

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO
MESTRADO EM ODONTOLOGIA
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO CLÍNICA ODONTOLÓGICA –
MATERIAIS DENTÁRIOS

ÉRIKA DE OLIVEIRA DIAS DE MACÊDO

DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE CERÂMICAS
COLORIDAS PARA USO ORTODÔNTICO À BASE DE
ALUMINA ASSOCIADA AO FELDSPATO.

PORTO ALEGRE
2013

ÉRIKA DE OLIVEIRA DIAS DE MACÊDO

DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE CERÂMICAS
COLORIDAS PARA USO ORTODÔNTICO À BASE DE
ALUMINA ASSOCIADA AO FELDSPATO.

Tese apresentada como requisito obrigatório
para obtenção de título de **Doutor em
Odontologia** na área de concentração em
Clínica Odontológica. Orientação: Prof^a Dr^a
Susana Maria Werner Samuel.

PORTO ALEGRE

2013

CIP - Catalogação na Publicação

Macêdo, Érika de Oliveira Dias

Desenvolvimento e caracterização de peças cerâmicas coloridas para uso ortodôntico à base de alumina associada ao feldspato / Érika de Oliveira Dias Macêdo. -- 2013.

56 f.

Orientadora: Susana Maria Werner Samuel.

Tese (Doutorado) -- Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Faculdade de Odontologia, Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Porto Alegre, BR-RS, 2013.

1. Óxido de alumínio. 2. Cor. 3. Ortodontia. 4. Feldspato. I. Samuel, Susana Maria Werner, orient.
II. Título.

DEDICATÓRIA

Aos meus amados pais Agostinho e Dilcéia, o maior presente que Deus pôde me dar, exemplos de dedicação, sabedoria, amor incondicional, honestidade e força.

À minha irmã Ana Paula fonte de grande inspiração profissional e pessoal em minha vida.

Ao meu marido Guilherme um grande companheiro, razão da minha força e perseverança, grande amor e amigo, exemplo e apoio em todos os momentos.

À Deus, expresso em tudo que somos, temos, sabemos e ainda temos por descobrir.

AGRADECIMENTOS

À minha orientadora Prof^a Dr^a Susana Maria Werner Samuel, pelo exemplo, orientação, dedicação ímpar, oportunidade e tempo despendido.

À Prof^a Dr^a Carmen Beatriz Borges Fortes pelo acolhimento, estímulo, amizade e exemplo como profissional e ser humano.

Ao Prof Dr Carlos Perez Bergmann pela acolhida no LACER e pela disponibilidade.

Aos professores Dr Frabrício Collares e Dr Vicente Castelo Branco Leitune pela aprendizagem em pesquisa.

Ao Prof Dr Antonio Takimi pelos ensinamentos, simpatia e ajuda.

À aluna de doutorado em Engenharia de Materiais Lauren Carús pela ajuda na realização deste trabalho.

À equipe do LACER e do LAMEF pelo auxílio na realização de algumas etapas desse trabalho.

Aos colegas do LAMAD e também da pós- graduação pela convivência e troca de experiências.

Aos alunos da graduação e futuros colegas de profissão que começaram muito bem ao escolherem o LAMAD como porta de entrada na pesquisa.

À amiga Letícia Moreira, pelos momentos de apoio, ajuda e descontração.

Às minhas queridas amigas Carla Floresta e Lívia Schunk por todos os momentos que já vivemos, pela amizade incondicional apesar da distância e pelo exemplo.

Às amigas Elisa Alice, Lígia, Nejane e Maria da Conceição pelo estímulo e orientação.

Aos amigos, Gilberto Kloeckner, Rita, Marco e Dudu Martins, pela companhia e estímulo.

Aos meus padrinhos que fizeram parte do meu crescimento.

À Secretaria de Desenvolvimento Tecnológico da UFRGS (SEDTEC) pelo apoio na realização do pedido de depósito de patente.

Ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia, na pessoa do Coordenador, professor Manoel Sant'Ana Filho, por acreditar no desenvolvimento acadêmico da Odontologia.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior pela bolsa de estudos.

À Universidade Federal do Rio Grande do Sul e a Faculdade de Odontologia por permitir e estimular o desenvolvimento à pesquisa.

A todos que de alguma forma passaram pela minha vida deixando com isso uma parte de si.

“Penso que só há um caminho para a ciência ou a filosofia: encontrar um problema, ver a sua beleza e apaixonar-se por ele; casar e viver feliz com ele até que a morte vos separe – a não ser que encontre outro problema ainda mais fascinante ou, evidentemente, uma solução. Mas, mesmo que obtenham uma solução, poderão então descobrir, para o vosso deleite, a existência de toda uma família de problemas-filhos, encantadores ainda que talvez difíceis, para cujo bem-estar poderão trabalhar, com um sentido até o fim de vossos dias.... A ciência será sempre uma busca e jamais uma descoberta. É uma viagem, nunca uma chegada.”

Karl Popper

RESUMO

Esta tese teve como objetivo desenvolver e caracterizar peças cerâmicas obtidas a partir de pós de alumina nas cores rosa e azul, produzidos por processo experimental. O desenvolvimento deste novo processo de produção gerou a necessidade de proteção realizada por meio de pedido de depósito de patente. Os pós produzidos foram caracterizados quanto à distribuição granulométrica e conformados por prensagem uniaxial em discos com 12 ($\pm 0,2$)mm de diâmetro e 1,2 ($\pm 0,2$)mm de espessura e os protocolos de sinterização foram definidos em função da cor e da concentração do aditivo utilizado. O feldspato foi escolhido como aditivo de sinterização para que a mesma ocorresse via fase líquida. Ele foi adicionado nas concentrações de 10, 15 e 20% tanto para os grupos de cor rosa (grupos R₁₀, R₁₅ e R₂₀) quanto para os de cor azul (grupos A₁₀, A₁₅ e A₂₀). Após a sinterização as peças foram analisadas quanto ao módulo de elasticidade, microdureza Vickers, rugosidade de superfície e tenacidade à fratura. O módulo de elasticidade variou de 183,2 a 157 GPa, nos grupos de cor rosa, e nos grupos de cor azul os valores variaram de 101,1 a 176,6 GPa. A rugosidade apresentou valores entre 0,43 e 0,72 μm para os grupos de cor rosa e 0,39 e 0,6 μm para os grupos de cor azul. A dureza Vickers variou de 418,7 a 623,1 para a cor rosa e de 366,9 a 632 para cor azul. A tenacidade média para os grupos de cor rosa variou de 0,72 a 1,97 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ e de 0,82 a 1,9 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ para os grupos de cor azul. O grupo R₁₀ apresentou valores médios de rugosidade significativamente maiores tanto em relação ao grupo R₂₀ quanto ao grupo A₁₀. As demais concentrações não apresentaram diferença significativa em relação às cores. A média dos valores de dureza do grupo A₁₀ foi significativamente maior em relação às demais concentrações na mesma cor, no

entanto não houve diferença quando comparado ao grupo R₁₀. Os valores médios do módulo de elasticidade foram significativamente maiores nos grupos de cor rosa em relação aos grupos de cor azul para as mesmas concentrações com exceção do grupo R₂₀ que apresentou valores menores, porém sem significância estatística. A tenacidade à fratura apresentou diferença estatística significativa apenas na comparação entre os grupos R₁₀ e R₂₀. Os valores de tenacidade mais próximos ao relatado pela literatura foram apresentados pelos grupos R₂₀ e A₂₀, porém há diferenças nos métodos de análise da tenacidade entre os estudos. As peças de cor azul com 10% de feldspato apresentaram os resultados mais favoráveis tanto em comparação com as diferentes concentrações na mesma cor quanto entre as diferentes cores.

Palavras-chave: Óxido de alumínio; Cor; Ortodontia, Feldspato.

ABSTRACT

The aim of this thesis was to develop and characterize ceramic pieces obtained from alumina powders in pink and blue colors produced by experimental procedure. The development of this new production process led to the need for protection of the knowledge generated thus an application for patent was done. The powders produced were characterized for particle size distribution and uniaxial pressed into discs with $12 (\pm 0.2)$ mm in diameter and $1.2 (\pm 0.2)$ mm thick. The sintering protocols were defined according to the color and concentration of the additive used. For sintering to happen into liquid phase the feldspar was chosen as a sintering additive. It was added at concentrations of 10, 15 and 20% for both pink (R_{10} , R_{15} e R_{20}) and blue (A_{10} , A_{15} e A_{20}) groups. After the sintering process an analysis of the elastic modulus, the Vickers hardness, surface roughness and fracture toughness of the samples were performed. The elastic modulus values ranged from 183.2 to 157 GPa in pink groups and 101.1 to 176.6 GPa in blue groups. The roughness mean varied between 0,43 and 0,72 μm in pink groups and between 0.39 and 0.6 μm in blue groups. The Vickers hardness number ranged from 418.7 to 623.1 in pink groups and from 366,9 a 632 in blue groups. The fracture toughness mean to pink groups ranged from 0.72 a 1.97 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ and from 0.82 a 1.9 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ to blue groups. The R_{10} group had significantly higher roughness mean values when compared to the groups R_{20} and A_{10} . No significant difference was found on the others groups. The hardness average values of the A_{10} group were significantly higher when compared to other concentrations on the same color, however there was no difference when compared to the R_{10} group. The average values of the elastic modulus were significantly higher in pink groups when compared to blue groups for the same concentrations except the

R₂₀ group that showed lower values, but without statistical significance. The fracture toughness results showed a statistically significant difference when R₁₀ and R₂₀ groups were compared. The toughness values closer to those reported in the literature were presented by R₂₀ and A₂₀ groups, but there are differences in the methods of analysis of toughness between studies. The blue pieces with 10% of feldspar showed the most favorable results compared both between different concentrations of the same color as between different colors at the same concentration.

Key-words: Aluminum oxide; Color; Orthodontics, Feldspar.

SUMÁRIO

1. ANTECEDENTES E JUSTIFICATIVAS	13
1.1. Estrutura e produção da Alumina	13
1.2. Alumina na Ortodontia	14
1.3. Processamento Cerâmico	15
2. OBJETIVOS	17
3. DEPÓSITO DE PEDIDO DE PATENTE	18
4. MANUSCRITO	22
5. CONSIDERAÇÕES FINAIS	52
6. REFERÊNCIAS	54

1. ANTECEDENTES E JUSTIFICATIVAS

1.1. Estrutura e produção da Alumina

A utilização da alumina teve sua origem na indústria do alumínio, difundindo-se a partir do desenvolvimento do processo Bayer de produção (PARK et al. 2002). A alumina para uso odontológico se apresenta na fase alfa ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$), com seus átomos dispostos numa rede cristalina cuja célula unitária se apresenta na forma hexagonal compacta (LI et al. 2004). A $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ é também chamada de corundum, e apresenta predomínio de ligações iônicas, o que justifica sua alta resistência à compressão, ao desgaste e estabilidade química (HENCH, 1991; FISCHER et al. 2008). Além disso, por apresentar apenas os planos de deslizamento basal e prismático demonstra uma baixa capacidade de deformação plástica e por consequência uma alta susceptibilidade à fratura quando submetida a tensões de tração (ALVES, 2005).

As propriedades da alumina também são influenciadas pela sua microestrutura, tamanho e forma dos grãos, pureza química e método de produção (FLINN et al. 2000; SCHALLER, 2000). A partir da obtenção do pó o mesmo deve apresentar um alto grau de pureza, estando isento de elementos contaminantes que podem interferir na sua inércia química para uso como biomaterial (NAVARRO et al. 2008). Além disso, o tamanho dos grãos obtido relaciona-se diretamente com as variações no processo de sinterização, sendo grãos menores mais aptos à sinterização em temperaturas e tempo inferiores (LIN E DEJONGHE, 1997; CHINELATTO et al. 2008).

O processo Bayer, que constitui o principal método comercial de obtenção de alumina se apresenta limitado quanto à produção de alumina com características

ópticas diferenciadas, assim a utilização de métodos alternativos como os de precursores por solução sólida se apresenta promissor para esse fim (PARK et al. 2002).

1.2. Alumina na Ortodontia

A Ortodontia durante muitos anos direcionou seus avanços para as técnicas de movimentação e forma estrutural dos acessórios, no entanto com os avanços dos materiais em Odontologia, a estética passou a ganhar espaço no desenvolvimento dos materiais ortodônticos (ELIADES, 2007). Dentre os materiais cerâmicos, a alumina policristalina, apresenta um custo de produção relativamente baixo em relação às cerâmicas a base de zircônia e em relação a sua forma monocristalina. Aliado a isso, sua bioinércia, boas características ópticas e mecânicas fizeram com que este material fosse o principal eleito para confecção de bráquetes estéticos (RIZKALLA, JONES, 2004; MEIKLE, 2008).

Em função das novas opções estéticas resultantes da comercialização de acessórios que são capazes de se camuflar às estruturas dentárias, pesquisas quanto à necessidade e perspectivas estéticas foram desenvolvidas, detectando diferenças quanto à percepção estética entre adultos e jovens. Os pacientes jovens apresentam preferência por acessórios com características ópticas que se destacam. Assim, para eles, as cores e formas diferenciadas, encontram-se entre as opções consideradas esteticamente mais atrativas (BIRNIE, 1990; ROSVALL et al. 2009; WALTON et al. 2010).

Dessa forma a produção de bráquetes cerâmicos coloridos poderia inserir no mercado uma nova opção de acessório, que associados ou não a ligaduras

coloridas satisfariam ainda mais a demanda dos pacientes jovens por personalização.

1.3. Processamento Cerâmico

A cerâmica a base de alumina utilizada como um biomaterial deve ter seu processo de produção livre de contaminantes que possam interferir na sua característica de bioinércia (FORRESTER et al., 2008; NAVARRO et al. 2008; REID et al., 2008). Assim a obtenção da alumina pelo método de combustão em solução pode representar uma alternativa capaz de produzir uma alumina com alta pureza, tamanho de partículas reduzido e características ópticas diferenciadas (ROMAN et al., 2008). No entanto, apesar de tamanhos relativamente pequenos de grãos, a utilização do processamento cerâmico convencional da alumina ainda exige temperaturas de sinterização elevadas (FORRESTER et al., 2008; REID et al., 2008). A moagem de alta energia pode ser utilizada auxiliando na redução do tamanho das partículas e com isso há uma menor exigência na temperatura de sinterização, no entanto este processo apresenta limitações na capacidade de redução sem a incorporação de contaminantes (CHINELATTO et al. 2008; FORRESTER et al., 2008; REID et al., 2008).

A utilização de aditivos de sinterização também permitem a produção de peças cerâmicas densas em temperaturas mais baixas (BERGMANN, STUMPF, 2013). O feldspato é amplamente utilizado em Odontologia e por apresentar uma temperatura de fusão menor que a da alumina permite que o processo de sinterização ocorra via fase líquida (KINGERY, 1960). Neste processo a sinterização se dá em três estágios: inicial, intermediário e final. No estágio inicial, a presença da fase líquida

gerada pela modificação do estado físico do feldspato funciona como meio de transporte para as partículas de alumina, permitindo que as mesmas entrem em contato formando “pescoços”. Assim a sinterização via fase líquida demanda uma energia menor que a necessária durante a sinterização no estado sólido. Em seguida passam para o estágio intermediário em que esse contato aumenta, diminuindo o tamanho dos poros. No terceiro estágio ocorre o fechamento dos poros levando à densificação final da peça (KINGERY, 1960; BORDIA, CAMACHO-MONTES, 2012).

2. OBJETIVOS

Considerando o exposto anteriormente, os objetivos do presente estudo foram desenvolver e caracterizar peças cerâmicas obtidas a partir de pós de alumina produzidos experimentalmente nas cores rosa e azul como uma etapa inicial para confecção de acessórios ortodônticos.

Objetivos específicos:

- Proteger o conhecimento gerado ao desenvolver pós de alumina nas cores rosa e azul;
- Estabelecer um protocolo de produção de peças cerâmicas a base de alumina/feldspato, a partir dos pós coloridos desenvolvidos experimentalmente tendo como método de conformação a prensagem uniaxial;
- Caracterizar as peças após a sinterização quanto ao módulo de elasticidade, dureza, rugosidade e tenacidade à fratura.



A tese é composta por um depósito de pedido de patente de invenção e um manuscrito. O depósito de pedido de patente foi cadastrado sob o nº PI BR 1020130074489, em 28 de março de 2013 sendo intitulado “Processo de Produção de pó cerâmico (rosa e azul) à base de alumina”. O trabalho foi redigido sob a forma de manuscrito com vistas à publicação em periódicos de impacto na área odontológica ou de engenharia.

3. DEPÓSITO DE PEDIDO DE PATENTE

A partir da produção dos pós cerâmicos de alumina nas cores rosa e azul, os mesmos foram caracterizados quanto a coloração e microestrutura por meio da análise granulométrica e difração de Rx. Em função do novo processo de produção desenvolvido optou-se pela proteção do conhecimento gerado através do pedido de depósito de patente. A primeira etapa consistiu em realizar uma busca na base de dados de patentes utilizando como palavras-chaves os termos: cerâmica dentária, óxido de alumínio, cor, e produção, em português e *dental ceramics, aluminum oxide, color e production* em inglês. A busca encontrou seis patentes, e nenhuma delas relatava a produção do pó de alumina já colorido.

Finalizada a etapa de buscas, iniciou-se de forma subsequente a redação do Relatório Descritivo de Patente de Invenção com o auxílio da Secretaria de Desenvolvimento Tecnológico da UFRGS (SEDETEC). Neste documento constam os tópicos Campos de Invenção, Antecedentes da Invenção, Descrição Detalhada do Invento, Diário de Laboratório, Informações sobre o invento, sendo esta caracterizada por conter detalhes do invento, informações sobre vantagens e limitações do invento e sua relação com a tecnologia vigente na área.

O registro do Depósito de Pedido de Patente (Figura 1) foi realizado no Instituto Nacional de Propriedade Industrial (INPI), sob o título “Processo de produção de pó cerâmico colorido (rosa e azul) à base de alumina”. Nele consta como inventores Susana Maria Werner Samuel, Érika de Oliveira Dias de Macêdo, Antônio Shigueaki Takimi e Carlos Pérez Bergmann sendo o depositante a Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

 INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL PROTOCOLO GENÉRICO		< Uso exclusivo do INPI >	
28/03/2013 016130001068 13:08 DERS			
			
BR 10 2013 007448 9			
Espaço reservado ao protocolo		Espaço para etiqueta	

DEPÓSITO DE PEDIDO DE PATENTE OU DE CERTIFICADO DE ADIÇÃO

Ao Instituto Nacional da Propriedade Industrial:

O requerente solicita a concessão de um privilégio na natureza e nas condições abaixo indicadas

1. Depositante (71):

- 1.1 Nome: UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
 1.2 Qualificação: INST. PÚBLICA DE ENSINO SUP
 1.3 CNPJ/CPF: 92969856000198
 1.4 Endereço Completo: AV. PAULO GAMA, 110 - CENTRO, PORTO ALEGRE - RS, Brasil
 1.5 CEP: 90040-060 1.6 Telefone: 51 3308 3800 1.7 Fax: 51 3308 4237
 1.8 E-mail: sedetec@ufrgs.br

continua em folha anexa

- #### 2. Natureza:
- Invenção Modelo de Utilidade Certificado de Adição

Escreva, obrigatoriamente, e por extenso, a Natureza desejada: Patente de Invenção

3. Título da Invenção ou Modelo de Utilidade ou Certificado de Adição(54):

PROCESSO DE PRODUÇÃO DE PÓ CERÂMICO COLORIDO (ROSA E AZUL) À BASE DE ALUMINA

continua em folha anexa

- #### 4. Pedido de Divisão:
- do pedido N° _____ Data de Depósito: _____

- #### 5. Prioridade:
- interna unionista

O depositante reivindica a(s) seguinte(s):

Pais ou organização de origem	Número de depósito	Data do depósito

6. Inventor (72):

Assinale aqui se o(s) mesmo(s) requer(em) a não divulgação de seu(s) nome(s)

- 6.1 Nome: SUSANA MARIA WERNER SAMUEL
 6.2 Qualificação: Professora 6.3 CPF: 397.815.340-87
 6.4 Endereço completo: Rua Santa Terezinha, 232 Apto. 602 - Farroupilha, Porto Alegre - RS, Br
 6.5 CEP: 90040-180 6.6 Telefone: 51-3308.5197 6.7 Fax:
 6.8 E-Mail: samuelsp@ufrgs.br

continua em folha anexa

Figura 1: Depósito de Pedido de Patente no INPI.

7. Declaração na forma do item 3.2 do Ato Normativo nº 127/97:

7.1 Declaro que os dados fornecidos no presente formulário são idênticos ao da certidão de depósito ou documento equivalente do pedido cuja prioridade está sendo reivindicada.

em anexo

8. Declaração de divulgação anterior não prejudicial: (Período de Graça):
(art. 12 da LPI e item 2 do AN nº 127/97)

em anexo

9. Procurador (74)

9.1 Nome:

9.2 CNPJ/CPF:

9.3 API/OAB:

9.4 Endereço completo:

9.5 CEP:

9.6 Telefone:

9.7 Fax:

9.8 E-Mail:

10. Listagem de seqüências Biológicas (documentos anexados) (se houver):

- Listagem de seqüências em arquivo eletrônico: n° de CDs ou DVDs (original e cópia).
- Código de controle alfanumérico no formato de código de barras: fl.
- Listagem de seqüências em formato impresso: fls.
- Declaração de acordo com o artigo da Resolução INPI nº 228/09: fls.

11. Documentos anexados (assinale e indique também o número de folhas):
(Deverá ser indicado o nº total de somente uma das vias de cada documento)

<input checked="" type="checkbox"/>	11.1 Guia de Recolhimento	1 fls.	<input checked="" type="checkbox"/>	11.5 Relatório descritivo	8 fls.
<input type="checkbox"/>	11.2 Procuração	fls.	<input checked="" type="checkbox"/>	11.6 Reivindicações	1 fls.
<input type="checkbox"/>	11.3 Documentos de Prioridade	fls.	<input type="checkbox"/>	11.7 Desenhos	fls.
<input type="checkbox"/>	11.4 Doc. de contrato de trabalho	fls.	<input checked="" type="checkbox"/>	11.8 Resumo	1 fls.
<input checked="" type="checkbox"/>	11.9 Outros que não aqueles definidos no campo 11 (especificar) Portaria de Competência; cópia Diário Oficial da União.				4 fls.

12. Total de folhas anexadas (referentes aos campos 10 e 11): 15 fls.

13. Declaro, sob penas da Lei, que todas as informações acima prestadas são completas e verdadeiras.

Porto Alegre

Local e Data

22 de Março 2013

Assinatura e Carimbo

Profª Raquel S. Mauier
Secretária de Desenvolvimento
Tecnológico
UFRGS

Raquel S. Mauier

Figura 1(continuação): Depósito de Pedido de Patente no INPI.

ANEXO DE INVENTORES**Título: PROCESSO DE PRODUÇÃO DE PÓ CERÂMICO COLORIDO (ROSA E AZUL) À BASE DE ALUMINA**

Página 1

Nome: CARLOS PEREZ BERGMANN

Qualificação: DOCENTE

CPF: 262.582.420-49

Endereço Completo: Rua Milton Guerreiro, 88 - Santa Tereza, Porto Alegre - RS, Br

CEP: 90850-350

Telefone: 51 - 3308.3406

FAX:

E-mail: bergamann@ufrgs.br

Nome: ANTONIO SHIGUEAKI TAKIMI

Qualificação: ESTUDANTE DOUTORADO

CPF: 93666977049

Endereço Completo: Rua Demétrio Ribeiro, 215 Apto. 303 - Centro, Porto Alegre - RS, BR

CEP: 90010-310

Telefone: 51-2112.8579

FAX:

E-mail: astakimi@ufrgs.br

Nome: ÉRIKA DE OLIVEIRA DIAS DE MACÊDO

Qualificação: Estudante

CPF: 095.270.917-13

Endereço Completo: Rua Felicíssimo de Azevedo, 1225 Apto. 503 - Higienópolis, Porto Alegre - RS, Br

CEP: 90540-110

Telefone: (51) 35088674

FAX:

E-mail: erikaodias@gmail.com

Figura 1(continuação): Depósito de Pedido de Patente no INPI.

4. MANUSCRITO

DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE PEÇAS CERÂMICAS DE ALUMINA/FELDSPATO COM PÓS CERÂMICOS NAS CORES ROSA E AZUL PARA FINS ORTODÔNTICOS

DEVELOPMENT AND CHARACTERIZATION OF ALUMIN/FELDSPAR SINTERED BODIES PRODUCED WITH PINK AND BLUE CERAMIC POWDERS TO ORTHODONTICS USE

Autores: Érika de Oliveira Dias Macêdo¹, Antonio Shigueaki Takimi², Carlos Pérez Bergmann³, Susana Maria Werner Samuel⁴

¹Aluna do programa de Pós-Graduação em Odontologia, Faculdade de Odontologia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brasil

²Professor Adjunto da área de Engenharia dos Materiais, Escola de Engenharia, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, Rio Grande do Sul, Brasil

³Professor Adjunto da área de Engenharia de Materiais, Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brasil

⁴Professora Titular do Departamento de Odontologia Conservadora, Faculdade de Odontologia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brasil

Autor para correspondência:

Laboratório de Materiais Dentários, Faculdade de Odontologia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul

Rua Ramiro Barcelos, 2492 – 4º andar

CEP: 90035-003 – Porto Alegre, RS, Brasil

RESUMO

As cerâmicas à base de alumina são amplamente utilizadas em Odontologia. Na Ortodontia seu uso em acessórios como os bráquetes permitiu a inclusão de uma nova perspectiva quanto ao desenvolvimento de acessórios com características ópticas diferenciadas. Desse modo, o objetivo deste trabalho foi produzir peças cerâmicas densas a partir de pós de alumina nas cores rosa e azul obtidos por método experimental. Diferentes proporções de feldspato (10%, 15%, 20%) foram adicionadas aos pós coloridos, para produzir as peças de cor rosa (R₁₀, R₁₅, R₂₀), e as peças de cor azul (A₁₀, A₁₅, A₂₀), respectivamente. Os compactos não sinterizados foram produzidos utilizando como processo de conformação, a prensagem uniaxial. A sinterização das peças não sinterizadas dos grupos R₁₀, R₁₅, R₂₀ foi realizada a 1550°C, por 8h. As peças dos grupos A₁₀ e A₁₅ a 1450°C, por 10h, e as do grupo A₂₀, a 1300°C, por 10h. As peças foram avaliadas quanto à rugosidade de superfície, dureza, módulo de elasticidade e tenacidade à fratura. . O módulo de elasticidade variou de 183,2 a 157 GPa, nos grupos de cor rosa, e nos grupos de cor azul os valores variaram de 101,1 a 176,6 GPa. A rugosidade apresentou valores entre 0,43 e 0,72 µm para os grupos de cor rosa e 0,39 e 0,6 µm para os grupos de cor azul. A dureza Vickers variou de 418,7 a 623,1 para a cor rosa e de 366,9 a 632 para cor azul. A tenacidade média para os grupos de cor rosa variou de 0,72 a 1,97 MPa.m^{1/2} e de 0,82 a 1,9 MPa.m^{1/2} para os grupos de cor azul. O grupo R₁₀ apresentou valores médios de rugosidade significativamente maiores tanto em relação ao grupo R₂₀ quanto ao grupo A₁₀. O grupo A₁₀ apresentou os valores de rugosidade mais próximos aos dos bráquetes de alumina monocristalina. As demais concentrações não apresentaram diferença significativa em relação às cores. A média dos valores de dureza do grupo A₁₀ foi significativamente maior em relação às

demais concentrações na mesma cor, no entanto não houve diferença quando comparado ao grupo R₁₀. Os valores médios do módulo de elasticidade foram significativamente maiores nos grupos de cor rosa em relação aos grupos de cor azul para as mesmas concentrações com exceção do grupo R₂₀ que apresentou valores menores, porém sem significância estatística. A tenacidade à fratura apresentou diferença estatística significativa apenas na comparação entre os grupos R₁₀ e R₂₀. Os valores de tenacidade mais próximos ao relatado pela literatura foram apresentados pelos grupos R₂₀ e A₂₀, porém há diferenças nos métodos de análise da tenacidade entre os estudos. Utilizando-se as concentrações de feldspato associada às combinações de temperatura e tempo de sinterização adotadas neste estudo as peças de cor azul com 10% de feldspato apresentaram os resultados mais favoráveis tanto em comparação com as diferentes concentrações na mesma cor quanto entre as duas cores.

Palavras-chave: ortodontia, cerâmica, cor, alumina, feldspato.

ABSTRACT

The alumina-based ceramics are widely used in dentistry, in orthodontics its use in accessories such as brackets allowed the inclusion of a new perspective on the development of accessories with different optical characteristics. Thus, the aim of this work was to produce dense ceramic parts from alumina powders in pink and blue colors obtained by an experimental process. Different proportions of feldspar (10%, 15%, 20%) were added to the colored powder to produce pink pieces (R_{10} , R_{15} , R_{20}), and blue pieces (A_{10} , A_{15} , A_{20}), respectively. The powder compacts for sintering were formed by uniaxial pressing. The sintering process of the powder compacts of R_{10} , R_{15} , R_{20} was performed at 1550 ° C for 8 h, the powder compacts of the A_{10} and A_{15} groups were sintered at 1450 ° C for 10h and the A_{20} group at 1300 ° C for 10h. The specimens were evaluated on surface roughness, hardness, elastic modulus and fracture toughness. The elastic modulus values ranged from 183.2 to 157 GPa in pink groups and 101.1 to 176.6 GPa in blue groups. The roughness mean varied between 0.43 and 0.72 μm in pink groups and between 0.39 and 0.6 μm in blue groups. The Vickers hardness number ranged from 418.7 to 623.1 in pink groups and from 366.9 a 632 in blue groups. The fracture toughness mean to pink groups ranged from 0.72 a 197 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ and from 0.82 a 1.9 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ to blue groups. The R_{10} group had significantly higher roughness mean values when compared to the groups R_{20} and A_{10} . The A_{10} group showed the roughness values closer to those of monocrystalline alumina brackets. No significant difference was found on the others groups. The hardness average values of the A_{10} group were significantly higher when compared to other concentrations on the same color, however there was no difference when compared to the R_{10} group. The average values of the elastic modulus were significantly higher in pink groups when compared to blue groups for

the same concentrations except the R₂₀ group that showed lower values, but without statistical significance. The fracture toughness results showed a statistically significant difference when R₁₀ and R₂₀ groups were compared. The toughness values closer to those reported in the literature were presented by R₂₀ and A₂₀ groups, but there are differences in the methods of analysis of toughness between studies. Taking into consideration the concentrations of feldspar used associated with the sintering time and temperature adopted in this study the fired compacts of blue color with 10% of feldspar showed the most favorable results compared with different concentrations of the same color and between different colors.

Key-words: orthodontics, ceramics and color.

INTRODUÇÃO

Os avanços dos materiais em Odontologia incorporou uma mudança nos paradigmas relacionados ao desenvolvimento dos acessórios ortodônticos dando maior espaço à estética (BIRNIE, 1990; ELIADES, 2007). Inicialmente foram utilizados bráquetes poliméricos rapidamente substituídos pelos materiais cerâmicos (NEWMAN, 1969; WINCHESTER, 1992). Dentre os materiais cerâmicos, a alumina policristalina, apresenta um custo de produção relativamente baixo tanto em relação aos outros tipos de cerâmica quanto em relação a sua forma monocristalina (ELIADES, 2007). Aliado a isso, sua bioinércia, boas características ópticas e mecânicas fizeram com que este material fosse o principal eleito para confecção de bráquetes estéticos (BISHARA, FEHR, 1997; STUMPF et al. 2009).

Em função das novas opções, estudos abordando a necessidade e perspectivas estéticas foram desenvolvidos, detectando diferenças quanto à percepção estética entre adultos e jovens. Os pacientes jovens apresentam preferência por acessórios com características ópticas que se destacam. Assim, cores e formas diferenciadas, encontram-se entre as opções consideradas esteticamente mais atrativas (BIRNIE, 1990; BERTO et al. 2009; ROSVALL et al. 2009; WALTON et al. 2010).

Tendo em vista esta percepção estética dos jovens a produção de bráquetes cerâmicos coloridos traz a possibilidade de inserir no mercado uma nova opção de acessório, que associado ou não a ligaduras coloridas satisfazem a demanda dos pacientes jovens por personalização. Sendo assim, o objetivo deste estudo foi desenvolver e caracterizar peças cerâmicas a base de alumina nas cores rosa e

azul, produzidas por um método experimental, associadas a diferentes concentrações de feldspato.

MATERIAIS E MÉTODOS

Este trabalho foi realizado nos Laboratórios de Materiais Cerâmicos (LACER) e de Metalurgia Física (LAMEF) da Escola de Engenharia da UFRGS e no Laboratório de Materiais Dentários (LAMAD) da Faculdade de Odontologia da UFRGS. As peças cerâmicas sinterizadas nas cores rosa e azul, foram produzidas a partir de pós cerâmicos a base de alumina já coloridos obtidos por método experimental. Todos os insumos utilizados como matéria-prima para produção experimental dos pós pigmentados foram adquiridos de Vetec Química Fina Ltda, Rio de Janeiro – RJ, Brasil.

Avaliação granulométrica

Inicialmente os pós de alumina rosa e azul utilizados na conformação das peças cerâmicas foram avaliados quanto a distribuição granulométrica através da técnica de difração a laser, em um equipamento Cilas 1180 (Orleans, França). A obtenção dos pós de alumina rosa e azul se deu por processo experimental (MACÊDO, 2011).

Aditivo de sinterização e aditivos de conformação

A confecção das peças cerâmicas coloridas sinterizadas seguiu o processamento cerâmico convencional: formulação, conformação, secagem e queima (STUMPF et al. 2009). O aditivo de sinterização escolhido foi o feldspato (Del Porto Porcelana, Eldorado do Sul - RS, Brasil), sendo adicionado aos pós de alumina rosa e azul nas concentrações de 10%, 15% e 20%. Em função da concentração do aditivo de sinterização e da cor do pó de alumina foram estabelecidos os grupos R₁₀, R₁₅, R₂₀, A₁₀, A₁₅, A₂₀, conforme descrito no quadro 1.

Quadro 1: Descrição dos grupos de acordo com a cor e a concentração de feldspato.

Grupos	Composição		
	Alumina Rosa (%)	Alumina Azul (%)	Feldspato (%)
R ₁₀	90	-	10
R ₁₅	85	-	15
R ₂₀	80	-	20
A ₁₀	-	90	10
A ₁₅	-	85	15
A ₂₀	-	80	20

Os pós de alumina e feldspato foram misturados usando acetona como meio de homogeneização e em seguida foram secos em estufa a 50°C. A seguir, foram adicionados os aditivos de prensagem: 0,5% em peso, de estearato de cálcio ($[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COO}]_2\text{Ca}$), 3% em peso, de álcool polivinílico (PVA) em solução 10% e 3% em peso de polietilenoglicol (PEG). Esses aditivos atuam respectivamente, como lubrificante, ligante e plastificante. Suas concentrações foram obtidas a partir de análises experimentais até que a peça não sinterizada apresentasse características adequadas de manipulação.

A mistura foi então homogeneizada manualmente e levada para estufa, a 50°C, por 4 horas, para permitir a secagem antes de passar pela peneira malha 24 ABNT (Associação Brasileira de Normas Técnicas), para desaglomeração. Em seguida, o pó foi colocado em um recipiente fechado, por um período de 24 horas, em temperatura ambiente para uniformizar. Após esse período, os pós foram passados pela peneira malha 48 ABNT e misturados para finalizar o processo de homogeneização.

Conformação dos corpos-de-prova

Os corpos-de-prova foram conformados em discos de 12 mm de diâmetro e 1,2 ($\pm 0,2$) mm de espessura, contabilizando cinco unidades, por grupo. A pressão de

conformação utilizada na prensagem uniaxial foi de 100MPa. A secagem foi feita em temperatura ambiente, por 24 horas, e em seguida, em estufa a 100°C, por mais 24 horas, antes da queima, para evitar a remoção brusca da água e dos aditivos, o que poderia gerar trincas e comprometer as propriedades do material.

A queima foi realizada em forno tipo mufla Jung LF0916 (Jung, Blumenau – SC, Brasil). Para todos os grupos, a queima foi realizada em um ciclo inicial com uma taxa de aquecimento de 100°C/h, até um patamar de 400°C, ficando nesta temperatura por mais 1 hora. O segundo ciclo apresentou uma taxa de aquecimento de 150°C/h para todos os grupos, no entanto a temperatura e o tempo de patamar variaram entre os grupos.

O processamento cerâmico foi esquematizado sob a forma do fluxograma descrito na Figura 1.

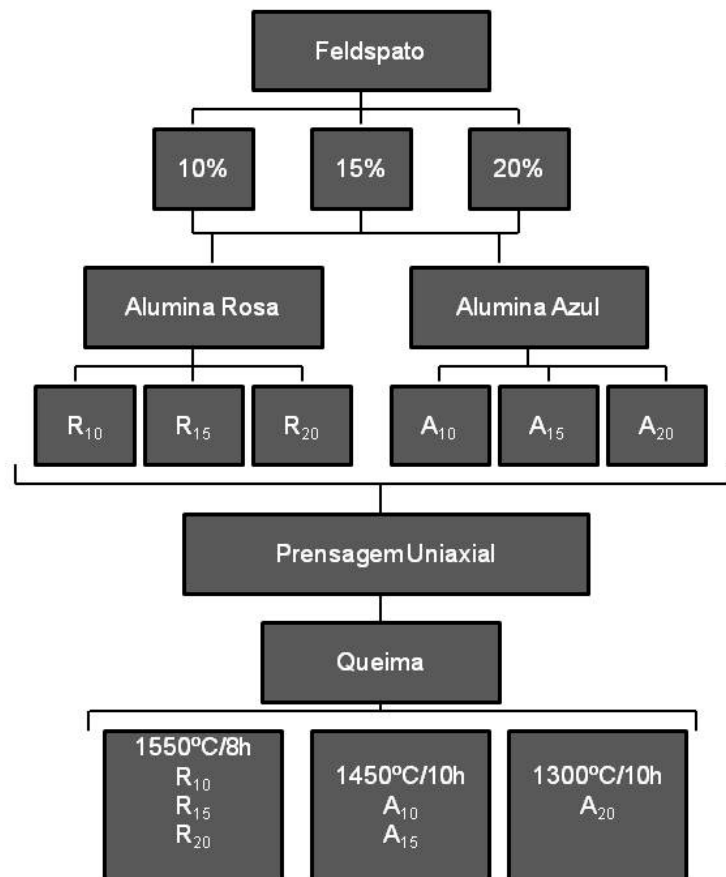


Figura 1: Fluxograma do protocolo de queima dos grupos rosa e azul.

Módulo de elasticidade

O módulo de elasticidade foi obtido utilizando os dados extraídos dos ensaios de ultrassom e densidade aparente por meio da equação (1).

$$E = v^2 \cdot \rho \quad (1)$$

Onde:

E corresponde ao módulo de elasticidade (MPa)

v corresponde à velocidade do som através da peça cerâmica testada (m/s)

ρ corresponde à densidade aparente da peça cerâmica testada (g/m³)

O ensaio de ultrassom foi executado por meio do equipamento GE US15 (*General Electric* - EUA) utilizando o método de pulso eco, frequência de 15MHz, e um transdutor de 15mm. O acoplante utilizado foi a glicerina. Foi realizada uma leitura por peça e o resultado, apresentado na forma A-Scan.

Para obtenção do valor de densidade aparente foram utilizados como parâmetros a massa da amostra seca (P_s), úmida (P_u) e imersa (P_i) obtidas pelo método de Arquimedes seguindo a norma ASTM C373-88 (American Society for Testing and Materials). Os corpos-de-prova de cada grupo foram pesados em uma balança de precisão de 0,00001g (Marte 500C, Marte Balanças e Aparelhos de Precisão Ltda., Santa Rita do Sapucaí – MG, Brasil). A determinação da massa da amostra seca (P_s) foi realizada antes da imersão em água. Para isto, os corpos-de-prova foram removidos do forno em que foi realizada a queima e permaneceram em estufa, a 37°C, até obtenção da massa constante (quando a diferença entre duas medidas foi inferior a 0,01g). Em seguida os corpos-de-prova foram imersos em água destilada, por 24 horas. A massa úmida (P_u) foi obtida após a obtenção da massa imersa (P_i). A densidade aparente (ρ_{ap}) das amostras foi obtida através da equação (2):

$$\rho_{ap} = \frac{P_s}{P_u - P_i} \cdot \rho_{líq} \quad (2)$$

Onde:

P_u = massa do material úmido (g),

P_s = massa do material seco em estufa (g), e

P_i = massa do material imerso (g).

$\rho_{líq}$ corresponde à densidade do líquido (g/cm³)

ρ_{ap} corresponde à densidade aparente (g/cm³)

Os mesmos corpos de prova utilizados no ensaio de ultrassom e no cálculo da densidade aparente foram utilizados nos demais ensaios pelo fato de os mesmos não serem destrutivos.

Rugosidade

Para o ensaio de rugosidade, os corpos de prova foram embutidos em uma matriz de resina acrílica autopolimerizável e foram polidos em uma politriz AROPOL 2V (Arotec, Cotia - SP, Brasil) utilizando lixas abrasivas a base de carbeto de silício de granulação 200, 400, 600 e 1200, durante 5 minutos cada, totalizando 20 minutos, sob refrigeração com água. A leitura da rugosidade foi obtida com um rugosímetro modelo SJ201 Mitutoyo (Mitutoyo, Suzano – SP, Brasil) utilizando o parâmetro R_a (média aritmética entre os picos e vales dividida pela distância percorrida pelo apalpador em linha reta). Foram realizadas três medidas em cada corpo de prova, paralelas entre si. A média das três medidas correspondeu ao valor de rugosidade de cada peça.

Microdureza Vickers e Tenacidade à fratura

Após o ensaio de rugosidade os espécimes foram submetidos ao ensaio de microdureza Vickers utilizando um microdurômetro SHIMADZU HMV-2 (Shimadzu, Kyoto, Japão) tendo como referência a norma ASTM C1327, específica para cerâmicas. Foram realizadas cinco edentações, durante 15s, utilizando uma carga de 1000g. Por ser um material frágil, a cerâmica após a edentação, pode apresentar trincas. Isso ocorre devido à tensão gerada pelo edentador. Dessa forma, na região edentada o limite elástico da cerâmica é ultrapassado formando trincas nas suas extremidades. Segundo a literatura, a utilização de métodos de edentação tem demonstrado grande potencial na caracterização das propriedades mecânicas do

material cerâmico, apresentando como vantagem adicional, em relação aos métodos convencionais, a simplicidade e baixo custo de realização (ANSTIS et al., 1981; SCHERRER et al., 1998).

Tendo em vista a obtenção tanto dos valores de dureza quanto de tenacidade à fratura, as edentações foram realizadas no centro da superfície de cada um dos corpos de prova, respeitando entre elas uma distância três vezes maior que o comprimento horizontal da trinca e cinco vezes maior que o comprimento vertical da trinca. O número de dureza Vickers foi calculado de acordo com a equação (3):

$$VHN = \frac{1,8544.c}{d^2} \quad (3)$$

Onde:

1,8544 corresponde ao valor da constante,

c corresponde à carga aplicada em (g),

d² corresponde à área da edentação (μm).

Os valores de tenacidade à fratura foram obtidos a partir do método matemático descrito por Anstis et al. (1981), que utiliza como parâmetros o módulo de elasticidade, a dureza Vickers, a carga utilizada na edentação e o tamanho da edentação bem como da trinca gerada, sendo calculada pela seguinte fórmula (4):

$$K_{IC} = xPC^{-3/2} \quad (4)$$

Onde:

P corresponde à carga usada na edentação (MN)

C corresponde ao comprimento médio das trincas (m)

X corresponde ao fator de estresse

O fator de estresse foi obtido a partir da constante 0,016 multiplicada à raiz quadrada da razão entre o módulo de elasticidade e a dureza.

Análise estatística

A análise da normalidade dos dados foi realizada pelo teste de Kolmogorov-Smirnov e em seguida foi aplicado o teste ANOVA de duas vias para comparação entre as diferentes concentrações e cores. Nos casos em que houve diferença foi aplicado o teste de comparações múltiplas de Tukey. O nível de significância escolhido foi de 5%.

RESULTADOS

A distribuição granulométrica, por difração a laser, dos pós de alumina rosa e azul está apresentada na tabela 1.

Tabela 1: Valores da distribuição granulométrica (μm) da alumina rosa e azul.

Alumina	D ₁₀	D ₅₀	D ₉₀	D _{médio}
Rosa	2,49	11,14	27,70	13,43
Azul	1,91	7,98	17,80	9,14

Os valores obtidos na análise da distribuição granulométrica mostram que as partículas do pó rosa apresentaram-se maiores do que as partículas do pó azul.

O resultado do módulo de elasticidade está expresso na tabela 2. Para as peças de cor rosa não houve diferença estatística entre as diferentes concentrações de feldspato. Para as peças de cor azul apenas a comparação entre os grupos com 10 e 15% de feldspato não identificou diferença significativa ($p=0,818$). Quando a comparação foi realizada entre as cores nas mesmas concentrações apenas o grupo de 20% não apresentou diferença estatisticamente significativa ($p=0,589$).

Tabela 2: Média (\pm desvio padrão) dos valores do módulo de elasticidade (GPa).

Cor	Feldspato		
	10%	15%	20%
Rosa	183,20(\pm 48,04)A,a	157,01(\pm 6,03)A,a	164,75(\pm 28,68)A,a
Azul	114,11(\pm 21,68)B,a	101,09(\pm 15,06)B,a	176,61(\pm 15,45)A,b

Letras maiúsculas diferentes indicam diferença significativa nas colunas e letras minúsculas diferentes indicam diferença significativa nas linhas.

O resultado para os valores de rugosidade estão apresentados na tabela 3, entre as diferentes concentrações de feldspato para alumina de cor rosa, o grupo

com 20% apresentou valores de rugosidade significativamente menor e para alumina de cor azul, o menor valor de rugosidade foi verificado nas peças com 10% de feldspato, sendo este valor significativamente menor apenas do grupo com 15% de feldspato. Quando comparados em relação à cor dentro de cada concentração apenas o grupo com 10% apresentou diferença significativa na rugosidade entre as peças de cor rosa e azul.

Tabela 3: Média (\pm desvio padrão) dos valores de rugosidade (μm).

Cor	Feldspato		
	10%	15%	20%
Rosa	0,717(\pm 0,028)A,a	0,619(\pm 0,025)A,a	0,429(\pm 0,108)A,b
Azul	0,390(\pm 0,032)B,b	0,602(\pm 0,074)A,a	0,489(\pm 0,038)A,ab

Letras maiúsculas diferentes indicam diferença significativa nas colunas e letras minúsculas diferentes indicam diferença significativa nas linhas.

Os valores de dureza estão expressos na tabela 4. Dentro da cor rosa apenas a concentração de 20% apresentou valor de dureza Vickers significativamente menor, enquanto na cor azul houve diferença significativa entre todas as concentrações sendo o menor valor de dureza apresentado pelo grupo com 20% e o maior com 10% de feldspato. Quando comparadas as diferentes cores utilizando-se a mesma concentração de feldspato o grupo rosa apresentou valores de dureza significativamente maiores em relação ao grupo azul apenas na concentração de 15%.

Tabela 4: Média (\pm desvio padrão) dos valores de dureza Vickers (VHN).

Cor	Feldspato		
	10%	15%	20%
Rosa	623,13(\pm 16,51)A,a	589,93(\pm 29,20)A,a	418,67(\pm 36,77)A,b
Azul	632(\pm 41,80)A,a	458,95(\pm 43,94)B,b	366,89(\pm 28,53)A,c

Letras maiúsculas diferentes indicam diferença significativa nas colunas e letras minúsculas diferentes indicam diferença significativa nas linhas.

Os dados da tenacidade à fratura estão expressos na tabela 5. Na cor rosa apenas os grupo com 10% e 20% apresentaram valores significativamente distintos. Dentro da cor azul e entre as diferentes cores na mesma concentração não houve diferença estatística significativa.

Tabela 5: Média (\pm desvio padrão) dos valores de tenacidade à fratura ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$).

Cor	Feldspato		
	10%	15%	20%
Rosa	0,72(\pm 0,15)A,b	1,31(\pm 0,42)A,ab	1,97(\pm 0,89)A,a
Azul	0,82(\pm 0,42)A,a	0,89(\pm 0,42)A,a	1,90(\pm 0,57)A,a

Letras maiúsculas diferentes indicam diferença significativa nas colunas e letras minúsculas diferentes indicam diferença significativa nas linhas.

DISCUSSÃO

A alumina foi o material base utilizado no estudo para produção das peças coloridas por já ser de ampla utilização no mercado (RIZKALLA; JONES, 2004). Ela apresenta alta resistência à compressão, ao desgaste e estabilidade química, sendo considerado um material bioinerte (NAVARRO et al. 2008). Aliado a isso, suas características ópticas fizeram com que fosse escolhida como principal material para produção de bráquetes ortodônticos (BISHARA; FEHR, 1997). A partir da utilização de precursores metálicos foi possível desenvolver um novo protocolo de produção, que resultou em pós de alumina colorida, nas cores rosa e azul.

A cerâmica por ser um material sensível a pequenas modificações no processo de produção, pode se comportar de forma variável em diferentes temperaturas e tempos de sinterização, bem como em diferentes protocolos de conformação (KINGERY, 1960; CHINELATTO et al., 2008). Assim neste trabalho, foi estabelecido um protocolo de produção que permitiu a confecção de peças nas cores azul e rosa, pelo método de conformação por prensagem uniaxial, que foram então caracterizadas quanto à granulometria, módulo de elasticidade, rugosidade superficial, dureza, e tenacidade à fratura.

As peças de cores diferentes foram sinterizadas em temperaturas e tempos variados. As peças azuis por apresentarem valores médios de granulometria menores, foram sinterizadas em temperaturas inferiores às utilizadas para as peças rosas. Esta variação ocorreu, pois a distribuição granulométrica do pó cerâmico pode influenciar a temperatura e o tempo necessários para a queima, além de influenciarem as propriedades do material após a sinterização (FORRESTER et al., 2008; REID et al., 2008; CHINELATTO et al., 2008). As partículas menores, em

geral, apresentam um aumento da área de superfície em proporção ao volume de partículas, promovendo a sinterização pelo aumento da difusão. Assim, exigem uma temperatura menor para alcançar uma taxa de densificação mais elevada (KINGERY, 1960; REID et al., 2008).

A adição do feldspato como aditivo de sinterização aos pós coloridos de alumina permitiu a utilização de ciclos de sinterização com temperaturas inferiores às necessárias para a produção de uma alumina densa (BERGMANN; STUMPF 2013). Isto porque o feldspato, por apresentar temperatura de fusão menor permite a realização da sinterização via fase líquida. Neste processo o feldspato sofre modificação de estado físico em uma temperatura mais baixa que a alumina e com isso envolve os grãos de alumina facilitando seu transporte e coalescência (BORDIA, CAMACHO-MONTES, 2012). No entanto essa fase líquida permanece presente depois de finalizada a sinterização atuando como uma fase vítrea. A presença da fase vítrea pode prejudicar as propriedades mecânicas, mas apresenta como vantagem ser sensível ao ataque com ácido fluorídrico o que levaria ao aumento da adesão sem necessidade de estabelecer diferentes configurações de malhas na base dos bráquetes (BORDEAUX et al., 1994; DELLA BONA, ANUSAVICE, 2002). Esta é uma característica de relevância em Ortodontia visto que as frequentes descolagens, por problemas de adesão, elevam o tempo de atendimento clínico e interferem na continuidade do tratamento ortodôntico (RUSSEL, 2005). Além disso, as diferentes configurações das bases dos bráquetes, como retenções em forma de malha, de esferas, associação entre cerâmica e metal, cerâmica e polímero, não apresentam padrão de descolagem durante a remoção do acessório (BORDEAUX et al., 1994).

A análise dos resultados dentro das cores demonstrou que, para as peças de cor rosa, a adição de 20% de feldspato, reduziu de forma significativa a dureza, quando comparada com as peças com 10% e 15%, e reduziu também de forma significativa a rugosidade. Isto pode ser explicado pela formação da fase vítrea pelo feldspato de forma concentrada nas áreas de superfície, reduzindo as falhas superficiais o que resultou também em uma menor rugosidade de superfície (KINGERY, 1960). Segundo Articulo et al (2000), a alta dureza dos bráquetes cerâmicos pode estar relacionada com o desgaste do fio durante a mecânica ortodôntica, levando assim a um aumento no coeficiente de atrito. Desse modo a redução da dureza pela presença da fase vítrea pode contribuir para manutenção da configuração fio/slot durante o tratamento e com isso reduzir o coeficiente de atrito ao longo do tempo.

Nas peças de cor azul a concentração de feldspato também apresentou relação inversamente proporcional aos valores de dureza encontrados para os três grupos. No entanto as peças azuis apresentaram comportamento distinto em relação às peças rosas quanto à avaliação da rugosidade de superfície. Isso pode ser explicado por variações no diâmetro médio das partículas dos pós rosa e azul, o que pode ter gerado padrões distintos de difusão da fase líquida durante a sinterização e, por conseguinte, na formação da fase vítrea após a sinterização (CHINELATTO et al. 2008; REID et al., 2008).

Os bráquetes de alumina monocristalina apresentam uma rugosidade média de $0,17\mu\text{m}$ (CHOI et al., 2013). Este valor é inferior aos encontrados no presente estudo, no entanto, a alumina monocristalina apresenta características estruturais diferentes da alumina policristalina visto que é constituída de um cristal único (SWARTZ, 1988; SAUNDERS et al., 1994; BISHARA; FEHR, 1997;). Zinelis et al.

(2005), encontrou em seu estudo utilizando bráquetes policristalinos valores de rugosidade média de 2,69 μm , utilizando análise por perfilometria, corroborando a diferença entre bráquetes monocristalinos e policristalinos. O tipo de metodologia utilizado para avaliação da rugosidade superficial também exerce influência nos valores encontrados, isto porque, a utilização de métodos que avaliam a rugosidade de forma localizada, como a perfilometria, demonstram sofrer influência da microestrutura do bráquete que por sua vez pode variar em função do processo de produção (LEE et al. 2010, CHOI et al., 2013). No presente estudo os valores médios de rugosidade apresentados por todos os grupos foram inferiores ao encontrado no estudo de Zinelis et al. (2005).

Apesar de alguns estudos relacionarem a rugosidade do bráquete ao coeficiente de atrito gerado durante a movimentação ortodôntica, a literatura não apresenta consenso sobre essa relação, visto que em alguns estudos os bráquetes cerâmicos monocristalinos apresentam rugosidade de superfície menor que os bráquetes metálicos, e o coeficiente de atrito com o fio é maior nos bráquetes cerâmicos (DOSHI; BHAD-PATIL, 2011). Segundo estudo de Saunders et al., (1994), a avaliação da rugosidade por microscopia eletrônica de varredura detectou diferenças significativas entre os bráquetes monocristalinos e policristalinos, no entanto as características de atrito entre os dois materiais não apresentaram diferença estatística. Assim, o fator que também parece apresentar relação com o coeficiente de atrito é a relação entre a forma do bráquete e o fio (ELIADES et al., 1994). Desse modo, estudos utilizando a técnica dos elementos finitos podem demonstrar o comportamento, quanto à distribuição de tensões do material diante de diversas configurações de desenho dos bráquetes e sua relação com o fio.

A escassez de estudos que tratam das propriedades mecânicas dos bráquetes cerâmicos, aliada a falta de normas de produção dificultam a discussão dos resultados encontrados no presente estudo (SCOTT, 1988; ZINELIS et al., 2005; CHOI et al., 2013). A partir do início da década de 80 quando os bráquetes cerâmicos foram lançados, a tenacidade à fratura passou a ser considerada como fator de grande relevância no desempenho clínico (KUSY, 1988). Porém, a literatura, não apresenta consenso em relação aos valores de tenacidade que podem ser utilizados como referência (KUSY, 1988; SCOTT, 1988). Segundo os valores relatados no estudo de Scott Jr (1988), que usa como referência os trabalhos de Hertzberg (1996) e Isawa e Brand (1984), os valores médios de tenacidade para alumina monocristalina e policristalina encontram-se respectivamente entre 2,4 a 4,5 e 3,0 a 5,3 MPa.m^{1/2}. No entanto estes valores não são baseados em análises de bráquetes ortodônticos comerciais.

A utilização de modelos matemáticos para as avaliações do módulo de elasticidade e da tenacidade à fratura, apesar de apresentarem limitações, possuem resultados confiáveis e reduzem os custos da pesquisa (ANSTIS et al., 1981). Segundo Bhardwaj (2001), a velocidade de ultrassom pode ser tratada como uma propriedade macroscópica e com isso ser utilizada na determinação de propriedades elásticas. No presente estudo a velocidade de ultrassom foi utilizada somente para obtenção do módulo de elasticidade, uma vez que em função da espessura dos corpos-de-prova foi possível obter somente as velocidades de onda longitudinais. O cálculo da tenacidade à fratura a partir das trincas geradas pela edentação realizada no ensaio de dureza, seguiram o modelo matemático proposto por Anstis et al. em 1981. A técnica da microedentação para aferição da tenacidade utilizando modelos matemáticos foi, inicialmente, proposta por Evans e Charles na década de 70 tendo

como base os conceitos introduzidos por Palmqvist duas décadas antes, segundo Anstis et al. em 1981 (EVANS, CHARLES, 1976). Atualmente existem diversas equações para obtenção dos valores de tenacidade. Apesar das limitações quanto à comparação dos valores obtidos entre as diferentes equações, esse método é utilizado em diversos estudos odontológicos (MORENA et al., 1986; WAGNER, CHU, 1996; SCHERRER et al., 1998; GORMANN et al., 2000).

O modelo matemático proposto por Anstis et al, 1981 utiliza como parâmetros os valores de dureza, o módulo de elasticidade, o tamanho médio da trinca e a carga utilizada na edentação. A carga utilizada na edentação interfere tanto nos valores de dureza quanto na geometria de propagação da trinca, além de ser um dos parâmetros constituintes da equação para o cálculo final da tenacidade (ELSSNER et al., 1999). As trincas geradas nas peças cerâmicas podem ser do tipo radial, lateral, mediana e/ou *half-penny*. No cálculo da tenacidade pelo método da edentação, apenas as trincas do tipo *half-penny* são levadas em consideração (KRUZIC et al., 2009). Por este motivo, a utilização deste método matemático, apesar de bem estabelecido, apresenta-se limitado dificultando a comparação entre estudos que utilizam diferentes métodos de avaliação da tenacidade. No presente estudo, os grupos que apresentaram os maiores valores de tenacidade foram o R₂₀ e o A₂₀, apresentando respectivamente 1,97 e 1,90 MPa.m^{1/2}. Esses valores são inferiores ao relatado por Scott Jr (1988), no entanto, as variações no método de obtenção da tenacidade nos diferentes estudos dificulta a comparação direta desses valores

Os valores de tenacidade médios encontrados nesse estudo variaram de 0,7 a 2,0 MPa.m^{1/2}, sendo maiores nas peças com maior concentração de feldspato. No entanto, apenas para o grupo rosa, a variação da concentração de feldspato de 10%

para 20% levou a um aumento significativo da tenacidade. Este resultado, se analisado de forma isolado apresenta-se em contradição com a literatura que mostra uma maior tendência de propagação da trinca pela fase vítrea por apresentar uma menor energia de ligação (SCHERRER et al., 1998; BERGMANN; STUMPF, 2013). No entanto, considerando o exposto anteriormente sobre as limitações deste método na avaliação da propagação da trinca, nas peças com maior concentração de fase vítrea a trinca pode ter se propagado de forma mais acentuada na direção do interior da peça mascarando a formação de trincas superficiais e elevando o valor da tenacidade (KRUZIC et al., 2009)

Considerando as limitações dos ensaios laboratoriais com cerâmica, os resultados deste estudo indicam a tendência do material analisado, quanto ao seu comportamento mecânico. No entanto faltam na literatura estudos que possam ser utilizados na comparação com os valores obtidos. Os dados das cerâmicas monocristalinas utilizados para comparação atuaram como um padrão a ser obtido, no entanto, esse material apresenta características estruturais diferentes da alumina policristalina, levando por isso, a comportamentos mecânicos e características de superfície distintas (SWARTZ, 1988). Apesar da alumina monocristalina apresentar menor rugosidade de superfície, maior tenacidade e maior translucidez, seu custo de produção é bem superior ao da alumina policristalina e alguns estudos têm demonstrado que este material apresenta maior tendência à propagação de trincas pelo contato com os instrumentos ortodônticos e pelo torque incorporado aos fios (VIAZIS et al., 1993). A grande variedade de materiais e marcas comerciais disponíveis no mercado, e a falta de uma norma para sua produção, contribuem ainda mais para a grande heterogeneidade no comportamento clínico destes bráquetes entre os diferentes fabricantes (BISHARA, FEHR, 1997).

CONCLUSÃO

A partir do estabelecimento das combinações entre as diferentes concentrações de feldspato associados à temperatura e ao tempo de sinterização adotados neste estudo as peças de cor azul com 10% de feldspato foram as que apresentaram os resultados mais favoráveis ao desenvolvimento de bráquetes cerâmicos tanto em comparação com as diferentes concentrações na mesma cor quanto entre as diferentes cores.

REFERÊNCIAS

ANSTIS, G. R., P. Chantikul, et al. "A Critical-Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture-Toughness .1. Direct Crack Measurements." **J. Am. Ceram. Soc.** **64**(9): 533-538. 1981.

ARTICOLO, L.C.; Kusy, K.; Saunders, C.R.; Kusy,R.P. Influence of ceramic and stainless steel brackets on the notching of archwires during clinical treatment. **European Journal of Orthodontics**. 22: 409-425. 2000.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C373-88**. Standard Test Method for Water Absorption, Bulk Density, Apparent Porosity, and Apparent Specific Gravity of Fired Whiteware Products, 1988 (Reapproved 2006).

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C1327**: Standard Test Method for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics, 2008.

BERGMANN, C. P.; STUMPF, A. **Dental Ceramics: Microstructure, Properties and Degradation**. Porto Alegre: Springer, 2013.

BERTO, P. M. et al. Esthetic effect of orthodontic appliances on a smiling face with and without a missing maxillary first premolar. **Am J Orthod Dentofacial Orthop**, v. 135, n. 4 (suppl), p. S55-S60. 2009.

BHARDWAJ, M.C. Non-contact ultrasound: the last frontier in non-destructive testing and evaluation. In: BIDERMAN, A. (Org.) **Encyclopedia of smart materials**. New York, John Wiley e Sons, 2001, p.1- 43.

BIRNIE, D. Ceramic brackets. **Br J Orthod**, n.17, v.1, p. 71-74, 1990.

BISHARA, S. E.; FEHR, D. E. Ceramic brackets: something old, something new, a review. **Semin Orthod**, n. 3, v.3, p. 178-88, 1997.

BORDEAUX, J. M.; MOORE, R. N.; BAGBY, M.D. Comparative-Evaluation of Ceramic Bracket Base Designs. **Am J Orthod Dentofacial Orthop** v.105, n.6, p. 552-560, 1994.

BORDIA, R. K.; CAMACHO-MONTES, H. Sintering: Fundamentals and Practice. In: BANSAL, N.P.; BOCCARCCINI, A.R. (Org) **Ceramics and Composites Processing Methods**. New Jersey: John Wiley e Sons, 2012, p. 1-41.

CHINELATTO, A. S. A. et al. (2008). "Influence of heating curve on the sintering of alumina subjected to high-energy milling." **Ceram. Int.**, v.34, n.8, p.2121-2127. 2008.

CHOI, S. H.; KANG, D. Y.; HWANG, C.J. Surface roughness of three types of modern plastic bracket slot floors and frictional resistance. **Angle Orthod**, v. 14, Jun. 2013.

DELLA BONA, A; ANUSAVICE, K. J. Microstructure, Composition, and etching topography of dental ceramics. **Int. J. Prosthodont.**, v.15, n. 2, p. 159-167, Mar-Apr, 2002.

DOSHI, U. H.; BHAD-PATIL, W. A. Static frictional force and surface roughness of various bracket and wire combinations. **Am J Orthod Dentofacial Orthop** v. 139, n. 1, p. 74-79, Jan. 2011.

ELIADES, T. Orthodontic materials research and applications: part 2. Current status and projected future developments in materials and biocompatibility. **Am J Orthod Dentofacial Orthop** v.131, n. 2, p. 253-62., Feb. 2007

ELIADES, T. et al. Surface characterization of ceramic brackets: a multitechnique approach. **Am J Orthod Dentofacial Orthop**, v.105, n.1, Jan, p.10-8. 1994.

ELSSNER, G., et al. Analysis of hardness testing indentations. In:_____.(Org.) **Ceramics and ceramic composites: Materialographic Preparation**, New York: Elsevier, 1999, p. 144-158.

EVANS, A.G., CHARLES, E. A. Fracture toughness determination by indentation. **J. Am. Ceram. Soc.**, v. 59, n. 7-8, p. 371-372, Jul. 1976.

FORRESTER, J.S. et al. Effect of mechanical milling on sintering behavior of alumina. **Journal of Australian Ceramic Society**, v. 44, n. 1, p. 47-52, 2008.

GORMAN, C. M.; McDEVITT, W. E.; HILL, R.G. Comparison of two heat-pressed all-ceramic dental materials. **Dent Mater**, v. 16, n. 6, p. 389-395, 2000.

HERTZBERG, R. W. **Deformation and fracture mechanics of engineering materials**, 4th ed, New Jersey: John Wiley and Sons, 1994.

ISAWA, M.; BRANDT, R. C. **Fracture toughness of single-crystal alumina**. In: KINGERY, W. D. (Org.) *Advanced in Ceramics: Structure and Properties of MgO and Al₂O₃*. California: American Ceramic Society, 1984.

KINGERY, W. D. **Introduction to ceramics**, Nova York: Wiley, 1960.

KUSY, R. P. Morphology of polycrystalline alumina brackets and its relationship to fracture toughness and strength. **Angle Orthod**, v. 58, n.3, p. 197-203, 1988.

LEE, G-J et al. A quantitative AFM anlysis of nano-scale surface roughness in various orthodontic brackets. **Micron**, v. 41, n. 7, p. 775-782, Oct. 2010.

MACÊDO, E. O. D. **Cerâmica colorida para uso ortodôntico: desenvolvimento e caracterização**. 2011. 58f. Dissertação (Mestrado em Clínica Odontológica) - Faculdade de Odontologia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2011.

MORENA, R.; LOCKWOOD, P. E.; FAIRHUST, C.W. (1986). Fracture-Toughness of Commercial Dental Porcelains. **Dent Mater** v. 2, n. 2, p. 58-62, Apr. 1986.

NAVARRO, M., A. Biomaterials in orthopaedics. **Journal of the Royal Society Interface**, v. 5, n. 27, p. 1137-1158, Oct. 2008.

NEWMAN, G. V. Adhesion and orthodontic plastic attachments. **Am J Orthod**, v. 56, n. 6, p. 573-88, 1969.

REID, C. B. et al. A study in the mechanical milling of alumina powder. **Ceram Int**, v. 34, n.6, p. 1551-1556, Aug. 2008.

RIZKALLA, A. S.; JONES, D. W. Mechanical properties of commercial high strength ceramic core materials. **Dent Mater**, v. 20, n. 2, p. 207-12, Feb. 2004.

ROSVALL, M. D., et al. Attractiveness, acceptability, and value of orthodontic appliances. **Am J Orthod Dentofacial Orthop** v.135, n. 3, p. 276 e1-12; discussion 276-7, 2009.

RUSSELL, J. S. Aesthetic orthodontic brackets. **J Orthod** , v. 32, n. 2, p. 146-63, 2005.

SAUNDERS,C.R.; Kusy, R.P. Surface topography and frictional characteristics of ceramic brackets. **Am J Orthod Dentofacial Orthop**, v. 106, n.1, p. 76-87, 1994.

SCHERRER, S. S.; DENRY, I. L.; WISKOTT, H.W. Comparison of three fracture toughness testing techniques using a dental glass and a dental ceramic. **Dent Mater**, v. 14, n. 4, p. 246-255, Jul.1998.

SCOTT JUNIOR, G. E., Fracture toughness and surface cracks--the key to understanding ceramic brackets. **Angle Orthod**, v.58, n. 1, p. 5-8 1998.

STUMPF, A. S. G., et al. Mechanical behavior of alumina and alumina-feldspar based ceramics in an acetic acid (4%) environment. **Materials & Design** v. 30, n. 10, p. 4348-4359, 2009.

SWARTZ, M. L. Ceramic brackets. **J Clin Orthod**, v.22, n.2, p.82-8, Feb. 1988.

VIAZIS, A. D.; CHABOT, K. A.; KUCHERIA, C. S. Scanning Electron-Microscope (Sem) Evaluation of Clinical Failures of Single-Crystal Ceramic Brackets. **Am J Orthod Dentofacial Orthop**, v. 103, n. 6, p. 537-544, Jun. 1993.

WAGNER, W. C.; CHU, T. M. Biaxial flexural strength and indentation fracture toughness of three new dental core ceramics. **J Prosthet Dent**, v. 76, n. 2, p. 140-144, Aug. 1996.

WALTON, D. K. et al. Orthodontic appliance preferences of children and adolescents. **Am J Orthod Dentofacial Orthop**, v.138, n.6, p.698 e1-12; discussion 698-9, Dec. 2010.

WINCHESTER, L. J. Aesthetic brackets: to perfect or to reject? **Dent Update**, v.19, n.3, p.107-10, 112-4, Apr. 1992.

ZINELIS, S. et al. Comparative assessment of the roughness, hardness, and wear resistance of aesthetic bracket materials. **Dent. Materials**, v._21, n. 9, p. 890-94, Sep. 2005.

KRUZIC, J. J. Indentation techniques for evaluating the fracture toughness of biomaterials and hard tissue. **J. Mech. Behav. Biomed. Mater.**, v.2, n. 4, p. 384-395, Aug. 2009.

5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

A partir deste estudo foi possível produzir peças cerâmicas a base de alumina nas cores rosa e azul, estabelecendo-se um protocolo de conformação e um ciclo de sinterização para cada cor nas três diferentes concentrações. A utilização do feldspato reduziu a temperatura de sinterização facilitando o processo de produção. A avaliação da granulometria, do módulo de elasticidade, da tenacidade à fratura, da dureza e da rugosidade foi utilizada como uma etapa preliminar com o intuito de avaliar as tendências de comportamento deste novo material, que visa suprir uma demanda crescente, especialmente dos pacientes jovens, por novas opções e variedades de acessórios ortodônticos que possam impor a personalidade e o estilo dos pacientes aumentando sua adesão e interesse durante o tratamento ortodôntico. Além disso, a adição de feldspato como aditivo de sinterização pode significar uma redução nos custos de produção, o que influenciaria não só a produção de bráquetes coloridos como também a produção de bráquetes estéticos, atendendo também os pacientes adultos que tem preferência por materiais mais discretos (BIRNIE 1990; BERTO et al. 2009; ROSVALL et al. 2009; WALTON et al. 2010).

A utilização de pós de alumina nas cores rosa e azul para produção das peças densas se deu em função do desenvolvimento de um novo processo de produção. Por se tratar de um protocolo inovador, decidiu-se por realizar o depósito do pedido de patente, descrito na presente tese. O processo do pedido de depósito envolveu a busca na literatura por métodos de produção que abordassem a produção de cerâmicas a base de alumina colorida. Porém, nenhum método que resultasse em um pó de alumina já colorido foi encontrado, enquadrando esse novo protocolo em um pedido de patente de processo.

A partir da obtenção da alumina nas cores rosa e azul, buscou-se produzir peças cerâmicas densas. No entanto, a alumina é um material sensível a variações no processo de produção e necessita de altas temperaturas de sinterização (FORRESTER et al., 2008; REID et al., 2008). Assim, optou-se por definir alguns protocolos de sinterização utilizando o feldspato como aditivo para permitir que a sinterização ocorresse em temperaturas menores (KINGERY, 1960). E em seguida caracterizar a peças de acordo com a combinação de cor e concentração de aditivo para o ciclo de tempo e temperatura de sinterização selecionado. A utilização de modelos matemáticos para obtenção dos valores de tenacidade à fratura e módulo de elasticidade, permitiu reduzir os custos da pesquisa uma vez que demandam uma menor quantidade de corpos-de-prova, já que são ensaios não destrutivos.

A falta de normas para os bráquetes cerâmicos e a escassez de estudos que avaliem propriedades como tenacidade à fratura, módulo de elasticidade, dureza e rugosidade dificultaram a discussão dos resultados encontrados nesta tese (SCOTT, 1988; ZINELIS et al., 2005; CHOI et al., 2013;). A execução de outros ensaios, como o método de elementos finitos, para avaliar o comportamento do material quanto à distribuição de tensões e prever o seu comportamento clínico, associada à avaliação de outras propriedades e de novos protocolos de produção são de grande importância para caracterização das potencialidades deste material tanto para Ortodontia quanto para outras áreas.

6. REFERÊNCIAS

ALVES, A. K. **Obtenção e controle da morfologia de aluminas sinterizadas por sol-gel**. 2005. 104f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais) - Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2005.

BERGMANN, C. P.; STUMPF, A. **Dental Ceramics: Microstructure, Properties and Degradation**. Porto Alegre: Springer, 2013.

BERTO, P. M. et al. Esthetic effect of orthodontic appliances on a smiling face with and without a missing maxillary first premolar. **Am J Orthod Dentofacial Orthop**, v. 135, n. 4 (suppl), p. S55-S60. 2009.

BIRNIE, D. Ceramic brackets. **Br J Orthod**, n.17, v.1, p. 71-74, 1990.

BORDIA, R. K.; CAMACHO-MONTES, H. Sintering: Fundamentals and Practice. In: BANSAL, N.P.; BOCCARCCINI, A.R. (Org) **Ceramics and Composites Processing Methods**. New Jersey: John Wiley e Sons, 2012, p. 1-41.

CHINELATTO, A. S. A. et al. Influence of heating curve on the sintering of alumina subjected to high-energy milling." **Ceram. Int.**, v.34, n.8, p.2121-2127, 2008.

CHOI, S. H.; KANG, D. Y.; HWANG, C.J. Surface roughness of three types of modern plastic bracket slot floors and frictional resistance. **Angle Orthod**, v. 14, Jun. 2013.

ELIADES, T. Orthodontic materials research and applications: part 2. Current status and projected future developments in materials and biocompatibility. **Am J Orthod Dentofacial Orthop** v.131, n. 2, p. 253-62., Feb. 2007

FISCHER, H.; WEISS, R.; TELLE, R. Crack healing in alumina bioceramics. **Dent Mater**, v. 24, n. 3, p. 328-32, Mar. 2008.

FLINN; B.D.; BORDIA, R.K.; ZIMMERMANN, A.; RÖDEL,J. Evolution of defect size and strength of porous alumina during sintering. **J. Eur. Ceram. Soc.** Kidlington, v. 20, n.14-15, p. 2561-2568, Dez, 2000.

FORRESTER, J.S. et al. Effect of mechanical milling on sintering behavior of alumina. **J. Australian Ceramic Society**, v. 44, n. 1, p. 47-52, 2008.

HENCH, L. L. Bioceramics - from Concept to Clinic. **J Am Ceram Soc.**, v. 74, n. 7, p. 1487-1510, 1991.

KINGERY, W. D. **Introduction to ceramics**, Nova York: Wiley, 1960.

LI, X., H. Liu, et al. Rapid synthesis of YAG nano-sized powders by a novel method. **Mat. Letters**, v. 58, n. 19, p. 2377-2380, 2004.

LIN, F.J.T., DeJONGUE, L.C.; RAHAMAN, M.N. Microstructure refinement of sintered alumina by a two-step sintering technique. **J. Am. Ceram. Soc.** Westerville, v. 80, n.9, p.2269–2277, 1997.

MEIKLE, M. C. Northcroft Memorial Lecture 2007. A century of progress: advances in orthodontics since the foundation of the British Society for the Study of Orthodontics. **J Orthod**, v. 35, n. 3, p. 176-90, Sep. 2008.

NAVARRO, M., A. Biomaterials in orthopaedics. **Journal of the Royal Society Interface**, v. 5, n. 27, p. 1137-1158, Oct. 2008.

PARK, J-Y., et al. Preparation of aluminum oxide particles using ammonium acetate as precipitating agent. **Mat. Letters**, v. 56 n. 4, p. 429-434, Oct. 2002.

REID, C. B. et al. A study in the mechanical milling of alumina powder. **Ceram Int**, v. 34, n.6, p. 1551-1556, Aug. 2008.

RIZKALLA, A. S.; JONES, D. W. Mechanical properties of commercial high strength ceramic core materials. **Dent Mater**, v. 20, n. 2, p. 207-12, Feb. 2004.

ROMAN, R., et al. Solar sintering of alumina ceramics: Microstructural development. **Solar Energy**, v. 82, n. 10, p. 893-902, Oct. 2008.

ROSVALL, M. D., et al. Attractiveness, acceptability, and value of orthodontic appliances. **Am J Orthod Dentofacial Orthop** v.135, n. 3, p. 276 e1-12; discussion 276-7, 2009.

SCHALLER, R. Mechanical spectroscopy of the high-temperature brittle-to-ductile transition in ceramics and cements. **J. Alloys Compound.**, v.310, n.1-2, p. 7-15, Sep. 2000.

SCOTT JUNIOR, G. E., Fracture toughness and surface cracks--the key to understanding ceramic brackets. **Angle Orthod**, v.58, n. 1, p. 5-8 1998.

WALTON, D. K. et al. Orthodontic appliance preferences of children and adolescents. **Am J Orthod Dentofacial Orthop**, v.138, n.6, p.698 e1-12; discussion 698-9, Dec. 2010.

ZINELIS, S. et al. Comparative assessment of the roughness, hardness, and wear resistance of aesthetic bracket materials. **Dent. Materials**, v._21, n. 9, p. 890-94, Sep. 2005.