



Análise da influência da sinterização de alumina em fornos de micro-ondas e convencional

M. Z. A. A. Maia^{1*}, A. M. A. Maia², V. J. Silva³, R. R. Menezes³, L. N. L. Santana³

¹Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Campina Grande – UFCG
Av. Aprígio Veloso, S/N, Cidade Universitária, Campina Grande, PB, Brasil.

²Departamento de Odontologia, Universidade Estadual da Paraíba – UEPB, Araruna, PB, Brasil,

³Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Campina Grande – UFCG, PB, Brasil,

(Recebido em 24/05/2014; aceito em 24/05/2014)

(Todas as informações contidas neste artigo são de responsabilidade dos autores)

Resumo:

O óxido de alumínio (Al_2O_3) é um material cerâmico muito na odontologia, no entanto, os processos de queima e infiltração do vidro exigem altas temperaturas e longos tempos de queima. Visando diminuir o consumo de energia e o tempo necessário para os tratamentos térmicos, este trabalho tem como objetivo avaliar a influência da energia de micro-ondas em ciclos rápidos de queima e infiltração do vidro em substrato de alumina. As amostras foram confeccionadas por colagem e em seguidas submetidas a diferentes tratamentos térmicos. Para o forno de micro-ondas utilizou-se potências de 1,44 e 1,66 kW e tempos de permanência de 10, 15 e 20 minutos. A temperatura de queima no forno convencional foi de 1120°C com tempo de permanência de 1h e 46 minutos e para o processo de infiltração do vidro utilizou-se temperatura de 1110°C, com tempo de permanência 2h e 40 minutos. Por fim, as amostras foram submetidas à determinação de propriedades físico-mecânicas: porosidade aparente, absorção de água, resistência à flexão e microdureza Vickers. A caracterização microestrutural foi realizada por microscopia ótica. Pode-se concluir que, a energia de micro-ondas é promissora no processamento de cerâmicas odontológicas, reduzindo de forma significativa o tempo de queima.

Palavras-chave: Alumina; cerâmica odontológica; micro-ondas; infiltração

Abstract:

Aluminium oxide (Al_2O_3) is a highly used material in dentistry, nevertheless, the processes of cure and glass infiltration must be kept for long periods. In order to reduce the energy consumption and the thermal treatments time, this project has as aim evaluate the influence of microwave energy over fast-processes of fire and glass infiltration on alumina substrates. The samples were prepared by slip-casting and then submitted to different thermal treatments. For the microwave oven it was used 1.44 and 1.66 kW and dwell times of 10, 15 and 20 minutes. The conventional oven temperature was 1120°C with a dwell time of 1h46min, and for the process of glass infiltration a temperature of 1110°C for 2h and 40 minutes. The samples were submitted to determination of: apparent porosity, water absorption, flexure resistance and vickers micro hardness. The micro structural characterization was done by optical microscopy. It can be concluded that the microwave energy is promising on the dentistry ceramic processes as it significantly reduces the curing period.

Keywords: Alumina; dentistry ceramic; microwaves; glass infiltration.

1. Introdução

Materiais cerâmicos estão sendo bastante utilizados na cerâmica odontológica devido as suas características de biocompatibilidade, estabilidade química e grande capacidade de imitar os tecidos dentais [1]. Os processos de queima e infiltração das estruturas cerâmicas comumente são realizados pelos métodos de fornos elétricos convencionais, com elevado consumo de energia elétrica, mas novas técnicas de processamento têm sido introduzidas na odontologia, como a utilização de tecnologia de micro-ondas, que vem atraindo

pesquisas na área de processamento de materiais cerâmicos como uma fonte não convencional de energia [2-6].

As cerâmicas são, na sua maioria, transparentes às micro-ondas, porém, quando aquecidas acima de uma determinada temperatura (temperatura crítica), passam a absorver mais eficientemente a radiação de micro-ondas [7]. Para contornar este problema, foi desenvolvido o aquecimento híbrido com micro-ondas (do inglês "microwave hybrid heating – MHH"), também conhecido como sinterização híbrida ou assistida, o qual é usado para processar materiais que são transparentes à energia de micro-ondas em baixas temperaturas, e podem ser

*Email: mzildamaia@gmail.com (M. Z. A. A. Maia)

realizado através de dois tipos de susceptores: os consumidos durante a sinterização e os permanentes.

O aquecimento híbrido possibilita uma distribuição de temperatura uniforme no corpo cerâmico [8], visto que, em altas temperaturas passam a existir duas fontes de aquecimento para a peça: o aquecimento volumétrico por meio das micro-ondas e o calor fornecido (radiação de infravermelho e correntes de convecção ou condução) pelo susceptor, obtendo-se uma distribuição mais uniforme de temperatura.

A queima com energia de micro-ondas apresenta várias vantagens frente às técnicas convencionais de aquecimento, como: economia de energia, considerável redução do tempo de processamento, altas taxas de aquecimento e obtenção de microestruturas finas e uniformes [9-11].

Para melhor utilização desta energia, muitos estudos estão sendo desenvolvidos no sentido de aperfeiçoar as técnicas de processamento cerâmico existente, bem como, investigar técnicas não convencionais que possibilitem a melhora de propriedades das cerâmicas. Neste trabalho avaliou-se a influência da energia de micro-ondas nos tratamentos térmicos de substratos de alumina infiltrados com vidro de lantânio.

2. Materiais e Métodos

Para o desenvolvimento deste trabalho foi utilizado alumina odontológica, aditivos (ligante, defoculante e plastificante) e vidro de lantânio empregado para a infiltração (Angelus®). A matéria prima foi submetida à caracterização por difração de raios X (Siemens/Brucker – AXS D5005, com radiação de $\text{CuK}\alpha$) e análise granulométrica por difração a Laser (analisadores de partículas das marcas Cilas – 1064).

O processamento das amostras iniciou-se com a preparação da barbotina, com a mistura do líquido (5,0 ml) e uma gota do dispersante em um béquer, em um ultrassom com gelo, para manter a temperatura da água em zero. O pó de alumina (38g) foi fracionado em duas porções, e foi sendo adicionado aos poucos, misturando com uma espátula de vidro durante 5 minutos, de acordo com as recomendações estabelecidas pela empresa Angelus®.

O processo de conformação das amostras foi realizado em um molde bipartido de alumínio com formato retangular, contendo 5 matrizes, com as seguintes dimensões: 20mm de comprimento, 4mm de largura e 2mm de altura, de acordo com a norma ISO 6872. Inicialmente o molde foi lubrificado com vaselina e colocado sobre uma base de gesso especial tipo IV (Durone, Dentsply, Argentina), para dar suporte e auxiliar na secagem e absorção da água da barbotina. A barbotina foi vertida e com o auxílio de um pincel foi espalhada sobre o conjunto (molde/suporte). Após o preenchimento do molde, este foi levado para a estufa com temperatura de 100°C e posteriormente fez-se a extração das amostras.

O tratamento térmico foi realizado em forno convencional (FC) e em forno de micro-ondas (MO), num total de dez amostras para cada parâmetro analisado. No forno convencional a temperatura máxima alcançada foi de 1120°C,

taxa de aquecimento de 25°C/ minuto, permanecendo nesta temperatura por 60 minutos, o resfriamento foi realizado no próprio forno até atingir a temperatura de 400°C.

Para definir os parâmetros da primeira queima para o tratamento térmico em forno micro-ondas, as amostras foram colocadas dentro de um susceptor e este foi envolvido por uma manta refratária, utilizando-se a potencia de 1,44 kW, nos tempos testes de 10, 15 e 20 minutos.

Para a infiltração vítrea foi preparada uma pasta misturando água destilada com o vidro de Lantânio, na proporção de uma gota de pipeta para 0,1 g do pó de vidro e pincelada sobre a amostra numa espessura de 1 a 2 mm.

Após a aplicação da pasta vítrea as amostra foram submetidas à etapa de infiltração, a qual foi realizada em forno convencional e de micro-ondas. No forno convencional a temperatura máxima alcançada foi de 1110°C, taxa de aquecimento de 9°C/minuto, permanecendo nesta temperatura por 40 minutos, o resfriamento foi realizado no próprio forno até atingir a temperatura de 400°C. No forno micro-ondas o tratamento térmico para infiltração do vidro foi realizado variando-se a potência e o tempo irradiação: as potências utilizadas foram de 1,44 e 1,66 kW, tempos de 20 e 30 min.

As amostras foram submetidas às seguintes caracterizações: absorção de água, densidade aparente, porosidade aparente, segundo o princípio de Arquimedes, e a resistência mecânica a flexão em três pontos, de acordo com a norma ISO 6872, utilizou-se uma máquina universal de ensaios marca EMIC- Linha DL 10.000. Para análise de microdureza, as amostras foram embutidas em resina acrílica para propiciar planificação e polimento ideal. As amostras foram avaliadas quanto à microdureza, segundo escala Vickers, com 500 gf por 10 segundos num microdurômetro Future-Tech, modelo FM-700.

3. Resultados e Discussão

A Figura 1 apresenta o difratograma da alumina. Como esperado, para a alumina foram detectados apenas picos característicos deste óxido, não sendo detectada a presença outras fases cristalinas.

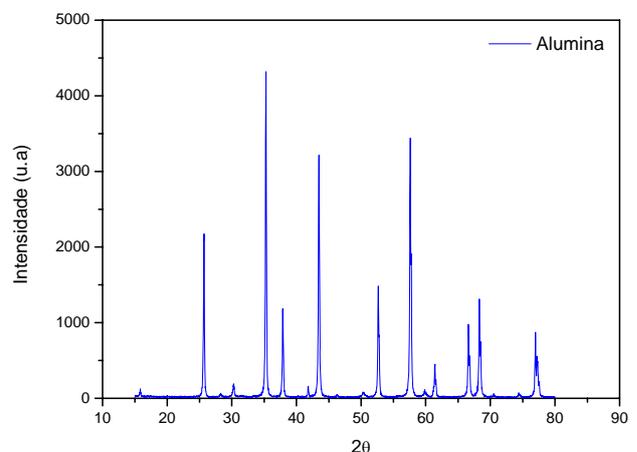


Figura 1. Difratograma da Alumina Vitro Ceram

A Figura 2 apresenta o difratograma do vidro de lantânio. Para o vidro de lantânio observou-se a presença de bandas, as quais são características de materiais amorfos. As bandas foram observadas na faixa de 2θ entre 20° e 35°, assim como, entre 40° e 50°, faixas compatíveis com as encontradas em trabalho realizado por [12].

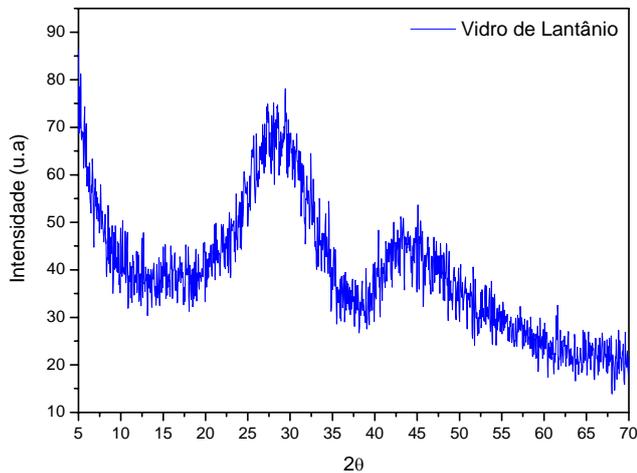


Figura 2. Difratograma do vidro de lantânio

A Figura 3 apresenta a distribuição granulométrica da alumina. Observou-se que a alumina apresenta distribuição granulométrica larga, pois existem frações de partículas pequenas, médias e grandes, sendo este um parâmetro positivo para um melhor empacotamento. Na cerâmica odontológica este fator é de grande importância com relação à taxa de infiltração do vidro, assim como, sobre a resistência e tenacidade à fratura, ou seja, é de grande influência sobre as propriedades desejadas para o produto final [13]

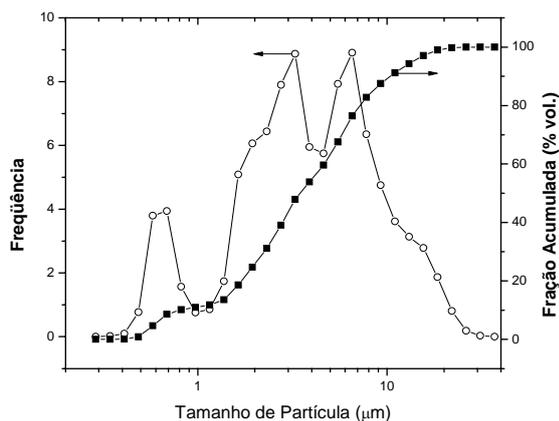


Figura 3. Distribuição granulométrica Alumina Vitro Ceram

A Figura 4 apresenta a distribuição granulométrica do vidro de lantânio. Observa-se uma concentração de partículas com diâmetros acima de 40 µm, em torno de 80 µm e uma

variação de tamanho de partícula de 1 a 300 µm. Alguns pesquisadores [12] têm ressaltado que, os vidros de infiltração apresentam partículas variando de 1 a 200 µm e que esta ampla distribuição de tamanho de partículas dificulta a infiltração do vidro através cerâmica pré-sinterizadas porosas. Esta característica também tem influência sobre o tempo de infiltração.

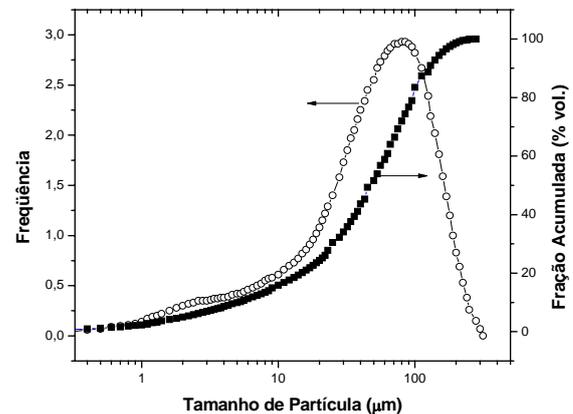


Figura 4. Distribuição granulométrica do vidro de Lantânio

A Tabela 1 apresenta os resultados de resistência a flexão em três pontos para as amostras confeccionadas com a alumina sem infiltração vítrea, submetida à primeira queima em forno de micro-ondas, potência de 1,44 kW durante 10, 15 e 20min, e em forno convencional.

Tabela 1. Resistência à flexão de amostras submetidas a primeira queima em forno de micro-ondas (MO) e em forno convencional (FC)

Tipo de forno	Tempo de queima	Tensão de Ruptura à Flexão (MPa) (média ± desvio padrão)
MO	10 min	3,28 ± 1,16
MO	15 min	10,44 ± 1,42
MO	20 min	44,14 ± 4,78
FC	1h46	34,31 ± 3,45

As amostras submetidas a tratamento térmico em forno de micro-ondas durante 10 e 15 minutos apresentaram valores de resistência mecânica inferiores as tratadas no forno convencional, no entanto, para o tempo de vinte minutos observam-se valores superiores, provavelmente a temperatura alcançada e o aquecimento volumétrico proporcionaram melhor densificação. Pode-se observar, que com o aumento do tempo houve uma melhora bastante significativa da resistência mecânica, provavelmente as reações necessárias para que ocorresse a difusão, redução da área superficial, intensificação das ligações foi estabelecida com o aumento do tempo.

Os valores de resistência a flexão observados para as amostras sem infiltração estão de acordo com o esperado, pois estas apresentam uma estrutura porosa e poros são

concentradores de tensões e comprometem a resistência mecânica.

A Tabela 2 apresenta os valores de absorção de água, porosidade aparente e densidade aparente das amostras submetidas a queima em forno de micro-ondas em potência de 1,44 kW, e tempo de 20 min e em forno convencional (FC).

Tabela 2. Valores de absorção de água, porosidade aparente e densidade aparente das amostras submetidas a queima em forno de micro-ondas em potência de 1,44kW e tempo de 20 min e em forno convencional (FC)

Tipo de forno	Propriedades físicas		
	Absorção (%)	Porosidade Aparente	Densidade Aparente (g/cm ³)
MO	6,34 ± 1,24	20,58 ± 3,81	3,26 ± 0,21
FC	7,18 ± 0,12	22,47 ± 2,06	3,13 ± 0,28

Como observado acima, os valores de absorção de água e porosidade aparente das amostras tratadas em forno convencional e micro-ondas são próximos, estes confirmam que as estruturas apresentam espaços suficientes para serem submetidas à etapa posterior de infiltração. Sendo importante destacar que, apesar de ser um substrato poroso, este deve apresentar resistência mecânica suficiente para ser submetido ao manuseio e as etapas posteriores de processamento.

A Tabela 3 apresenta os valores da porosidade aparente e da resistência a flexão em três pontos das amostras de alumina após infiltração vítrea, tratamento térmico em fornos convencional e de micro-ondas.

Tabela 3. Porosidade aparente e resistência a flexão em três pontos das amostras de alumina após infiltração

Tipo de forno	Propriedades	
	(Valor médio ± desvio padrão)	
Micro-ondas: potência (kW) e tempo (min.)	Porosidade aparente (%)	Resistência à flexão (MPa)
1,44 kW, 20min.	15,62 ± 0,15	25,76 ± 1,83
1,44 kW, 30min.	13,52 ± 0,15	77,43 ± 4,56
1,66 kW, 20min.	11,66 ± 1,53	133,35 ± 8,10
1,66 kW, 30min.	8,51 ± 1,53	105,25 ± 6,90
FC	9,02 ± 0,76	112,84 ± 7,24

Observou-se uma redução da porosidade aparente com o aumento do tempo e da potência, confirmando que os poros foram preenchidos durante o processo de infiltração. Os parâmetros de queima podem ter favorecido a redução da viscosidade do vidro, fazendo com que este fosse disperso de forma mais uniforme sobre o substrato poroso de alumina.

A Tabela 4 apresenta os valores de microdureza das amostras de alumina após infiltração vítrea e a espessura de camada vítrea linear. Pode-se observar que os valores de microdureza das amostras submetidas a tratamento térmico em micro-ondas foram próximos, havendo uma melhoria com o aumento do tempo e da potência.

Tabela 4. Microdureza das amostras de alumina após infiltração vítrea e espessura de camada vítrea linear

Tipo de forno	Microdureza e espessura	
	Microdureza (HV)	Espessura da camada vítrea (mm)
Micro-ondas: potência (kW) e tempo (min.)		
1,44kW, 20min.	983	0,37
1,44kW, 30min.	1013	0,34
1,66kW, 20min.	1017	0,69
1,66kW, 30min.	1030	1,16
FC	1168	1,04

A Figura 5 apresenta as zonas infiltradas. Para a potência de 1,44 Kw associada aos tempos de 20 e 30 minutos a espessura da camada vítrea que penetrou no substrato poroso de alumina foi em torno de 0,37 e 0,34 mm, respectivamente. Provavelmente, para estas condições de tratamento térmico a viscosidade da fase líquida ainda se encontra elevada com maior resistência ao escoamento.

As amostras submetidas à potência de 1,66 kW durante 20 min apresentaram penetração média de 0,69 mm, o dobro do observado para as amostras aquecidas a 1,44 kW, como observado na Figura 6.

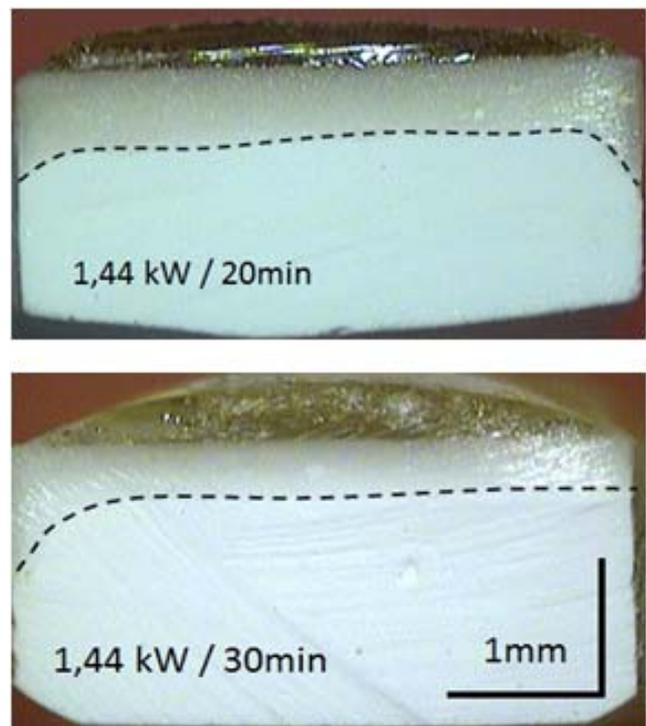


Figura 5. Micrografias da seção transversal das amostras de alumina infiltradas em forno de micro-ondas potência de 1,44 kW, tempos de 20 e 30 min

O resultado aparentemente confirma a necessidade da aplicação de uma maior potência para se alcançar temperaturas mais altas, favorecendo a redução da viscosidade do vidro. Aumentando-se o tempo de 20 para 30 minutos

observou-se infiltração superior a 1,0 mm, o que sugere que esta é a melhor condição para realizar a etapa de infiltração.

A Figura 7 apresenta a micrografia da secção transversal de uma amostra de alumina infiltrada (com vidro de lantânio), para o processo realizado em forno convencional.

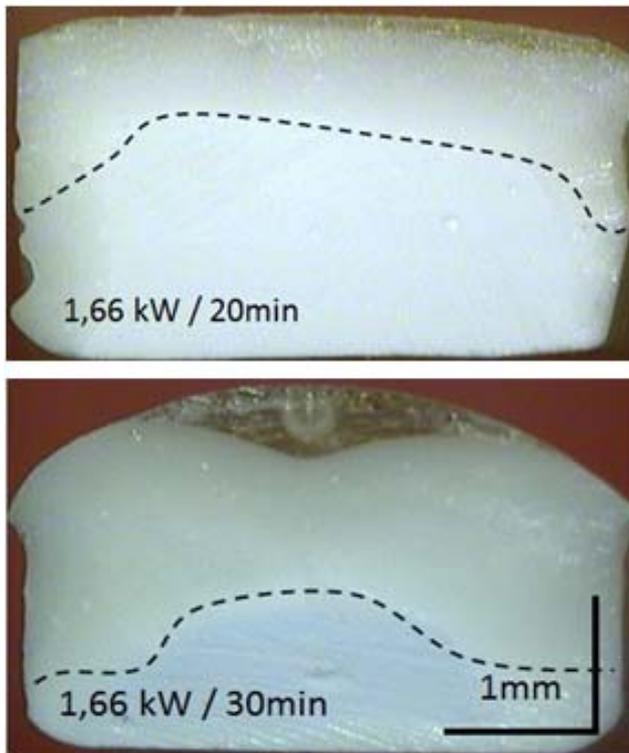


Figura 6. Micrografias da secção transversal das amostras de alumina infiltradas em forno de micro-ondas potência de 1,66 kW, tempos de 20 e 30 min

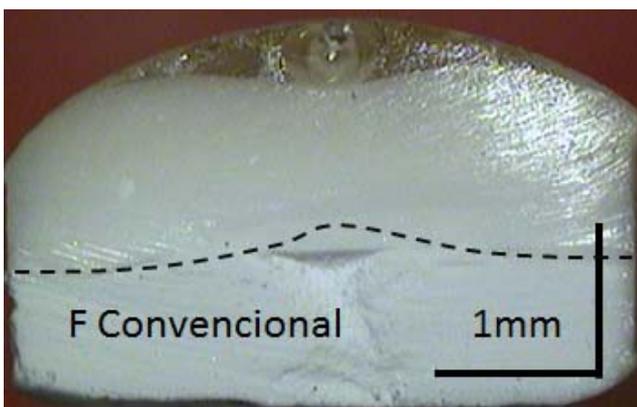


Figura 7. Macrografia da secção transversal de uma amostra de alumina submetida ao processo de infiltração em forno convencional

A espessura da camada vítrea foi bem equivalente as das amostras submetidas a tratamento no forno de micro-ondas

para a potência de 1,66 kW durante 20 minutos. A penetração vítrea dessas amostras condiz com a infiltração recomendada para coroas metal-free, que apresentam a espessura de 0,5 mm nas paredes proximais e 0,7 a 1 mm na parede oclusal [12].

4. Conclusões

Com base nos resultados, pode-se concluir que: as amostras submetidas a tratamentos térmicos em fornos convencional e de micro-ondas (1,66 kW durante 30 min) apresentaram valores próximos de porosidade, resistência a flexão e microdureza. A espessura da camada de infiltração obtida no processamento com microondas atende à recomendação para “coping” odontológico. Portanto, pode-se verificar a viabilidade da energia de micro-ondas no processamento de materiais cerâmicos odontológicos, reduzindo de forma significativa o tempo de queima.

Agradecimentos

Os autores agradecem aos professores João Batista (DEM/UFCG) e Anderson S. L. Gomes (DF/UFPE) pelo apoio nas caracterizações de microdureza e microscopia ótica, respectivamente.

Referências

- [1] Bona, A. D., Mecholsky Jr. J. J., Barrett, A. A., Griggs, J. A. Characterization of glass-infiltrated alumina-based ceramics. *Dental Materials*, 24, 1568–1574, 2008.
- [2] Prasad, S., Monaco, E. A., Kim, H., Davis, E. L., Brewer, J. D. Comparison of porcelain surface and flexural strength obtained by microwave and conventional oven glazing. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 101, 20-28, 2009.
- [3] Das, S., Mukhopadhyay, A. K., Datta, S., Basu, D. Evaluation of microwave processed glass-ceramic coating on nimononic superalloy substrate. *Ceramics International*, 36, 1125-1130, 2010.
- [4] Thomazini, D., Gelfuso, M. V., Chinellato, A. S., Chinellato, A. L., Sanson, F. K., Neto, F. T. Alumina ceramics obtained by chemical synthesis using conventional and microwave sintering. *Cerâmica*, 57, 45-49, 2011.
- [5] Almazdi, A. A., Khajah, H. M., Monaco, E. A., Kim, H. Applying microwave technology to sintering dental zirconia. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 108, 304-309, 2012.
- [6] Marinis, A., Aquilino, S. A., Lund, P. S., Gratton, D. G., Stanford, C. M., Diaz-Arnold, A. M., Qian, F. Fracture toughness of yttria-stabilized zirconia sintered in conventional and microwave ovens. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 109, 165-171, 2013.
- [7] Menezes, R. R., Souto, P. M., Kiminami, R. H. G. A. Microwave sintering of ceramics. Part I: Fundamental aspects. *Cerâmica*, 53, 1-10, 2007.
- [8] Mosman, J., Vos, B., Zhang, Y., Poelsa, E., Bliet, A.

- Impregnated carbon as a susceptor material for low loss oxides in dielectric heating. *Journal of Materials Science*, 38, p. 173-182, 2003.
- [9] Sutton, W. H. Microwave processing of ceramic materials. *American Ceramic Society Bulletin*, 68 (2), 376-386, 1989.
- [10] Thostenson, E. T., Chou, T. W. Microwave processing: Fundamentals and applications. *Composites Part A*, 30 (9), 1055-1071, 1999.
- [11] Yu, H., Liu, H., Luo, D., Cao, M. Microwave synthesis of high dielectric Constant $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$. *Journal of Materials Processing Technology*, 208, 145-148, 2008.
- [12] Diego, A. A., Santos, C., Landim, K. T., Bottino, M. A., Elias, C. N. Efeito do tratamento térmico pós-infiltração nas propriedades de Cerâmicas dentárias do sistema InCeram. 51º Congresso Brasileiro de Cerâmica. Jun, 2007.
- [13] Lee, D. Y., Kim, D. J., Kim, B. Y., Song, Y. S. Effect of alumina particle size and distribution on infiltration rate and fracture toughness of alumina-glass composites prepared by melt infiltration. *Materials Science and Engineering A*, 341 (1-2), 98-105, 2003.