

# INFLUÊNCIA DA PRESSÃO DE COMPACTAÇÃO NA SINTERIZAÇÃO DE ZIRCÔNIA TETRAGONAL, ESTABILIZADA COM ÍTRIA<sup>1</sup>

Marcelo José Bondiol<sup>2</sup>  
Claudinei dos Santos<sup>3</sup>  
Kurt Strecker<sup>4</sup>

## Resumo

Neste trabalho, foi investigado a influência da pressão de compactação na sinterização de pós nano-cristalinos de Zircônia tetragonal estabilizada com 3 %mol de  $Y_2O_3$  através de estudos dilatométricos. Amostras foram preparadas por compactação uniaxial, variando-se a pressão de compactação entre 0,5 e 3,0 ton. Junto a sinterização das amostras compactadas, mediu-se a retração linear, através de um dilatômetro, Netzsch Dil 402 PC, com taxa de aquecimento de 10 °C/min, com a temperatura variando de 1250 a 1400 °C, com patamares de até 8h. Após a sinterização a densidade relativa das amostras foi determinada pelo Princípio de Arquimedes, através de imersão em água destilada. Não foi possível obter resultados de densificação nas amostras compactadas com as menores pressões, porém, nas amostras compactadas com a maior pressão e sinterizadas em temperaturas maiores (acima de 1350 °C) obteve-se valores de densidade relativa acima de 99% nas primeiras horas de sinterização, permanecendo em valores estáveis até 8 horas de sinterização.

**Palavras-chave:** Cerâmicas dentárias;  $ZrO_2$  nanocristalina; Implantodontia; Caracterização.

## INFLUENCE OF COMPACTION PRESSURE IN THE SINTERING OF YTTRIA-STABILIZED ZIRCONIA

### Abstract

In this work the influence of compaction pressure on the sintering behavior of nano-sized zirconia powders stabilized with 3 mol-% of  $Y_2O_3$  has been investigated by dilatometric studies. Samples were prepared by uniaxial compaction in a steel die under pressures varying between 0.5 to 3.0 tons. The linear shrinkage was measured in a dilatometer, Netzsch Dil 402 PC, using a heating rate of 10°C/min and temperatures ranging from 1250 to 1400 °C between 0 and 8 hours. After sintering, the relative density was determined by the Archimedes' principle by immersion in distilled water. It was not possible to get densification values in the samples compacted with lower pressure, however, in the samples compacted with higher pressure and sintered at higher temperatures (above of 1350 °C), relative density values above of 99% were get in the first hours of sintering, remaining in steady values up to 8 hours of sintering.

**Key words:** Dental ceramics; Nano-sized  $ZrO_2$  powders; Implantodontology; Characterization.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 64º Congresso Anual da ABM, 13 a 17 de julho de 2009, Belo Horizonte, MG, Brasil.

<sup>2</sup> Professor Doutor, Universidade Federal de São João Del Rei (UFSJ)

<sup>3</sup> Professor Doutor, Escola de Engenharia de Lorena – Universidade de São Paulo (EEL-USP)

<sup>4</sup> Doutor, Universidade Federal de São João Del Rei (UFSJ)

# 1 INTRODUÇÃO

Com a evolução das técnicas de restauração dentária e sistemas de próteses na odontologia, houve um considerável aumento de demanda por produtos cerâmicos apresentando boa resistência mecânica aliada à confiabilidade. O uso de materiais cerâmicos como biomaterial teve início na década de 70. Dentre esses materiais, o uso de Cerâmicas a base de zircônia,  $ZrO_2$ , tem sido difundido principalmente na implantodontia, devido às características estéticas e suas excelentes propriedades mecânicas.<sup>(1-3)</sup> Uma grande evolução nas técnicas de restauração dentária tem se estabelecido pelo uso dos materiais cerâmicos de alto desempenho. Esses materiais apresentam vantagens relativas, devidas ao ótimo desempenho das suas propriedades funcionais, principalmente a estética, biocompatibilidade e resistência mecânica e química. A tendência das técnicas de implantes dentários vem sendo a eliminação da subestrutura metálica das restaurações, inclusive das restaurações sobre implantes, visando uma melhor estética, e utilizando para isso, cerâmicas de maior tenacidade à fratura e resistência à fadiga, minimizando a sua fragilidade.

A zircônia tetragonal estabilizada com ítria (Y-TZP) é um material de características únicas entre as cerâmicas, tais como resistência à fratura da ordem de 900MPa e tenacidade à fratura em torno de  $10MPam^{-2}$ .<sup>(4-6)</sup> Está bem estabelecido que esse material apresenta a melhor tenacidade à fratura dentre os materiais cerâmicos óxidos, devido à transformação de fase tetragonal-monoclínica que é acompanhada de uma expansão volumétrica dos grãos, da ordem de 3-6%.<sup>(7-10)</sup> Esse fenômeno gera campos de tensão ao redor dos grãos vizinhos, dificultando a propagação de trincas e, conseqüentemente, melhorando a tenacidade do material. Quando essa cerâmica é usada para componente de implantes dentários, há aumento da sua vida útil e da confiabilidade desses implantes.<sup>(11-12)</sup>

Em geral, cerâmicas com tamanho de grão inferior a 100nm são chamados de cerâmicas nano-cristalinas. Devido ao reduzido tamanho de grão do corpo sinterizado, cerâmicas nano-cristalinas podem ter diferentes propriedades e méritos consideráveis em comparação as cerâmicas convencionais micrométricas,<sup>(13)</sup> Em alguns casos as cerâmicas nano-cristalinas são usadas como material-base para desenvolvimento de componentes, e algumas vezes são aplicadas como segunda fase adicionada a matrizes cerâmicas objetivando melhorar a tenacidade à fratura e sinterabilidade desses materiais.

Para produzir componentes cerâmicos nano-cristalinos com propriedades mecânicas otimizadas, tanto o desenvolvimento experimental quanto o teórico, focando a densificação e crescimento de grão desses compactos cerâmicos em alta temperatura, são importantes. Malow e Koch,<sup>(14)</sup> Averback *et al.*,<sup>(15)</sup> Hague e Mayo,<sup>(16)</sup> além de Liao *et al.*<sup>(17-18)</sup> propuseram modelos de crescimento de grão e compararam os resultados teóricos com dados experimentais obtidos para pós cerâmicos nano-cristalinos. Mayo *et al.*,<sup>(19)</sup> Liao *et al.*,<sup>(17-18)</sup> Averback *et al.*,<sup>(20)</sup> e Vaûen *et al.*<sup>(21)</sup> propuseram ainda, modelos de densificação e também compararam com resultados experimentais. Os modelos teóricos propostos nesses estudos, contudo, possuem limitações, as quais foram estudadas e corrigidas por Kim e Lim em recente trabalho onde estudaram os modelos para a sinterização de pós nano-cristalinos de  $TiO_2$ .<sup>(22)</sup>

Nesse trabalho foi realizado um estudo voltado a conhecer a sinterabilidade de uma zircônia tetragonal comercial nano-cristalina de alto desempenho, a partir da influência da pressão de compactação na densificação e através de uma análise dilatométrica das amostras sinterizadas.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1 Caracterização das Matérias Primas

A matéria prima utilizada na preparação dos corpos de prova cerâmicos são pós nano-particulados de zircônia ( $ZrO_2$ ) tetragonal estabilizada com ítria, gentilmente fornecidos pela empresa ProtMat Materiais Avançados, cujas especificações dadas pelo fornecedor, são apresentadas abaixo.

**Tabela 1** – Principais características dos pós cerâmicos utilizados nesse trabalho (dados do fabricante).

Características	ZrO <sub>2</sub>
Pureza (%)	99,5
%Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (mol.)	3,0%
% fase tetragonal no pó de M.P.	85%
Área superficial específica (m <sup>2</sup> /g)	16,2
Tamanho médio de partículas (µm)	0,15
Tamanho médio de cristalito (nm)	70
Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	6,05

### 2.2 Preparação dos Corpos de Prova

Para a preparação dos corpos de prova, os pós cerâmicos foram compactados através de prensagem uniaxial a frio, variando-se a carga de pressão de 0,5 a 3 ton, por 30s, utilizando matrizes retangulares de aço temperado (dureza superficial de 60 HRC) com dimensões de 6 x 6 x 60 mm<sup>3</sup>. Para minimizar os efeitos do atrito durante a compactação, o pistão e as paredes da matriz foram lubrificadas com estearina. A tabela 2 mostra as cargas aplicadas na compactação e suas respectivas pressões de compactação.

**Tabela 2** – Designação dos corpos de prova obtidos por prensagem uniaxial a frio, em função da pressão de compactação utilizada.

Designação	Carga (ton)	Pressão equivalente (MPa)
Z05	0,5	12,3
Z10	1	24,5
Z15	1,5	37
Z20	2	49
Z25	2,5	61
Z30	3,0	73,5

## 2.3 Caracterização dos Corpos de Prova Compactados

A massa específica dos corpos a verde foi determinada pelo método geométrico e pela pesagem das amostras. As amostras foram medidas com paquímetro com precisão de 0,01 mm e posteriormente, pesadas em balança analítica de precisão ( $10^{-5}$ g). Para um maior grau de precisão, foram realizadas 15 medições de cada amostra para obter um valor médio. A partir destes dados foi utilizada a Equação 1 para obter o valor da massa específica a verde das amostras.

$$\rho_v = \frac{\text{massa}_{\text{amostra}}}{\text{volume}} \quad [\text{g/cm}^3] \quad (1)$$

## 2.4 Sinterizações dos Corpos de Prova Compactados

A partir dos compactos, amostras de  $6 \times 6 \times 15 \text{ mm}^3$  foram submetidos a análises dilatométricas visando avaliar densificação/retração, utilizando dilatômetro Netzsch DIL-402, em temperaturas de 1250, 1300, 1350 e 1400°C, com taxa de aquecimento e resfriamento fixas em  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  e com padrão de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , A temperatura mínima de 1250°C foi estabelecida por estar próxima a temperatura de transformação martensítica ( $\text{ZrO}_2^{(m-t-m)}$ ), responsável pela estabilização da fase tetragonal a temperatura ambiente.

## 2.5 Caracterização das Amostras Sinterizadas

### 2.5.1 Densificação

O cálculo da massa específica das amostras sinterizadas foi executado utilizando o princípio de Arquimedes, ou seja, imersão do corpo de prova por um fio de nylon, utilizando água destilada a  $20^{\circ}\text{C}$  como veículo. Foram realizadas 10 medições em balança de precisão ( $10^{-5}$  g), e cujos valores foram aplicados na Equação 2.

$$\rho_{SINT} = \frac{W_1 \times \rho_{H_2O}}{W_1 - (W_2 - W_f)} \quad [\text{g/cm}^3] \quad (2)$$

onde:

$\rho_{Sint}$  = Massa específica das amostras sinterizadas ( $\text{g/cm}^3$ ),

$W_1$  = massa da amostra seca (g),

$\rho_{H_2O}$  = massa específica da água a  $20^{\circ}\text{C}$  ( $\text{g/cm}^3$ ),

$W_2$  = massa da amostra imersa (g),

$W_f$  = massa do fio imerso (g).

O valor da massa específica da água ( $\rho_{H_2O}$ ) foi obtido utilizando a Equação 3.

$$\rho_{H_2O} = 1,0017 - 0,0002315.T \quad [\text{g/cm}^3] \quad (3)$$

A densidade relativa foi calculada pela relação entre a massa específica da cerâmica sinterizada ( $\rho_{Sint}$ ) e a massa específica teórica de cada composição estudada ( $\rho_T$ ), como mostrado na Equação 4.

$$\rho_{Rel} = \left( \frac{\rho_{Sint}}{\rho_T} \right) \times 100 \quad [\%] \quad (4)$$

As amostras foram ainda caracterizadas quanto a sua retração linear pelas

medidas dos corpos de prova antes e após sinterização.

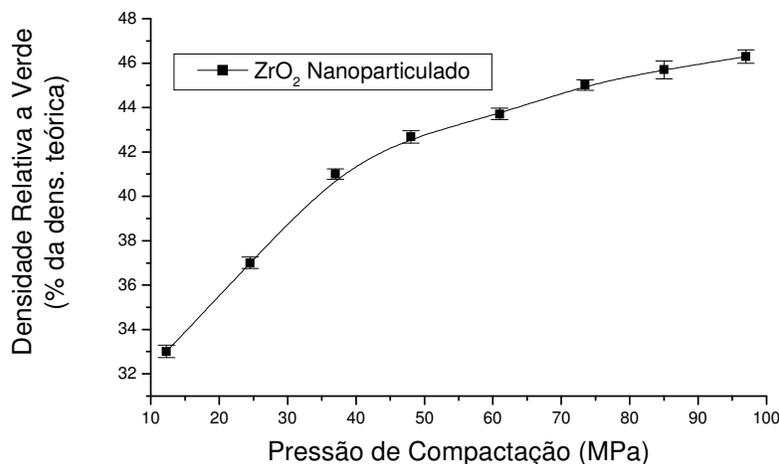
### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados de massa específica dos corpos à verde e a densidade relativa são apresentados na Tabela 3 e representados graficamente na Figura 1. Para o cálculo da densidade relativa foi utilizada a massa específica teórica do  $ZrO_2(3\%Y_2O_3)$ , fornecida pelo fabricante, igual a  $6,05 \text{ g/cm}^3$ .

**Tabela 3**– Massa específica a verde dos corpos de prova compactados

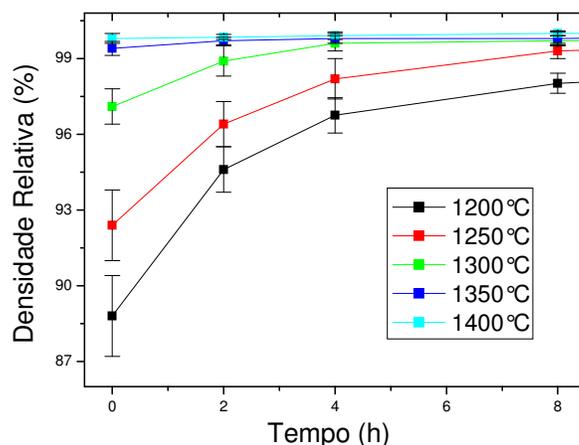
Amostra	Massa específica a verde ( $\text{g/cm}^3$ )	Densidade Relativa (%)
Z05	$1,99 \pm 0,06$	$33,0 \pm 1,3$
Z10	$2,24 \pm 0,01$	$37,1 \pm 0,2$
Z15	$2,47 \pm 0,01$	$40,8 \pm 0,1$
Z20	$2,56 \pm 0,05$	$42,7 \pm 1,2$
Z25	$2,61 \pm 0,01$	$43,7 \pm 0,4$
Z30	$2,68 \pm 0,02$	$45,0 \pm 0,4$

Os dados mostram um aumento gradativo da densidade relativa de acordo com a pressão de compactação aplicada. De uma forma geral, quanto maior a densidade relativa à verde, maior o número de contatos entre as partículas, e assim, a sinterização por fase sólida é facilitada.<sup>(23)</sup>



**Figura 1** – Curva da densidade relativa a verde em função da pressão de compactação.

A Figura 2 apresenta os resultados da densidade relativa após sinterização das amostras Z30, sinterizada durante 0 horas a 8 horas nas temperaturas de  $1.250^\circ\text{C}$ ,  $1.300^\circ\text{C}$ ,  $1.350^\circ\text{C}$  e  $1.400^\circ\text{C}$ . Não foi possível obter os valores da densidade relativa das amostras Z05 sinterizadas devido a grande quantidade de porosidade aberta apresentada pelas mesmas, o que dificultou a medição através do princípio de Arquimedes.

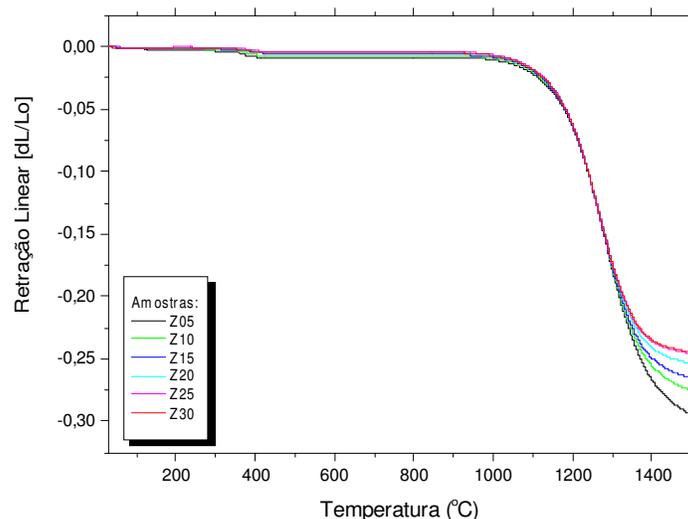


**Figura 2** - Densidade relativa das amostras Z30 sinterizadas em função do tempo e da temperatura de sinterização.

De acordo com o gráfico mostrado na Figura 2, observa-se que com temperaturas menores (até 1.300°C) não é possível obter uma sinterização satisfatória (densidade relativa acima de 99%) até 8 horas de sinterização. Observa-se também que no caso das amostras sinterizadas nesta faixa de temperatura há um ganho de densidade em função do aumento do tempo de sinterização. Em amostras sinterizadas com temperaturas mais elevadas (acima de 1.350°C), obtêm-se densidade relativa superior a 99% já nas primeiras horas de sinterização, mantendo-se um valor estável, ao final de 8 horas de sinterização.

### 3.1 Efeito da pressão de compactação na retração linear.

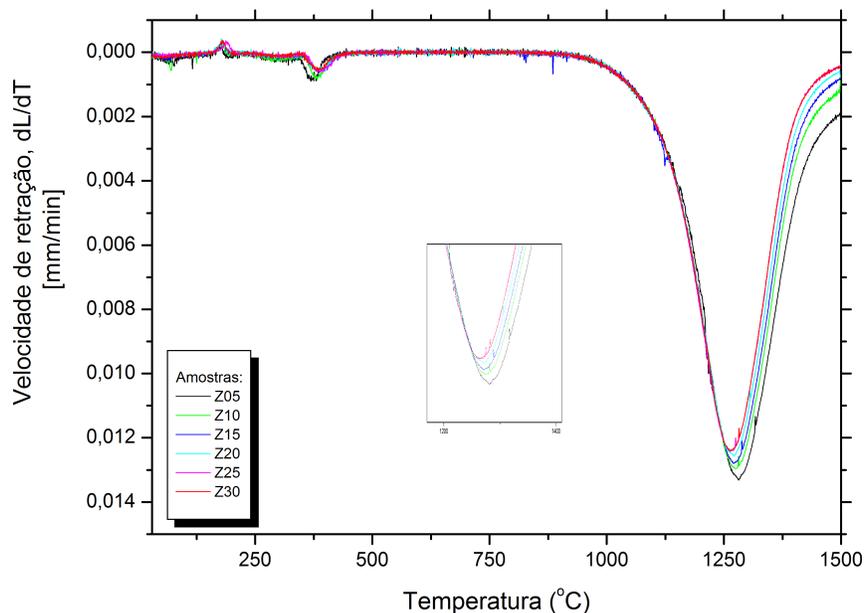
A Figura 3 apresenta a curva dilatométrica do material estudado em diferentes condições de processamento.



**Figura 3** - Retração linear ( $dL/L_0$ ) em função da temperatura e da pressão de compactação.

Pode ser notado no gráfico acima um comportamento bem similar para todas as curvas das amostras obtidas com diferentes pressões de compactação, onde a máxima retração linear ocorre próxima a uma temperatura de sinterização de 1.300 °C, e a 1.200 °C é ativado o mecanismo de difusão volumétrica. De uma forma geral, amostras menos compactas, prensadas com menores pressões, apresentam índices de retração maiores, justamente, por apresentarem menores valores de densidade a verde, conforme Tabela 3.

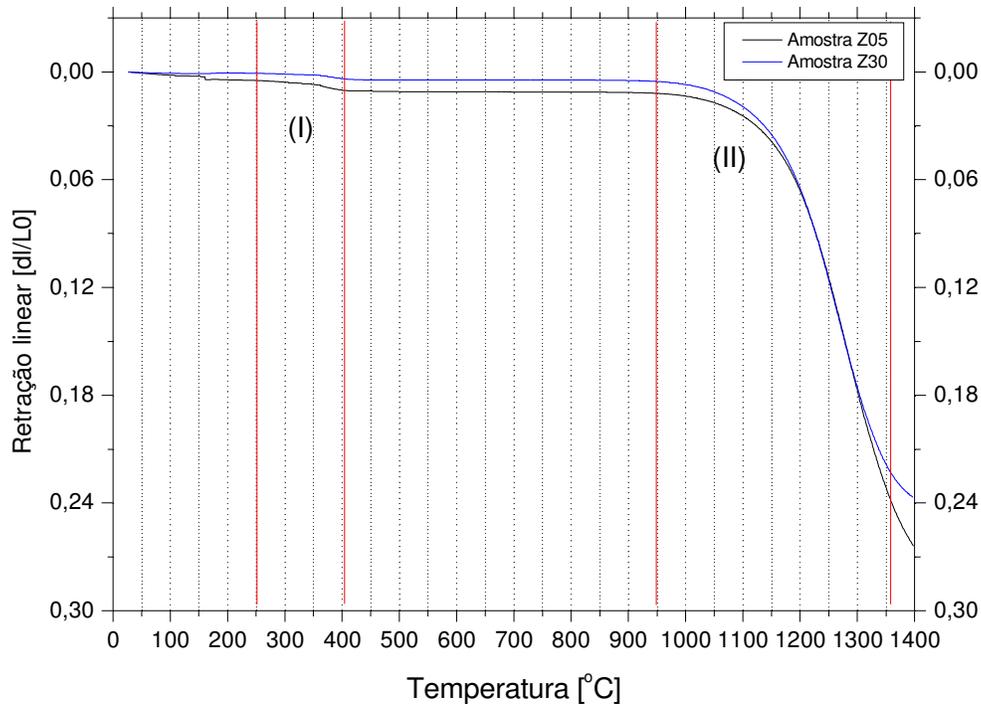
A Figura 4 apresenta a derivada da curva de retração linear em função da temperatura (velocidade de retração linear).



**Figura 4** - Velocidade de retração linear (dL/dT - mm/min) em função da Pressão de Compactação, de 0 °C a 1.500 °C.

É mostrado que a máxima velocidade de retração linear ocorre em temperaturas da ordem de 1260 a 1290 °C. Essa discrepância entre as temperaturas de máxima retração pode ser interpretada como um efeito da sensibilidade do material em função do aumento da pressão de compactação utilizada em sua consolidação.

A Figura 5 apresenta as curvas dilatométricas das amostras Z05 e Z30, sinterizadas a 1.400 °C.

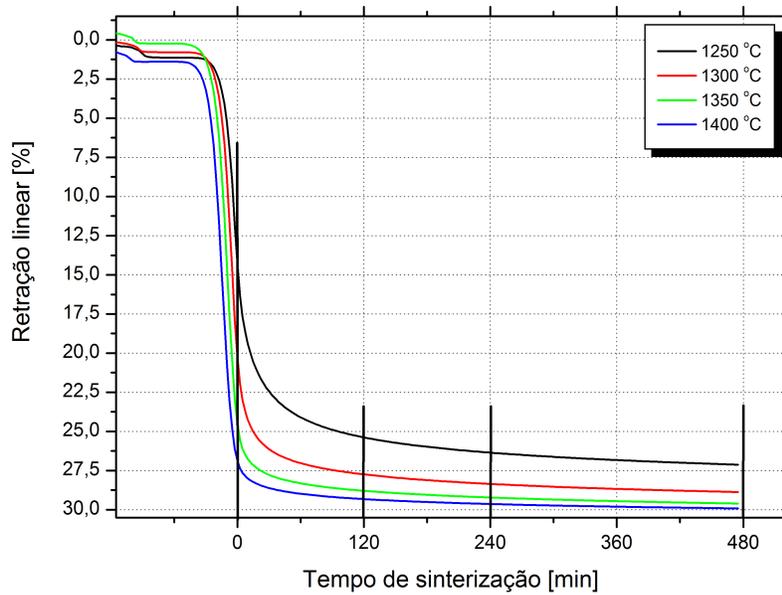


**Figura 5** – Curva da retração linear em função da temperatura, para as amostras Z05 e Z30, sinterizadas a 1.400°C.

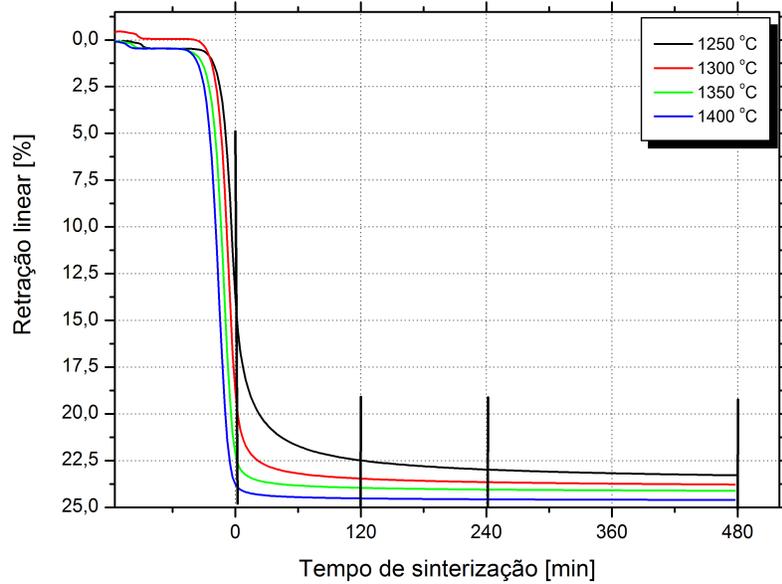
De acordo com a Figura 5, observa-se que houve um ligeiro aumento da retração linear, indicado pela região (I), entre 150°C e 400°C. Isto ocorre, provavelmente, devido à liberação do ligante presente nas materiais primas das amostras compactadas. Após esta região, nota-se que não há retração até aproximadamente a temperatura de 900°C, quando há um aumento significativo da retração linear, indicado pela região (II). Nesta região ocorre a retração linear efetiva, causada pela sinterização no estado sólido (solid-state sintering) das amostras estudadas.

A sinterização em estado sólido é um processo em que ocorre o transporte de material através de difusão, que pode ser realizada através do movimento de átomos ou de vacâncias ao longo de uma superfície ou contorno de grão, ou ainda através do volume do material. Diferentes mecanismos para o transporte de matéria durante a sinterização no estado sólido são sugeridos na literatura,<sup>(24-27)</sup> sendo os principais: evaporação-condensação, difusão na superfície, difusão através do volume do contorno de grãos, difusão através do contorno de grão, difusão através do volume. Para que estes mecanismos ocorram, é necessária a diminuição da energia livre superficial do sistema, por meio da combinação de dois processos: o coalescimento de partículas (coarsening) e a densificação. No coalescimento, as partículas pequenas são convertidas em partículas maiores, e na densificação ocorre a substituição da interface sólido-gás por uma interface sólido-sólido de menor energia.<sup>(27)</sup>

A Figura 6 apresenta as curvas dilatométricas das amostras Z05 e Z30, sinterizadas entre 0 horas a 8 horas a 1.250°C, 1.300°C, 1.350°C e 1.400°C.



(a)



(b)

**Figura 6** - Gráfico da retração linear em função do tempo de sinterização para (a) amostras Z05 e (b) amostras Z30, sinterizadas entre 1.250°C a 1.400°C.

De acordo com os gráficos apresentados na Figuras 6 observa-se que independente da pressão de compactação utilizada, a retração linear tende a aumentar, em função do aumento da temperatura de sinterização, devido ao fato de que os mecanismos de densificação são ativados por processos difusionais, os quais são diretamente afetados pela temperatura utilizada na sinterização. O suave aumento da densificação em função do tempo de exposição das amostras em altas temperaturas ocorre até os limites estabelecidos pela completa densificação do material. Em outras palavras, a retração em função do tempo ocorre enquanto a densidade relativa das amostras sinterizadas não atinge 100%, como mostrado na Figura 2.

As Tabelas 4 e 5 apresentam um resumo dos resultados do estudo da dilatométrica, em função da temperatura e do tempo de sinterização.

**Tabela 4** – Retração linear em função do tempo e temperatura de sinterização, para as amostras Z05 (12,3MPa).

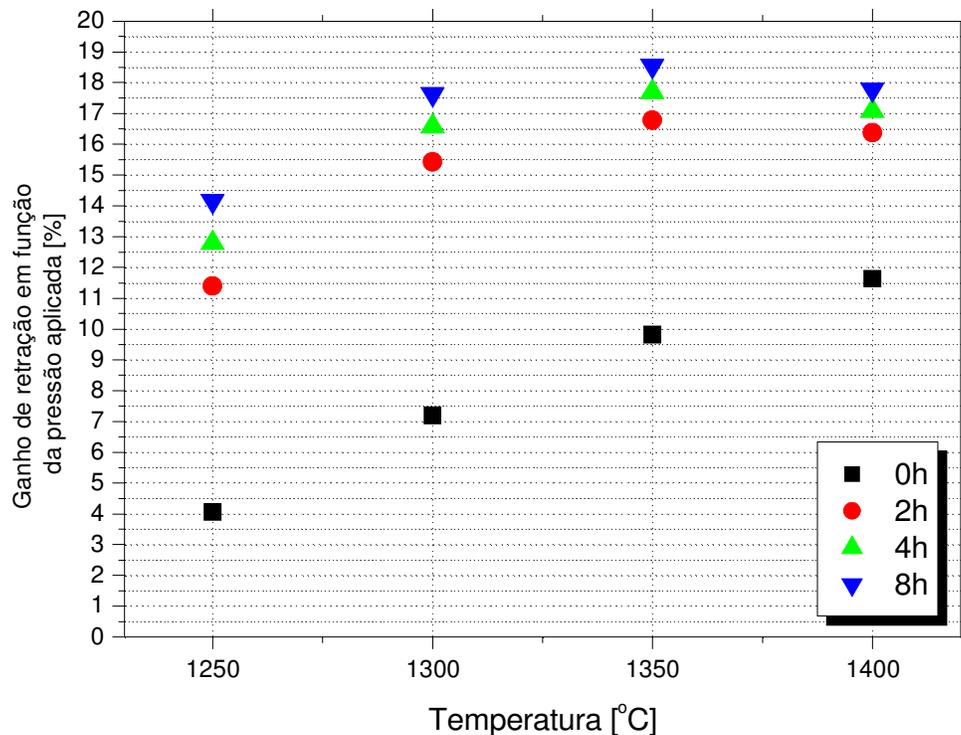
Temperatura (°C)	Retração linear acumulada (%)			
	0h	2h	4h	8h
1250	14,31	25,38	26,35	27,12
1300	20,27	27,74	28,35	28,87
1350	24,53	28,79	29,22	29,60
1400	26,88	29,32	29,63	29,92

**Tabela 5** – Retração linear em função do tempo e temperatura de sinterização, para as amostras Z30 (73,5MPa).

Temperatura (°C)	Retração linear acumulada (%)			
	0h	2h	4h	8h
1250	13,73	22,49	22,98	23,28
1300	18,81	23,46	23,65	23,78
1350	22,12	23,96	24,05	24,11
1400	23,75	24,52	24,57	24,60

Comparando-se os resultados apresentados nas Tabelas 4 e 5, observa-se que, independentemente da temperatura e do tempo em que as amostras foram sinterizadas, quanto menor a pressão de compactação maior é a retração linear, evidenciando a maior porosidade do material a verde para estas amostras (Z05). Aumentando o tempo de sinterização a retração linear também aumenta, porém com o aumento do tempo (acima de 4 horas) e da temperatura (acima de 1.350°C), o aumento da retração é significativamente menor do que o aumento observado nas primeiras horas de sinterização (até 2 horas).

A Figura 7 apresenta os ganhos de retração obtidos pelo aumento da pressão de compactação de 12,3 MPa (amostras Z05) para 73,5 MPa (amostras Z30), mostrando que o aumento da pressão de compactação pode aumentar a atuação dos mecanismos de sinterização, melhorando assim a densificação do material em diferentes temperaturas.



**Figura 7** – Curva do ganho de retração em função da pressão aplicada pela temperatura de sinterização.

#### 4 CONCLUSÕES

De acordo com os resultados obtidos conclui-se que houve um aumento gradativo da densidade relativa a verde de acordo com a pressão de compactação aplicada. Ao sinterizar as amostras, não foi possível obter os valores da densidade relativa das amostras compactadas com a menor pressão de compactação, devido a grande quantidade de porosidade aberta apresentada pelas mesmas.

Das amostras compactadas com a maior pressão de compactação (Z30), conclui-se haver um aumento do ganho de densidade em função do aumento do tempo de sinterização. Em amostras sinterizadas com temperaturas mais elevadas (acima de 1.350°C), obtêm-se densidade relativa superior a 99% já nas primeiras horas de sinterização, mantendo-se um valor estável, ao final de 8 horas de sinterização.

#### Agradecimentos

Os autores agradecem à FAPEMIG pela bolsa de estudos concedida.

#### REFERÊNCIAS

- 1 HENCH LL, WILSON J. An Introduction to Bioceramic. Singapura: World Scientific; 1993.
- 2 WILLIAMS DF. Medical and Dental Materials. New York: VCH Weinheim; 1992.
- 3 HENCH LL. J Am Ceram Soc; v. 81, n. 7, p. 1705-28, 1998.
- 4 KUMAR, A. S., DURAI, A. R., SORNAKUMAR, T. Yttria ceramics: cutting tool application. Materials Letters, v. 58, p. 1808-1810, 2004.
- 5 HEUER, A. H., CHAIM, R., LANTERI, V. Review: Phase transformations and

- microstructural characterization of alloys in the system  $ZrO_2$ - $Y_2O_3$ . *Advances in Ceramics*. v. 24 Science and Technology of Zirconia III, p. 3-20, 1988.
- 6 NONO, M.C.A., *Cerâmicas à base de zircônia tetragonal policristalina do sistema  $CeO_2$ - $ZrO_2$  (Ce-TZP)*, S.J.Campos-SP, ITA-CTA, 1990, Tese de doutorado.
  - 7 STEVENS R. *An introduction to zirconia: zirconia and zirconia ceramics*. 2nd ed. New York: Twickenham Magnesium Electrum; 1986.
  - 8 BASU, B., VLEUGELS, J., VAN DER BIEST, O. *J.Materials Research*, v.16, n. 7, p. 2158-2169, 2001.
  - 9 BASU, B., VLEUGELS, J., VAN DER BIEST, O. *Key Eng Mater*, v. 206-213, p. 1185-1188, 2002.
  - 10 BASU, B., VLEUGELS, J., VAN DER BIEST, O. *ZrO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites with tailored toughness*, *J Alloys and Compounds*, v. 372, n. 1-2, p. 278-284, 2004.
  - 11 ANUSAVICE, K. J., *Phillips' Science of Dental Materials*, 11th Edition, 832p, Elsevier, UK, 2003.
  - 12 ZHU P, LIN Z, CHEN G, KIYOHICO I. *Int J Fatigue*, v. 26; p. 1109-14, 2004.
  - 13 MAYO, M. J., *Int. Mater. Rev.*, v. 41, p. 85, 1996.
  - 14 MALOW, T. R., KOCH, C. C., *Acta mater.*, v. 45, p. 2177, 1997.
  - 15 AVERBACK, R. S., HOER, H. J., HAHN, H., LOGAS, J. C., *Nanostruct. Mater.*, v. 1, p. 173, 1992.
  - 16 HAGUE, D. C., MAYO, M. J., *J. Am. Ceram. Soc.*, v. 80, p. 149, 1997.
  - 17 LIAO, S.-C., PAE, K. D., MAYO, W. E., *Mater. Sci.Engng A*, v. A204, p. 152, 1995.
  - 18 LIAO, S.-C., MAYO, W. E., PAE, K. D., *Acta mater.*, v. 45, p. 4027, 1997.
  - 19 MAYO, M. J., CHEN, D. J., HAGUE, D. C. In *Nanomaterials: Synthesis, Properties and Applications* Institute of Physics Publishing, Bristol, U.K p. 165, 1996.
  - 20 AVERBACK, R. S., HOER, H. J., TAO, R., *Mater Sci. Engng A*, v. A166, p. 169, 1993.
  - 21 VAÛEN, R., KAISER, A., FORSTER, J., BUCHKREMER, H. P., STOVER, D., *J. Mater. Sci*, v. 31, p. 3623, 1996.
  - 22 KIM, H. G., KIM K. T., *Densification behavior of nanocrystalline titania powder compact under high temperature* *Acta mater*. v. 47, n. 13. p. 3561-70, 1999.
  - 23 GERMAN, M.R. *Powder Metallurgy Science*. 2.ed. Princeton: Ed. Metal Powder Industries Federation. 472p, 1994.
  - 24 RICHERSON, D. W., *Modern Ceramic Engineering*, Marcel Dekker, Inc., New York and Basel 1982.
  - 25 REED, J.S., *Introduction to the Principles of Ceramic Processing*, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1988.
  - 26 BARSOUN, M. W., *Fundamentals of Ceramics*. New York, McGraw Hill, 1997
  - 27 SHAW, N. J., "Densification and Coarsening During Solid State Sintering of Ceramics: A Review of the Models. I. Densification", *Powder Metallurgy International*, v. 21, n. 3, p. 16-29, 1989.