CARACTERIZAÇÃO MICROGRÁFICA DE PRÓTESES DENTAIS DE ALUMINA INFILTRADA COM VIDRO DE LANTÂNIO E SUA CORRELAÇÃO COM A RESISTÊNCIA FLEXURAL POR TRÊS PONTOS¹

Vinicius Bemfica Barreira Pinto² Patrícia Tasca Galdino da Silva³ Raquel Costa da Silva⁴ Tsuneharu Ogasawara⁵

Resumo

Estudou-se a infiltração (em diferentes condições) do vidro de lantânio em alumina parcialmente sinterizada e a sua relação com a resistência flexural. As barras de In-Ceram Alumina, fraturadas em flexão por 3 pontos, foram lixadas, polidas e caracterizadas por microscopias ótica e eletrônica de varredura (MEV). Foram usadas 10 amostras para cada condição operacional. Resultados: (a) A MEV confirma que os núcleos de barras In-Ceram Alumina (sinterizados a 1120°C durante 2h) infiltrados a 1100°C durante 6h contém menos vidro de lantânio do que aqueles das barras infiltradas durante 6h a 1110°C; (b) A micrografia ótica confirma que os núcleos de barras In-Ceram Alumina (sinterizada a 1120°C durante 2h) infiltrada durante 6h (ou 2h) nas temperatruras de 1100°C, 1100°C, 1120°C e 1130°C não se diferem notavelmente; (c) A MEV mostra que a microestrutura interna de barras In-Ceram Alumina infiltradas com vidro de lantânio a 1120°C e 1130°C e complexa. **Palavras-chave**: Cerâmica dental; Alumina infiltrada com vidro; Análise ceramográfica; Resistência flexural por três pontos.

MICROGRAPHIC CHARACTERIZATION OF LANTHANUM GLASS INFILTRATED ALUMINA DENTAL PROSTHESIS AND ITS CORRELATION TO THE THREE-POINT FLEXURAL STRENGTH

Abstract

It was studied the infiltration of partially sintered alumina (under different conditions) by lanthanum alumino-silicate glass and its relation to the three-point flexural strength. The In-Ceram alumina bars, fractured by flexural test, were ground by sand-paper, polished, and characterized by optical and scanning electron microscopy (SEM). It was used 10 samples for each operational condition. Results: a) The SEM confirmed that the core of the In-Ceram[®] alumina bars (sintered at 1120°C for 2h) infiltrated at 1100°C during 6h contain less lanthanum glass than that of alumina bar infiltrated by glass at 1110°C for 6h; (b) The optical micrography confirmed that the cores of the In-Ceram[®] Alumina bars (sintered at 1120°C for 2h) at temperatures of 1100°C, 1120°C and 1130°C do not differe significantly each other; (c) The SEM showed that the internal microstructure of the In-Ceram[®] Alumina bars infiltrated with lanthanum glass at 1120°C and 1130°C is complex.

Key words: Dental ceramics; Glass-infiltrated alumina; Ceramographic analysis; Three-point flexural strength.

³ Aluna de Engenharia de Materiais, Escola Politécnica da UFRJ.

¹ Contribuição técnica ao 62° Congresso Anual da ABM – Internacional, 23 a 27 de julho de 2007, Vitória – ES, Brasil.

² Dentista, M.Sc., Doutorando em Eng.Met.Materiais, PEMM/COPPE/UFRJ.

⁴ Dentista, M.Sc.Eng. Met. Materiais, COPPE/UFRJ.

⁵ DSc., Prof.Associado, COPPE/UFRJ

1 INTRODUÇÃO

A In-Ceram[®] Alumina, inventada em 1987 por Tyzblat⁽¹⁾ (como reportado por Wildgnoose et al.⁽²⁾) é um compósito cerâmico, de alta resistência mecânica, empregado na fabricação de coroas dentárias e prótese parcial fixa anterior de até três elementos.⁽³⁻⁵⁾ A alumina processada pelo uso da técnica de colagem em barbotina (pelo pincelamento de uma barbotina contendo 65% de alumina sobre a superfície de um molde de plástico) e sinterizada em baixas temperaturas (aquecimento da alumina até 1100°C onde permanece durante 2h) dá origem a uma subestrutura porosa (18 MPa de resistência mecânica) capaz de suportar o manuseio e a usinagem que é subsegüentemente infiltrada por um vidro de aluminosilicato de lantânio objetivando sua densificação e fortalecimento,⁽⁶⁾ que depende da pleno molhamento da alumina parcialmente sinterizada pelo vidro líquido.⁽⁷⁾ A diferença de coeficientes de expansão térmica entre a alumina e o vidro conduz a uma tensão compressiva na interface alumina-vidro, o que aumenta a resistência mecânica do material,^(2,8) que apresenta uma resistência flexural de 300 MPa a 600 MPa,⁽⁹⁾ substancialmente maior do que aquelas de outros materiais cerâmicos usados anteriormente. Após isto, a infraestrutura limpa (tendo removido o excesso de vidro) recebe um revestimento de porcelana de cobertura (ao redor de 900°C) para conferir forma, função e estética semelhante àquelas do dente natural.⁽¹⁰⁾

O sistema In-Ceram[®]Alumina ocupa uma posição de destaque devida à sua fiel adaptação marginal em coroas unitárias terminadas com ombros arredondados (como um resultado do alto teor de alumina, com tamanhos de partícula na faixa de 0,5 a 3,5 µm com tamanho médio igual a 2,85 µm⁽¹¹⁾), associada a uma baixa retração linear (de apenas 0,3% na sua sinterização a 1120°C), compensada pela expansão do molde de plástico especial na sua cura (0,4%), o que resulta em praticamente nenhuma contração global⁽⁶⁾ e devido ao seu processo de fabricação simples⁽¹²⁻¹⁴⁾, bem como uma adaptação precisa⁽¹¹⁾ e uma infra-estrutura bifásica com duas fases contínuas.

Próteses parciais fixas integralmente cerâmicas (PPFs) devem ter altura e largura suficientes para suportar os esforços mastigatórios, o que em In-Ceram[®]Alumina significa conectores tendo 4mm na direção gengival-oclusal e 3mm na direção bucal-lingual.⁽⁵⁾

O presente trabalho teve por objetivo estudar a correlação entre a microestrutura do casquete cerâmico com a sua resistência flexural por 3 pontos.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Os materiais empregados no estudo foram: placas acrílicas, discos de carborundum para corte das placas acrílicas, polivinilsiloxano (Elite Doublé), Gesso para In-Ceram[®]Alumina, pó de alumina, solvente aquoso, aditivo para In-Ceram[®]Alumina, pó de vidro de alumino-silicato de lantânio, pasta de alumina para polimento, pasta de diamante de 1 a 4 µm para polimento.

Os equipamentos usados foram vibrador de gesso VH Softline, misturador ultrassônico Vitasonic II, Forno Inceramat 3, Forno Vita Vacumat 40, micromotor de baixa rotação (W&H MF-Percta) para usinagem manual, broca de diamante de granulação grosseira (EVE-DIABOND DB-15g), Jateador Trijet Easy-Blast (Bego), máquina universal de ensaios mecânicos EMIC (DL-1000), Microscópio Eletrônico de Varredura (JEOL, JSM-64860 LV).

Sessenta corpos de prova de In-Ceram[®]Alumina foram fabricados (com 4mm de largura, 25mm de comprimento e 1,4mm de espessura) em estado parcialmente sinterizado de acordo com a norma ISO (ISO 6871; 1995(E)), que especifica largura = $4\pm0,25$ mm, comprimento mínimo = 20mm e espessura = $1,2\pm0,2$ mm. Estes corpos de prova foram preparados usando 2 modelos de acrílico, como descrito abaixo.

O primeiro modelo acrílico possuindo uma seção reta retangular e medindo 2mm x 5mm x 25mm foi usado para produzir um molde de polivinilsiloxano. Este molde foi enchido com gesso comercial para o sistema In-Ceram[®]Alumina, após manuseio (ajudado com espátula) de acordo com a instrução do fabricante, que consistiu no uso de 20g de pó de plástico e 4,6ml de água bi-destilada; após o manuseio o gesso foi vazado no molde de polivinilsiloxano sob ação de um vibrador de gesso (VH softline), para evitar a retenção de bolha. O processo de cristalização do gesso completou-se em 2h, após o que foi removido do molde e lixado a seco (com lixa d´água) e verificado quando às suas dimensões devidas (2mm x 5mm x 25mm) usando um calibre.

O segundo modelo de acrílico foi construído com dimensões 4mm x 5mm x 25mm (que são as dimensões do espaço ocupado pelo modelo de gesso acima citado [2mm x 5mm x 25mm], acrescido do volume a ser ocupado pelo futuro corpo de prova de In-Ceram®Alumina [1,2±0,2mm x 4±0,25mm x 25mm] mais um excesso de alumina a fim de obter um perfeito corpo de prova por meio de usinagem do corpo de prova parcialmente sinterizado, previamente feito por colagem em barbotina. Este modelo também serviu para obter um segundo molde de polivinilsiloxano cujo papel foi a fabricação do substrato de gesso sobre o qual a barbotina de In-Ceram®Alumina foi colada para alcançar a borda superior do molde de polivinisiloxano.

Uma vez completada a colagem da barbotina sobre o molde de gesso, a barra-dupla (barra verde de alumina + barra de gesso) foi removida do molde de polivinilsiloxano e submetida a lento aquecimento e sinterização no forno Vita Inceramat®3, seguindo o programa de aquecimento recomendado pelo fabricante (pré-aquecimento até 120°C numa taxa de 20°C/h, seguido de um segundo aquecimento numa taxa de 500°C/h de 120°C até 1120°C, onde foi mantido durante 2h, seguido por resfriamento no interior do forno.

As 60 amostras sinterizadas foram divididas em sub-grupos de 10 amostras cada para a próxima etapa que consistiu de infiltração de vidro de alumino-silicato de lantânio, o que foi executada em 6h nas seguintes temperaturas diferentes: 1100°C (Grupo I), 1110°C (Grupo II), 1120°C (Grupo III) e 1130°C (Grupo IV), enquanto que infiltração durante 2h a 1110°C deu o Grupo V. As 10 restantes amostras sinterizadas serviram para exames de microscopia eletrônica de varredura no estado parcialmente sinterizado, sem infiltração de vidro, bem como repetição de testes de infiltração confirmatórios.

Cada amostra de alumina parcialmente sinterizada recebeu cobertura de pó de vidro de lantânio misturado com água na posição como colocado sobre uma placa de platina (95%Pt + 5%Au). O histórico térmico da infiltração de vidro (realizado no forno Inceramt 3) foi o seguinte: introdução no forno pré-aquecido a 200°C, aquecimento até 1110°C (1100°C, 1120°C ou 1130°C) em aproximadamente 30 minutos, manutenção na temperatura de infiltração durante 6h (Grupos I ao IV) ou 2h (Grupo V).

Após a infiltração de vidro, o excesso de vidro existente em cada amostra foi removido por meio de broca de diamante numa peça de mão com micromotor (W&H MF-Perfecta) operando a 30000 rpm, a fim de alcançar as dimensões de 1,4mm x

4mm x 25mm. A etapa seguinte foi o jateamento com partículas de alumina de 80μ m e pressão de 2,5 bar. As barras limpas lixadas a úmido em lixas de carbeto de silício de granulação 220, 360, 600 e 1200, seguido de polimento final com pasta de diamante de 2 a 4μ m.

Após o acabamento superficial, as barras de alumina foram submetidas a 2 queimas de controle em forno Vita Vacumat 40, mediante aquecimento direto até 600°C e aquecimento subseqüente até 960°C em 5 minutos (72°C/minuto), manutenção durante 10 minutos a 960°C e resfriamento.

O ensaio flexural por 3 pontos foi feito numa máquina universal de ensaios mecânicos EMIC DL1000. A distância entre os apoios (de acordo com a norma ISO 6872, 1995(E) para cerâmicas dentais) foi de 12mm e a velocidade de descida da máquina foi de 0,5 mm/min. De acordo com a norma ASTM C1161-90 o comprimento dos cilíndricos de apoio deveria ser igual a 3 vezes o comprimento das barras testadas e o seu diâmetro igual a 1,5 vezes a espessura da barra testada, o vão entre apoios ("spam") devendo ser controlado com precisão igual a $\pm 0,10$ mm. A cabeça aplicadora da carga flexural deveria situar no meio do vão ("spam") com uma tolerância de $\pm 0,10$ mm. Todos estes requisito foram seguido para a realização dos ensaios mecânicos.

A superfície de fratura de cada uma das barras submetidas ao ensaio flexural foi lixada e polida (com alumina e pasta de diamante) para exame ceramográfico (ótico e eletrônico de varredura). A determinação do tamanho médio do grão de alumina nas barras In-Ceram[®]Alumina foi feita medindo-se grão a grão, numa impressão tamanho A4 de uma apropriada micrografia eletrônica de varredura da supra-referida seção polida da amostra fraturada: cada grão foi medido em 4 direções distintas ("vertical", "horizontal" e nas duas bissetrizes em relação a estas duas direções referenciais). Em cada impressão micrográfica foi determinado o número total de grãos de alumina, seu diâmetro médio e o correspondente desvio padrão. A porcentagem de fases foi determinada numa impressão tamanho A3 de uma apropriada micrografia eletrônica de varredura: efetuou-se a separação das 3 fases (poros, grãos de alumina e vidro infiltrado) por corte (usando bisturi e tesoura); os recortes de cada fase foram pesados numa balança analítica de 4 casas decimais, este peso constituindo uma integração da área parcial da fase numa amostragem de superfície de corte da barra e proporcional a li² (onde li é a aresta do cubo representativo do volume parcial da fase no volume total da cerâmica). Portanto, o volume de uma fase é proporcional a (Peso parcial da fase)^{3/2}. A soma dos volumes parciais das fases dá o volume total da cerâmica, V_{total} = Soma (V_i). Assim a porcentagem de vidro infiltrado = (Vvidro/Vtotal) x 100, uma relação semelhante aplicando-se para as outras fases (poros e grãos de alumina). Como o resultado final de interesse é porcentagem, não há problema nenhum no uso de peso como representante de I_i^2 e de seu uso na geração de V_i = (peso da fase i)^{3/2}.

3 RESULTADOS

A tabela 1 apresenta os resultados de resistência flexural juntamente com aqueles da porcentagem de vidro infiltrado. Pode-se ver que a infiltração numa temperatura menor do que a recomendada pelo fabricante (1100°C em vez de 1110°C) conduziu a uma porcentagem menor de vidro infiltrado no produto final, enquanto que a infiltração numa temperatura superior àquela recomendada pelo fabricante (1130°C em vez de 1110°C) conduziu também a uma menor porcentagem de vidro no produto final. Isto parece indicar que 1110°C recomendada pelo fabricante representa uma condição ótima cujas razões não são conhecidas na literatura.

Grupos	de	Resistência flexural ((MPa)	%	de	Vidro
amostras		Média	Desvio Padrão	Infiltra	Ido	
1		580,75	99,21	5,67		
II		605,47	75,17	9,57*		
111		579,34	92,14	ND		
IV		590,40	139,31	8,31		
V		410,16	178,19	ND		

Tabela 1 – Resistência flexural por 3 pontos e porcentagem de vidro infiltrado.

ND = não disponível. *(desvio padrão de 5 amostras micrográficas = 2,51%).

A Tabela 2 mostra os resultados de tamanho médio do grão de alumina nas amostras micrográficas dos 5 grupos de amostras. Considerando os tamanhos médios dos grão de alumina de todos os grupos observados, bem como os seus desvios padrões, conclui-se que pequenas diferenças na temperatura de infiltração do vidro não acarretaram diferenças nos tamanhos de grão de alumina do produto final, ou seja, desprezível efeito da sinterização complementar.

 Tabela 2 – Tamanho médio dos grãos de alumina nos produtos finais dos 5 Grupos de amostras do presente estudo.

Grupos de amostras	Tamanho de grão de alumina (µm)		
	Médio	Desvio Padrão	
1	1,62	0,99	
	1,76	0,84	
=	ND	ND	
IV	1,608*	0,88**	
V	ND	ND	

ND = não disponível. *(média das médias de 5 amostras micrográficas do mesmo Grupo). **(desvio padrão médio dos desvios padrões de 5 amostras micrográficas do mesmo grupo).

A Figura 1 apresenta as micrografias eletrônicas de varredura representativas dos três Grupos examinados aqui. Estas micrografias corroboram visualmente a essência do que dizem os números da Tabela 2.





Figura 1 – Micrografias eletrônicas de varredura de amostras do: (a) Grupo I, (b) Grupo II e (c) Grupo IV.

A Figura 2 mostra micrografias óticas dos núcleos (região central da seção de fratura, após lixada e polida) das amostras dos 5 Grupos estudados, não revelando nenhuma diferença flagrante de microestrutura ou de porosidade entre elas.





Figura 2. Micrografias óticas dos núcleos das seções de fratura (lixadas e polidas) de amostras dos Grupos I a V. (m = meio ou núcleo, s = borda sul).

4 DISCUSSÃO

Conforme detalhadamente discutido na pesquisa de dissertação de mestrado de Raquel⁽¹⁵⁾, da qual este trabalho é uma extensão, o módulo de Weibull resultou igual a 6,4, 8,73, 8,57, 3,86 e 2,25, com coeficientes de correlação de 97%, 98%, 91%, 95% e 97%, respectivamente, para os Grupos I a V no que tange aos resultados de resistência flexural por 3 pontos. O aumento do valor do módulo de Weibull (m) significa menor dispersão dos resultados e maior confiabilidade dos mesmos.^(16,17) No presente trabalho, o módulo de Weibull do Grupo I é menor do que aquele do Grupo II (infiltração como recomendado pelo fabricante), o que pode corresponder a uma condição ótima de infiltração (encontrada em pesquisa do fabricante) e provavelmente decorrente do comportamento reológico do vidro de alumino-silicato de lantânio em função da temperatura de infiltração. Cabe lembrar que todo vidro é metaestável e tenderá a cristalizar-se (com enorme aumento da viscosidade, que pode perfeitamente prejudicar a efetiva introdução do vidro nos poros da infra-estrutura de alumina parcialmente sinterizada).

Naturalmente, o aumento da temperatura de infiltração do vidro (acima daquela da sinterização parcial prévia, como nos casos dos Grupos III e IV) pode implicar numa sinterização complementar paralela da alumina à infiltração do vidro, dificuldade a eficiência desta última. É claro que os melhores resultados de penetração capilar de vidro líquido em estruturas cerâmicas porosas ocorre quando os poros são adequadamente grandes.⁽¹⁸⁾ Aqui também pensou-se nesta hipótese, mas os resultados micrográficos obtidos não corroboram nesta direção. É claro que, pesquisa mais pormenorizada, confrontando a distribuição dos poros superficiais das barras de alumina infiltradas com vidro com o que acontece no interior da mesma barra deveria ser ainda examinada (uma vez que a superfície da barra é sempre mais quente do que o interior (pela simples razão de barreira de transmissão de

calor da superfície para o interior). Este trabalho não chegou a ser realizado aqui por simples falta de oportunidade temporal.

Todavia, necessariamente, a variação do comportamento reológico do infiltrante vidro de alumino-silicato de lantânio terá que ser examinado para explicar por que uma temperatura mágica de infiltração de 1110°C oferece os melhores resultados de infiltração e de resistência flexural.

5 CONCLUSÕES

(a) Pequenas diferenças de temperatura de infiltração de vidro de lantânio (acima de 1110°C, como recomendado pelo fabricante) não afetam a resistência flexural do casquete de alumina infiltrada com o referido vidro porque o efeito desta variação de temperatura sobre a quantidade de vidro infiltrado no produto final não é significativo; temperatura de infiltração menor do que 1110°C, efetivamente reduz a quantidade de vidro infiltrado.

(b) O exame micrográfico, após lixa e polimento, das seções de fratura dos corpos de prova de teste flexural não revelaram nenhum aumento significativo do tamanho de grão de alumina com o aumento da temperatura de infiltração de vidro acima de 1110°C recomendado pelo fabricante.

(c) Um exame mais acurado da alteração morfológica da camada superficial das amostras infiltradas pelo vidro de lantânio (em contraste com as características do interior das mesmas amostras) deveria ser realizado, mas um exame da variação do comportamento reológico do vidro de lantânio com função da temperaltura acima de 1110°C deveria ser necessariamente realizada no sentido de obter um melhor entendimento dos resultados de resistência flexural obtidos no presente trabalho.

Agradecimentos

Os autores agradecem a todos que direta ou indiretamente contribuíram para a concretização deste trabalho, em particular ao CNPq e à FAPERJ pelo apoio financeiro (Pronex de Cerâmicas Dentais, Proc. E-26/171.204/2003).

REFERÊNCIAS

- 1 Tyszblat, M., "Process for the Preparation of a Dental Prosthesis by Slight Solid Phase Fritting of a Metal Oxide Based Infrastructure", *United States Patent* n^o 4,772,436, USA, September 20, 1988.
- 2 Wildgnoose, G.D., Johnson, A., Winstanley, R.B., "Glass/ Ceramic/ Refractory Techniques, their Development and Introduction into Dentistry: A historical review", *The J. Prosth. Dent.*,2004, v. 91, n. 2, pp. 136-43.
- 3 Mc Laren, E.A., White, S.N., "Survival of In-Ceram Crowns in a Private Practice: a Prospective Clinical Trial", *The J. Prosth. Dent.* 2000, v. 83, n. 2, pp. 216-22, Feb.
- 4 Raigrodski, A., J., "Contemporary Materials and Technologies for All-Ceramic Fixed Partial Dentures: A Review of the Literature", *The J. Prosth. Dent.* 2004, vol. 92, pp. 557-562.
- 5 Raigrodski, A., J., Chiche, G.J., "The Safety and Efficacy of Anterior Ceramic Fixed Partial Dentures: a Review of the Literature", *The J. Prost. Dent.* 2001, vol. 86, n. 5, pp. 520-525.

- 6 Xiao-Ping, L.; Jie-Mo, T.; Yun-long, Z.; Ling, W.; "Strength and Fracture Toughness of MgO-modified Glass Infiltrated Alumina for CAD/CAM", *Dent. Mater.* 2002, v.18, pp. 216-20.
- 7 Rizkalla, A.S., Jones, D.W. (2004), "Mechanical Properties of Commercial High Strength Ceramic Core Materials", *Dent. Mater.*, 2004, v. 20, n. 3, pp. 207-12.
- 8 Wood, D.J., *et al.* "Preliminary Investigation of a Novel Retentive System for Hydrofluoric and Etch-Resistant Dental Ceramics", *The J. Prosth. Dent.* 1997, v. 78, n. 3, pp. 275-80, Sep.
- 9 De Miranda, C.C. (1999), "In-Ceram Alumina System", *Rev. Bras. Prót. Clín. Laborat.*, 1999, ano 1, n.2.
- 10 Apholt, W., Bindl, A., Lüthy, H., Mörmann, W.H., "Flexural Strength of Cerec 2 Machined and Jointed InCeram-Alumina and InCeram-Zirconia Bars", *Dent. Mater.* 2001, v.17, n.3, pp. 260-267, May.
- 11 Lee, D.Y., Kim, D.J., Kim, B-Y., Song Y-S., "Effect of Alumina Particle Size and Fracture Toughness of Alumina-glass Composites Prepared by Melt Infiltration", *Mater. Sci. Eng.* 2003, A341, pp. 98-105.
- 12 Kern, M., Thompson, V.P., "Sandblasting and Silica Coating of a Glass Infiltrated Alumina Ceramic: Volume Loss, Morphology, and Changes in the Surface Composition", *The J. Prosth. Dent.* 1994, v. 71, n. 5, pp. 453-61, May.
- 13 Kern, M., Thompson, V.P., "Bonding to Glass Infiltrated Alumina Ceramics: Adhesive Methods and their Durability", *The J. Prosth. Dent.*1995, v. 73, pp. 240-9, March.
- 14 Madani, M.; , "Effects of Surface Treatments on Shear Bond Strengths Between a Resin Cement and Alumina Core", *The J. Prosth. Dent.* 2000, v. 83, n. 6, pp. 644-7, Jun.
- 15 Silva, R.C., Influência do Processamento de Infiltração na Resistência à Flexão e na Microestrutura do Compósito Alumina-Vidro de Lantânio, Dissertação de Mestrado em Eng.Met. e de Materiais, COPPE/UFRJ, concluída em março/2006, xiv, 101p.
- 16 Sullivan, J.D., Lauzon, P.H., "Experimental Probability Estimators for Weibull Plots" *J. Mater. Sci. Lett.* 1986, vol. 5, pp. 1245-1247.
- 17 Göhring, T.N., Gallo, L., Lüthy, H., "Effect of Water Storage, Thermocycling, the Incorporation and Site of Placement of Glass-Fibers on the Flexural Strength of Veneering Composite", *Dent. Mater.* 2005, vol. 21, pp. 761-772.
- 18 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, Mater. Sci. Eng. 2003, A341, 98-105