

## PROPRIEDADES MECÂNICAS DA CERÂMICA DENTÁRIA DISSILICATO DE LÍCIO À BASE DE SÍLICA DA CASCA DE ARROZ, COM E SEM ADIÇÃO DE ÓXIDOS<sup>1</sup>

Felipe Antunes Santos<sup>2</sup>  
Claudinei dos Santos<sup>3</sup>  
Mitaiana de Carvalho<sup>4</sup>  
Kaito Almenida<sup>5</sup>  
Antonio Carlos da Silva<sup>6</sup>  
Dolores Ribeiro Ricci Lazar<sup>7</sup>

### Resumo

O trabalho estuda as propriedades mecânicas do dissilicato de lítio, uma cerâmica dentária, comparando os materiais produzidos com sílica comercial e da casca de arroz. Para esse fim foram desenvolvidos materiais com estequiometria base de 33,33%mol. Li<sub>2</sub>O e 66,67%mol. SiO<sub>2</sub> sem e com adição de óxidos, visando obtenção de vitrocerâmicas de maior tenacidade. Os testes de Dureza Vickers e tenacidade à fratura foram realizados utilizando a técnica de indentação Vickers. Foi possível notar que o aumento da dureza e tenacidade à fratura acompanha o aumento da temperatura de tratamento térmico. Também foi possível perceber a proximidade nos valores encontrados na comparação entre os materiais obtidos a partir das duas fontes de sílica. Na comparação da dureza dos materiais sem e com adição de óxidos, é possível notar um ganho dessa propriedade em aproximadamente 12% nas mesmas condições de tratamento térmico. Os materiais sem adição de óxidos apresentaram dureza na faixa de 520 HV<sub>1000gF</sub>. Já os materiais com adição de óxidos tiveram sua dureza aumentada para ~590 HV<sub>1000gF</sub> (sílica comercial), ~570 HV<sub>1000gF</sub> (sílica da casca de arroz). Esse comportamento é esperado quando se adiciona óxido de zinco em quantidades de até 5%, como foi o caso. Além da importância desse desenvolvimento tecnológico nacional, o uso de um rejeito como matéria-prima majoritária em um produto de boa comercialização, é de extrema importância para a sequência desse trabalho.

**Palavras-chave:** Dissilicato de lítio; Biomateriais; Cerâmica dentária; Propriedades mecânicas.

### MECHANICAL PROPERTIES OF DENTAL CERAMICS LITHIUM DISILICATE BASED ON SILICA FROM RICE HUSK, WITH AND WITHOUT OXIDE ADDITION

#### Abstract

The work studies the mechanical properties of lithium disilicate, a dental ceramic material, comparing commercial and from rice husk silica sources. For this purpose have been developed materials based on stoichiometry of 33.33 mol%. Li<sub>2</sub>O and 66.67 mol%. SiO<sub>2</sub> with and without addition of oxides to obtain glass-ceramics with better toughness. Vickers hardness tests and fracture toughness were performed using the Vickers indentation technique. It was possible to note that the increase of hardness and fracture toughness follow the temperature of heat treatment increase. It was also possible to see the proximity of the values found in comparison between the materials obtained from the two silica sources. Comparing the hardness of the material without and with added oxides, it is possible to note a gain in this property in approximately 12% under the same conditions of heat treatment. The materials showed hardness approximately 520 HV<sub>1000gF</sub> with no added oxides. The materials with added oxides had their hardness increased to ~ 590 HV<sub>1000gF</sub> (commercial silica) and ~ 570 HV<sub>1000gF</sub> (silica from rice husk). This behavior is expected when adding zinc oxide in amounts up to 5%. Besides the importance of national technological development, the use of a waste as raw material majority in a product of good market potential, it is extremely important for the sequence of this work.

**Keywords:** Lithium disilicate; Biomaterials; Dental ceramics; Mechanical properties.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 68<sup>o</sup> Congresso Anual da ABM - Internacional, 30 de julho a 2 de agosto de 2013, Belo Horizonte, MG, Brasil.

<sup>2</sup> Doutor em Ciência dos Materiais do Departamento de Engenharia de Materiais – Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo – EEL-USP / Estagiário no Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN

<sup>3</sup> Professor do Departamento de Materiais – Universidade Estadual do Rio de Janeiro – UERJ

<sup>4</sup> Aluna de iniciação científica do Departamento de Materiais – Universidade Estadual do Rio de Janeiro – UERJ

<sup>5</sup> Aluno de iniciação científica do Departamento de Materiais – Universidade Estadual do Rio de Janeiro – UERJ

<sup>6</sup> Doutor / Pesquisador do Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – CCTM - IPEN

<sup>7</sup> Professora do Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – CCTM - IPEN

## 1 INTRODUÇÃO

Atualmente, a maioria das matérias-primas cerâmicas para odontologia comercializadas no Brasil é de origem estrangeira. Dentre esses materiais, encontram-se as cerâmicas para materiais de infraestrutura (pilares, casquetes, etc.) desenvolvidos com óxidos cerâmicos como alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), zircônia ( $\text{ZrO}_2$ ), porcelanas feldspáticas ou vitrocerâmicas à base de leucita e/ou dissilicato de lítio.

Para a confecção das próteses, sistemas de usinagem CAD/CAM (Computer Aided Design / Computer Aided Machining) utilizam esses materiais como matérias-primas. Trata-se de uma tecnologia bastante utilizada pelas indústrias, e foi introduzida no campo odontológico no início da década de 80, pelas empresas Bruce Altschuler (EUA), François Duret (França), Werner Mormann e Marco Brandestini (Suíça).<sup>(1-5)</sup>

Dentre as cerâmicas de infraestrutura, cerâmicas a base de dissilicato de lítio possuem grande destaque, devido às suas propriedades estéticas, químicas e mecânicas e por permitirem a confecção de próteses a partir de usinagem CAD/CAM com elevada precisão dimensional, com possibilidade de restauração imediata em pacientes.

Aliar o uso de uma matéria-prima obtida a partir de um rejeito industrial com a fabricação de um biomaterial ainda não desenvolvido no País, de alto potencial tecnológico e mercadológico, foi o objetivo do presente projeto.

O trabalho teve por objetivo desenvolver o material vitrocerâmico de dissilicato de lítio, visando aplicação em sistemas de implantes, a partir das diferentes fontes de sílica, comercial e da casca de arroz. Estudando, pra tanto, suas propriedades físicas e químicas, através de ensaios como análise térmica diferencial (ATD), difratometria de raios X (DRX), fluorescência de raios X (FRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV), dureza, tenacidade à fratura.

## 2 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

### 2.1 Processamento

Os pós de  $\text{Li}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{SiO}_2$  (quartzo) e  $\text{SiO}_2$  amorfo da casca de arroz, foram pesados e misturados na composição estequiométrica do  $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ , com e sem a adição de óxidos na composição mostrada na Tabela 1, em moinho rotativo (200 rpm) por aproximadamente 1h utilizando vaso de polipropileno, bolas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  sinterizadas, e álcool como meio de moagem. Em seguida foram levadas a uma estufa, onde foram deixadas por cerca de 15 horas, para a secagem do álcool.

**Tabela 1** - Composição de vitrocerâmico de dissilicato de lítio com adição de óxidos visando durabilidade química e resistência mecânica (%peso)<sup>(6)</sup>

Óxido	Composição (% peso)
<b><math>\text{SiO}_2</math></b>	<b>73,0</b>
<b><math>\text{Li}_2\text{O}</math></b>	<b>12,0</b>
MgO	1,3
$\text{Al}_2\text{O}_3$	2,5
ZnO	3,0
$\text{La}_2\text{O}_3$	4,0
$\text{K}_2\text{O}$	2,2
$\text{P}_2\text{O}_5$	2,0

Ainda como medida preparatória as misturas de pós, citadas anteriormente, foram calcinadas em um forno Fornitec mod. 1858, no CCTM do IPEN, na temperatura máxima de 700°C por uma hora, passando por patamares de mesmo tempo nas seguintes temperaturas: 400°C, 500°C, 600°C e 650°C, a fim de evitar o desprendimento de gases durante o processo de fusão e homogeneização, o que causaria danos ao forno de fusão.

Após a moagem, secagem e calcinação, as amostras foram peneiradas e depois fundidas. Para a fusão foi utilizado cadinho de platina, que foi limpo com solução de ácido fluorídrico (HF – 50%) deixando-o em solução por 02 dias. Entre a fusão da primeira mistura (com sílica comercial) e da segunda (com sílica da casca de arroz) foi novamente realizado o processo de limpeza com HF.

As amostras foram levadas no cadinho de platina a um forno de aquecimento vertical Lindberg (BLUE M) com rampa de aquecimento de 10°C/min até 1.550°C, e foram mantidas por 01 hora neste patamar para homogeneização e fusão. As amostras fundidas foram vertidas em um molde de bronze para formação de barras com dimensões aproximadas de 10x5x3cm, que foram rapidamente levadas ao forno Fornitec (mod. 1858) a 500°C por 3 horas para realização do recozimento. Em seguida as amostras foram submetidas a um resfriamento lento até a solidificação. As amostras sem adição de óxidos foram tratadas termicamente a 610, 660 e 840°C com taxa de 10°C/min e 10 minutos no patamar. Já as amostras com adição de óxidos foram tratadas termicamente a 630, 660, 690 e 730°C, nas mesmas condições de taxa e tempo de patamar.

## 2.2 Caracterizações

Antes da fusão dos vidros, as sílicas, comercial e da casca de arroz, foram caracterizadas quanto a sua composição química por FRX. Após o recozimento das amostras, estas foram cortadas em pequenas barras para a realização de tratamento térmicos, e moídas em almofariz e pistilo de ágata para realização de ATD e DRX.

As fases presentes nas amostras produzidas a partir da sílica comercial e da sílica da casca de arroz sem (S e SA respectivamente) e com adição de óxidos (DSOX e DSAOX respectivamente), tratadas termicamente a 610, 660 e 840°C (S e SA) e 630°C, 690°C e 730°C (DSOX), e 660°C e 730°C (DSAOX) foram identificadas por difração de raios X, utilizando radiação Cu-K $\alpha$  com varredura entre 20° e 80°, com passo de 0,05° e velocidade de 2s / ponto de contagem.

As amostras embutidas foram analisadas quanto a sua microestrutura, através de MEV. As amostras foram fraturadas nos casos de S e SA e lixadas, polidas e com ataque ácido com solução de HF 1% (água destilada) por 1 minuto e 20 segundos.

Para determinação das propriedades mecânicas foi utilizado o método de indentação Vickers. Por razões estatísticas, foram realizadas 20 impressões Vickers nas superfícies de cada uma das amostras polidas, utilizando-se uma carga de 1000 gf aplicada durante vinte segundos. Após a medição das diagonais de impressão, foram calculados os valores da dureza Vickers do material (HV). A tenacidade à fratura foi calculada a partir dos resultados de dureza obtidos, medindo-se o comprimento de trinca em cada vértice das indentações piramidais. Foi calculado o comprimento médio de trinca para cada uma das 20 indentações para obtenção da tenacidade média das amostras ( $K_{IC}$ ).

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 Caracterizações após Compactação das Misturas $ZrO_2-Al_2O_3$

A Tabela 2 apresenta a análise química por fluorescência de raios X das sílicas providas da fonte comercial e da casca de arroz, visando colaborar na discussão dos resultados.

**Tabela 2** – Resultados das análises de fluorescência de raios X de amostras de sílica pura e provenientes da casca de arroz e comercial

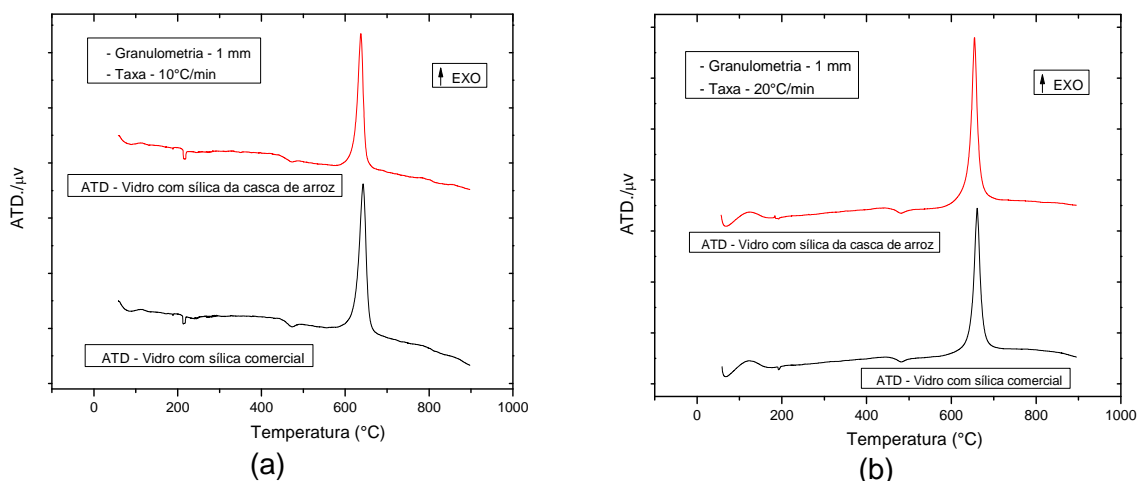
Óxido	Concentração (% em peso)	
	Sílica da casca de arroz	Sílica comercial
SiO <sub>2</sub>	99	98
CaO	0,4	< 0,05
SO <sub>3</sub>	0,3	-
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,2	0,07
MgO	0,1	0,09
K <sub>2</sub> O	0,1	0,5
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	-	0,09
MnO	< 0,05	-
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	< 0,05	0,7
NiO	< 0,05	-
CuO	< 0,05	-
SrO	< 0,05	< 0,05
ZrO <sub>2</sub>	< 0,05	< 0,05

De acordo com o resultado de FRX das amostras de sílica foi possível notar a alta pureza encontrada em ambas, bem como a diferença na variação da porcentagem dos óxidos presentes em cada uma delas, cujas conseqüentes proporções relacionadas às propriedades no geral são insignificantes no que diz respeito à comparação entre elas, como o presente trabalho mostra nos resultados dispostos em seqüência. Uma diferença notória e influente na coloração do vidro é a presença em maior proporção do óxido de ferro na sílica da casca de arroz, a mistura dos íons de ferro nos diferentes estados de oxidação (2<sup>+</sup> e 3<sup>+</sup>) conduz a uma coloração esverdeada,<sup>(7)</sup> o que também corresponde ao resultado obtido com o vidro formado a partir dele.

#### 3.2 Análise Térmica Diferencial

A análise térmica diferencial dos vidros foi realizada com o intuito de comparar os efeitos das duas fontes de sílica no processo de cristalização dos materiais, com e sem adição de óxidos.

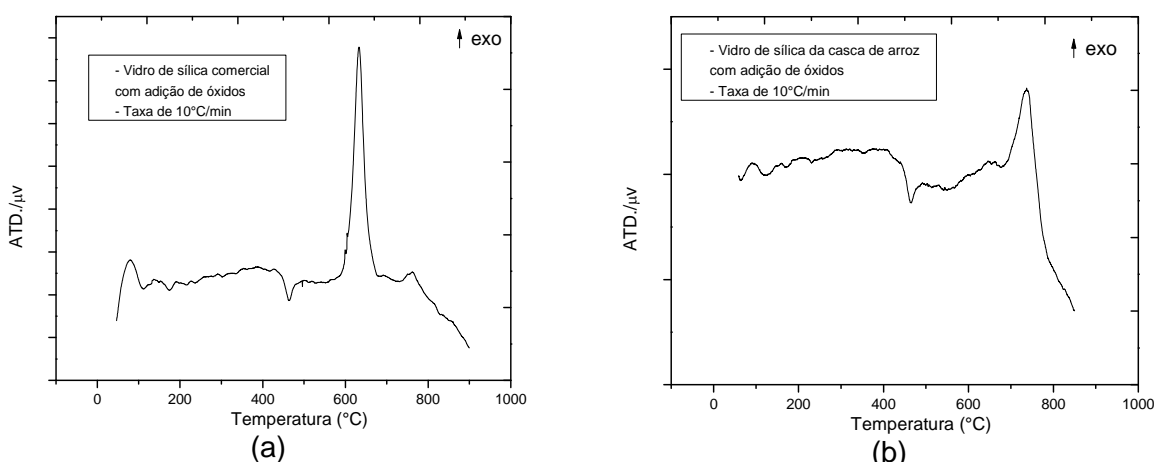
A Figura 1 apresenta os resultados comparativos de ATD para as duas fontes de sílica sem adição óxidos com granulometria na faixa de 1 a 2mm, com taxa de aquecimento de 10C°/min e 20°C/min.



**Figura 1**–Avaliação, por análise térmica diferencial, do efeito das fontes de sílica na definição do pico de cristalização dos vidros resultantes. Parâmetros fixados: granulometria de 1 mm e taxas de aquecimento de (a) 10 °C/min e (b) 20°C/min.

A granulometria de 1 mm foi utilizada nos dois casos, porém, no primeiro, a taxa de aquecimento foi de 10°C/min e no segundo de 20°C/min. Pode-se notar que a fonte de sílica não foi determinante para uma possível alteração no comportamento térmico da amostra. A cristalização, em ambos os casos, acontece em uma faixa de temperatura muito próxima. As temperaturas máximas do pico de cristalização para os vidros à base de sílica comercial e de sílica da casca de arroz são ~ 643°C e ~ 638°C para taxa de 10°C/min, e ~ 661°C e ~ 655°C, para taxa de 20°C/min, respectivamente.

Já a análise térmica diferencial dos vidros providos das duas fontes de sílica, com adição de óxidos, foi realizada para verificação das temperaturas de cristalização e para analisar a presença ou não de fases intermediárias ao longo do processo. A Figura 2 mostra a análise comparativa do efeito das diferentes fontes de sílica e a contribuição que os óxidos adicionados trazem na possível obtenção de fases intermediárias antes da formação do dissilicato de lítio, e as temperaturas as quais as fases cristalizam.



**Figura 2**–Avaliação, por análise térmica diferencial, do efeito da adição de óxidos na definição e posição do pico de cristalização da vitrocerâmica resultante. Taxa de aquecimento 10°C/min para DSOX (a) e DSAOX (b).

Para os dois casos a granulometria utilizada foi de 1mm, com taxa de aquecimento de 10°C/min. É possível notar que, para o material obtido a partir da



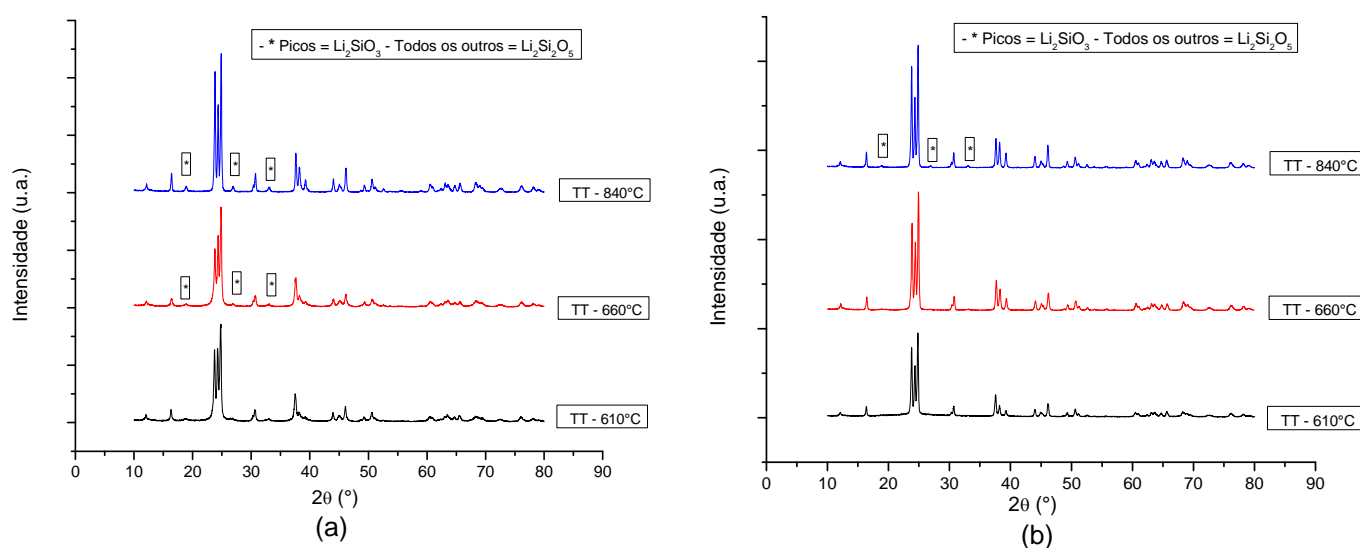
sílica da casca de arroz com adição de óxidos, houve um retardamento na faixa de temperaturas na qual o vidro se cristaliza em vitrocerâmica comparando com o vidro produzido com sílica comum. O que pode ser provocado pela maior diversidade de elementos químicos presentes na forma de óxidos na sílica da casca de arroz, já que a adição de óxidos na mistura final foi e mesma para os materiais de ambas as fontes. As temperaturas máximas do pico de cristalização para os vidros à base de sílica comercial e de sílica da casca de arroz são ~ 633°C e ~ 738°C, respectivamente, o que mostra uma diferença de mais de 100°C para a influencia da fonte de sílica.

Também é possível verificar, que no material à base de sílica comercial, aparecem picos, de menor intensidade, no início do processo de cristalização. Ou seja, existe uma coexistência relevante de fase para a mesma temperatura. Nota-se também que para o material à base de sílica da casa de arroz esse pico não aparece de maneira significativa ou não é possível à verificação.

Em relação à posição dos picos de cristalização no que diz respeito a uma comparação dos materiais com e sem adição de óxidos, com exceção do vidro a base de sílica da casca de arroz, que parece ter sofrido influência da maior quantidade de elementos químicos (mesmo aparecendo em forma de traço no FRX) pelo fato de ter seu pico deslocado para maiores temperaturas, o pico de cristalização da transformação do vidro para vitrocerâmica no material com adição de óxidos a base de sílica comercial, não obteve variação significativa de posição. Isso pode ter ocorrido, mesmo com a influência de agentes nucleantes como o  $P_2O_5$ , pela ação do  $Al_2O_3$ , que prejudica o fenômeno da devitrificação.<sup>(6-9)</sup> Segundo a literatura, a adição conjunta de  $K_2O$  e  $Al_2O_3$  na composição formadora de dissilicato de lítio, também contribui no retardamento da reação de cristalização deste.<sup>(10)</sup>

### 3.2.1 Fases cristalinas

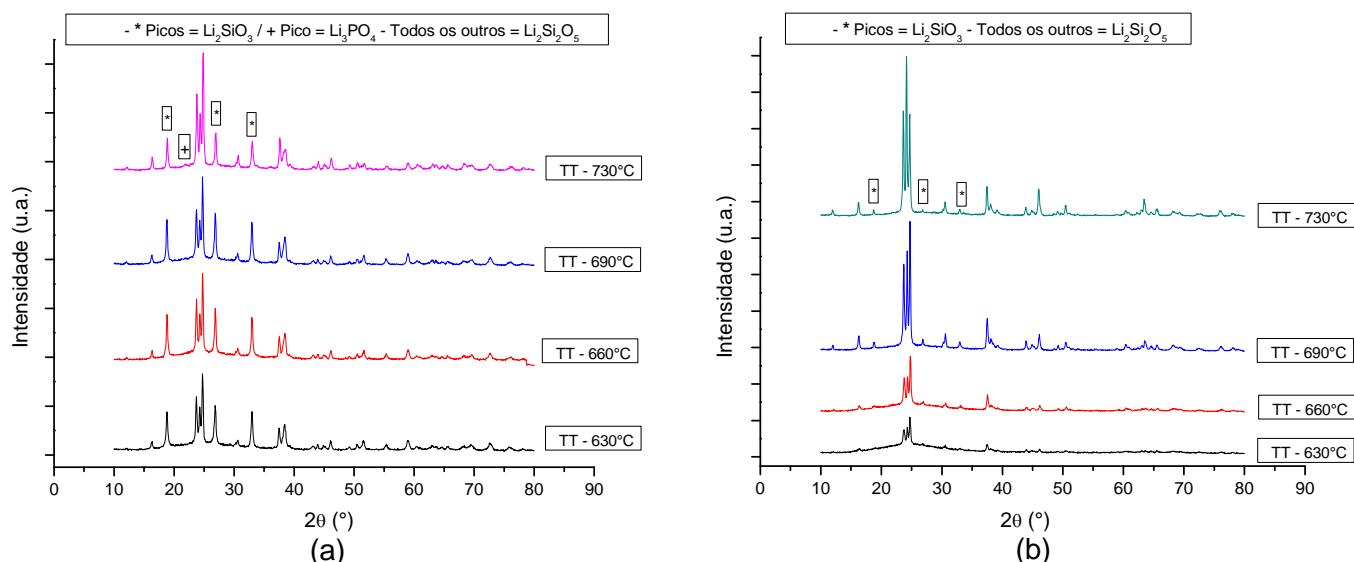
Os difratogramas das amostras dos vidros S e SA, tratadas termicamente nas temperaturas 610, 660 e 840°C a uma taxa de aquecimento de 10°C/min e patamar de 10 minutos, são apresentados na Figura 3.



**Figura 3** - Difratogramas de raios X dos vidros tratados termicamente a 610, 660 e 840°C obtidos a partir de (a) sílica comercial e de (b) sílica de casca de arroz utilizando taxa de aquecimento de 10°C/min e 10 minutos de patamar.

A temperatura de formação do metassilicato de lítio ( $\text{Li}_2\text{SiO}_3$ ) por muitas vezes concorre com a do dissilicato de lítio ( $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ ) em composições mais complexas, ou seja, com adições de outros óxidos na mistura estequiométrica do dissilicato de lítio, os resultados da literatura apontam que o metassilicato de lítio se decompõe completamente acima de  $820^\circ\text{C}$ , onde predomina o dissilicato de lítio, e, além disso, acima de  $840^\circ\text{C}$  fases diferentes à base do silicato de lítio com os óxidos presentes podem aparecer.<sup>(11)</sup> Porém, de acordo com os resultados apresentados na Figura 5.13 a formação do metassilicato de lítio não chega a ser intensa o bastante para que ela seja uma fase que concorra em predominância no material. Porém também é possível, como se pode notar, que para essas composições menos complexas, a decomposição total dessa fase não aconteça acima de  $820^\circ\text{C}$ .

As Figuras 4 (a) e (b) apresentam os difratogramas de raios X das amostras dos vidros à base de sílica comercial e de sílica da casca de arroz com adição de óxidos (na composição citada na Tabela 1), nomeadas DSOX e DSAOX, respectivamente, para diferentes temperaturas de tratamento térmico.



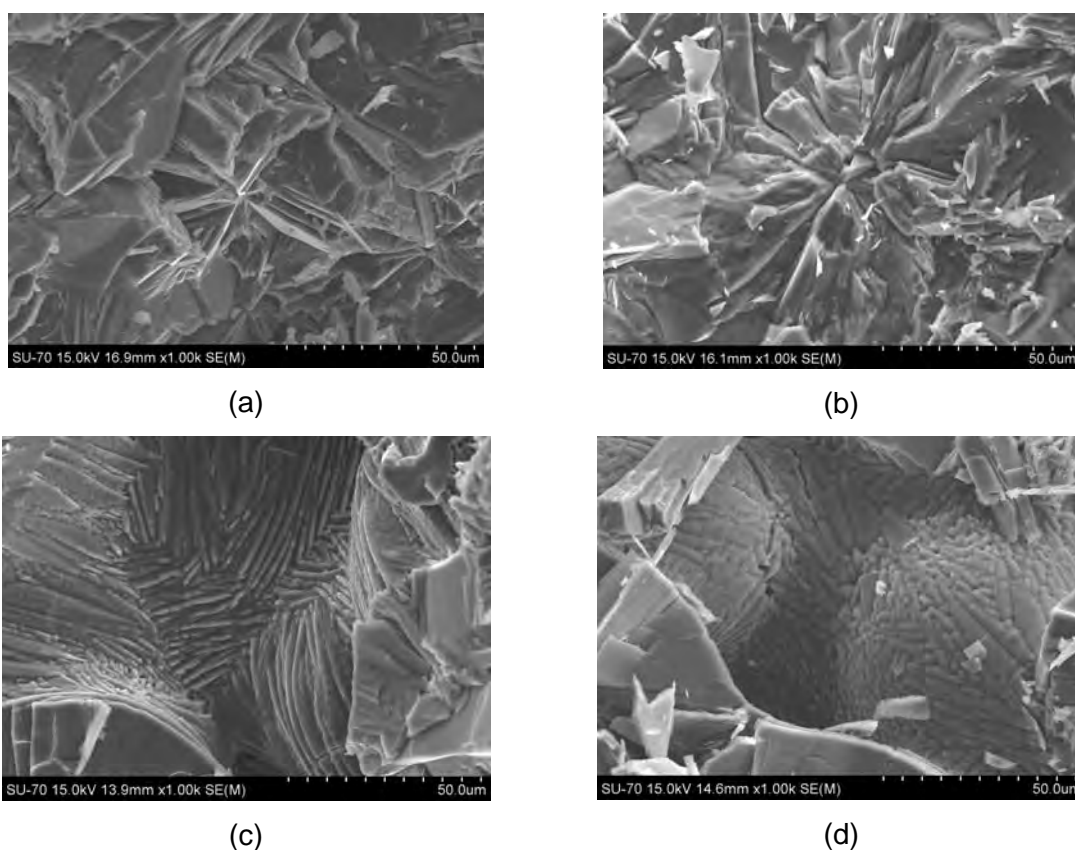
**Figura 4** - Difratogramas de raios X das amostras de vidro com óxido, para diferentes temperaturas de tratamentos térmicos a partir de (a) sílica comercial e de (b) sílica de casca de arroz.

De acordo com os difratogramas obtidos e mostrados na Figura 5.19, é possível perceber que existe a formação de outras fases, além da fase principal, dissilicato de lítio, porém em menores proporções. Para o caso dos materiais a base de sílica comercial, a fase metassilicato de lítio ( $\text{Li}_2\text{SiO}_3$ ) cristaliza de maneira concorrente na temperatura  $630^\circ\text{C}$ , e tende a ser decomposta em maiores temperaturas, como por volta de  $820$  ou  $840^\circ\text{C}$ .<sup>(11)</sup> Ainda para o material a base de sílica comercial percebe-se o surgimento, ainda que em baixa proporção, da fase  $\text{Li}_3\text{PO}_4$ . Essas duas fases intermediárias,  $\text{Li}_2\text{SiO}_3$  e  $\text{Li}_3\text{PO}_4$  podem explicar os picos de cristalização simultâneos encontrados no início do pico de cristalização principal, que origina o dissilicato de lítio ( $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ ).

Para o caso dos materiais a base de sílica da casca de arroz com adição de óxidos (DSAOX), não foi possível detectar a fase  $\text{Li}_3\text{PO}_4$ . Pelos difratogramas acima, pode-se notar que a fase  $\text{Li}_2\text{SiO}_3$  já está se decompondo em menores temperaturas no material DSAOX do que no material DSOX.

### 3.2.2 Microestrutura

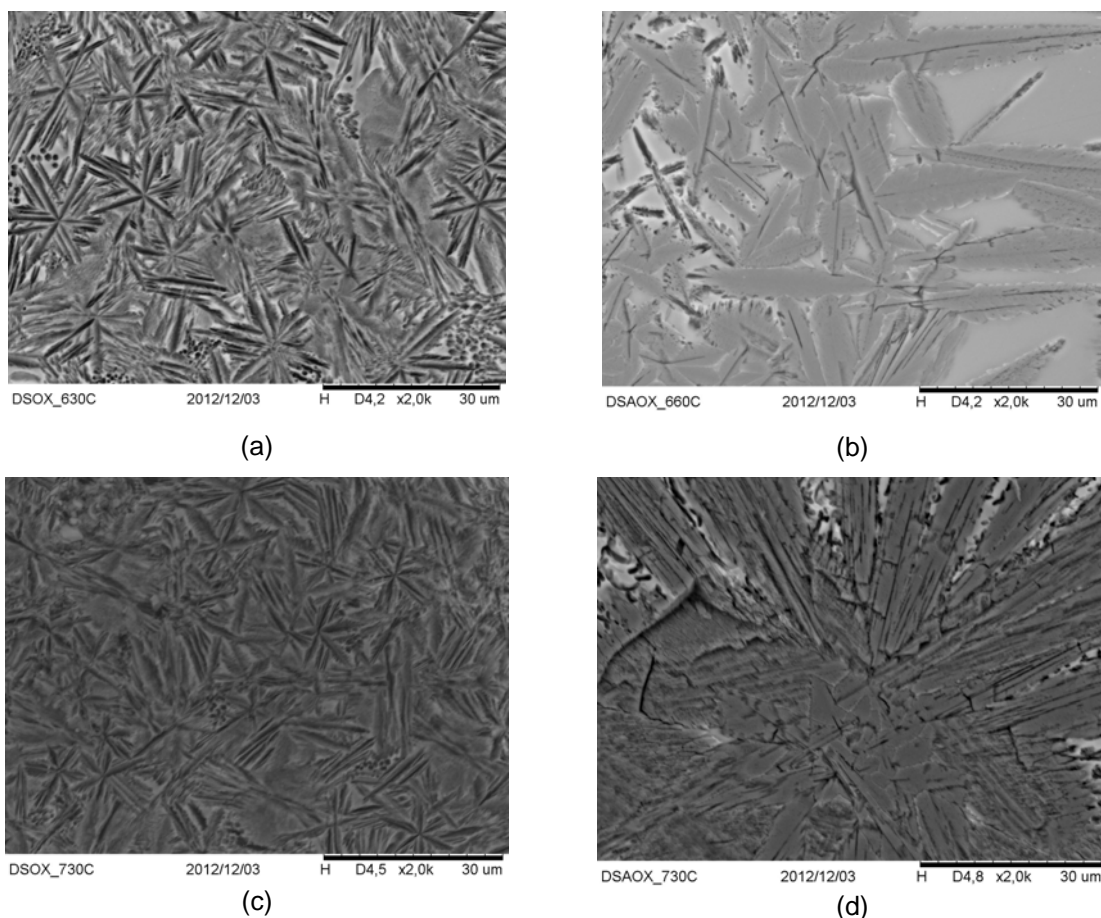
Nas Figuras 5 (a), (b), (c) e (d) são apresentadas as micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura das superfícies de fratura dos vidros S e SA tratados termicamente a 610°C e 840°C.



**Figura 5** – Micrografia das vitrocerâmicas obtidas com sílica comercial (a) e (c); e com sílica da casca de arroz (b) e (d) com as respectivas temperaturas de tratamentos térmicos de 610°C e 840°C utilizando 10 minutos de rampa e 10°C/min de taxa.

As Figuras 6 (a), (b), (c) e (d) apresentam as micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura das vitrocerâmicas DSOX tratadas termicamente a 630°C (a) e 730°C (c), e DASOX tratadas a 660°C (b) e 730°C (d).





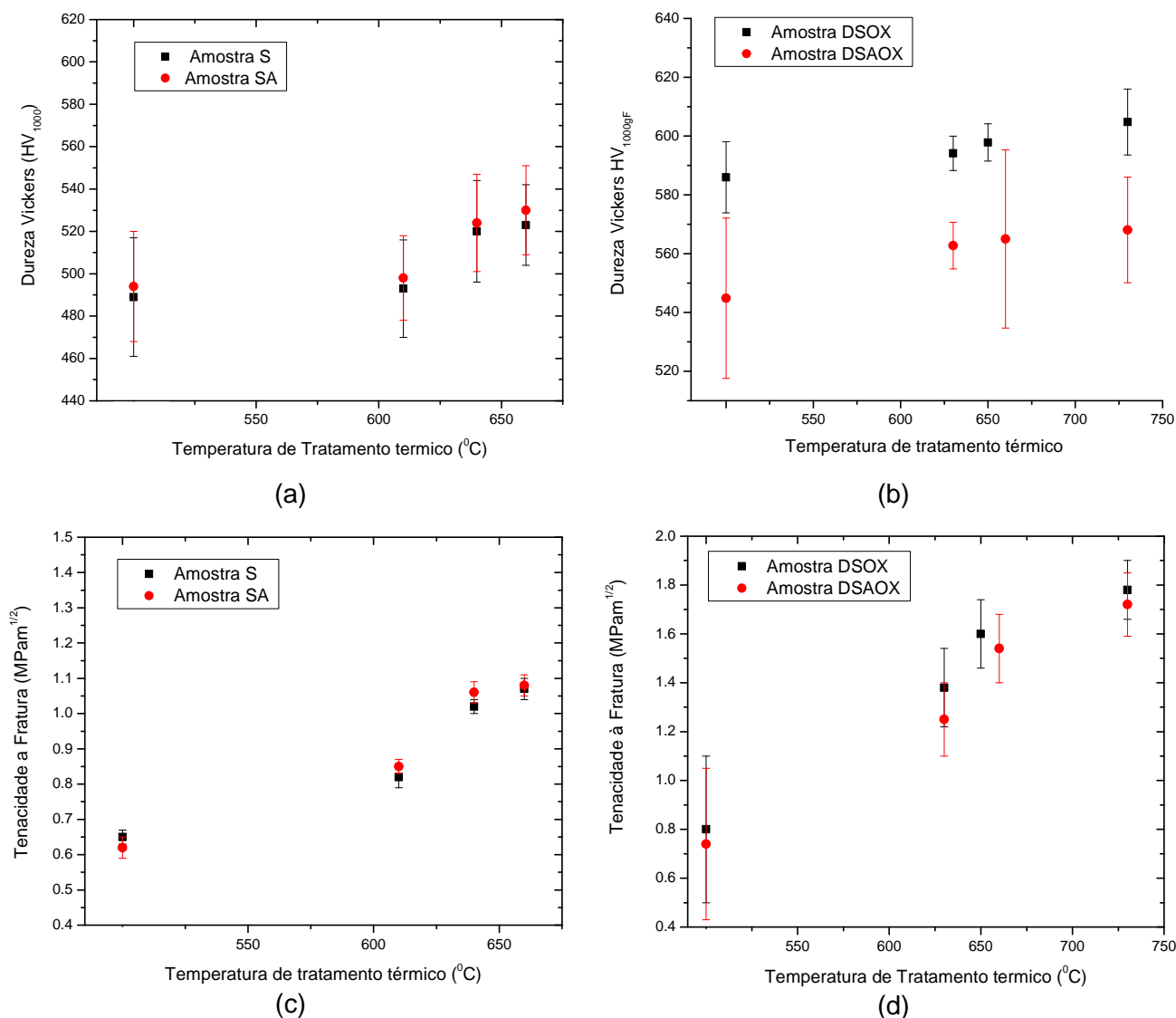
**Figura 6** – Micrografia das vitrocerâmicas obtidas com sílica comercial tratada termicamente a 630°C (a) e a 730°C (c); e com sílica da casca de arroz tratada termicamente a 660°C (b) e a 730°C (d) utilizando 10 minutos de rampa e 10°C/min de taxa.

É possível notar que a morfologia dos cristais formados em todos os casos com adição de óxidos se manteve na forma de agulhas. Por tanto as temperaturas utilizadas não foram suficientes para que a alteração dessa forma para a forma de bastonetes, indicativo de melhora na tenacidade à fratura, fosse alcançada. O que pôde ser observado nos materiais sem adição de óxidos de acordo com o aumento da temperatura de tratamento térmico.

Também é possível perceber que para todos os casos, com e sem adição de óxidos, mostradas na Tabela 1, que o crescimento dos cristais acontece de maneira radial, o que sugere que esses centros sejam a origem do cristal, ou seja, a nucleação. Isso acontece pela baixa quantidade de agente nucleante, no caso o  $P_2O_5$ , que na proporção de até 2,0% (utilizada nesse trabalho), não promove a formação de grandes quantidades de núcleos.<sup>(6)</sup>

### 3.3 Dureza e Tenacidade à Fratura

A Figura 7 mostra a dureza Vickers e a tenacidade à fratura obtida para os vidros e vitrocerâmicos, sem adição de óxidos, de sílica comercial e da casca de arroz para diferentes temperaturas de tratamentos térmicos.



**Figura 7** – Comportamento mecânico por dureza das amostras S (a) e SA (b) e tenacidade à fratura para as amostras DSOX (c) e DSAX (d).

É possível observar na Figura 7 um ligeiro aumento na tenacidade à fratura e na dureza das vitrocerâmicas com e sem adição de óxidos de acordo com o aumento da temperatura de tratamento térmico. Porém, como pôde ser observado nas micrografias do item 3.2.2, não houve significativa alteração na cristalização e na forma encontrada nos cristais das micrografias. Por tanto, o mecanismo de tenacificação que corresponde à alteração da morfologia dos cristais, de agulhas para bastonetes, não ocorreu.

As temperaturas e tempos utilizados não possibilitaram uma alteração microestrutural significativa para as vitrocerâmicas. Os resultados de tenacidade à fratura para materiais com adição de óxidos estão dentro de uma faixa de valores esperados, e encontrados na literatura, para composições similares, 1,8 – 2,2 MPam<sup>1/2</sup> (6).

Além disso, pode-se perceber que os materiais ainda não cristalizados, ou seja, ainda no estado amorfo, e apenas recozidos a 500°C, apresentam propriedades mecânicas de dureza e tenacidade inferiores aos materiais cristalizados.

Analisando a influência das fontes de sílica nas propriedades mecânicas dos materiais, nota-se que as vitrocerâmicas à base de sílica da casca de arroz com adição de óxidos apresentam propriedades mecânicas, de tenacidade à fratura, ligeiramente inferiores do que as vitrocerâmicas à base de sílica comercial. De acordo com as micrografias da Figura 6 é possível perceber que os cristais das vitrocerâmicas à base de sílica da casca de arroz não se apresentam com granulometria continuamente alongada como as vitrocerâmicas à base de sílica comercial. Assim o comportamento mecânico é prejudicado por facilitar o caminho de propagação das trincas.

Na comparação da dureza e tenacidade dos materiais sem e com adição de óxidos, é possível notar um ganho dessa propriedade mecânica em aproximadamente 12% na dureza e aproximadamente 40% na tenacidade à fratura para temperaturas de tratamentos térmicos próximas a 650°C, nas mesmas condições de taxa de aquecimento, tempo de patamar e taxa de resfriamento. Os materiais sem adição de óxidos apresentaram dureza na faixa de 520 HV<sub>1000gF</sub> (S e SA). Já os materiais com adição de óxidos tiveram sua dureza aumentada para ~590 HV<sub>1000gF</sub> (DSOX), ~570 HV<sub>1000gF</sub> (DSAOX). Esse comportamento é esperado quando se adiciona óxido de zinco em quantidades de até 5%, como foi o caso.<sup>(7)</sup>

#### **4 CONCLUSÕES**

A influência das diferentes fontes de sílica, comercial e da casca de arroz, no vidro de dissilicato de lítio sem adição de óxidos foi praticamente a mesma. As temperaturas de cristalização, determinadas por análise térmica diferencial, foram muito próximas para os dois casos.

Os vidros S e SA apresentaram microestruturas similares de agulhas para bastonetes de acordo com o aumento das temperaturas de tratamentos térmicos, o que indicia aumento na tenacidade dos materiais. Para o caso dos materiais DSOX e DSAOX a alteração morfológica de agulhas para bastonetes não ocorreu com as temperaturas de tratamentos térmicos utilizadas. A morfologia se manteve em agulhas para estes materiais com óxidos adicionados. Também foi possível observar, para todos os casos, que o crescimento dos cristais acontece de maneira radial, típico de composições com até 2.0% de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, como foi o caso.

O comportamento mecânico dos materiais sem adição de óxido foi bastante próximo, obtendo valores de até, aproximadamente 530 HV<sub>1000</sub> de dureza Vickers e 1,1 MPam<sup>1/2</sup> de tenacidade à fratura, para ambas as fontes de sílica. Para os materiais com adição de óxidos, houve uma pequena diferença entre os comportamentos mecânicos das fontes de sílica. Utilizando sílica da casca de arroz a tenacidade à fratura e a dureza tiveram valores ligeiramente inferiores do que utilizando sílica comercial, porém com valores bastante próximos. Dureza Vickers de ~ 600 e 570 HV<sub>1000</sub> e tenacidade à fratura por volta de 1,75 MPam<sub>1/2</sub> para DSOX e DSAOX, respectivamente.

#### **Agradecimentos**

Os autores gostariam de agradecer ao IPEN, Universidade de Aveiro (UA) e ao CNPq pelo apoio e incentivo à realização do trabalho.

## REFERÊNCIAS

- 1 LIU, P.R. A panorama of dental CAD/CAM restorative systems. **Compendium**. v. 16, p. 507-516, 2005.
- 2 WITKOWSKI, S. CAD/CAM in dental technology. **Quintessence Dent Technol**. v. 28, p. 169-184, 2005.
- 3 MORMANN, W.H. The origin of the Cerec method: a personal review of the first 5 years. **Int J Comput Dent**. v. 7, n. 1, p. 11-24, 2004.
- 4 TINSCHERT, J., NATT, G., HASSEBPFLUG, S., SPIEKERMANN, H. Status of current CAD/CAM technology in dental medicine. **Int J Comput Dent**. v. 7, n. 1, p. 25-45, 2004.
- 5 CORREIA, A.R.M., SAMPAIO FERNADES, J.C.A., CARDOSO, J.A.P., LEAL DA SILVA, C.F.C., CAD-CAM: A informática a serviço da prótese fixa. **Revista de Odontologia da UNESP**, v. 35(2), p. 183-189, 2006.
- 6 WEN, G., ZHENG, X. e SONG, L. Effects of P2O5 and sintering temperature on microstructure and mechanical properties of lithium disilicate glass-ceramics. **Acta Mater**, v. 55, p. 3583–3591, 2007.
- 7 NAVARRO, J.M.F. **El Vidrio**, 3<sup>a</sup> ed. Madrid: artigraf, 2003. 684 p.
- 8 VON CLAUSBRUCH, S.C., et al., et al. The effect of P2O5 on the crystallization and microstructure of glass-ceramics in the SiO2-Li2O-K2O-ZnO-P2O5 system. **J. Non-Cryst. Solids**, v. 263 & 264, p. 388-394, 2000.
- 9 ZHENG, X.; WEN, G.; SONG, L.; HUANG, X.X. Effects of P2O5 and heat treatment on crystallization and microstructure in lithium disilicate glass ceramics. **Acta Mater**, v. 56, p. 549–558, 2008.
- 10 FERNANDES, H.R., et al., et al. Effect of Al2O3 and K2O content on Structure, properties and devitrification of Glasses in the Li2O-SiO2 system. **J. Eur. Ceram. Soc.**, v.30, p. 2017-2030, 2010.
- 11 HÖLAND, W.; APEL, E.; HOEN VAN'T, Ch.; RHEINBERGER, V. Studies of crystal phase formations in high-strength lithium disilicate glass–ceramics. **J. of Non-Cryst. Solids**, v. 352, p. 4041-4050, 2006.