

# CARACTERIZAÇÃO MICROGRÁFICA DE PRÓTESES DENTAIS DE ZTA INFILTRADA COM VIDRO DE LANTÂNIO E SUA CORRELAÇÃO COM RESISTÊNCIA FLEXURAL POR TRÊS PONTOS<sup>1</sup>

*Vinicius Bemfica Barreira Pinto<sup>2</sup>  
Patrícia Tasca Galdino da Silva<sup>3</sup>  
Marcus Vinicius Ruybal Bica<sup>4</sup>  
Maria Cecília de Souza Nóbrega<sup>5</sup>  
Tsuneharu Ogasawara<sup>6</sup>*

## Resumo

Visou-se a caracterização do grau de infiltração do vidro de lantânio em próteses dentais de ZTA parcialmente sinterizada como função das condições de processo e sua correlação com a resistência flexural, com ênfase em microscopia eletrônica de varredura (MEV). Após a sua fratura em ensaio flexural por 3 pontos, barras de In-Ceram<sup>®</sup>ZTA foram lixadas e polidas e caracterizadas por microscopias ótica e eletrônica de varredura. Foram usadas cerca de 10 amostras para cada condição operacional. Resultados: (a) Barras de In-Ceram<sup>®</sup>ZTA de 3mm de espessura não conseguem alcançar uma completa infiltração de vidro de alumino-silicato de lantânio até o seu núcleo nas condições operacionais recomendadas pelo fabricante; (b) A MEV com elétrons retro-espalhados é de fato uma técnica adequada para o estudo da infiltração do vidro de lantânio em barras In-Ceram<sup>®</sup>ZTA.

**Palavras-chave:** Cerâmicas dentais; In-Ceram<sup>®</sup>ZTA; Resistência flexural; Caracterização por MEV.

## MICROGRAPHIC CHARACTERIZATION OF La-GLASS INFILTRATED ZTA DENTAL PROSTHESIS AND ITS CORRELATION TO THE THREE-POINT FLEXURAL STRENGTH

### Abstract

It was characterized the degree of lanthanum glass infiltration into partially sintered ZTA dental infrastructure as a function of the processing conditions and its correlation to the flexural strength, emphasizing scanning electron microscopy (SEM). After their fracture at the end of three-point flexural strength test, Inceram<sup>®</sup>ZTA bars have been ground and polished and characterized by optical and SEM. It was used about 10 samples for each operational condition studied. Results: (a) 3mm thick In-Ceram<sup>®</sup>ZTA bars do not achieve a complete lanthanum alumino-silicate glass infiltration up to their core under operational conditions recommended by the manufacturer; (b) SEM with back-scattered electrons is effectively a suitable technique for studying infiltration of lanthanum glass into in-Ceram<sup>®</sup>ZTA bars.

**Key words:** Dental ceramics; In-Ceram<sup>®</sup>ZTA; Flexural strength; SEM characterization.

<sup>1</sup> *Contribuição técnica ao 62º Congresso Anual da ABM – Internacional, 23 a 27 de julho de 2007, Vitória – ES, Brasil.*

<sup>2</sup> *Dentista, M.Sc., Doutorando em Eng.Met.Mat., COPPE/UFRJ.*

<sup>3</sup> *Aluna de Engenharia de Materiais, Escola Politécnica da UFRJ.*

<sup>4</sup> *Dentista, M.Sc. PEMM, COPPE/UFRJ.*

<sup>5</sup> *D.Sc., Prof. Adjunta da Escola Politécnica da UFRJ.*

<sup>6</sup> *D.Sc., Prof. Associado da COPPE/UFRJ.*

## 1 INTRODUÇÃO

As cerâmicas odontológicas já constituem a opção mais estética para a substituição parcial ou total de tecidos dentários perdidos, sendo, no entanto, suscetíveis às fraturas quando expostas às tensões de tração ou flexão, devido à baixa tenacidade à fratura e limitada resistência mecânica quando comparada às ligas dentárias. Por isso, as próteses parciais fixas têm merecido intensivos estudos para minimizar os insucessos clínicos,<sup>(1-5)</sup> ao mesmo tempo em que se obtém dureza similar à do esmalte dentário aliado à boa inércia química.

O método In-Ceram® foi desenvolvido através do pincelamento de barbotina (Slip Coating) do óxido de alumínio usado para construção da infra-estrutura, a qual é sinterizada parcialmente até obter uma microestrutura com poros abertos e interconectados. O material obtém sua resistência através da infiltração de vidro de lantânio no material poroso com um vidro de lantânio.<sup>(1,6,7)</sup> Com a finalidade de aumentar a tenacidade à fratura do material ( $K_{Ic}$ ), óxido de zircônio pode ser adicionado,<sup>(8-10)</sup> resultando em ZTA (alumina tenacificada pela zircônia). A adição de 33 % de zircônia eleva a resistência flexural até 630 ( $\pm$  58) MPa enquanto que o  $K_{Ic}$  dobra.

As ZTAs utilizadas em odontologia são indicadas para confecção de infra-estrutura de próteses parciais fixas posteriores (PPFP). O In-Ceram® Zircônia, ICZ, por ser um compósito de ZTA, possui propriedades mecânicas superiores àquelas do In-Ceram® Alumina. Essas propriedades superiores qualificam este material para ser utilizado em próteses parciais fixas posteriores.<sup>(1,11,12)</sup>

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Trinta corpos de prova em formato de barras, de 25,0 mm de comprimento e de seção retangular (4,0 mm de largura por espessura igual a 1,0 mm ou 2,0 mm ou 3,0 mm) foram divididos em 3 grupos de 10 amostras (um grupo para cada espessura).

Modelos de acrílico (de espessuras de 3, 4, 5 e 6 mm, com 25,0 mm de comprimento e 4,0 mm de largura) foram usados na confecção dos moldes de polivinilsiloxano Elite Double 8 (Zhermack, Itália) com os quais foram obtidos tantos os moldes de gesso para colagem quanto as barras de corpos de prova de ZTA.

Após o preenchimento do molde de polivinilsiloxano com o gesso, esperou-se pelo menos 2 horas antes de retirar o modelo já cristalizado. O gesso então removido recebeu um acabamento com lamina de bisturi nº 12 e lixa nº 600 e 1200 (a seco), para corrigir qualquer diferença entre este e o modelo de acrílico.

Após o acabamento, o modelo de gesso especial é posicionado dentro de um dos outros moldes de polivinilsiloxano (1mm, 2mm e 3mm mais profundos) para confecção dos corpos de prova In-Ceram® Zircônia (ZTA).

A barbotina da ZTA foi então manipulada de acordo com as especificações do fabricante e então vertida nos moldes de polivinilsiloxano, contendo no seu fundo uma barra de gesso para colagem.

Durante o pincelamento da barbotina, o molde de polivinilsiloxano foi posicionado sobre o vibrador de gesso, para que a vibração auxiliasse no escoamento da suspensão e reduzisse a probabilidade de ocorrência de bolhas na amostra.

O conjunto modelo + amostra é posicionado na base de alumina do forno Incerammat 3® (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha), para poder ser

sinterizada parcialmente de acordo com a programação preestabelecida pelo fabricante.

Após a sinterização parcial os corpos de prova de ZTA, são usinados a seco com auxílio de pedras montadas de diamante a 5000 rpm, com o auxílio de micro-motor W&H, MF-PERFECTA 9975 até alcançarem as dimensões corretas.

Após a usinagem, os corpos de prova foram posicionados sobre uma lâmina de platina (95% Pt + 5% Au), recobertos com a suspensão de vidro de alumino-silicato de lantânio em água bi-distilada e então levada ao Inceramat 3® para ser realizada a infiltração de vidro. Em todas as amostras, foi utilizada a mesma cor do vidro de lantânio (Z22) e do mesmo lote (lote nº. 6491).

O excesso de vidro das amostras foi removido com a utilização de pontas diamantadas (EVE-DIABOND- granulação grossa DB-15g) a 20000 rpm, com o auxílio do micro-motor W&H, MF-PERFECTA 9975, seguindo sempre a mesma orientação de sentido e direção. Após a remoção inicial do excesso de vidro de lantânio, procedeu-se o jateamento com óxido de alumínio de 110 µm de tamanho de partícula e pressão constante de 3,5 bar. As amostras foram posicionadas a aproximadamente 2,5 a 3,0 cm de distância da saída do jato de alumina com uma angulação de 45° em relação à mesma.

Após a constatação por meio de inspeção visual que todo o excesso de vidro lantânio foi removido, proporcionando desta forma uma superfície sem brilho, as amostras são posicionadas sobre uma lâmina de vidro e levadas ao interior do Vacumat 40®. O forno é pré-aquecido até 600°C, a partir de então a base de alumina é elevada automaticamente, fechando desta forma o compartimento do forno. Durante os 5 minutos subseqüentes, o forno aquece-se até 1000°C onde então permanece por mais 5 minutos. O processo inteiro decorre sem vácuo.

Depois de remover todo o excesso de vidro das amostras, as arestas são ligeiramente arredondadas e os corpos de prova são polidos, a seco, com lixas d'água com granulação de 220, 360, 600, e por fim com lixas d'água 1200 com o auxílio da pasta de polimento produzida com diamante de granulação 2 a 4 µm (DIAMOND EXCEL, FGM).

A resistência flexural uniaxial foi aferida através do teste de flexão a três pontos, de acordo com as diretrizes da ISO 6872<sup>(13)</sup>, em uma máquina de ensaios mecânicos (EMIC modelo DL 1000, São José dos Pinhais, Brasil) com velocidade de 0,5mm/s e distância entre os apoios de 14 mm.

O valor da resistência à flexão a três pontos (M) foi calculado a partir da equação:

$$M = (3WI / [2bd^2])$$

onde W é tensão de fratura (N); l é a distancia entre os apoios do teste (mm); b e d são, respectivamente a largura e espessura do corpo de prova (mm).

Devido às dimensões inadequadas das garras originais da EMIC modelo DL 1000, um conjunto de novas garras foi projetado e confeccionado para que as normas da ISO 6872<sup>(13)</sup> fossem seguidas.

As amostras foram submetidas à limpeza com álcool isopropílico previamente ao ensaio mecânico.

**Tabela 1** – Diâmetro dos apoios cilíndricos de acordo com o grupo de teste

Grupo	Espessura da Amostra (mm)	Diâmetro do Apoio Cilíndrico (mm)
1	1,00	1,4
2	2,00	2,9
3	3,00	4,5

Os apoios cilíndricos intercambiáveis das garras foram confeccionados com diâmetro de aproximadamente 1,5 vezes a espessura dos corpos de prova (ASTM, Designation C 1161-90)<sup>(14)</sup>, de acordo com a Tabela 1.

Os corpos de prova, após fraturados no teste flexural por três pontos, foram lixados e polidos, para que pudéssemos analisar a composição e infiltração do vidro no material cerâmico. Após o polimento, foram analisados por microscopia ótica e eletrônica de varredura. Obtivemos maior retorno proveniente desta última mediante a impressão da micrografia em tamanho A3 e a separação das fases (poros, vidro, zircônia e alumina) por corte (usando bisturi e tesoura). A integração da área proporcional a  $l_i^2$  (onde  $l_i$  representa o lado de um cubo quantificador do volume da fase no volume global da peça cerâmica considerada). O volume do cubo da referida fase é  $V_i = l_i^3$  onde  $l_i$  é proporcional à raiz quadrada do peso de papel correspondente à particular fase separada por recorte. A pesagem de cada fração de recortes de papel foi feita numa balança analítica de 4 casas decimais. O volume global da cerâmica ( $V_t$ ) a ser considerado é igual à soma dos volumes parciais das fases. A porcentagem volumétrica de cada fase é igual a  $= (V_i / V_t) \times 100$ , e, portanto, o uso de unidade artificial para volumes parciais (proporcionais aos pesos das fases, conforme separadas por recorte de impressão micrográfica) não compromete o resultado final.

### 3 RESULTADOS

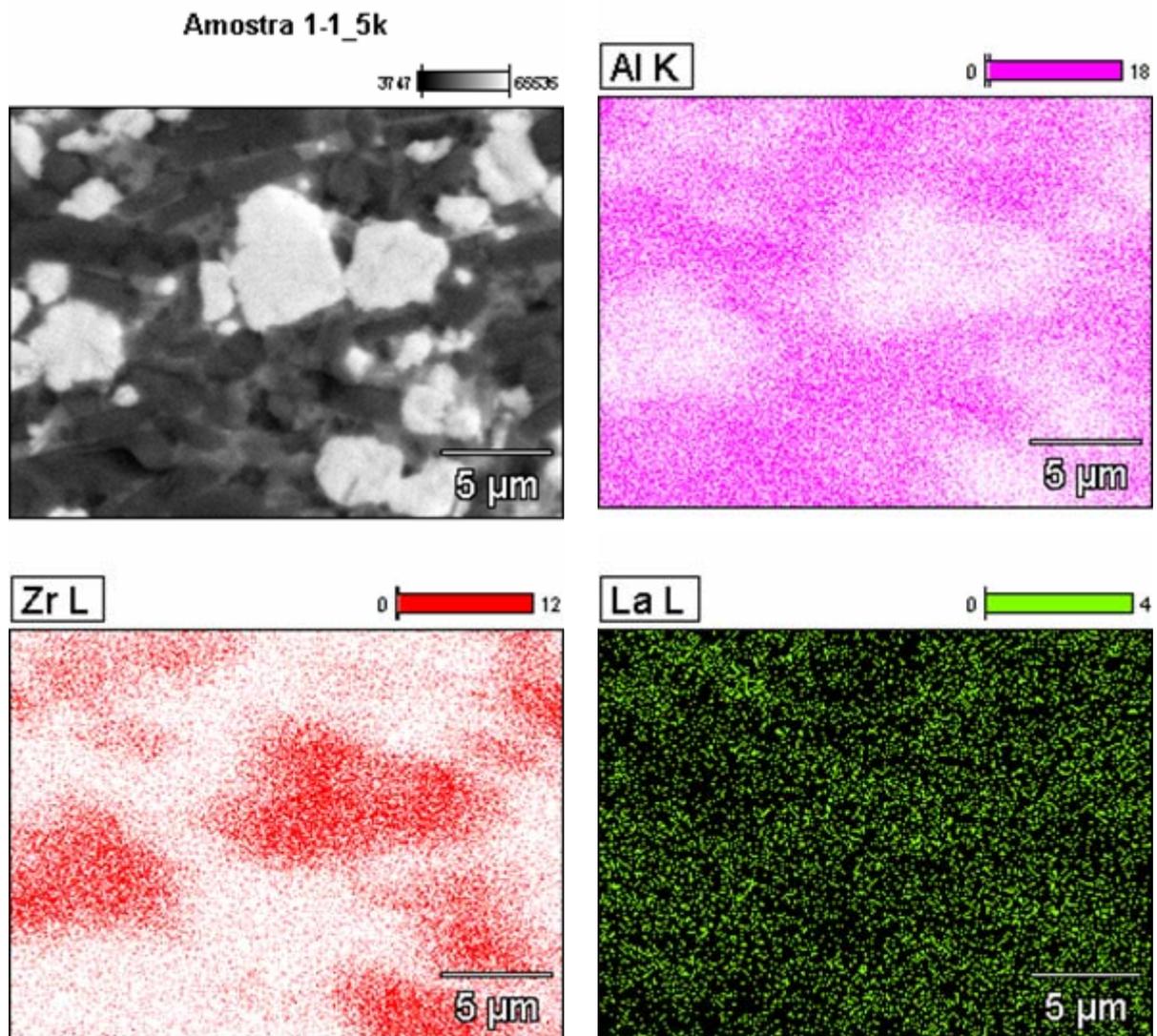
Os valores individuais relativos aos ensaios de resistência flexural uniaxial a três pontos, as médias e desvio padrão dos grupos 1, 2 e 3 estão descritos na Tabela 2.

**Tabela 2** – Resultados dos valores médios de força máxima, resistência à flexão e desvio padrão da resistência à flexão dos grupos analisados.

Grupo	Força Máxima (N)	Resistência Flexural (MPa)	Desvio Padrão
1	<b>104,69</b>	<b>549,60</b>	<b>87,34</b>
2	<b>323,63</b>	<b>424,77</b>	<b>110,91</b>
3	<b>714,66</b>	<b>422,84</b>	<b>78,04</b>

As superfícies de fratura dos corpos de prova foram analisadas através da microscopia eletrônica de varredura (MEV - JOEL 6460LV) com a utilização de elétrons retroespalhados.

A Figura 1 demonstra uma análise de mapeamento por EDS dos elementos alumina, zircônia e lantânio, caracterizando assim, as fases presentes no material.



**Figura 1.** Análise de EDS – mapeamento

A Tabela 3 apresenta as porcentagens volumétricas das fases encontradas em amostra micrográficas de elétrons retroespalhados. Pode-se observar que o aumento da espessura do corpo de prova implica um decréscimo da porcentagem de vidro infiltrado.

**Tabela 3** – Porcentagens volumétricas de fases em amostras micrográficas dos grupos 1, 2 e 3 de In-Ceram® ZTA.

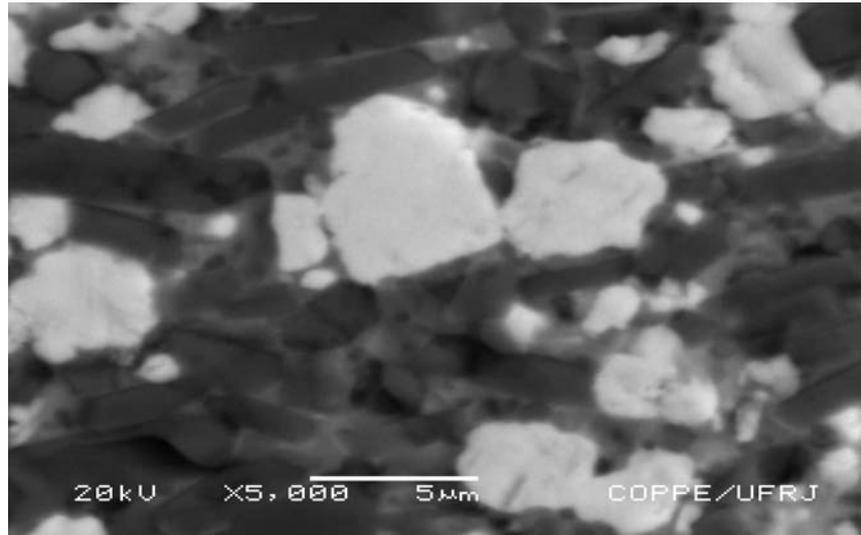
Amostras	% Volumétricas de fases			
	Poros	Vidro	Alumina	Zircônia
Grupo(1): 1-1	0,51	15,19	62,70	21,60
Grupo(2): 2-1	0,09	5,25	80,82	13,83
Grupo(3): 3-1	0,50	6,61	74,62	18,27
Grupo(3):3-2 borda	0,14	11,42	67,44	20,99

A Figura 2 mostra as micrografias de amostras dos Grupos 1, 2 e 3. Estas micrografias eletrônicas foram impressas em tamanho A3 e tratadas pela técnica de integração de áreas por meio de pesagens, ou seja, em cada micrografia fez-se a pesagem da folha contendo a micrografia toda e, a seguir, fez-se o recorte para

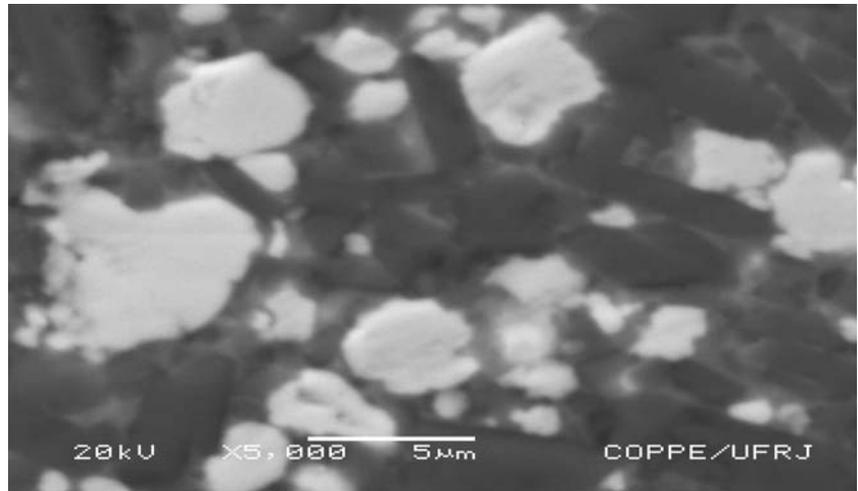
separar as áreas referentes às fases contidas: poros (fase preta), alumina (fase cinza escura), vidro (fase cinza clara) e zircônia tetragonal (fase branca). Cada uma destas fases foi pesada separadamente. Considerando a escala micrométrica (5 micrômetros correspondente na micrografia a um determinado número de milímetros), foi possível converter cada peso parcial no correspondente valor de micrômetros quadrados, cuja raiz quadrada dá o lado do quadrado de mesma área. Elevando-se o lado do quadrado ao cubo, obteve-se o volume parcial da particular fase considerada. Repetindo o procedimento para as outras 3 fases, foi possível ter-se o volume total (em micrômetros cúbicos) da amostra representada pela considerada micrografia em tamanho A3. A partir daí foram calculadas as porcentagens volumétricas das 4 fases presentes, conforme consta na Tabela 3.

Inaugurou-se aqui uma nova metodologia que, apesar de extremamente trabalhosa (muitas horas de análise direta não instrumental de uma considerada micrografia em tamanho A3) permite galgar alguns degraus em avaliação micrográfica quando comparado ao procedimento tradicional de “olhometro”, isto é, de pegar duas micrografias e, de olho nu, julgar que elas são equivalentes ou semelhantes (ou então diferentes, se for o caso). Naturalmente, o método deve ser repetido numa mesma amostra várias vezes (por exemplo, a coleta de 10 amostras micrográficas de cada amostra física), para avaliar a dispersão da micrografia, bem como utilizar várias amostras físicas (por exemplo 10 amostras de um mesmo lote) para avaliar a homogeneidade (ou a dispersão dentro de um único lote). Naturalmente, seriam 100 amostras micrográficas em tamanho A3 para um lote de 10 amostras físicas, cada análise ceramográfica quantitativa levando muitas horas de trabalho do analista. Como anunciado acima, é realmente um trabalho que demanda muito tempo e paciência e, no futuro, enseja a sua substituição (total ou parcial) por uma análise ceramográfica quantitativa instrumentada (ou informatizada), que, no entanto, requer o desenvolvimento de “softwares” especializados e específicos, onde o analista ainda terá que informar a natureza de cada fase presente previamente para que a informática funcione a contento.

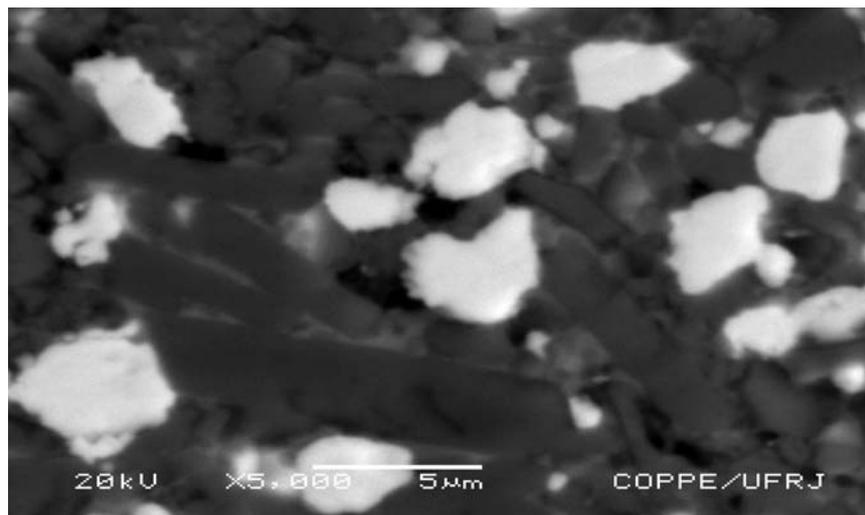
(a) Grupo(1): 1-1



(b) Grupo(2): 2-1



(c) Grupo(3): 3-1



**Figura 2.** Micrografias de amostras dos Grupos 1, 2 e 3 (elétrons retroespalhados): Fase branca = zircônia, cinza escura = alumina, preta = poro vazio e cinza claro = vidro de aluminossilicato de lantânio (conforme identificação prévia por EDS).

## 4 DISCUSSÃO

Conforme detalhadamente analisado em sua pesquisa de dissertação de Mestrado, Ruybal Bica<sup>(15)</sup> mostrou que o teste de Tukey revelou que o resultado do grupo 1 diferiu-se estatisticamente dos demais grupo, enquanto que, não houve diferença significativa entre os grupos 2 e 3. Resultados semelhantes foram encontrados por Kelly,<sup>(16)</sup> que observou valores maiores de resistência flexural uniaxial por três pontos em corpos de prova de menor espessura, quando comparadas amostras de 0,5 a 3,0 mm.<sup>(16)</sup>

O módulo de Weibull ( $m$ ) é a distribuição de resultados. Este pode ser calculado através do coeficiente angular (inclinação) da reta de probabilidade acumulada. Quanto maior for o valor de  $m$ , menor a dispersão de resultados e consequentemente maior confiabilidade no material.<sup>(17, 18)</sup>

Lüthy et al.<sup>(17)</sup> realizaram um estudo sobre resistência mecânica e confiabilidade de próteses parciais fixas posteriores totalmente cerâmicas. Os materiais utilizados para confecção das amostras foram: Cercon blanks (CEZ) (DeguDent, Hanau, Germany) t-ZrO<sub>2</sub> (3% mol - Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), In-Ceram blanks (ICZ) (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany) t-ZrO<sub>2</sub> (12% mol - CeO<sub>2</sub>) e IPS Empress2 (E2) (Ivoclar, Schaan, Liechtenstein) dissilicato de lítio. Os autores concluíram que o CEZ possui capacidade média de carregamento de 706 N que é 1,5 vezes maior do que a do ICZ (407 N) e 2,7 vezes maior que a do E2 (260 N). Os resultados do módulo de Wiebull demonstraram que o CEZ apresenta menor dispersão dos resultados ( $m=7$ ), ou seja, maior confiabilidade em relação ao E2 ( $m=5,7$ ) e ICZ ( $m=4,5$ ).

Os módulos de Weibull no presente estudo variaram de acordo com o grupo, sendo que o grupo 1 apresentou resultado de  $m=7$ , enquanto que os resultados dos grupos 2 e 3 foram respectivamente  $m=3,80$  e  $m=4,73$ .

Foram obtidos, no presente estudo, valores de resistência flexural que variaram de 549,60 ( $\pm 87,34$ ) MPa, 424,77 ( $\pm 110,91$ ) MPa e 422,84 ( $\pm 78,04$ ) MPa respectivamente para os grupos 1, 2 e 3.

Valores de até 630 ( $\pm 58$ ) MPa, foram descritos nos trabalhos de Guazzato et al..<sup>(8,9)</sup> com a utilização de amostras tendo dimensões de 1,2 x 4 x 20 mm (espessura x largura x comprimento) .

Em um outro estudo de Guazzato et al.<sup>(19)</sup> onde se estudou a influência dos tratamentos de superfície e térmico em corpos de prova In-Ceram Zirconia (ICZ) com dimensões de 1,2 x 4 x 20 mm (espessura x largura x comprimento) os valores variaram de 452 ( $\pm 35$ ) MPa para o grupo em que foi realizado apenas o jateamento da superfície até 563 ( $\pm 62$ ) MPa para as amostras que foram usinadas paralelamente ao longo eixo e depois sofreram tratamento térmico.

Já Anusavice,<sup>(1)</sup> descreve o valor resistência flexural uniaxial por três pontos para o ICZ como sendo igual a 700 MPa.

De acordo com as patentes americanas<sup>(20,21)</sup> de Tyszblat e com os dados do fabricante, os óxidos que podem estar presentes nos pós são: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiO<sub>2</sub>, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CaO, ZrO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>, CeO<sub>2</sub> e Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Nas análises por EDS, realizadas neste trabalho, da ZTA parcialmente sinterizada e infiltrada com vidro verificou-se a presença dos elementos químicos: Zircônio (Zr), Alumínio (Al), Oxigênio (O), Silício (Si), Cálcio (Ca), Sódio (Na) e Lantânio (La).

Na técnica de EDS, apenas elementos químicos com massa atômica superior ao do Boro e que estejam presentes em concentrações superiores a 1% são detectados.

O que se espera que aconteça com o aumento da espessura da amostra, mantendo-se constante o tempo e a temperatura de infiltração é que a profundidade de penetração do vidro seja a mesma em todas as amostras e, portanto, as amostras mais espessas terão menor fração da seção reta infiltrada pelo vidro de lantânio, enquanto o cálculo da resistência flexural é feito considerando toda a seção reta da amostra. Daí, espessuras maiores resultam com menores resistências flexurais. Naturalmente, espessuras maiores requerem tempos maiores de infiltração e o uso do vácuo desde o início do aquecimento (para deslocar o ar inserido nos poros); um pequeno aumento de temperatura (10 a 15°C) também deveria ajudar.

Naturalmente a resistência flexural em amostras In-Ceram® contém duas contribuições: (a) a da cerâmica parcialmente sinterizada e porosa; e (b) a do vidro de alumino-silicato de lantânio sob compressão do arcabouço cerâmico.

Em espessura muito grande a proporção de seção reta onde existe vidro infiltrado decresce proporcionalmente à espessura. Por isso, a partir de certa espessura de amostra a resistência flexural da mesma é ditada predominantemente pelo arcabouço cerâmico poroso tornando-se desprezível a contribuição da fase vítrea. Esta tendência explica, até certo ponto, a inexistência de diferença significativa entre os valores de resistência flexural dos grupos 2 e 3.

## 5 CONCLUSÕES

(a) Constatou-se que a espessura do corpo de prova de ZTA infiltrado com vidro de lantânio influenciou no valor de resistência flexural uniaxial por três pontos porque a quantidade de vidro infiltrada diminui com a espessura do corpo de prova.

(b) A MEV com elétrons retro-espalhados é de fato uma técnica adequada para o estudo da infiltração do vidro de lantânio em barras In-Ceram®ZTA.

## Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq, CAPES, FAPERJ e Pronex CNPq-FAPERJ de Cerâmicas Dentais (Proc. E-26/171.204/2003) e a todos que direta ou indiretamente contribuíram para o sucesso desta pesquisa.

## REFERÊNCIAS

- 1 Anusavice, K.J., Materiais Dentários, Trad. Edson J.L. Moreira, 11ª edição, Elsevier Editora Ltda., Rio de Janeiro, 2005.
- 2 Campbell, S.D., Sozio, R.B., "Evaluation of the fit and strength of an all-ceramic fixed partial denture", *J Prosthet Dent*, v.59, n.3, pp. 301-306, 1998.
- 3 Kamposiora, P., et al., "Stress concentration in all-ceramic posterior fixed partial denture", *Quintessence Int*, v.27, n.10, pp. 701-706, 1996.
- 4 Magne, P., et al. "Stress distribution of inlay-anchored adhesive fixed partial dentures: A finite element analysis of the influence of restorative materials and abutment preparation design", *J Prosthet Dent*, v.87, pp. 516-527, 2002.
- 5 Oh, W., Anusavice, K.J., "Effect of connector design on the fracture resistance of all-ceramic fixed partial dentures", *J Prosthet Dent*, v.87, pp. 536-542, 2002.
- 6 Bottino, M., A., et al., Estética em reabilitação: metal free, Artes Médicas, 1ª edição, São Paulo, 2000.
- 7 Craig, R.G., Powers, J.M., Materiais Dentários Restauradores, Livraria e Editora Santos, 11ª edição, São Paulo, 2004.

- 8 Guazzato, M., et al., "Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based ceramics", *Dental Materials*, v.20, pp. 449-456, 2004a.
- 9 Guazzato, M., et al., "Strength, reliability and mode of fracture of bilayered porcelain/zirconia (Y-TZP) dental ceramics", *Biomaterials*, v.25, n.20, pp. 5045-52, 2004b.
- 10 Szutkowska, M., "Fracture resistance behavior of alumina-zirconia composites", *Journal of Materials Processing Technolog.*, v.153-154, pp. 868-874, 2004.
- 11 Casellas, D., et al., "Fracture toughness of zirconia-alumina composites", *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, v.17, pp. 11-20, 1999.
- 12 de Aza, A.H., et al., "Crack growth resistance of alumina, zirconia and zirconia toughened alumina ceramics for joint prostheses", *Biomaterials*, v.23, n.3, pp. 937-945, 2002.
- 13 ISO 6872:1995(E). Dental Ceramic International Standard
- 14 American Society for Testing and Materials. ASTM C1161-02C. Standard Test Method for Flexural Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature. Philadelphia: American Society for Testing and Materials, 2002.
- 15 Ruybal Bica, M.V., "Influência da Espessura do Corpo de prova sobre o valor da Resistência à Flexão por três pontos de um ZTA infiltrado com vidro de lantânio", *Dissertação de Mestrado em Eng. Metalúrgica e de Materiais, COPPE/UFRJ, concluída em março/2006*, ix, 67p.
- 16 Kelly, J.R., "Clinically relevant approach to failure testing of all-ceramic restorations", *Journal of Prosthet Dent*, v.81, n.6, pp. 652-661, 1999.
- 17 Lüthy, H. et al, "Strength and reliability of four-unit all-ceramic posterior bridges", *Dental Materials*, v.21, n.10, pp. 930-937, 2005.
- 18 Sullivan, J.D., Lauzon, P.H., "Experimental probability estimators for weibull plots", *Journal of Materials Science Letters*, v.5, pp. 1245-1247, 1986.
- 19 Guazzato, M., et al., "Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of a glass-infiltrated alumina/zirconia-reinforced dental ceramic", *Dental Materials*, v.21, n.5, pp. 454-463, 2005.
- 20 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° 4,772,436, USA, September 20, 1988.*
- 21 Tyszblat, M., "Process for the preparation of a dental prosthesis and the prosthesis produced by said process", *United States Patent n° 5,250, 352, USA, October 5, 1993.*