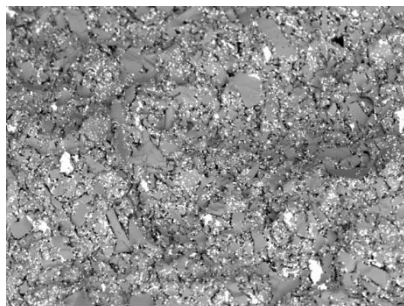


# Caracterização dos Compactos de Espinélio-Zircônia , prensados Isostaticamente a 350 MPa e sinterizados 1575°C-120 minutos

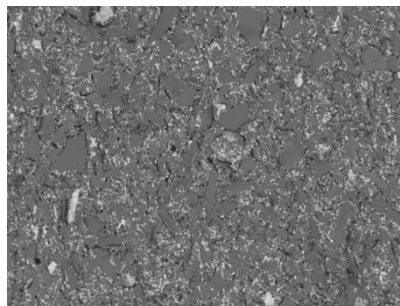
## Análise Cristalográfica - DRX



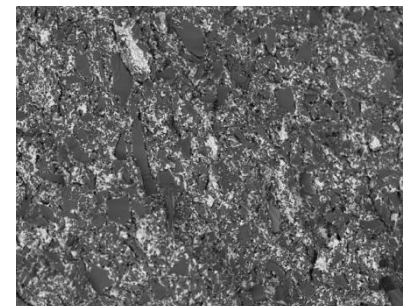
# Caracterização dos Compósitos de Espinélio-Zircônia , prensados Isostaticamente a 400 MPa , após a sinterização 1575°C-120 minutos Análise Microestrutural - MEV



**90% em peso de MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>:  
10% ZrO<sub>2</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)**



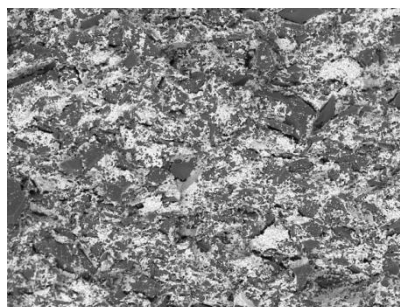
**80% em peso de MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>:  
20% ZrO<sub>2</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)**



**70% em peso de MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>:  
30% ZrO<sub>2</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)**



**60% em peso de MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>:  
50% ZrO<sub>2</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)**



**50% em peso de MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>:  
50% ZrO<sub>2</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)**

## 4. PROPRIEDADES MECÂNICAS

Propriedades Mecânicas	Condição de compactação (sinterizada a 1575°C)	Teor de Zircônia (% peso)				
		10	20	30	40	50
Dureza Vickers (HV)	Uniaxial 70 MPa	301±7	297±6	252±7	278±4	201±7
	Isostática 300 MPa	381±6	307±6	313±5	261±7	317±5
	Isostática 350 MPa	300±6	372±6	275±6	375±5	378±7
	Isostática 400 MPa	378±7	353±5	357±5	398±7	486±5
Tenacidade à Fratura (MPa.m <sup>1/2</sup> )	Isostática 400 MPa	1,37±0,4	1,61±0,3	1,75±0,2	2,0±0,2	2,42±0,2

**Resultados de dureza e tenacidade a fratura realizadas nas amostras sinterizadas a 1575°C**



## CONCLUSÕES

Com o desenvolvimento e caracterização deste material, proporcionou a criação de um novo produto para aplicação odontológica, no qual foi patenteado.

Os compósitos de espinélio-zircônia com teores de zircônia entre 10 e 50%, sinterizados a 1575°C, alcançaram densidade relativa superior a 90%. Esses materiais apresentaram como fases cristalinas  $MgAl_2O_4$  - cúbica e  $ZrO_2$  - tetragonal.

Com as amostras prensadas a 400MPa e sinterizadas a 1575°C, os valores de dureza e tenacidade a fratura variaram entre 353 - 486 HV e 1,37 - 2,42  $MPa.m^{1/2}$ , respectivamente.

As amostras com melhor desempenho mecânico foram aquelas 50% em peso de zircônia, prensadas a 400MPa e sinterizadas a 1575°C, com densidade relativa de 90%, dureza de 486HV e  $K_{IC}$  de 2,42  $MPa.m^{1/2}$ .

## SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

**Realização da análise das misturas de pós de espinélio-zircônica com diferentes tamanhos de partículas e temperaturas de sinterização mais elevadas.**

**Comparação de outros materiais compósitos em relação à dureza e tenacidade.**

**Realização de um estudo de viabilidade econômica deste novo produto para lançamento no mercado.**



## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] MARTINS, L. M. **Comportamento Biomecânico das Cerâmicas Odontológicas**. Cerâmica, São Paulo, v. 56, n. 338, p. 148-155, Abr./Junho 2010.
- [2] KINA, S. **Cerâmicas dentárias**. R. Denta.l Press. Estét., v. 2, n. 2, p. 112-128, 2005.
- [3] L.L. Hench, J. Wilson, **An Introduction to Bioceramic**. Singapura: World Scientific, (1), 1993,1-23. (Advanced Series in Ceramics,1).
- [4] ANUSAVICE, K.J., Phillips' **Science of Dental Materials**, 11th Edition, 832p, 2003, Elsevier, UK.
- [5] M.C.C.S.B. de Moraes, C.N. Elias, J. Duailibi Filho, L.G. de Oliveira, **Mechanical Properties of Alumina-Zirconia Composites for Ceramic Abutments** Materials Research, Vol. 7, No. 4, 643-649, 2004.
- [6] C. Santos, R.C. Souza, A.F. Habibe, L.D. Maeda, M.J.R. Barboza, C.N. Elias, **Mechanical properties of Y-TPZ ceramics obtained by liquid phase sintering using bioglass as additive**. Materials Science and Engineering A 478 (2008) 257–263.
- [7] R.C. Souza, C. dos Santos, M.S.J.R. Barboza, C.A.R.P. Baptista; K.Strecker, C.N.Elias, **Performance of 3Y-TZP Bioceramics under Cyclic Fatigue Loading**. Materials Research, Vol. 11, No. 1, 1-00, 2008.
- [8] R. Stevens, **Zirconia: second phase particle transformation toughening of ceramics**. Trans Brit Ceram Vol. 80 (1981) p.81-85.
- [9] GUPTA, T.K., BECHTOLD, J.H., KUZNICK, R.C., CADOFF, L.H., ROSSING, B.R., **Stabilization of tetragonal phase in polycrystalline zircônia**. J Mater Science, 12, 2421-2426, 1977.

- [10] R.C. SOUZA, C. dos Santos, M.S.J.R. Barboza, C.A.R.P. Baptista; K.Streckerb, C.N.Eliasc, **Performance of 3Y-TZP Bioceramics under Cyclic Fatigue Loading**. Materials Research, Vol. 11, No. 1, 1-00, 2008.
- [11] GANESH, S., BHATTACHARJEE, S., SAHA, B, P., JOHNSON, R., MAHAJAN, Y, R., **“A new sintering aid for magnesium aluminate spinel”**, Ceramics International, v.27, pp.773-779, 2001.
- [12] ANUSAVICE, K, J., **“Cerâmicas Odontológicas”**, In **Materiais Dentários**, 11ª. edição, capítulo 21, Rio de Janeiro, RJ, Editora Elsevier., 2005.
- [13] CONCEIÇÃO, E,N. et al. **Restaurações Estéticas**, 1ª ed. Porto Alegre, Ed. Artmed, 2005.
- [14] LUTHARD, R. G. et al. **“CAD/CAM- machining effects on Y-TZP zirconia”**, Dental Materials, v.20 pp. 655-662 – 2004.
- [15] SUNDH, A. et al. **“Fracture resistance of all ceramic zirconia bridges with differing phase stabilizers and quality of sintering”**, Dental Materials, v. 22, pp. 778 - 784 – 2006.
- [16] ROCHA,S.S., ANDRADE,G.S., SEGALLA,J.C.M., **“Sistema In Ceram de infraestruturas totalmente cerâmicas”**, Revista da Faculdade de Odontologia de Lins, v.16(1), pp. 7-12, 2004.
- [17] DE MIRANDA, C.C. **“Sistema In-Ceram Alumina”**, Revista Brasileira de Prótese Clínica e Laboratorial, v.1, n.2, pp. 163-173, 1999.
- [18] BOTTINO, M.A. **Estética em Reabilitação Oral Metal Free**. 1ª ed. São Paulo, Ed. Arte Médica, 2002.
- [19] CRAIG, R.G., POWERS, J.M. **Materiais Dentários Restauradores**. 11ª ed. São Paulo, Editora Santos, 2004.

- [20] CRAIG RG, Powers JM. **Ceramic metal systems**. In: Craig RG. Restorative dental materials. Sant Louis: Mosby, 1993. p.491-501.
- [21] ANUSAVICE, K. J. Phillips **materiais dentários**. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan. 1998.
- [22] DE SOUZA, C.F. **Resistência à Fratura de Subestruturas para Próteses Parciais Fixas Posteriores de Zircônia Densa sob Testes de Fadiga Cíclica**. 2007. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, COOPE, Rio de Janeiro.
- [23] MANICONE, P.F., IOMMETTI, P.R., RAFAELLI, L., 2007, **“An overview of zirconia ceramics: Basic properties and clinical applications”**, Journal of Dentistry, v.35, pp. 819-826.
- [24] OKESON, J.P. **Fundamentos de oclusão e desordens temporo-mandibulares**. Artes Médicas, 2ª Edição, 1992.
- [25] CRAIG RG, Powers JM. **Ceramic metal systems**. In: Craig RG. Restorative dental materials. Sant Louis: Mosby, 1993. p.491-501.
- [26] KELLY, J.R. **Dental ceramics: current thinking and trends**. Dent Clin N Am, v.48, p.513-530, 2004.
- [27] CALLISTER, W. D. **Aplicações e processamento das cerâmicas**. In: Ciência e Engenharia de Materiais: uma introdução. 5. ed. Rio de Janeiro: LTC Editora, 2000. p 291-307.
- [28] KINGERY, W. D. **Structure of crystals**. In: **Introduction to Ceramics**. 2.ed. Nova Iorque: John Wiley & Sons, 1960. p. 81-139.
- [29] MURPHY, S. T.; Uberuaga, B. P.; Ball, J. B.; Cleave, A. R.; Sickafus, K. E.; Smith, R.; Grimes, R. W. **Cation diffusion in magnesium aluminate spinel**. **Solid State Ionics**, v. 180, p. 1-8, 2009.

- [30] PATEL, P. J.; GILDE, G. A.; DEHMER, P. G., MCCAULEY, J. W. **Transparent armor**. Weapon and Materials Research Directorate, Army Research Laboratory. The AMPTIAC Newsletter, 2000.
- [31] STRASSBURGER, E. **Ballistic testing of transparent armor ceramics**. Journal of the European Ceramic Society, v. 29, p. 267-273, 2009.
- [32] MORAES, M. C. S. B., **Microestrutura e Propriedades Mecânicas de Compósitos Alumina-Zircônia para Próteses Dentárias**. 258p. Tese (Doutorado), Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2004.
- [33] STEVENS R. **An introduction to zirconia: zirconia and zirconia ceramics**. 2nd ed. New York: Twickenham Magnesium Electrum; 1986.
- [34] STEVENS R. **An introduction to zirconia: zirconia and zirconia ceramics**. 2nd ed. New York: Twickenham Magnesium Electrum; 1986.
- [35] EVANS, A.G., HEUER, A.H., **Transformation toughening in ceramics: martensitic transformation in crack –TIP stress fields**. J Americ Ceram Soc, 63 [5-6] p. 241-248, 1980.
- [36] VAGKOPOULOUS, T. et al. **Zirconia in Dentistry: Part 1. Discovering the Nature of a Upcoming Bioceramic**. The European Journal of Esthetic Dentistry, v. 4, n. 2, 2009.
- [37] N. Claussen, M. Rühle, **in: Advanced Ceramics**, Vol. 3: Science and Technology of Zirconia, American Ceramics Society, Westerville, OH, 1981, p. 137.
- [38] M. Fujita, H. Yoshimatsu, A. Osaka, Y. Miura, **J Ceram Soc Jpn Int Ed** 103 (1994) 81.
- [39] Z. Oudjedi, R. Guinebretiere, A. Dager, S. Marchant, B. Soulestin, in: A. Bellosi (Ed.), **Fourth Euro Ceramics**, Grupo Editoriale Faenza Editrice S.p.A., 1995, p. 53.

- [40] T. Suzuki, K. Itatani, M. Aizawa, F.S. Howell, A. Kishioka, J Eur **Ceram Soc** **16** (1996) 1171.
- [41] S.H. Hyun, W.S. Song, J Mater **Sci** **31** (1996) 2457.
- [42] ANUSAVICE, K, J., **“Cerâmicas Odontológicas”**, In **Materiais Dentários**, 11ª . edição, capítulo 21, Rio de Janeiro, RJ, Editora Elsevier., 2005.
- [43] RYSKHEWITCH, E., In: **Oxide Ceramics**, **Academic Press**, New York, 1960, pp.257-274.
- [44] LEE, S, J., KRIVEN, W, M., **“Shrinkage-Free Alumina - Glass Dental composites via Aluminium Oxidation”**, J. Am. Ceram. Soc., n80, v.8, pp.2141-2147, 1997.
- [45] ZHANG S., JAYASEELAN D.d., BHATTANCHARYA, LEE W.E., **“Molten Salt Synthesis of Magnesium Aluminate (MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) Spinell Powder”**, Journal of the American Ceramic Society, 89(5),pp.1724-1726, 2006.
- [46] VAN ZYL A. (inventor), **Method of Making Spinell Compounds**, United States Patent Number 5,525,562, Date of Patent June 11, 1996, Programme 3 Patent Holdings, Luxembourg (Assignee).
- [47] ZHANG S., JAYASEELAN D.d., BHATTANCHARYA, LEE W.E., **“Molten Salt Synthesis of Magnesium Aluminate (MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) Spinell Powder”**, Journal of the American Ceramic Society, 89(5),pp.1724-1726, 2006.
- [48] GANESH I., Olhero, S, M., Rebelo, A.H., Ferreira, J.M.F., **“Formation and Densification Behavior of Magnesium Aluminate Spinel: The Influence of Processing Parameters”**, Journal of the American Ceramic Society, 91 (6) 1905-1911, 2008.

- [49] RAMAMOORTHY, R., VISWANATH, R.N., RAMASAMY, S., 1995, **“Synthesis and study of nanostructured yttria stabilized zirconia”**, Nanostructured Materials v. 6, pp. 337-340.
- [50] JCPDS – **International Centre for Diffraction** Data 2000, Advances in X-ray Analysis.
- [51] ASTM: C-1327-99, **“Standard test method for vickers indentation hardness of advanced ceramics”**, pp. 1-8, 1999.
- [52] ASTM: C-1421-99, **“Standard test method for determination of fracture toughness of advanced ceramics at ambient temperature”**, pp. 1-32, 1999.
- [53] ANSTIS, G. R., CHANTIKUL, P., LAWN, B. R., and MARSHALL, D. B., **“A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I. Direct Crack Measurements,”** J. Amer. Ceram. Soc. 64 [9], 533-538 (1981).