RUDINEI SACHS

SINTERIZAÇÃO DE CERÂMICA A BASE DE ALUMINA COM O LASER CONTÍNUO DE CO_2.

CAMPO GRANDE
2011

RUDINEI SACHS

SINTERIZAÇÃO DE CERÂMICA A BASE DE ALUMINA COM O LASER CONTÍNUO DE CO_2.

Dissertação apresentada ao Programa de pós-graduação em Saúde e Desenvolvimento na Região Centro-oeste da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul, para obtenção do título de Mestre.

Orientador: Prof. Dr. José Renato Jurkevicz Delben.

CAMPO GRANDE
2011

FOLHA DE APROVAÇÃO

RUDINEI SACHS

SINTERIZAÇÃO DE CERÂMICA A BASE DE ALUMINA COM O LASER CONTÍNUO DE CO_2.

Dissertação apresentada ao Programa de pós-graduação em Saúde e Desenvolvimento na Região Centro-oeste da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul, para obtenção do título de Mestre.

RESULTADO _____

Campo Grande (MS), _____ de _____de _____.

BANCA EXAMINADORA

_____

Prof. Dr. _____

Instituição _____

_____

Prof. Dr. _____

Instituição _____

_____

Prof. Dr. _____

Instituição _____

DEDICATÓRIA

Para meus pais, **Rubem** e **Cornélia Sachs**, e irmãos Rafael e Ronei Sachs,

que me ensinaram a valorizar o amor, a alegria e a amizade.

E para minha esposa **Carla** e nosso filho, **Daniel**,

por me proporcionarem a possibilidade de continuar compartilhando esses sentimentos, pelo apoio, incentivo e confiança.

AGRADECIMENTOS

- Ao meu orientador, Prof. Dr. José Renato Jurkevicz Delben, que doou não somente de seu conhecimento e experiência, mas de seu tempo, dividindo comigo as preocupações as ansiedades, e pela paciência que teve com as dificuldades encontradas, minha gratidão, sempre.

- Aos profissionais, do departamento de Física da UFMS - Campo Grande/MS, e USP - São Carlos/ SP, por esses anos de convívio e amizade, e apoio para a concretização do trabalho.

- Aos profissionais do departamento de odontologia da UFMS – Campo Grande/ MS, por sempre estarem prontos a me ajudar, foi fundamental.

- Aos Amigos que sempre me apoiaram e me ajudaram a superar muitas dificuldades encontradas, me incentivando.

- Ao professor Dr. Túlio Marcos Kalife Coêlho, que sempre esteve pronto a me ajudar, e que sem ele provavelmente a realização deste projeto não seria possível.

- A Todos que me ajudaram direta e indiretamente na realização deste trabalho, sem os quais seria impossível alcançar essas metas.

- Ao programa de pós-graduação Saúde e Desenvolvimento na Região Centro-oeste, através de seus professores e funcionários, que possibilitaram a realização de um grande sonho, a concretização de um grande projeto.

RESUMO

Sachs R. Sinterização de cerâmica a base de alumina com o auxilio do laser contínuo de co2. Campo Grande; 2011. [Dissertação – Universidade Federal do Mato Grosso do Sul e USP São Carlos/SP].

O objetivo deste estudo é estabelecer uma metodologia de sinterização utilizando o laser contínuo de CO_2 para o processamento de cerâmicas a base de alumina. Para tanto foram confeccionados corpos de prova de cerâmicas tanto de alumina pura, como também com concentrações de 5%, 10%, 15% de sílica em sua composição a fim de controlar a contração do material, realizamos testes de dureza vickers e análise no MEV, para analisar os resultados e avaliar a qualidade de sinterização. As amostras sinterizadas com laser CO_2 apresentaram resultados de dureza similares aos obtidos pelo método de sinterização convencional, com apenas duas passadas de irradiação com o feixe do laser, onde cada passada foi de 1 minuto, em uma temperatura de laser que variou de 1.500 ºC – 1.700ºC, com isso podem observar que, a sílica conseguiu um travamento na contração do material, mostrando poucas alterações dimensionais com o uso do laser, similar as cerâmicas confeccionadas em forno de alta temperatura. Sendo assim concluímos uma metodologia de sinterização onde a cerâmica apresenta resultados de dureza e contração à sinterização, similares aos sinterizados em fornos convencionais, porém com tempo de sinterização muito reduzido em relação aos resultados obtidos com a metodologia de sinterização convencional.

Palavras-chaves: Laser CO_2, Sinterização, Alumina.

ABSTRACT

R. Sachs Sintering of alumina ceramic base with the help of continuous CO2 laser. Campo Grande; 2011. [Dissertation - Federal University of Mato Grosso do Sul and São Carlos USP / SP].

The objective of this study is to establish a methodology for continuous laser sintering using the CO2 for the processing of alumina-based ceramics. Therefore, we prepared specimens of both pure alumina ceramics, as well as concentration 5%, 10%, 15% silica in its composition to control the contraction of the material, vickers hardness tests performed and analysis in the SEM and EDS, to analyze the results and evaluate the quality of sintering. Samples sintered using CO2 laser presented results of hardness similar sintering conventional, in a time of 2 past 1 minute each at a temperature of laser ranging from 1500 ° C - 1700 ° C, also observed that the silica got a lock on contraction of the material and that the sample had no little change using dimensional laser similar to the ones made of ceramic high-temperature furnace. Thus concluded a methodology where the ceramic sintering presents the results of hardness and contraction similar to the sintering sintered in conventional furnaces, sintering time but with very low compared to conventional methodology sintering.

Keywords: CO2 laser, sintering, alumina.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Média das medidas de comprimento, largura e espessura (em mm) das amostras em função da tensão do laser (em volts).....37
Tabela 2 – Desvio padrão das medidas de comprimento, largura e espessura (em mm) das amostras em função da tensão do laser (em volts).....37
Tabela 3 – Média dos resultados obtidos com as identações no microdurômetro com ponta Vickers, das amostras sinterizadas com laser continuo de CO_2 de 0%, 5%, 10%, 15% de silica em massa, nos dois lados da amostra. 42
Tabela 4 – Desvio Padrão dos resultados obtidos com as identações no microdurômetro com ponta Vickers, das amostras sinterizadas com laser continuo de CO_2 de 0%, 5%, 10%, 15% de silica em massa, nos dois lados da amostra. 42

LISTA DE SÍMBOLOS

^{0}C	graus célcius
µm	micrômetro
mm	milímetro
cm	centímetro
H	dureza
HV	dureza Vickers
V	volts
MPa	mega pascal
GPa	giga pascal
MEV	microscópio eletrônico de varredura
Nm	nanometros
ISLD	International Society for Lasers in Dentistry
FDA	United States Foods and Drugs Administration
SLS	selective laser sintering
CO^{2}	Dióxido de Carbono
E	elasticidade
v	razão poisson
σ	resistência a fratura
Kg	kilograma
Kgf	Kilograma força
HF	hidrofluorídrico
BSI	imagem por elétrons retro espalhados
SEI	imagem por elétrons secundários
K	potássio
Na	sódio
WDS	Análise por dispersão de comprimento de onda
EDS	Espectrometria de energia dispersiva

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Cerâmica a verde antes de ser sinterizada (d), cerâmica após o processo de sinterização onde apresenta o fechamento dos póros (c) (Macedo ZS., Hernandes AC., 2000)……13
Figura 2 - Materiais cerâmicos diversos http//:www.fa.utl.pt/materiais/cerâmicos /2/ceramica.jpg – capturadas em 3 de maio – 2006. 15
Figura 3 - Estágios da sinterização de cerâmica, inicial (b), intermediário (c), final (d) e cerâmica a verde (a) ……18
Figura 4 – Primeiro laser inventado por Theodore Maiman, em 1960. ……19
Figura 5 – Equilíbrio instável de uma bola, com um leve toque externo colocará a bola em movimento 21
Figura 6 - Emissão estimulada de fótons. ……21
Figura 7 – Molde de silicone ……..26
Figura 8 – Placas de cerâmica ……..26
Figura 9 – Politriz ……27
Figura 10 – Policorte ……27
Figura 11 – Laser CO_2 ……27
Figura 18 – MEV ……..29
Figura 19 – Microdurômetro ……..29
Figura 20 – Alumina 0% de sílica pré-sinterizada em forno de alta temperature…..……...33
Figura 21 – Alumina 0% de silica sinterizada com laser CO_2, lado (a)……33
Figura 22 – Alumina 0% de silica sinterizada com laser CO_2, lado (b)……33
Figura 23 – Alumina 5% de sílica pré-sinterizada em forno de alta temperature ……34
Figura 24 – Alumina 5% de silica sinterizada com laser CO_2, lado (a)……....34
Figura 25 – Alumina 5% de silica sinterizada com laser CO_2, lado (b)……..34
Figura 26 – Alumina 10% de silica pré-sinterizada em forno de alta temperature……...35
Figura 27 – Alumina 10% de silica sinterizada com laser CO_2, lado (a) ……35
Figura 28 – Alumina 10% de silica sinterizada com laser CO_2, lado (b)……..35
Figura 29 – Alumina 15% de silica pré-sinterizada em forno de alta temperature ……36
Figura 30 – Alumina 15% de silica sinterizada com laser CO_2, lado (a)……..36
Figura 31 – Alumina 15% de silica sinterizada com laser CO_2, lado (b)……..36
Gráfico 01 – Resultado da sinterização com laser continuo de CO_2, dados da tabela 1 da retração com relação ao comprimento da amostra…….……..38

Gráfico 02 – Resultado da sinterização com laser continuo de CO_2, dados da tabela 1 da retração com relação a largura da amostra……...39
Gráfico 03 – Resultado da sinterização com laser continuo de CO_2, dados da tabela 1 da retração com relação a espessura da amostra …….....39
Figura 32 – Identação com ponta Vickers ……41
Gráfico 04 – Gráfico dos resultados das identações Vickers com cargas de 4,903N, contidos na tabela 3. As barras de erro são os valores de desvio padrão ……...43
Gráfico 05 – Gráfico dos resultados das identações Vickers com cargas de 9,807N, contidos na tabela 3. As barras de erros são os valores de desvio padrão 43

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO ……13
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA ……16
2.1 Materiais cerâmicos ……16
2.1.1 Definição ……16
2.1.2 Cerâmicas com alto teor de alumina ……17
2.2 Sinterização ……18
2.3 Laser de CO_2 ……19
2.3.1 Produção da luz laser ……21
2.4 Análise estrutural ……23
3 OBJETIVO……26
4 MATERIAIS E MÉTODOS……27
4.1 Preparação das amostras e sinterização ……27
4.2 Caracterização ……29
4.2.1 Microestrutura ……30
4.2.2 Teste de dureza ……30
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO ……32
6 CONCLUSÃO ……46
REFEREÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS ……47
ANEXOS ……50

1 INTRODUÇÃO

A estética tem ocupado um papel de destaque na odontologia e apresenta-se como uma exigência dos pacientes e dos profissionais da área. Nesse sentido, pesquisadores de ciência e engenharia de materiais estudam e desenvolvem novos métodos de processamentos, além de novos materiais cerâmicos e compósitos que possam oferecer além das características estéticas, propriedades mecânicas e químico-bioquímicas satisfatórias para suportar os esforços mastigatórios e resistir a ataques químicos no ambiente bucal.

Atualmente, a utilização de restaurações cerâmicas tem se constituído na principal opção de tratamento para reconstrução das estruturas dentárias extremamente comprometidas, devido a isso, a cada ano novos materiais e métodos de processamento cerâmico estão sendo desenvolvidos. Esta evolução permite a obtenção de materiais cerâmicos com propriedades que simulam mais apropriadamente a aparência dos dentes naturais, bem como restaurações com adequadas propriedades físicas, resistência ao desgaste, estabilidade de cor e biocompatibilidade (ANUSAVICE KJ., 2005; DENRY IL., 1996; ROSENBLUM MA., *et al*., 1997).

A utilização de cerâmicas para uso odontológico, iniciou-se há mais de 200 anos, quando o dentista francês De Chemant, em associação com o farmacêutico Aléxis Duchateau, preocupado com as próteses confeccionadas com dentes de animais, as substituiu por dentes cerâmicos buscando uma melhora na estética (ANUSAVICE KJ.,2005). Pouco depois, em 1838, John Murphy obteve a primeira restauração em porcelana, desenvolvendo a técnica da lâmina de platina. Entretanto, a aceitação mundial das próteses em cerâmica só foi obtida no início da década de 1960, com a introdução do primeiro sistema metalo cerâmico realizado com sucesso (DENRY IL., 1996; ROSENBLUM MA., *et al*., 1997).

O desenvolvimento de sistemas restauradores totalmente cerâmicos, iniciou-se na década de 60, quando McLean, Hughes desenvolveram a porcelana feldspática reforçada com óxido de alumínio (MCLEAN JW.,*et al*., 1965), que apresentava um módulo de elasticidade e uma resistência a flexão de 180 Mpa.

Em 1968, surgiu à cerâmica Dicor da Dentsply, que se caracterizava pela nova técnica de processamento de injeção da cerâmica por centrifugação em um molde refratário obtido pelo método da cera perdida, e apresentava resistência à flexão variando entre 127 – 239 Mpa (OILO G., 1988; SEGHI RR, *et al*., 1995).

Nas décadas seguintes, continuaram surgindo novos sistemas cerâmicos reforçados e com diferentes técnicas de processamento. Em 1989, segundo Magne, Belser, foi definida a técnica da dupla sinterização (Slip Casting), que logo foi melhorada pelo francês Sadoun para a produção de infra-estruturas altamente resistentes, dando origem ao sistema In-Ceram® (VITA Zahnfabrik H. Rauter GmbH & Co KG, Bad Säckingen - Gernamy) que proporciona resistência à flexão de aproximadamente 430 MPa (MAGNE P., *et al*., 1997).

O processo utilizado para a obtenção de peças cerâmicas a partir de pós é a sinterização em forno de alta temperatura com o objetivo de unir as partículas do pó, ou seja, através do aquecimento aumentar a densidade da estrutura tornando a peça coesa. Este processo termicamente ativado, envolve duas fases. Na fase de pré-aquecimento a peça é colocada próxima a abertura de um forno tipo mufla. Dessa forma, o vapor da água remanescente presente entre os grãos se dissipa mais lentamente evitando a formação de poros ou mesmo a fratura da peça. Na temperatura inicial de queima, os espaços entre as partículas se assemelham a canais preenchidos pelo ar atmosférico. À medida que a sinterização progride, as partículas se soldam em seus pontos de contato e se deformam, tendendo a preencher os espaços (figura 1). Para reduzir a quantidade de poros e com isso aumentar a resistência

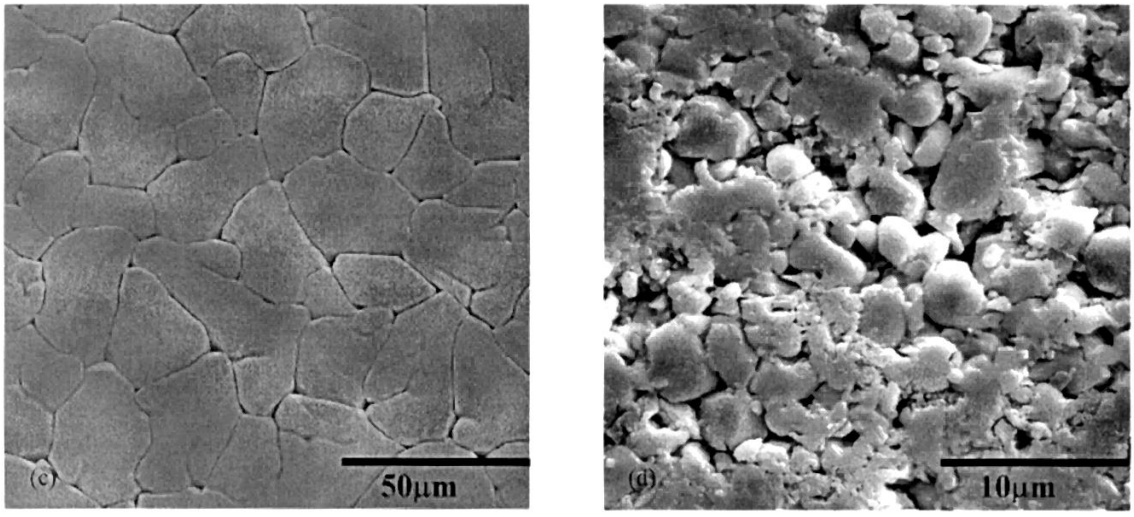


Figura 1 – Cerâmica após o processo de sinterização onde apresenta o fechamento dos poros (c) e Ceramica antes de ser sinterizada (d) (Macedo ZS., Hernandes AC., 2000).

mecânica e a translucidez, a queima da porcelana é feita em fornos a vácuo, sob pressão de apenas 0,1 atm. Ao se atingir a temperatura máxima de queima, imediatamente começa o resfriamento, o qual deve ser lento para evitar o surgimento de trincas na peça. (MCLEAN, J.,1979; CESAR, P.F. 2002; DÖRRE, E.H. 1984; MCLEAN,J.W, 1967)

Neste trabalho queremos sinterizar uma peça cerâmica utilizando para isso um laser, onde esta sinterização é baseada no aquecimento de materiais particulados através de uma fonte de calor fornecida por um feixe de laser contínuo. Uma das vantagens deste processo de sinterização, é a rapidez do processo. Os parâmetros mais importantes para a fabricação de objetos através da sinterização a laser são: a potência do laser, a velocidade de deslocamento do feixe e o intervalo entre as "passadas" do feixe do laser (VOLPATO, 2001).

Uma das possíveis aplicações desta ferramenta está associada à sinterização de porcelanas. Espera-se que exista um gradiente de temperatura em toda a área irradiada pelo laser que coincida com o formato Gaussiano de intensidade do feixe. Deste modo, a densificação e a transformação microestrutural da porcelana podem variar de acordo com a região. A potência do laser necessária para sinterizar um pó varia consideravelmente com o material que está sendo processado. Além disso, outros fatores como densidade da potência do laser, o comprimento de onda e velocidade de deslocamento do feixe do laser influenciam na eficiência da sinterização (MACEDO,HERNANDES, 2002).

Na odontologia, a literatura a respeito do uso de fontes alternativas para a sinterização de porcelanas dentárias é muito restrita. O uso do laser de CO2 para sinterização de cerâmicas surge como uma alternativa ao forno resistivo e pode propiciar a sinterização total de peças de espessura reduzida (MACEDO, Z.S., 2003).

Atualmente, o principal objetivo da pesquisa e desenvolvimento das cerâmicas é produzir materiais resistentes e tenazes que possam oferecer aparência estética adequada e desempenho confiável nas aplicações odontológicas, porém o preparo das peças cerâmicas é de certa forma demorada exigindo muito tempo para sua sinterização, e com a utilização de fornos de alta temperatura ligados por um longo período, consomem muito tempo e um enorme gasto de energia, sendo assim, o objetivo deste estudo em questão, é determinar uma metodologia de sinterização com laser contínuo de CO_2, para que consigamos uma sinterização, diminuindo consideravelmente o tempo de trabalho, e mantendo as propriedades de dureza em comparação as cerâmicas odontológicas sinterizadas em forno convencional.

Para podermos avaliar a retração dimensional no momento da sinterização de acordo com resultados de outros trabalhos (MACEDO, Z.S., 2003)., será feito o estudo em cerâmicas de alumina com e sem a presença de sílica pra avaliar também se a sílica tem influência nas alterações dimensionais no momento da sinterização.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Materiais cerâmicos

O termo “cerâmica” vem da palavra grega *keramikos,* que significa “matéria prima queimada”, indicando que as propriedades desejáveis desses materiais são atingidas através de um processo de tratamento térmico a alta temperatura conhecido por queima ou sinterização.

Por serem frequentemente compostas por mais de dois elementos químicos, suas estruturas cristalinas são em geral, bem mais complexas que as dos metais.

2.1.1. Definição

Os materiais cerâmicos compreendem todos os materiais inorgânicos, não metálicos, obtidos, geralmente, após tratamento térmico em temperaturas elevadas.

Os materiais cerâmicos abrangem uma grande variedade de substâncias naturais e sintéticas, tais como (figura 2): vidros, tijolos, pedras, concretos, abrasivos, vidrados para porcelana, isolantes dielétricos, materiais magnéticos não metálicos, refratários para altas temperaturas e muitas outras (VAN VLACK, 1992).

Figura 2 – Materiais cerâmicos diversos [http//:www.fa.utl.pt/materiais/ceramicos/2/ceramica.jpg - capturadas em três de maio – 2011]

Os compostos cerâmicos são, em sua maioria, formados por elementos metálicos e não-metálicos, para os quais as ligações inter-atômicas são total ou predominantemente iônicas com alguma natureza covalente.(CALLISTER, 2002)

2.1.2 Cerâmicas com alto teor de alumina

As cerâmicas com alta concentração de alumina geralmente contêm no mínimo 95% de óxido de alumínio e como apresentam alta resistência mecânica à compressão, possibilitam a confecção de uma estrutura porosa que depois de infiltrada com vidro pode receber a aplicação de cerâmicas de revestimento para prover a estética necessária. Estão indicadas para a confecção de coroas e pequenas próteses fixas.

As partículas de alumina são mais resistentes mecanicamente que o vidro e mais eficientes na prevenção da propagação das trincas que o quartzo (NOORT, 2002). Ao elevar a quantidade de alumina acima de 85% se obtém um material de altíssima resistência à compressão. Este material é aplicado em finas camadas sobre um modelo refratário e, após a secagem, é sinterizado pelo período de 10 horas a 1.120^0C.

O sistema In-Ceram foi descrito como um material com alta quantidade de alumina em seu conteúdo, com partículas entre 0,5 e 3,5µm, apresentando uma contração de sinterização de apenas 0,3% (SORENSEN; KNODE & TORRES, 1992).

PRÖBTER e DIEHL relataram que o pequeno tamanho das partículas e a baixa contração na sinterização possibilitam uma ótima fidelidade marginal para coroas unitárias com término em ombro. A qualidade estética deste sistema é superior a outros devido ao processo de infiltração de vidro, elevando sua translucidez. Sua técnica de confecção consiste inicialmente na duplicação do modelo em material refratário onde o processo de pré-sinterização dura dez horas em forno especial a 1120^0C. Após esta, se necessário, podem ser feitas correções para verificação e melhoria da adaptação ao modelo de trabalho. Aplica-se a seguir o pó de vidro misturado com água através de pincel de manipulação sobre a face externa da coroa. A queima no forno ocorre à temperatura de 1100^0C pelo período de 6 horas. Não há variação dimensional após a infiltração do vidro, pois esta ocorre através dos espaços intersticiais das partículas de alumina determinando o aumento da translucidez e a cor desejada da base da coroa restauradora.

O sistema In-Ceram Alumina analisado por BOTTINO *et al.,* 2000, possui uma grande quantidade de partículas de alumina com diâmetro entre 0,5 e 3,5µm e uma contração de sinterização de 0,3%, que possibilita uma microestrutura altamente organizada.

Outras análises mais recentes vieram demonstrar que as cerâmicas a base de alumina são essencialmente utilizadas como materiais estruturais devido a seu elevado módulo de

elasticidade, alta resistência ao desgaste e ao ataque químico e estabilidade a elevadas temperaturas. Entretanto, algumas propriedades tais como a baixa tenacidade à fratura e, para cerâmicas a base de alumina mais comuns (micro-estruturas mais grosseiras), baixa resistência mecânica, limitam sua gama de aplicação. Compósitos de matriz de alumina com inclusões nanométricas têm sido estudados há bastante tempo, apresentando bons resultados quanto às propriedades mecânicas. Em nano compósitos de alumina-sílica a melhoria das propriedades mecânicas é atribuída aos campos de tensão residual e outros mecanismos de tenacificação como microtrincamento, ramificações, deflexão e embotamento de trincas (PIERRI *et al.*, 2005).

2.2 Sinterização

A sinterização é um processo no qual, polímeros com preparação cristalina ou não, uma vez compactados, recebem tratamento térmico, no qual a temperatura de processamento é sempre menor que a sua temperatura de fusão. Este processo cria uma alteração na estrutura microscópica do elemento base. Isto ocorre devido a um ou mais fenômenos chamados "mecanismos de transporte": estes podem ser consecutivos ou concorrentes, e a sua finalidade é obter uma peça sólida coerente.

O fenômeno da sinterização, diz respeito às inúmeras teorias existentes, e pode ser explicado da seguinte maneira: Adesão inicial das partículas, cujos pontos de contato aumentam com a temperatura sem que, nessa fase inicial, ocorra qualquer contração de volume e apenas com pequena influência na difusão superficial: à medida que aumenta a temperatura, ocorre um aumento da densidade, acompanhado de esferoização (obtenção de uma forma esférica a um determinado grão de cerâmica) e progressivo fechamento dos vazios; finalmente, mediante uma difusão nos contornos dos grãos, desaparecem os últimos vazios arredondados e isolados.

Tradicionalmente, a sinterização das cerâmicas cristalinas é dividida em três estágios distintos: inicial, intermediário e final. O inicial é definido como a parte do processo onde ocorre o arredondamento das partículas, a formação dos pescoços ou dos contornos entre os mesmos, com pouco crescimento dos grãos e redução na área superficial livre e na porosidade. No estágio intermediário ocorre acentuado crescimento dos grãos e fechamento de poros, acompanhado de densificação. O estágio final é caracterizado pela eliminação de poros residuais e crescimento de grãos, com pouca ou até mesmo nenhuma densificação (figura 3) (MACEDO, Z.S., 2003).

A sinterização é o estágio final do processamento cerâmico, e pode ser definida como um processo de redistribuição de matéria a alta temperatura, estimulado pelo gradiente de energia livre associado à grande área superficial das partículas do compacto. Devido à sua grande importância, estudam-se diversos aspectos do processo, como suas condições de pressão, atmosfera, e forma de aquecimento. Além do processo convencional em forno elétrico, existem também técnicas alternativas de sinterização, como a prensagem a quente, a sinterização por microondas, por descarga elétrica, e por aquecimento a laser (MACEDO, Z.S., 2002).

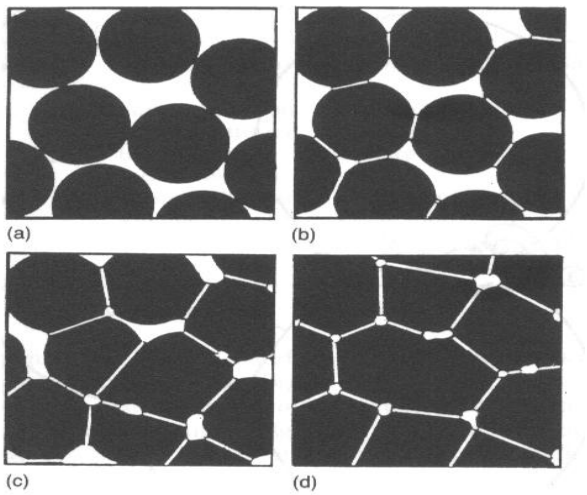


Figura 3 – Estágios da sinterização de cerâmica, inicial (b), intermediário (c), final (d) e ceramica a verde (a). (MACEDO, Z.S., 2003).

2.3 Laser de CO_2

O primeiro laser foi inventado por Charles Townes (nascido em 28 de Julho de 1915) na década de 50 e construído em 1954 por ele e colégas da Universidade de Colúmbia (EUA), porem na época recebeu o nome de maser.

Logo que o maser foi demonstrado começou imediatamente a busca por um maser ótico, isto é, um dispositivo que emitisse um feixe coerente com frequência na região da luz visível. Townes e Arthur Schawlow propuseram um arranjo com uma cavidade contendo o meio ativo e dois espelhos. Por esse trabalho Townes ganhou o Prêmio Nobel de 1964, juntamente com Aleksandr Prokhorov (também nascido em Julho) e N. Basov.

Mas, foi Theodore Maiman (nascido em 11 de Julho de 1927) quem construiu o primeiro maser ótico. Maiman sugeriu o nome "Loser" ("Light Oscillation by Stimulated Emission of Radiation") mas "loser" significa "perdedor" e o nome foi trocado por "laser" ("Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation"), que permanence até os dias atuais.

Em Julho de 1960 Maiman anunciou o funcionamento do primeiro laser (figura 4), cujo meio ativo era um cristal de rubi. O rubi é um cristal de óxido de alumínio contendo um pouco de cromo. Os átomos de cromo formam o meio ativo: são eles que geram a luz laser por emissão estimulada de fótons. Eles são excitados por uma luz externa muito intensa

(flash). O átomo de cromo é um sistema de três níveis: a luz externa excita o átomo de cromo do estado fundamental para um estado excitado de vida curta. Desse estado excitado o átomo decai para outro estado excitado de menor energia. A diferença de energia é dissipada na forma de vibrações no cristal de rubi. Esse segundo estado excitado é meta-estável, portanto, conveniente para ser usado na ação laser. De resto, o funcionamento é idêntico ao que descrevemos antes.

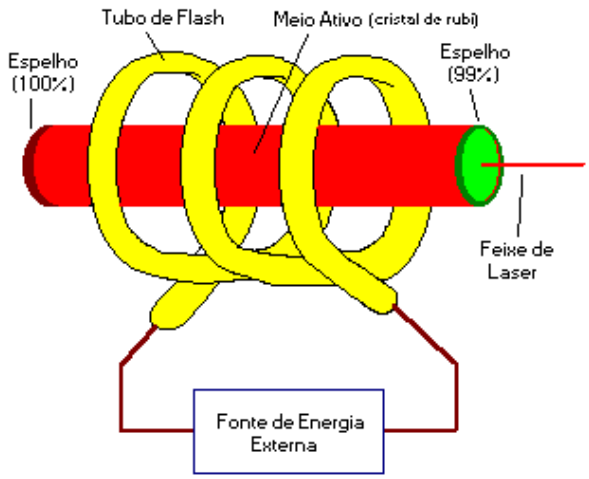


Figura 4 – Primeiro laser inventado por Theodore Maiman, em 1960.

No laser de rubi de Maiman o feixe de luz sai na forma de pulsos de luz muito rápidos. Pouco tempo depois outros lasers foram construídos, usando outros meios ativos, produzindo um feixe contínuo de luz.

Hoje, os lasers já são parte da vida cotidiana. Eles estão nos aparelhos de CD musicais e de computador, nas impressoras, na comunicação por fibra ótica, nos consultórios médicos e odontológicos e até nas mãos dos conferencistas, servindo de apontadores.

No ano de 1961, muitas novidades surgiram, pois Javan, Bennett e Herriot apresentaram o laser de He-Ne, Johnson desenvolveu o laser de Nd:YAG e em 1964, Patel e colaboradores apresentaram o laser de Dióxido de Carbono.

As pesquisas com laser na área odontológica começaram nos primeiros anos da década de sessenta e já em 1988, no primeiro congresso de laser no Japão, fundava-se a International Society for Lasers in Dentistry (ISLD) (Sociedade Internacional de Estudo de Laser na Odontologia) e, logo depois a FDA (United States Foods and Drugs Administration) aprovou o uso do laser para cirurgias de tecido mole da cavidade bucal.

O laser é mais uma ferramenta, cujo uso no processamento de materiais cresceu de forma bastante acentuada nos últimos anos. O calor do laser, altamente localizado, pode ser controlado para produzir aquecimento e/ ou ablação, e tem sido bastante empregado para corte, solda e vitrificação. A fusão e calcinação de materiais e o delicado processo de crescimento de fibras monocristalinas também têm empregado o laser como fonte de calor, em procedimentos mais rápidos e com menor risco de contaminação por cadinhos ou fornos.

O uso da ferramenta laser em deposição, sinterização e texturização de filmes finos e em cristalização de vidros também tem sido amplamente explorado (MACEDO, Z.S., 2003).

Normalmente são encontrados dois tipos laser utilizados nos sistemas SLS (selective laser sintering): CO2 e Nd:YAG. A potência do laser necessária para sinterizar um pó varia consideravelmente com o material que está sendo processado, além de outros fatores como, por exemplo, a densidade da potência da sinterização. Para o laser de CO2, que tem um comprimento de onda maior que 10,6μm, a aplicação é voltada para polímeros. No entanto, isso não significa que um tipo de laser não possa ser utilizado para sinterizar outra classe de material. As potências dos lasers variam muito de material para material, mas 25 a 50 Watts é comumente utilizado para polímeros e de 200 a 1000 Watts para metais e cerâmicas. O perfil da intensidade do laser também influencia na sinterização, sendo que a maioria dos lasers utilizados possui, em uma boa aproximação, uma maior intensidade de feixe de laser gaussiano (EOS GmbH _ Electro Optical Systems. Working Principle of Laser-Sintering. Disponível em <http://www.eos-gmbh.de>. Acesso em 03 janeiro 2003).

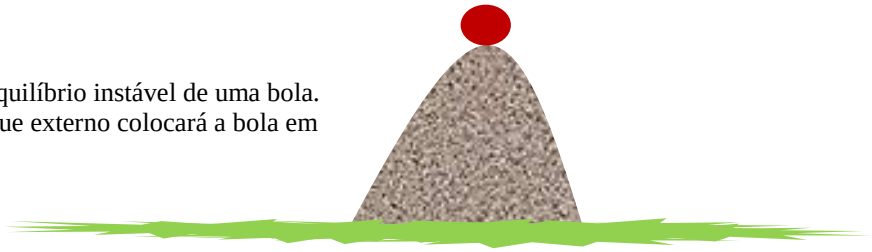
2.3.1 Produção da luz laser

A teoria de Einstein (1915-1916) sobre a emissão estimulada de luz teve como base a teoria quântica proposta por Planck (1900). Essa teoria analisava as relações entre a quantidade de energia liberada por processos atômicos. Assim, Einstein discorreu sobre a interação de átomos, ions e moléculas com a radiação eletromagnéticas em termos de absorção e emissão espontânea de radiação e, concluiu que o terceiro processo de interação, a emissão estimulada, deveria existir e nela, a radiação eletromagnética deveria ser produzida por um processo atômico.

Para entendermos a formação da luz, descreveremos três processos básicos pra obtenção desta luz. Primeiramente teremos a absorção de um fóton por um sistema atômico, causando a transferência de elétrons de um nível de mais baixa energia para um nível de mais alta energia. Em segundo lugar, teremos um processo de emissão espontânea de um fóton pelo sistema atômico, causando a transferência do elétron para um nível de mais baixa energia liberando uma porção de energia na forma de luz. E ainda um terceiro processo que consiste na estimulação seriada de outros fótons, pelos anteriores: vamos supor um elétron que esteja num estado excitado, que apresenta uma forte tendência em ir parra o nível de mais baixa energia, pois, sozinho, o processo demoraria muito a acontecer. Por isso, é necessário a ajuda de um agente externo para antecipá-lo. Esse agente externo estimula o processo. Por

Exemplo, vale citar a situação tradicional de uma bola em equilíbrio instável, como mostra a figura 5. A bola tende a descer, mas precisa de um estímulo.

Figura 5 - Equilíbrio instável de uma bola. Um leve toque externo colocará a bola em movimento



Com o elétron no seu estado excitado ocorre o mesmo e o agente externo que causa seu "salto" para um nível energético menor é justamente outro fóton. Assim, um fóton externo estimula o decaimento do elétron excitado e, ao passar para o estado de mais baixa energia, o elétron emite um fóton que emerge do sistema juntamente com aquele que causou a transição. Desse modo, na emissão estimulada, o fóton estimulador (externo) sai intacto e o fóton gerado é o seu irmão gêmeo. É um verdadeiro processo de clonagem de luz. Pra formação da luz laser, na verdade é necessário a união destes três processos para a formação da luz acontecer.

A figura 6 mostra os três processos até agora descritos, de forma mais esquemática: no esquema (a) o sistema atômico absorve um fóton externo e o elétron usa a energia desse fóton para pular para o nível de energia mais alta; no esquema (b) o elétron volta ao seu estado de mais baixa energia através da emissão de um fóton com energia E_0. Finalmente, no esquema (c), mostra-se o retorno do elétron ao estado de mais baixa energia, retorno esse causado por um fóton externo. O resultado é a emissão estimulada de um fóton que emerge lado a lado com o primeiro fóton. O que se quer dizer com "lado a lado" é que os fótons saem com a mesma fase, portanto são coerentes. Esses dois fótons resultantes da emissão estimulada vão perturbar outros átomos com elétrons em seus estados excitados, havendo emissão de mais fótons que se juntam aos iniciais. O processo ocorre como se fosse uma avalanche de emissões estimuladas.

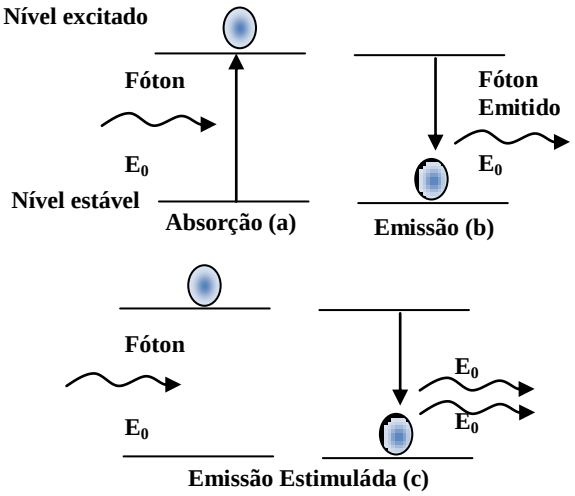


Figura 6 – Emissão Estimulada de fótons.

O Funcionamento do laser CO2, resumidamente se dá pela excitação das moléculas de Dióxido de carbono, através da energização de moléculas de outros gases como, por exemplo,

o N2 e/ ou He, as moléculas excitadas destes gases, excitam o dióxido de carbono causando uma elevação dos elétrons para outra camada (nível de energia), e após um tempo estimado de 10^{-21}segundos estes elétrons retornam a camada original de forma espontânea, ocorrendo uma liberação de fóton que causaram a queda estimulada dos demais elétrons num efeito cascata liberando mais fótons que causaram a queda de outros elétrons e assim sucessivamente acumulando um grande número de fótons até que sua quantidade chegue a um limiar onde a luz sairá resultando no seu feixe laser.

2.4 Análise estrutural

O exame microscópico é importante para o estudo e a caracterização de materiais. Esta caracterização e fabricação de materiais fazem parte do processo de inovação tecnológica. O exame microscópico é importante para predizer as propriedades estruturais e melhorar o desenvolvimento de novos materiais. Portanto, a análise micro-estrutural quantitativa oferece uma associação entre a constituição, propriedades físicas e as características estruturais dos materiais.

Estruturalmente, as cerâmicas são divididas em três categorias principais:

- cristalinas ou policristalinas (sem conteúdo vítreo);
- vidros com partículas ou parcialmente cristalinos (contendo alto ou baixo teor de vidro);
- vidros amorfos;

A maioria das cerâmicas cristalinas, exceto por cristal único, são realmente policristalinas porque são constituídas por um grande número de pequenos cristais, ou grãos, separados entre si por seus limites ou contornos. Os átomos estão ligados de maneira menos regular ao longo do limite do grão e, consequentemente, existe uma energia interfacial, ou energia limítrofe, semelhante à energia de superfície. Portanto, a região limítrofe dos grãos é mais reativa quimicamente do que os próprios grãos, e esse conceito têm sido utilizados para acentuar a observação de diferentes fases dos materiais, condicionando ligeiramente a superfície da cerâmica antes da análise microscópica. Este raciocínio também é aplicado na criação de superfícies cerâmicas com retenção micromecânica por meio de condicionamento ácido, melhorando a união às resinas.

Existem relações importantes entre a composição química, a estrutura atômica, o processo de fabricação, a microestrutura e as propriedades das cerâmicas policristalinas. O objetivo do processo de fabricação, por exemplo, é produzir microestruturas com

características químicas e físicas desejáveis. Cada etapa do processamento tem o potencial para produzir defeitos microestruturais indesejáveis no corpo da cerâmica que podem limitar suas propriedades e confiabilidade. Assim, a microestrutura, que se refere à natureza, tamanho, forma, quantidade e distribuição dos elementos estruturais ou fases, possui efeito significativo sobre as propriedades físicas das cerâmicas. Além disso, recentemente pesquisas têm se concentrado em desenvolver uma compreensão fundamental dos modos de falha das cerâmicas influenciados pela microestrutura (DELLA BONA *et al.* 2002).

A estrutura de cada fase nas cerâmicas odontológicas depende muito das condições de queima, tais como: a temperatura de pré-aquecimento, a velocidade do aquecimento, a temperatura final de queima, o tempo de manutenção da temperatura final, a atmosfera no forno de queima, e a velocidade do resfriamento. O coeficiente de expansão térmica, os valores de resistência, a solubilidade química, a transparência e a aparência, são algumas das propriedades que mostram alguma dependência no grau e na maneira pela qual a estrutura é queimada.

A microestrutura de algumas cerâmicas odontológicas tem sido estudada e relacionada às propriedades físicas. O mineral de alta expansão, leucita (K_2O-Al_2O_3-$4SiO_2$), está frequentemente associado a micro-fendas espontâneas que resultam de uma diferença de expansão térmica entre a leucita e a matriz vítrea circundante. Este tipo de micro-fendas pode ser minimizado com a redução do tamanho da partícula de leucita e com a obtenção de uma distribuição homogênea dessas partículas por toda cerâmica, como foi realizado na cerâmica Fortress (Chame Leon Dental Products) na década de 90. Essas micro-fendas são raramente observadas em cerâmicas com alto conteúdo cristalino e nas cerâmicas infiltradas por vidro ou cerâmicas prensadas em alta temperatura.

Sabemos que o arranjo atômico influencia as propriedades dos materiais, e assim é com as cerâmicas. Quanto maior a organização cristalina em nível atômico, mais difícil a propagação do crack (inglês *to crack* = quebrar). Os parâmetros microestruturais, como a fração de volume ( ) e tamanho do cristal, também são importantes para a interpretação dos processos de fratura. O tamanho dos grãos e a estrutura cristalina estão correlacionados com a resistência à propagação da trinca, independente do tipo de processamento ou da composição. Quando o tamanho dos grãos do material torna-se grande com relação ao tamanho do defeito, a trinca não abrange grãos o suficiente para ser considerada policristalina, resultando na redução da tenacidade de fratura e da resistência à fratura. Entretanto, o modo dominante de fratura em qualquer material é ditado pela microestrutura:

- microestruturas refinadas com mínima fragilidade interna tendem a exibir trincas macroscópicas;
- microestruturas grosseiras com fragilidade interna aumentada, tendem a exibir micro-trincas ou zona quase plásticas. Isto é importante para nossas conclusões.

Tanto as trincas quanto a quase plasticidade podem levar à degradação das propriedades, e por fim comprometer de diferentes maneiras o tempo de vida de estruturas restauradoras. Os dois modos podem ser interativos: a quase plasticidade pode aumentar ou inibir fraturas pela redistribuição dos estresses de tração (PETERSON *et al.*, 1998; RHEE *et al.*, 2001).

Alguns fabricantes (ex. Ivoclar e Dentsply) tem usado os efeitos da cristalização como mecanismo de aumento da tenacidade nas cerâmicas vítreas. Sabe-se que uma morfologia que dificulta a propagação de uma trinca, requisitando mais energia, aumenta a tenacidade. Dessa forma, uma combinação de técnicas de aumento de tenacidade pode ser microestruturalmente planejada para otimizar a tenacidade e resistência de cerâmicas vítreas e de cerâmicas de alto conteúdo cristalino, tais como aquelas a base de alumina, de zircônia, e as reforçadas por zircônia.

Também existem propriedades físicas e mecânicas utilizadas para caracterizar o comportamento das cerâmicas, tais como: módulo de elasticidade (E), razão de Poisson (v), dureza (H), resistência à fratura (σ) tenacidade de fratura (K) e parâmetros de fadiga.

A dureza (H) é uma medida da resistência do material à deformação plástica. Em um teste de dureza, uma carga é aplicada por um penetrador que é introduzido na superfície da amostra. O grau em que o penetrador deforma a amostra é a medida da capacidade do material de resistir à deformação plástica. O penetrador Vickers, um diamante em forma de pirâmide de base quadrada, com ângulo entre as faces de 136°, é geralmente utilizado para medir a H dos materiais cerâmicos. Os valores de H podem ser apresentados como números de dureza Vickers (HV), que não tem unidade de medida, em Kg/mm^2 ou em MPa. Este último (MPa) parece ser preferido pois pode ser facilmente relacionado a outras propriedades. Propriedades como a resistência à tração, a resistência ao desgaste devido ao atrito e a resistência à fadiga, têm sido estimadas a partir de resultados de dureza (RHEE *et al.*, 2001).

3 OBJETIVO

O projeto visa a sinterização, utilizando como fonte de calor o laser continuo de CO_2, a fim de conseguir uma sinterização mais rápida com características semelhantes as confeccionadas com forno, de peças cerâmicas a base de alumina, com e sem a utilização da silica, que sera misturada à alumina em concentrações de 5%, 10%, 15%, e será avaliado sua eficácia como meio auxiliar pra controlar a retração sofrida pelo material ao ser sinterizado. Avaliar também a dureza obtida pelo material após sua sinterização e ver se realmente houve a densificação da amostra.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Foram confeccionadas amostras com e sem sílica, em diferentes concentrações, na tentativa de ter um maior controle de contração dimensional. As placas a serem sinterizada, foram padronizada com comprimentos de 10mm, largura 3mm e espessura de 1,5mm.

4.1 Preparação das amostras e sinterização

Foram preparadas amostras cerâmicas nas composições de alumina com 0%, 5%, 10% e 15% de sílica em massa. Foram utilizadas para a sintetização, alumina calcinada tipo A-16SG da marca Alcoa Alumina S.A., e sílica Tipo Quartz (Purum P.A., tamanho de grão < 230 mesh) da marca Fluka e água destilada. Primeiramente foram pesar os pós de alumina nas proporções com e sem sílica citadas acima, e para isso foi utilizada a balança de precisão da marca Tecnal, modelo B-TEC-210A.

Cada concentração de pó, preparada foi colocada separadamente num jarro de moagem (250 ml), com esferas AGATA (diâmetros de 10 e 20 mm) e levados ao moinho de alta energia, da marca RETSCH e modelo S1000, pra diminuição do diâmetro das partículas do pó e homogeneização da mistura.

Posteriormente foi adicionado a cada concentração, água destilada para formar uma barbotina (Seria a formação de um barro de cerâmica que se origina ao misturar pó com água). A quantidade de água adicionada foi controlada pela mão do operador, sem mensuração específica, para se obter uma barbotina com a viscosidade adequada. A barbotina foi vertida em um molde (figura 7) de silicone para formar os corpos a verde em forma de placas cerâmicas (figura 8), com as medidas de 10cm de comprimento, 10mm de largura e 3mm de espessura.

O molde é levado a uma estufa de secagem e esterilização, marca FANEM, modelo 315 SE,

Figura 7 - Molde de silicone

Figura 8 - Placas cerâmicas.

com temperatura de 100°C, por 20 minutos, com a porta da estufa aberta, para acelerar a secagem da barbotina. Posteriormente retire as placas cerâmicas do molde e encaminhe para o forno de alta temperatura, pra realizar a pré sinterização. Todas as placas foram colocadas no forno de alta temperatura (thermolyne 46100), a temperatura do forno foi elevada linearmente a 10°C por minuto, a partir da temperatura ambiente, até atingir 1200^{o}C, e mantida nesta temperatura por 4 horas. Todo o processo de pré sinterização levou de 6 a 8 horas. O forno foi resfriado naturalmente segundo a sua inércia térmica.

As placas pré sinterizadas foram lixadas com lixa diamantada (1000 e 600), na politriz da marca ARATEC, modelo APL-4, (figura 9), pra regularizar a amostra a fim de obter duas faces planas e paralelas que depois são levadas para seccionar em uma policorte da marca Buehler, modelo ISOMET^{TM} (figura 10), com o objetivo de obter placas menores com comprimento de 10mm, largura de 3mm e espessura de 1,5mm porque o laser que tem uma espessura de feixe de 5mm, e assim poder sinterizar. Como não havia uma metodologia pra ser seguida, fizemos muitas amostras para poder calibrar o laser até conseguirmos um melhor resultado de sinterização, distância correta das lentes, ajuste da intensidade e velocidade das passadas do feixe do laser sobre a amostra.

Figura 9 - Politriz

Figura 10 - Policorte

Para a sinterização a lazer foi utilizado o laser de CO_2 (Spectra-Physics, Quanta-rayindi, PW e λ=10,6 μm) (figura 11), e serão utilizadas diversas combinações de tempo e potência para que

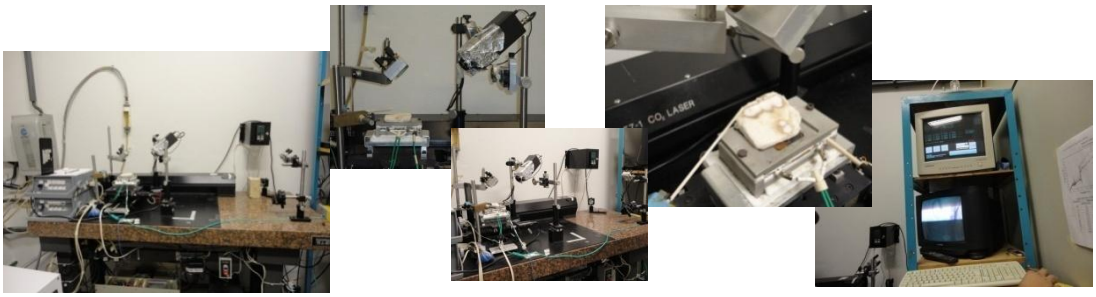


Figura 11 - Laser CO_2

se obtenha uma condição favorável de sinterização. O laser apresenta um diâmetro de feixe de 5mm para irradiação da amostra disposta sobre um material refratário.

Para chegarmos a sinterizar com o laser CO_2, um estudo preliminar foi executado para verificar a melhor condição experimental para sinterização das diversas cerâmicas. Foram utilizados de várias potências com diferentes intensidades de irradiação, onde cada uma das

amostras teve duas varreduras em uma única face, cada passada do laser foi em média 1minuto. Cada amostra recebeu um total de 20 passadas, dois passadas com 10 diferentes potência, cada potência foi aumentada seguindo uma sequência determinada 0V; 0,8V; 2,2V; 2,3V; 2,5V; 2,7V; 2,9V; 3,1V; 3,3V e 3,5V.

Como o laser é muito agressivo, as primeiras amostras sofreram uma grande contração, mesmo com concentrações altas de sílica. Então com passadas iniciais com potência baixa, vai sinterizando gradualmente a amostra evitando a contração. A utilização da sílica foi uma alternativa para ver se de acordo com a quantidade de sílica existia um travamento proporcional da contração. Então utilizamos de meios físicos e químicos pra controlar e determinar uma metodologia de sinterização com o laser contínuo de CO_2.

4.2 Caracterização:

Um microscópio eletrônico de varredura (MEV), com capacidade de realizar as técnicas de imagem por elétrons retroespalhados (BSI), e por elétrons secundários (SEI), seguido do microdurômetro, são os instrumentos analíticos mais utilizados para análises quantitativas e qualitativas da microestrutura e composição das cerâmicas. Alguns poucos estudos examinaram e compararam a composição da superfície e do corpo de cerâmica feldspáticas. Os autores relatam um pequeno aumento de Si na camada superficial e uma redução de K e Na, na composição do corpo, o que foi considerado insignificante. Esses resultados sugerem que o protocolo de análise da composição pode utilizar métodos, como WDS e EDS, que coletam informação até 1µm da superfície da cerâmica, para estimar a composição do material como um todo.

Sempre que as análises de composição (MEV) fizerem parte do protocolo de pesquisa, os espécimes de cerâmica deverão ser montados em suportes de alumínio utilizando fita ou pasta de carbono para melhor condutividade. A superfície cerâmica polida e/ou condicionada levemente deve ser coberta com carbono para evitar quaisquer interferências de sinal e/ou mascaramento dos picos dos elementos causados pelo ouro e paládio presentes nos procedimentos de cobertura com ouro. Como mencionado, para melhorar a observação das características microestruturais (cristais e seus limites), as amostras de cerâmica ácido-sensíveis podem ser discretamente condicionadas com ácido hidrofluorídrico (HF) a 2% por alguns segundos (10-15 s), seguido por lavagem em água corrente por 30s e secagem com ar. O método BSI é escolhido com frequência para a análise por MEV, por apresenta melhor qualidade de imagem possibilitando trabalhar a imagem com mais proximidade sem perder

sua nitidez, já o método SEI é mais utilizado para análizes de estruturais da amostra e não muito empregado para analisar a morfologia por apresentar qualidades inferiores de imagem que a BSI.

4.2.1 Microestrutura

As amostras foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura *(Scanning Electrun Microscope-JEOL JSM-6380-LV – Figura 18)*, para investigação da microestrutura presente e análisar a eficiência do processamento a laser. Para tanto foram obidas micrografias com diversos aumentos utilizando elétrons secundários. Foi uzado distancia de trabalho (WD) de 15mm, diametro do feixe (SPOT SIZE) 35nm, aumeto com 5000 e 10000 vezes, voltagem de aceleração do feixe 15kV. A preparação da amostra foi descrita acima.

Figura 18 - MEV

4.2.2 Teste de dureza

O penetrador vickers, um diamante em forma de pirâmide de base quadrada, com ângulo entre as faces de 136°, é geralmente utilizado para medir a dureza dos materiais cerâmicos. Foi realizado indentando-se a superfície polida com uma ponta de diamante

Figura 19 - Microdurômetro

Vickers e com tempo de penetração de 10 e 20 segundos em um microdurômetro HMV-2 (Shimadzu, São Paulo, Brasil – figura 19). Imediatamente após a identação, serão medidas, em microscópio óptico (Zeiss, Alemanha)..

Os valores de dureza podem ser apresentados como números de dureza vickers (HV), que não tem unidade de medida, em Kg/mm^2 ou em MPa. Este último (MPa) parece ser preferido pois pode ser facilmente relacionado a outras propriedades. Propriedades como a

resistência à tração, a resistência ao desgaste devido ao atrito e a resistência à fadiga, têm sido estimadas a partir de resultados de dureza.

Ao fazermos todas as identações não foi possível calcular a tenacidade a fratura, porque não conseguimos observar nenhuma trinca na amostra, mesmo quando submetido ao máximo de carga (2 Kgf) por um tempo de 60 segundos.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Um estudo piloto pode ser realizado para calcular a carga (P) apropriada para teste de dureza. Com esse objetivo, uma amostra do material, é testada aplicando cargas progressivas. Mede-se a extensão da trinca para produzir um gráfico $P/c^{3/2}$ *versus* P (a carga aplicada, em N) para cada endentação. A região na qual a carga mostrar-se constante é o nível apropriado de carga para o material testado (RHEE *et al.*, 2001).

Como as cerâmicas não são capazes de se deformar plasticamente, a causa prevalente de falha clínica é a fratura catastrófica. Uma falha mecânica ocorre quando o estresse aplicado torna-se maior do que a resistência do material, que é dependente do tamanho da trinca original presente na amostra ou estrutura. Em outras palavras, quando uma trinca é submetida à carga ou estresse em modo I, acumulando energia suficiente, a trinca propaga-se catastroficamente criando duas novas superfícies: as superfícies de fratura. O grande número de defeitos pré existentes na cerâmica, associado com uma baixa tenacidade de fratura, limita a resistência das cerâmicas e causa uma grande variabilidade na resistência e na longevidade (time-dependeny). A variabilidade na resistência é uma consequência da distribuição do tamanho dos defeitos, e a dependência do tempo na resistência é resultante do crescimento lento desses defeitos até dimensões criticas provocando a falha catastrófica (crescimento subcrítico ou lento de trincas).

Nas amostras sinterizadas com laser e testada sua resistência a fratura no microdurômetro, não foi possível calcularmos esta resistência, porque não houve fratura das amostras, nem nas medidas de carga e tempo previstos para a realização da análise assim como também como curiosidade fizemos testes que não estavam previstos no trabalho na tentativa de conseguirmos uma trinca, colocando o identador vickers na maior carga e tempo possível no microdurômetro, não tendo formação de trincas para mensurar e calcular a resistência a fratura o que comprova que o matéria não é muito friável e apresenta um resistência a fratura bem alta, precisa-se de mais pesquisa partindo destes pontos já realizado, e testes em um microdurômetro com maior força.

Como previamente definida, a resistência é o estresse necessário para causar a fratura (resistência a fratura) ou uma quantidade específica de deformação plástica (resistência ao escoamento). Como as cerâmicas são incapazes de se deformar plasticamente, a resistência refere-se ao estresse necessário para causar fratura, com frequência associada a presença de

defeitos dentro da região de estresse de tração. Por isso, a resistência das cerâmicas é comumente medida utilizando os testes de flexão.

Porcelanas são cerâmicas multifásicas produzidas a partir de matérias primas naturais. Uma larga faixa de composição para porcelanas é encontrada na literatura variando desde porcelanas ricas em quartzo (silicosas) até porcelanas ricas em alumina (aluminosas) (MCLEAN, J., 1979).

O quartzo, por ser a fração mais grosseira das partículas na composição das porcelanas, diminui a retração durante a secagem evitando, dessa maneira, o trincamento. Durante quase todo o processo de queima a reatividade do quartzo permanece baixa, ajudando a prevenir a deformação do corpo. Em temperaturas mais elevadas o quartzo se dissolve no vidro feldspático aumentando a quantidade de silício no vidro e mantendo a viscosidade elevada.

No resfriamento, o quartzo dissolvido durante a sinterização pode deteriorar a resistência mecânica devido à expansão volumétrica que ocorre durante a mudança de fase. Nesse aspecto, a substituição do quartzo por alumina é vantajosa por não apresentar transição de fase durante o resfriamento. Entretanto o preço elevado da alumina comparado ao do quartzo e o aumento na temperatura de sinterização implicam em aumento significativo dos custos (CESAR, P.F., 2002; QUALTROUGH, A.J. *et al*,1997).

Na análise estrutura que foi realizada com o MEV, através das imagens de antes e após a sinterização com o laser de CO_2, observa-se a aglutinação dos grãos e assim a sinterização da peça com 2 passadas do laser sobre a amostra, 1min cada passada, em uma única face da amostra com 10 progressões de tensões, totalizando um tempo de 20 minutos pra se conseguir a sinterização da amostra tando do lado(a) de incidência do laser como do lado(b) onde não teve incidência direta do laser, porém segundo as imagens observa-se também estar sinterizada.

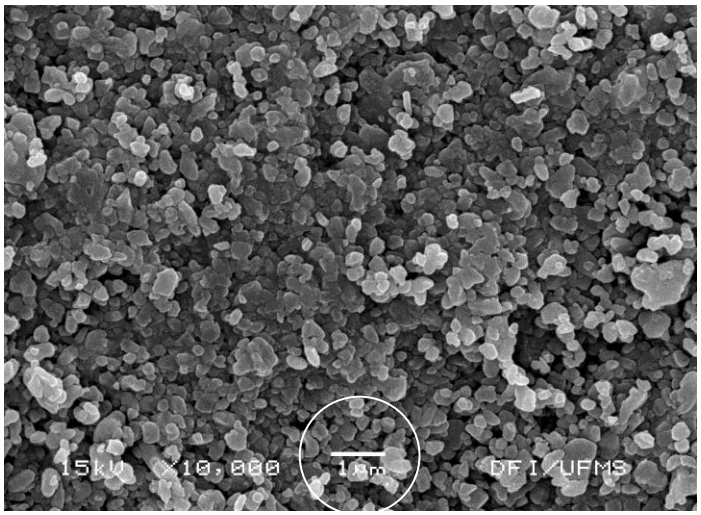


Figura 20 – Alumina 0% de silica pré-sinterizada em forno de alta temperature.

Pode-se observar na figura 21 ao lado a disposiçao dos graos em um espaço de 1µm, onde consta um aglomerado de 6 ou mais graos neste mesmo espaço mostrando a figura da amostra de alumina sem silica pré seinterizada antes de ser submetida ao processo de sinterizaçao com laser continuo de CO_2.

Já na figura 22 podemos observer a imagem obtida do lado A da amostra após a sinterizaçao com o laser continuo de CO_2 que apresenta no mesmo espaço de 1µm um grao maior que o tamanho mensurado, observamos o crescimento dos granso e o fechamento dos espaços entre os graos com a união dos mesmos com formaçao do pescoço, processo que ocorre como característica da sinterizaçao de um determinado material ceramico.

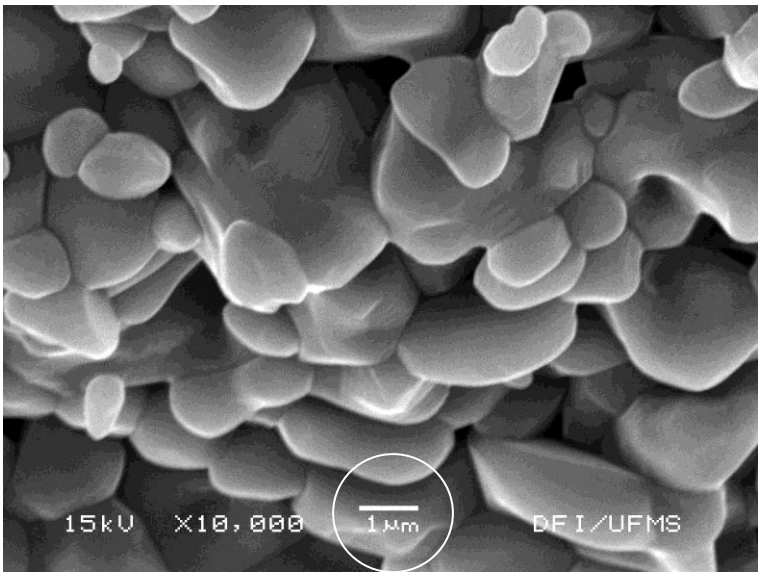


Figura 21 – Alumina 0% de silica sinterizada com o laser continuo de CO_2. Lado (a).

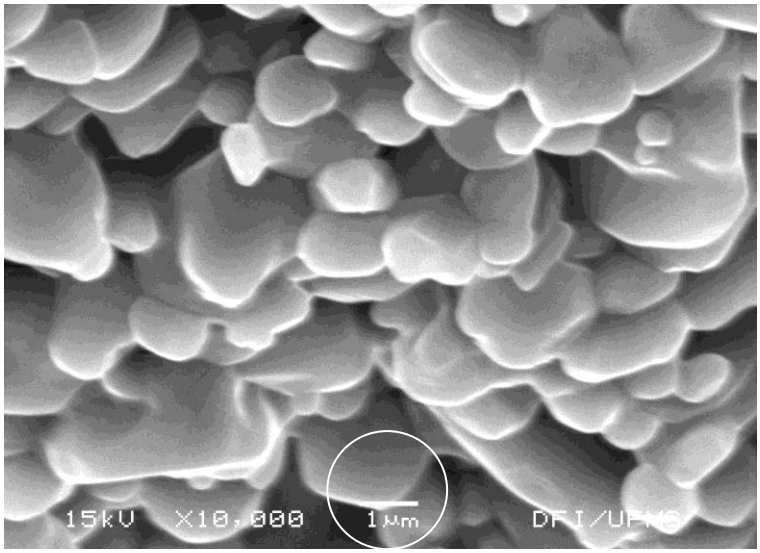


Figura 22 – Alumina 0% de silica sinterizada com o laser continuo de CO_2. Lado (b).

Na figura seguinte, 23, observamos o mesmo que na figura 22, onde no espaço delimitado encontramos também o crescimento de graos e a união dos mesmos com a formaçao do pescoço e fechamento dos espaços entre os graos, porém como foi descrito na metodologia as placas somente foram sinterizados em um lado, no caso descrito como lado a, a figura 23 é do lado b que nao foi irradiado mas também mostra caracteristicas de sinterizaçao.

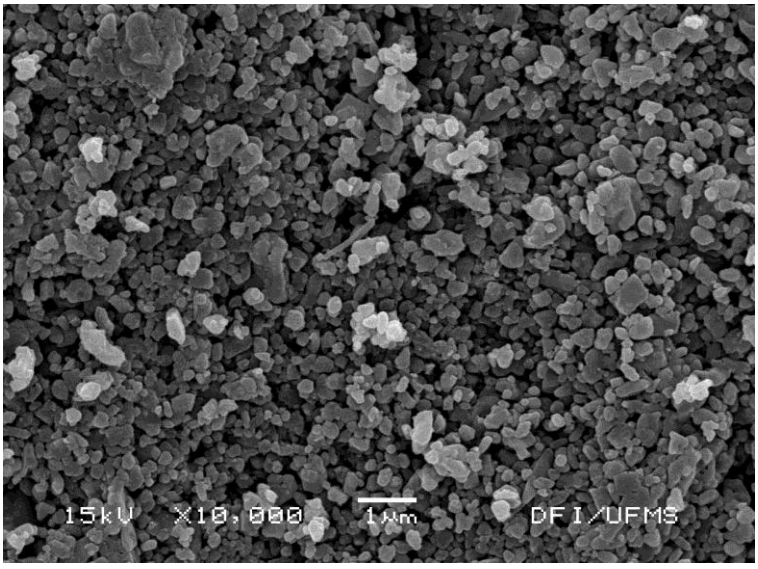


Figura 23 – Alumina 5% de silica pré-sinterizada

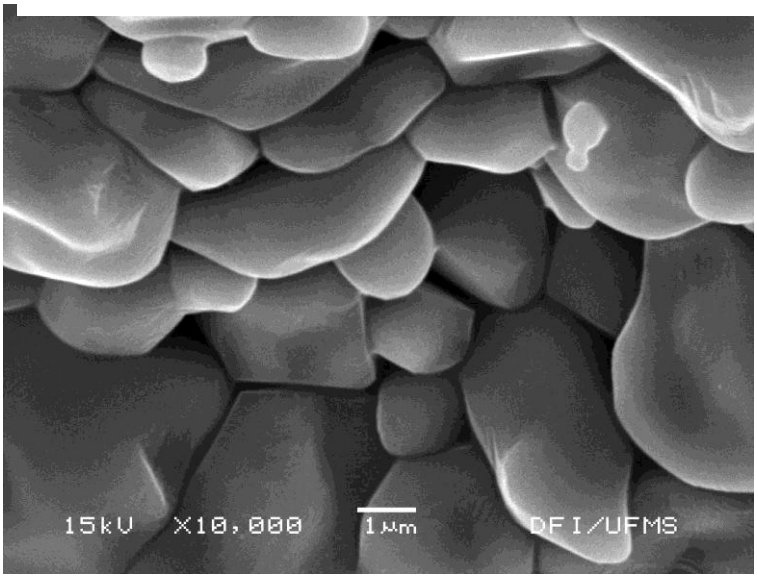


Figura 24 – Alumina 5% de silica sinterizada com laser CO_2, lado (a)

Figura 25 – Alumina 5% de silica sinterizada com laser CO_2, lado (b)

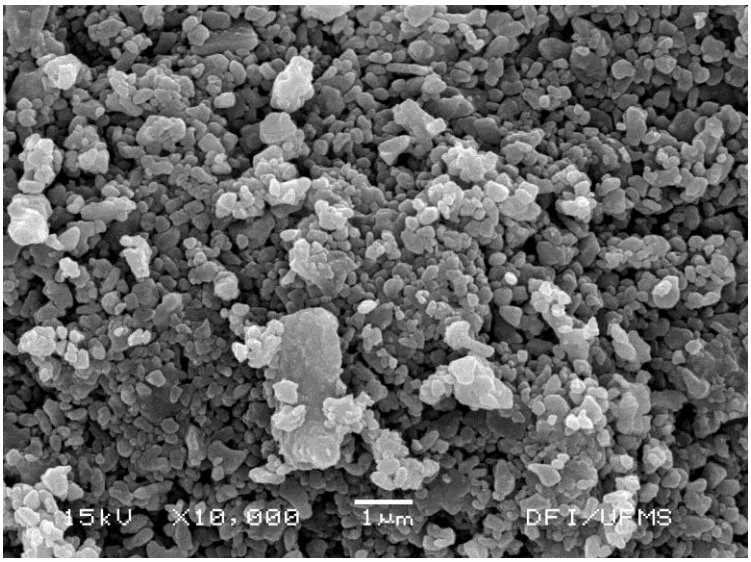


Figura 26 – Alumina 10% de silica pré-sinterizada

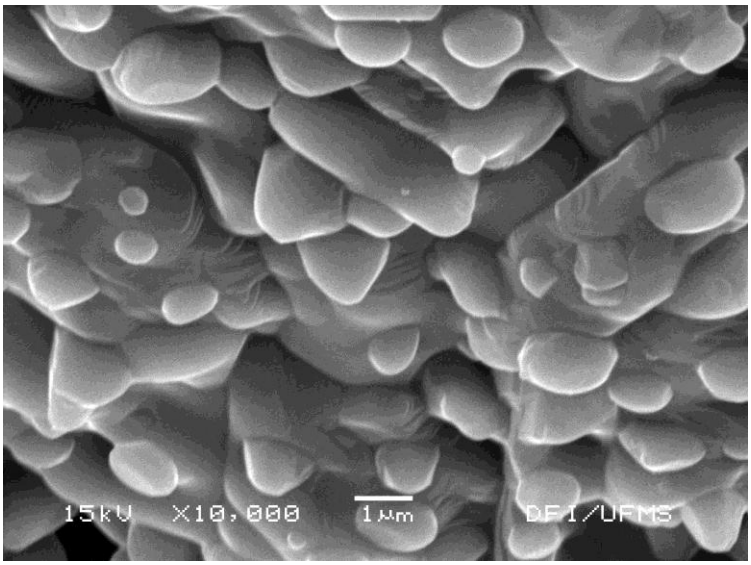


Figura 27 – Alumina 10% de silica sinterizada com laser CO_2, lado (a)

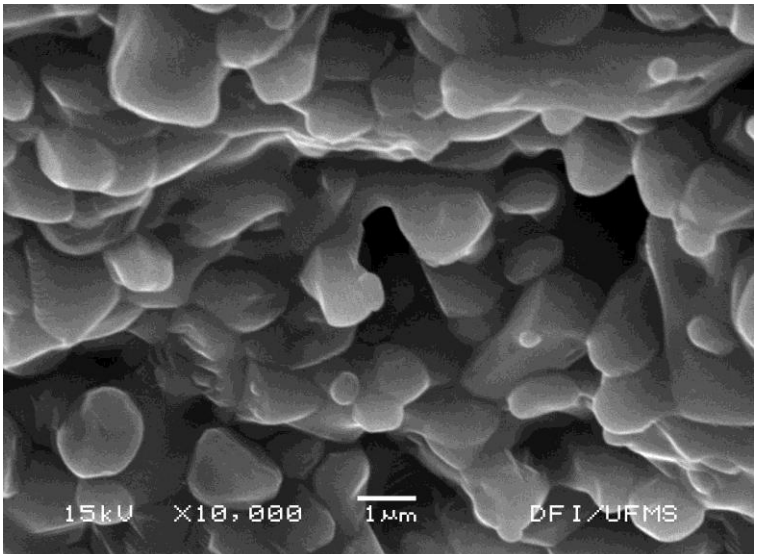


Figura 28 – Alumina 10% de silica sinterizada com laser CO_2, lado (b)

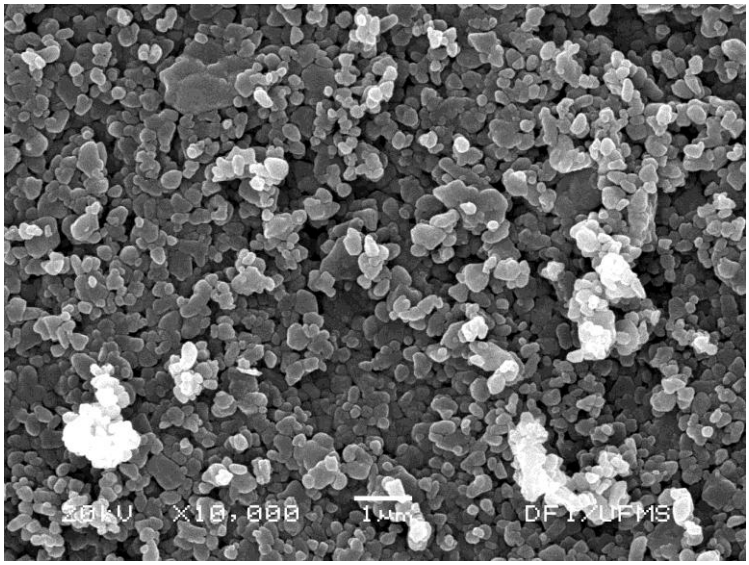


Figura 29 – Alumina 15% de silica pré-sinterizada

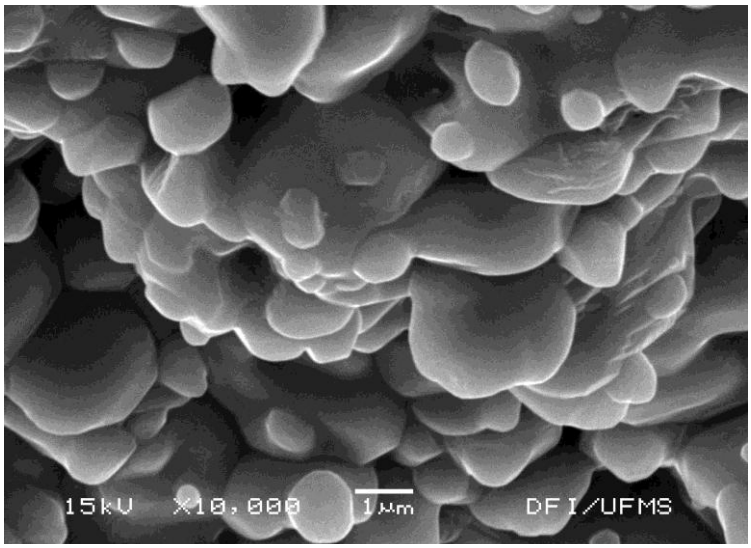


Figura 30 – Alumina 15% de silica sinterizada com laser CO_2, lado (a)

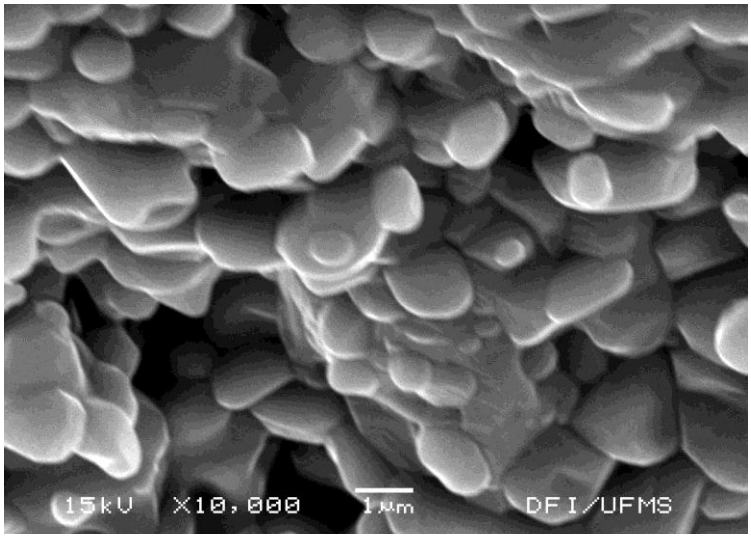


Figura 31 – Alumina 15% de silica sinterizada com laser CO_2, lado (b)

Em todas as amostras houve um considerável crescimento de grãos, e dencificação da amostra como pode ser observado nas figures 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29, 30, 31.

Quanto as alterações dimensionais, a tabela 1 e 2 apresentam as médias e o desvio padrão dos valores medidos do comprimento (c), largura (l) e espessura (e) das amostras submetidas a diversas condições de sinterização e se a utilização da sílica apresentava influência no controle de retração. Estes dados correspondem à sinterização realizada em duas varreduras do laser em apenas uma das faces da amostra e a espessura é a dimensão alinhada com o feixe laser.

Tabela 1 - Média das medidas de comprimento, largura e espessura (em mm) das amostras em função da tensão do laser (em volts).

Tensão	0%			5%			10%			15%		
(V)	C	L	E	C	L	E	C	L	E	C	L	E
0	10.39	2.19	1.44	9.63	2.37	1.54	9.49	2.08	1.57	9.44	2.21	1.59
0,8	10.39	2.20	1.44	9.64	2.39	1.53	9.50	2.06	1.57	9.43	2.24	1.59
2,2	9,64	2.13	1.35	8.97	2.20	1.44	8.79	1.93	1.47	9	2.14	1.53
2,3	9.47	1.98	1.33	8.90	2.21	1.43	8.74	1.91	1.46	8.83	2.07	1.49
2,5	9.24	1.98	1.31	8.73	2.14	1.44	8.62	1.88	1.46	8.81	2.07	1.49
2,7	9.10	1.94	1.28	8.70	2.15	1.41	8.58	1.86	1.46	8.79	2.05	1.48
2,9	8.95	1.92	1.26	8.64	2.12	1.41	8.56	1.86	1.44	8.81	2.04	1.48
3,1	8.92	1.94	1.25	8.68	2.12	1.40	8.46	1.84	1.43	8.74	2.01	1.47
3,3	8.90	1.90	1.25	8.63	2.11	1.41	8.36	1.82	1.42	8.67	2.01	1.47
3,5	8.85	1.92	1.25	8.55	2.10	1.41	8.36	1.81	1.42	8.57	2	1.45

Tabela 2 – Desvio padrão das medidas de comprimento, largura e espessura (em mm) das amostras em função da tensão do laser (em volts).

Tensão	0%			5%			10%			15%		
(V)	C	L	E	C	L	E	C	L	E	C	L	E
0	0.0057	0.2281	27.194	0.0873	0.1053	0.0251	0.0152	0.0472	0	0.0818	0.1955	0.0152
0,8	0.0057	0.2136	27.194	0.0351	0.0971	0.0152	0	0.0230	0.0057	0.1242	0.1950	0.0251
2,2	0.0057	0.37	0.0568	0.0208	0.0655	0.0115	0.0321	0.0378	0.0173	0.1212	0.1464	0.01
2,3	0.0173	0.1955	0.0513	0.0247	0.0854	0.0057	0.04	0.0321	0.0057	0.0750	0.1800	0.0472
2,5	0.0057	0.2281	0.0503	0.0115	0.0360	0.0251	0.0115	0.0808	0.0152	0.1216	0.1750	0.0529
2,7	0.0152	0.2179	0.0208	0.0602	0.0404	0.0057	0.0360	0.0763	0.0230	0.1069	0.1850	0.0435
2,9	0.0057	0.1587	0.0115	0.02	0.0416	0.01	0.0404	0.0776	0.03	0.0953	0.1800	0.0529
3,1	0.0057	0.1800	0.0115	0.0450	0.0513	0.01	0.0251	0.0709	0.0305	0.0838	0.1616	0.0550
3,3	0.0152	0.1327	0.0115	0.0450	0.0416	0.0115	0.0152	0.07	0.0450	0.0916	0.19	0.0624
3,5	0.0173	0.1609	0.0057	0.0378	0.0152	0.0321	0.01	0.0709	0.0404	0.1135	0.1951	0.0680

As curvas de retração percentual da figura 20, foram obtidas com os dados da Tabela 1. O gráfico (a) apresenta as curvas de retração no comprimento para diversas composições, o (b) a retração da largura e o (c) a da espessura.

No gráfico (a) estão anotadas duas regiões de temperaturas de forma bastante aproximada, que são as T_f´s e a T_{s2}. A primeira denota as temperaturas de final da primeira sinterização e a segunda a de início da segunda sinterização.

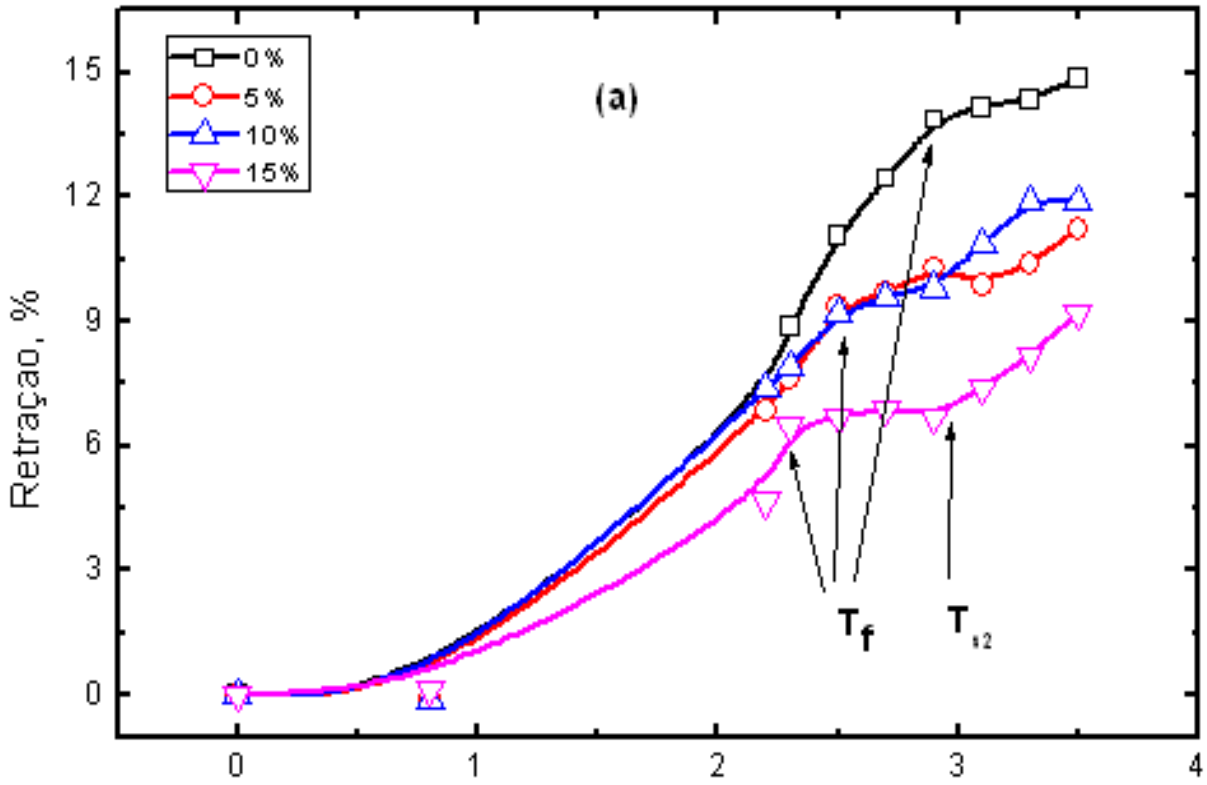


Gráfico 01 – Resultado da sinterização com laser continuo de CO_2, dados da tabela 1 da retração com relação ao comprimento da amostra

Neste gráfico 01, também podemos observer o aumento da retração em relação ao comprimento das amostras de aluminas de 0% à 15% de silica, onde a silica vem a nos ajudar a controlar esta retração. Com este objetivo de controlar a retração utilizando a silica, observamos que nas amostras com maior concentraçao de silica obtivemos um menor índice de retração.

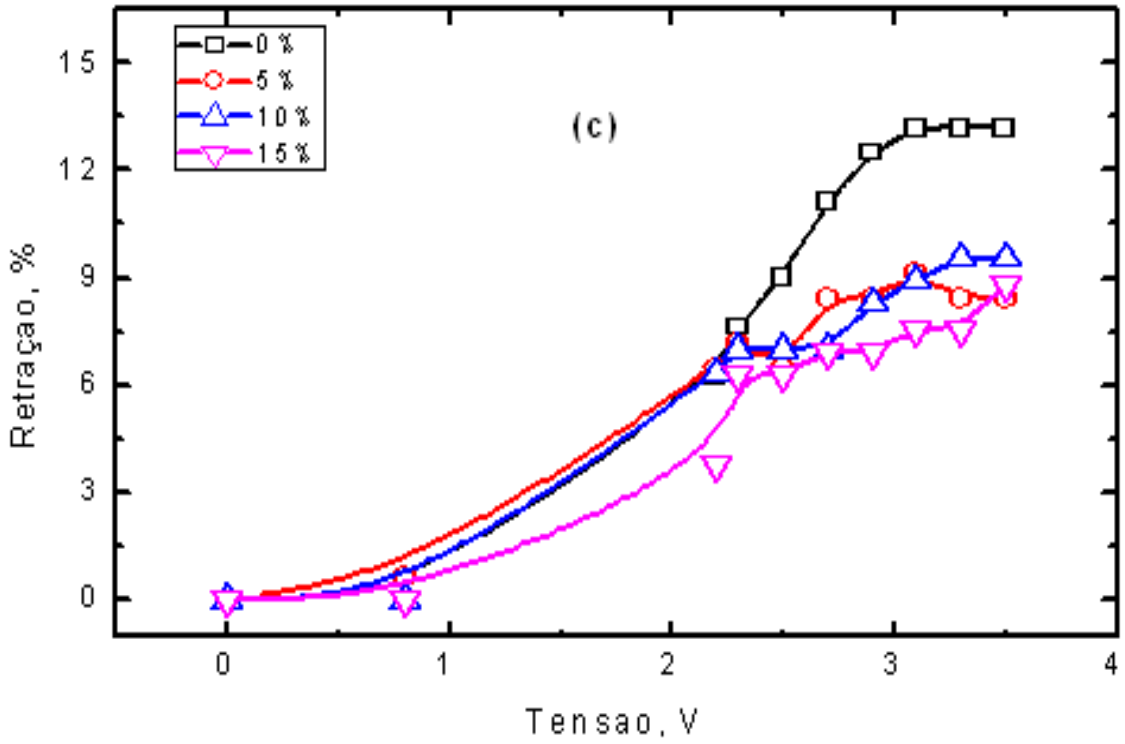


Gráfico 02 – Resultado da sinterização com laser continuo de CO_2, dados da tabela 1 da retração com relação a largura da amostra

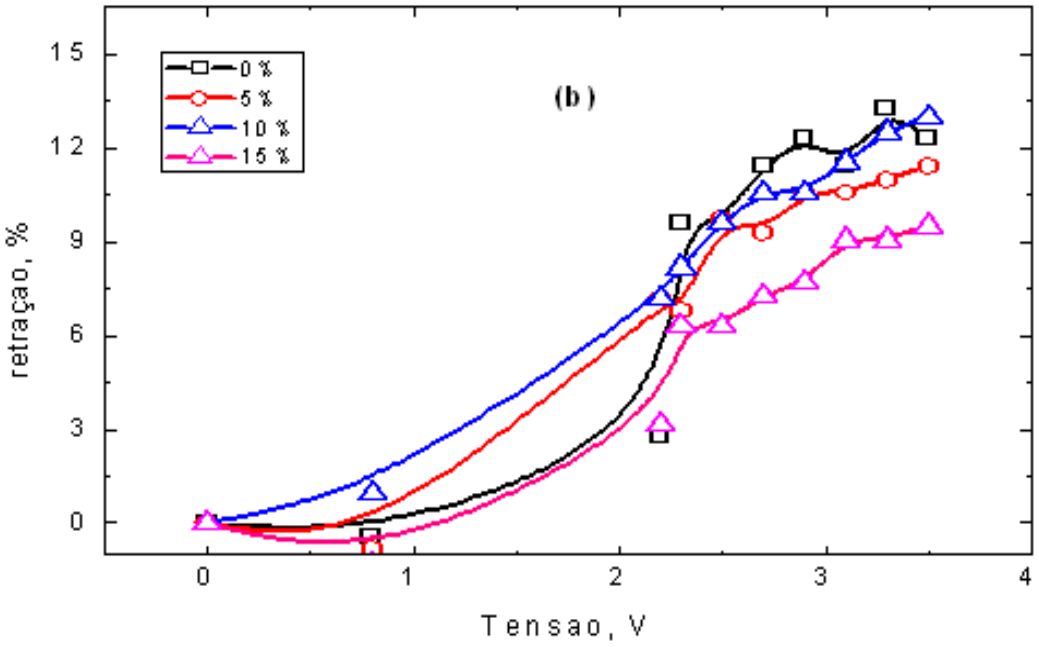


Gráfico 03 – Resultado da sinterização com laser continuo de CO_2, dados da tabela 1 da retração com relação a espessura da amostra

Além do aumento gradual nas tensões para controlar a retração dimensional da amostra de alumina, também foi colocada amostras com diferentes concentrações de sílica para avaliar se obtínhamos menos alterações dimensionais, e pode-se observar que:

- De maneira geral a retração percentual foi menor a medida que o conteúdo de sílica aumentava, indicando que a sílica trava o processo de sinterização.
- Mesmo não tendo ficado evidente a tensão do laser para a qual ocorreram os inícios da primeira sinterização, a tensão correspondente ao final deste processo (T_f) ocorreu para tensões menores quanto maior foi o conteúdo de sílica. A sílica parece então causar uma diminuição na temperatura de início da sinterização, muito provavelmente por mudar o processo da sinterização. Isto ocorre a despeito da retração ser menor.
- Um segundo estágio de sinterização ocorreu nas amostras contendo sílica e é mais intensa quanto maior o seu conteúdo. A temperatura de início deste segundo estágio foi constatado ser constante dentro da incerteza experimental.

A durezas vickers das aluminas sinterizadas em fornos convencionais estão entre 10 e 20 Gpa (CHONG KH., 2002). Para comparar os valores obtidos de dureza do material e resistência a fratura com as cerâmicas convencionais, pegamos os resultados das identações Vickers (figura 21), que apresenta os valores com a unidade de medida HV, e convertemos para GPa multiplicando os valores de HV por 0,009807.

As identações foram realizadas nos dois lados da amostra para podermos avaliar se houve densificação tando do lado onde foi incidido o laser como também se no lado onde não houve incidência direta do laser também apresenta resultados de dureza satisfatórios.

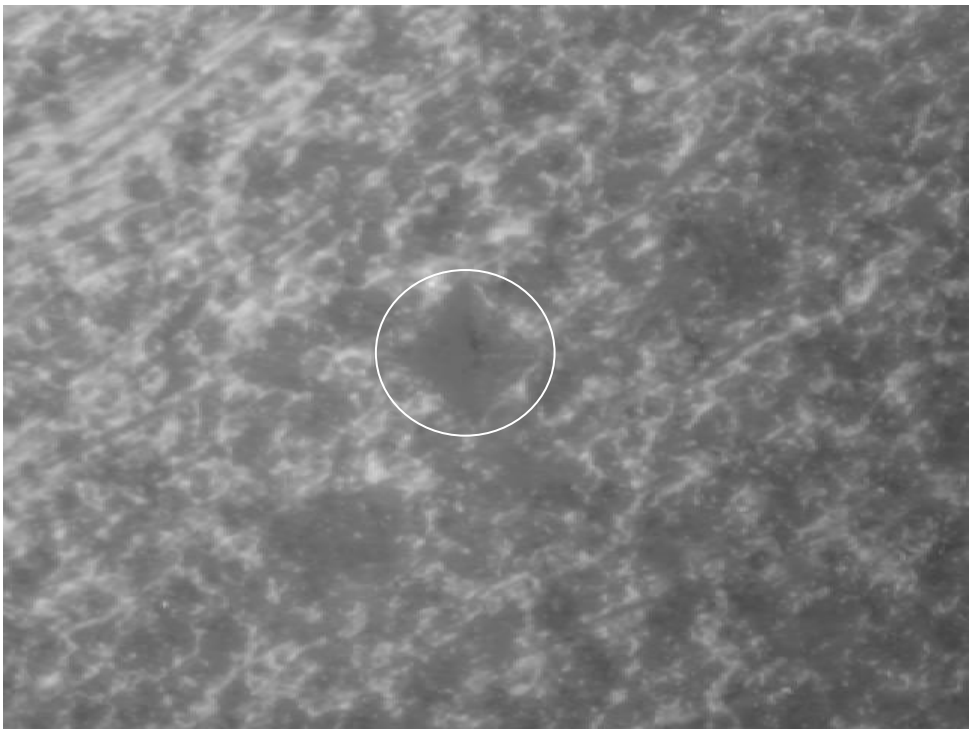


Figura 32 – Identação com ponta Vickers

Tabela 3 – Média dos resultados obtidos com as identações no microdurômetro com ponta Vickers, das amostras sinterizados com lase continuo de CO_2 de 0%, 5%, 10%, 15% de silica em massa, nos dois lados da amostra.

	0%			5%			10%			15%		
	Carga (N)	**Tempo (seg.)**	**Desvio Padrão**	**Carga (N)**	**Tempo (seg.)**	**Desvio Padrão**	**Carga (N)**	**Tempo (seg.)**	**Desvio Padrão**	**Carga (N)**	**Tempo (seg.)**	**Desvio Padrão**
Lado A	4.903	10	29.27	4.903	10	547.95	4.903	10	195.86	4.903	10	295.98
	4.903	20	390.27	4.903	20	317.17	4.903	20	405.50	4.903	20	235.69
	9.807	10	180.78	9.807	10	547.92	9.807	10	295.43	9.807	10	340.35
	9.807	20	100.82	9.807	20	642.04	9.807	20	265.48	9.807	20	126.43
Lado B	4.903	10	190.26	4.903	10	296.97	4.903	10	145.44	4.903	10	29.96
	4.903	20	70.76	4.903	20	218.80	4.903	20	133.14	4.903	20	195.08
	9.807	10	101.81	9.807	10	179.24	9.807	10	116.89	9.807	10	64.61
	9.807	20	98.41	9.807	20	24.29	9.807	20	144.18	9.807	20	59.79

Tabela 4 – Desvio Padrão dos resultados obtidos com as identações no microdurômetro com ponta Vickers, das amostras sinterizados com lase continuo de CO_2 de 0%, 5%, 10%, 15% de silica em massa, nos dois lados da amostra.

	0%			5%			10%			15%		
	Carga (N)	**Tempo (seg.)**	**Média (HV)**	**Carga (N)**	**Tempo (seg.)**	**Média (HV)**	**Carga (N)**	**Tempo (seg.)**	**Média (HV)**	**Carga (N)**	**Tempo (seg.)**	**Média (HV)**
Lado A	4.903	10	1602.5	4.903	10	1622.5	4.903	10	1251.75	4.903	10	1176.5
	4.903	20	1198.75	4.903	20	1410.25	4.903	20	1306.5	4.903	20	1613.75
	9.807	10	1502.5	9.807	10	1755.5	9.807	10	1428.25	9.807	10	1737.75
	9.807	20	1444.5	9.807	20	1606	9.807	20	1283	9.807	20	1356.25
	19.62	20	2211	19.62	20	1254	19.62	20	1210	19.62	20	1195
Lado B	4.903	10	1605.5	4.903	10	1387.25	4.903	10	1168.75	4.903	10	845
	4.903	20	1273	4.903	20	1298.25	4.903	20	1089.5	4.903	20	1232
	9.807	10	1586.75	9.807	10	1211.4	9.807	10	1429.75	9.807	10	1285.5
	9.807	20	1492.75	9.807	20	1094.25	9.807	20	1284	9.807	20	1213.75
	19.62	60	1699	19.62	20	1356	19.62	20	1070	19.62	20	1299

Segundo os gráficos 04 e 05, apresentando os resultados da resistência Vickers, das amostras sinterizadas a laser ficaram em torno de 15GPa o que sugere que o método desenvolvido é bastante bom para aplicações odontológicas no que tange às durezas obtidas. Por outro lado a inclusão de sílica não influenciou a dureza final dos materiais e a dureza parece depender exclusivamente do método empregado.

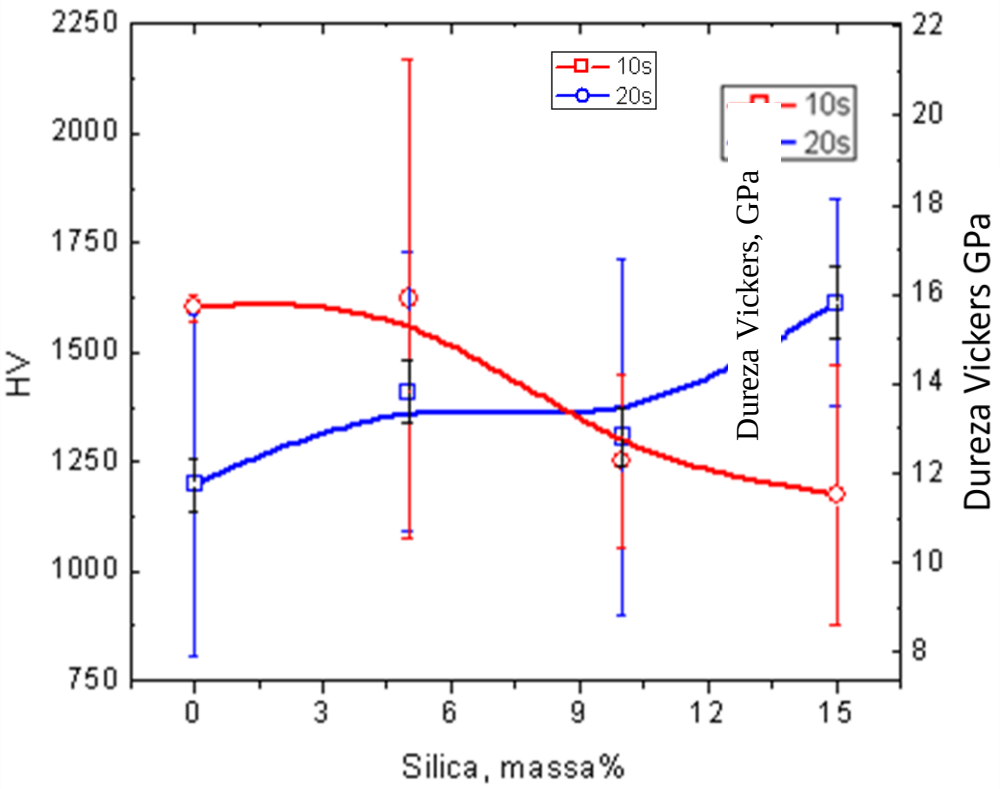


Gráfico 04 – representação dos resultados das identações Vickers com carga de 4,903N, contidos na tabela 3. As barras de erros são os valores de desvio padrão..

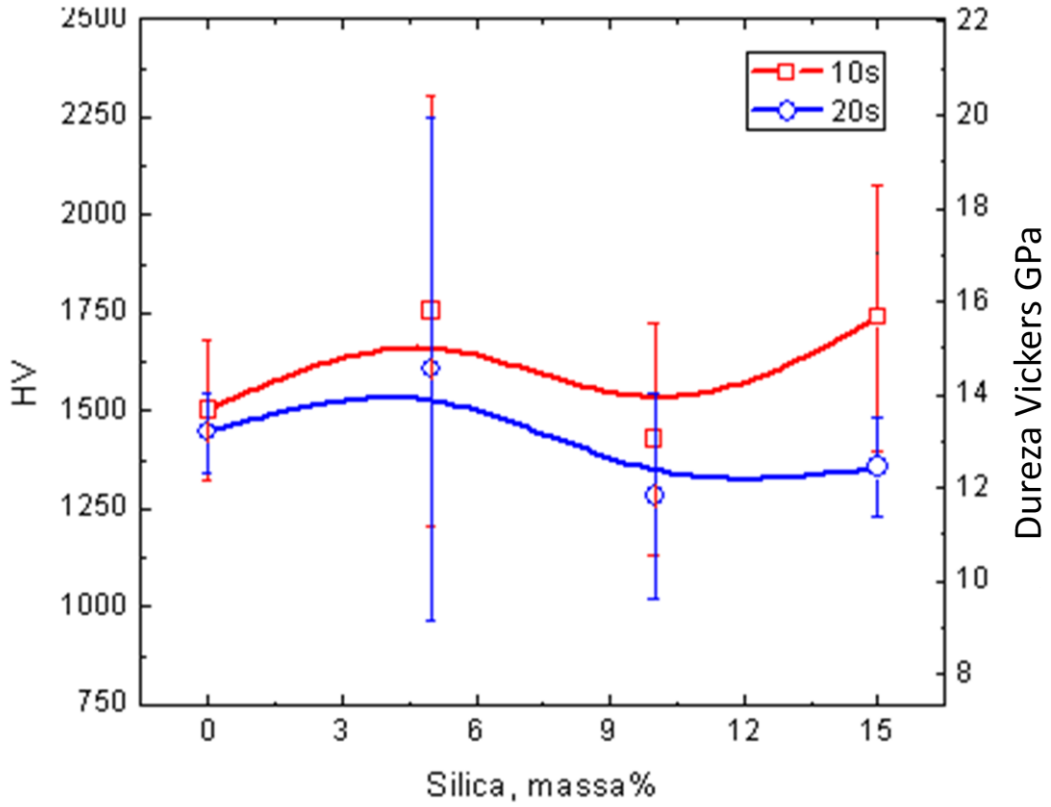


Gráfico 05 – Gráfico dos resultados das identações Vickers com cargas de 9,807N, contidos na tabela 3. As barras de erros são os valores de desvio padrão..

Isto leva a concluir que a sílica favorece a sinterização sem deformações e não influi negativamente na dureza, sendo recomendada a sua inclusão até os valores aqui experimentados para a sinterização a laser.

Ainda precisamos de mais pesquisas pra determinar a eficiência do laser de CO_2 para sinterizar peças cerâmicas, mas com este trabalho conseguimos dar um grande passo evidenciando que é possível e viável a utilização do laser para esta finalidade.

Sugiro para novos trabalhos a comparação com à utilização dos laseres de CO_2 já existente no mercado, utilizados principalmente na área de dermatologia, analizando suas características de potência e comparando com os resultados já encontrados. Isto viabilizaria a utililização para uma aplicação mais direta e com um custo razoável.

6 CONCLUSÃO

Com os resultados encontrado conseguimos alcançar o objetivo proposto no projeto, que era a sinterização de cerâmica com a utilização do laser de CO_2. Os resultados obtidos nos mostraram que a silica adicionada a amostra contribuiu para o travamento da contração em todas as dimensões da amostra, e que o material apesar de apresentar valores diferentes na sua análise no microdurômetro, por ter sido realizado identações em diferentes locais da superfície da amostra, mostraram que dentro de uma margem de erro aceitável a amostra obteve uma sinterização por toda a sua extensão com somente duas passadas que ao todo levaram 20 minutos que comparado ao forno convencional levaria 8 horas. Ainda tem muito pra se analizar pra finalmente determinar definitivamente uma metodologia pra sinterização de cerâmicas com laser CO_2, mas com os resultados encontrado, conseguimos e podemos com segurança afirmar que a sinterização com laser é possível conseguir resultados semelhantes ao obtido com a sinterização em forno, porém com o tempo de processo muito menor, resultados estes em relação a dureza do material sinterizados., e sem alterações dimensional do material ceramico, dentro de uma margem de erro aceitável, segundo este trabalho. Porém necessita-se de mais análises para o aprimoramento da técnica e pra tornar a viabilidade econômica do processo mais aceitável o que para este projeto não é o foco principal.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Anusavice KJ. Cerâmicas odontológicas. In: Anusavice KJ. Phillip´s materiais dentários. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan; 2005. p.619-68.

Bottino, MA., *et al*., Materiais cerâmicos. Estética em reabilitação oral: metal free, cap. 5, p. 211-331, São Paulo: Artes Médicas, 2000.

Callister, William D. Jr. Ciência e Engenharia de Materiais: uma introdução. 5. ed. LTC. Rio de Janeiro, 2002. Cap. 13, p. 265-279.

Cesar PF. *Tenacide à fratura e microestrutura de porcelanas odontológicas*, in *Departamento de Biomateriais e Bioquímica Oral*. 2002, Universidade de São Paulo: São Paulo. p. 191.
Chong KH. Flexural strength of In-Ceram alumina and In-Ceram zircônia core materials. Int J Prosthodont. 2002;15(2):183-8.

Della Bona A, Anusavice KJ. Microstructure, composition, and etching topography of dental ceramics. Int J Prosthod, 15:159-167, 2002.

Denry IL. Recent advances in ceramics for dentistry. Crit Rev Oral Biol Med. 1996; 7: 134-43.

Dörre EH. *Alumina: Processing, Properties, and Applications*. Vol. Berlin. 1984, Berlin.

EOS GmbH _ Electro Optical Systems. Working Principle of Laser-Sintering. Disponível em <http://www.eos-gmbh.de>. Acesso em 03 janeiro 2003.

Macedo ZS. *Sinterização a laser e caracterização física dos compostos Bi4Ti3O12 e Bi4Ge3O12*, in *Instituto de Física de São Carlos*. 2003, Universidade de São Paulo: São Carlos. p. 174.

Macedo ZS., Hernandes AC. *Laser sintering of bismuth germanate (Bi4Ge3O12) ceramics.* Journal of the American Ceramic Society, 2002. 85(7): p. 1870-1872.

Macedo ZS., Hernandes AC. *Laser sinteringof Bi4Ti3O12 ferroelectricceramics.* Materials Letters, 2002. 55(4): p. 217-220.

Macedo ZS., Hernandes AC. *Sinterização ultra-rápida de materiais ceramicos usando radiação laser*. Instituto de física de São Carlos - USP, São Carlos, Cerâmica, 2000. 46(300): p. 196-199.

Magne P, Belser U. Esthetic improvements and in vitro testing of InCeram alumina and spinell ceramic. Int J Prosthodont. 1997; 0:459-66.

Mclean J. *The science and art of dental ceramics, volI: The nature of the dental ceramics and their clinical use.*Vol. II. 1979, Chicago: Quintessence.

McLean JW, Hughes TH. The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides. Br Dent J. 1965; 119: 251-67.

McLean JW. *Evolution of dental ceramics in the twentieth century.* J Prosthet Dent, 2001. 85(1): p. 61-6.

McLean JW. *The alumina reinforced porcelain jacket crown.* J Am Dent Assoc, 1967. 75(3): p. 621-8.

Noort RV. Dental Ceramics, Introduction to Dental Materials. 2 edition, ay 2002, p. 231-246. ISBN 0723432155.

Oilo G. Flexural strength and internal defects of some dental porcelains. Acta Odontol Scand. 1988; 46: 313-22.

Peterson IM, Pajares A, Lawn BR, Thompson VP, Rekow ED. Mechanical characterization of dental ceramics by hertzian contacts. J Dent Res, 77:589-602, 1998.

Pierri JJ., Maestrelli SC., Pallone EMJA., Tomasi R. Ispersão de nanopartículas de ZrO2 visando produção de nanocompósitos de ZrO em matriz de Al2O. *Cerâmica*, jan./mar., 2005, v. 51, n. 317, p. 8-12. ISSN0366-6913.

Pröbster L., Diehl J., Slip-casting alumina ceramics for crown and bridge restorations. Quintessence Int., v. 23, n. 1, p. 25-31, 1992.

Qualtrough AJ., Piddock V. *Ceramics update.* J Dent, 1997. 25(2): p. 91-5.

Rhee Y-W, Kim H-W, Yan D, Lawn BT. Btittle fracture versus quase plasticity in ceramics: a simple predictive índex. J AM Ceram soc, 84:561-565, 2001.

Rosenblum MA, Schulman A. A review of all-ceramic restorations. J. Am Dent Assoc. 1997; 128: 297-307.

Seghi RR, Denry IL, Rosenstiel SF. Relative fracture toughness and hardness of new dental ceramics. J Prosthet Dent. 1995; 74: 14550.

Sorensen JA., Knode H., Torres TJ., In-Ceram all ceramic bridge technology. Quintessence Dent. Technol. Yearbook, p. 41-46, 1992.

Van Vlack, Lawrence H. Princípios de ciência dos materiais. ed. Edgar lucher São Paulo, 1992. p. 199-200.

Volpato Neri. *Time-saving and accuracy issues in rapid tooling by selective laser sintering*. Tese de Doutorado. Escola de Engenharia Mecânica.. Universidade de Leeds, Leeds, UK. Julho de 2001.

ANEXOS

TABELAS COM OS RESULTADOS DE CADA SINTERIZAÇÃO NO LASER CONTÍNUO DE CO_2,, VALORES DAS AMOSTRAS DE 0%, 5%, 10% E 15% DE SÍLICA EM MASSA.

	0% silica - distância da lente 30 cm				
Tensão, V	MÉDIA (C, L, E)	Desv.Padrão (C, L, E)	comprimento, mm	largura, mm	espessura, mm
0 V	10,3867	0,005773503	10,38	2,32	1,44
	2,19333	0,228108161	10,39	2,33	1,44
	1,44	2,71948E-16	10,39	1,93	1,44
0,800 V	10,3867	0,005773503	10,39	2,32	1,44
	2,19667	0,2136196	10,38	2,32	1,44
	1,44	2,71948E-16	10,39	1,95	1,44
2,200V	9,63667	0,005773503	9,63	2,5	1,4
	2,13	0,37	9,64	2,13	1,37
	1,35333	0,056862407	9,64	1,76	1,29
2,300V	9,47	0,017320508	9,48	2,14	1,37
	1,97667	0,195533458	9,48	2,03	1,34
	1,32667	0,051316014	9,45	1,76	1,27
2,500V	9,23667	0,005773503	9,23	2,12	1,36
	1,98333	0,228108161	9,24	2,11	1,32
	1,31333	0,05033223	9,24	1,72	1,26
2,700V	9,10333	0,015275252	9,1	1,69	1,26
	1,94	0,217944947	9,12	2,09	1,3
	1,28333	0,02081666	9,09	2,04	1,29
2,900V	8,94667	0,005773503	8,95	1,74	1,25
	1,92	0,158745079	8,95	2,04	1,27
	1,26333	0,011547005	8,94	1,98	1,27
3,100V	8,92333	0,005773503	8,92	1,73	1,24
	1,93667	0,180092569	8,93	2,06	1,26
	1,25333	0,011547005	8,92	2,02	1,26
3,300V	8,89667	0,015275252	8,9	1,75	1,24
	1,90333	0,132790562	8,91	1,98	1,26
	1,25333	0,011547005	8,88	1,98	1,26
3,500V	8,85	0,017320508	8,86	2,05	1,24
	1,92	0,160934769	8,83	1,97	1,25
	1,24667	0,005773503	8,86	1,74	1,25

5% silica - distância da lente 30 cm					
Tensão, V	MÉDIA (C, L, E)	Desv.Padrão (C, L, E)	comprimento, mm	largura, mm	espessura, mm
0 V	9,63333	0,087368949	9,73	2,26	1,51
	2,37	0,105356538	9,56	2,47	1,56
	1,53667	0,025166115	9,61	2,38	1,54
0,800 V	9,63667	0,035118846	9,64	2,28	1,51
	2,38667	0,097125349	9,6	2,47	1,53
	1,52667	0,015275252	9,67	2,41	1,54
2,200V	8,97333	0,02081666	8,99	2,13	1,45
	2,2	0,065574385	8,98	2,26	1,43
	1,43667	0,011547005	8,95	2,21	1,43
2,300V	8,90367	0,024704925	8,881	2,13	1,43
	2,21	0,085440037	8,9	2,3	1,42
	1,42667	0,005773503	8,93	2,2	1,43
2,500V	8,72667	0,011547005	8,74	2,11	1,46
	2,14	0,036055513	8,72	2,18	1,44
	1,43667	0,025166115	8,72	2,13	1,41
2,700V	8,70333	0,060277138	8,76	2,11	1,42
	2,14667	0,040414519	8,71	2,19	1,41
	1,41333	0,005773503	8,64	2,14	1,41
2,900V	8,64	0,02	8,64	2,09	1,42
	2,12333	0,04163332	8,62	2,17	1,41
	1,41	0,01	8,66	2,11	1,4
3,100V	8,67667	0,032145503	8,7	2,11	1,4
	2,12333	0,051316014	8,69	2,18	1,41
	1,4	0,01	8,64	2,08	1,39
3,300V	8,63333	0,045092498	8,68	2,1	1,42
	2,11333	0,04163332	8,59	2,16	1,4
	1,40667	0,011547005	8,63	2,08	1,4
3,500V	8,54667	0,037859389	8,52	2,1	1,45
	2,10333	0,015275252	8,59	2,12	1,4
	1,41333	0,032145503	8,53	2,09	1,39

10% silica - distância da lente 30 cm					
Tensão, V	MÉDIA (C, L, E)	Desv.Padrão (C, L, E)	comprimento, mm	largura, mm	espessura, mm
0 V	9,4933	0,015275252	9,49	2,06	1,57
	2,0767	0,047258156	9,48	2,13	1,57
	1,57	0	9,51	2,04	1,57
0,800 V	9,5	0,01	9,5	2,07	1,58
	2,0567	0,023094011	9,49	2,03	1,57
	1,5733	0,005773503	9,51	2,07	1,57
2,200V	8,7867	0,032145503	8,81	1,91	1,45
	1,9267	0,037859389	8,75	1,97	1,48
	1,47	0,017320508	8,8	1,9	1,48
2,300V	8,74	0,04	8,78	1,9	1,46
	1,9133	0,032145503	8,74	1,95	1,47
	1,4633	0,005773503	8,7	1,89	1,46
2,500V	8,6233	0,011547005	8,63	1,89	1,44
	1,8767	0,080829038	8,63	1,95	1,46
	1,4567	0,015275252	8,61	1,79	1,47
2,700V	8,58	0,036055513	8,61	1,88	1,43
	1,8633	0,076376262	8,59	1,93	1,47
	1,4567	0,023094011	8,54	1,78	1,47
2,900V	8,5567	0,040414519	8,6	1,88	1,41
	1,8567	0,077674535	8,55	1,92	1,44
	1,44	0,03	8,52	1,77	1,47
3,100V	8,4567	0,025166115	8,43	1,85	1,4
	1,8367	0,070945989	8,46	1,9	1,44
	1,4333	0,030550505	8,48	1,76	1,46
3,300V	8,3633	0,015275252	8,38	1,82	1,38
	1,82	0,07	8,35	1,89	1,42
	1,4233	0,045092498	8,36	1,75	1,47
3,500V	8,36	0,01	8,37	1,8	1,38
	1,8133	0,070945989	8,36	1,89	1,41
	1,4167	0,040414519	8,35	1,75	1,46

15% silica - distância da lente 30 cm					
Tensão, V	MÉDIA (C, L, E)	Desv.Padrão (C, L, E)	comprimento, mm	largura, mm	espessura, mm
0 V	9,44	0,081853528	9,46	2,02	1,58
	2,20667	0,195533458	9,35	2,19	1,59
	1,59333	0,015275252	9,51	2,41	1,61
0,800 V	9,43333	0,124230968	9,5	2,43	1,62
	2,23667	0,195021366	9,51	2,24	1,59
	1,59333	0,025166115	9,29	2,04	1,57
2,200V	9	0,121243557	9,07	1,98	1,53
	2,13667	0,146401275	9,07	2,16	1,52
	1,53	0,01	8,86	2,27	1,54
2,300V	8,82667	0,075055535	8,87	1,89	1,54
	2,06667	0,180092569	8,87	2,06	1,47
	1,48667	0,047258156	8,74	2,25	1,45
2,500V	8,81	0,121655251	8,87	2,24	1,55
	2,06667	0,175023808	8,89	2,07	1,47
	1,49	0,052915026	8,67	1,89	1,45
2,700V	8,79333	0,106926766	8,86	2,24	1,45
	2,05333	0,185022521	8,85	2,05	1,46
	1,48	0,043588989	8,67	1,87	1,53
2,900V	8,81	0,09539392	8,87	1,86	1,44
	2,03667	0,180092569	8,86	2,03	1,46
	1,48	0,052915026	8,7	2,22	1,54
3,100V	8,73667	0,083864971	8,78	1,86	1,43
	2,00667	0,161658075	8,79	1,98	1,44
	1,46667	0,055075705	8,64	2,18	1,53
3,300V	8,67	0,091651514	8,77	2,2	1,54
	2,01	0,19	8,65	2,01	1,45
	1,47	0,06244998	8,59	1,82	1,42
3,500V	8,57	0,113578167	8,65	1,81	1,4
	2	0,195192213	8,62	1,99	1,43
	1,45333	0,068068593	8,44	2,2	1,53

TABELAS COM OS RESULTADOS DE CADA IDENTAÇÃO VICKERS, NO MICROSUROMETRO, VALORES DAS AMOSTRAS DE 0%, 5%, 10% E 15% DE SÍLICA EM MASSA.

LADO A

Carga	Tempo	Resultado (HV)	Resultado (Mpa)	Resultado (Gpa)	(HV)
4,903 N(HV 0,5)	10s	1576	1,546E+04	15,46	Média
4,903 N(HV 0,5)	10s	1636	1,604E+04	16,04	1602,5
4,903 N(HV 0,5)	10s	1580	1,550E+04	15,50	Desv.P.
4,903 N(HV 0,5)	10s	1618	1,587E+04	15,87	29,27456234
4,903 N(HV 0,5)	20s	650	6,375E+03	6,37	Média
4,903 N(HV 0,5)	20s	1555	1,525E+04	15,25	1198,75
4,903 N(HV 0,5)	20s	1367	1,341E+04	13,41	Desv.P.
4,903 N(HV 0,5)	20s	1223	1,199E+04	11,99	390,2720205
9,807 N (HV1Kgf)	10s	1696	1,663E+04	16,63	Média
9,807 N (HV1Kgf)	10s	1533	1,503E+04	15,03	1502,5
9,807 N (HV1Kgf)	10s	1522	1,493E+04	14,93	Desv.P.
9,807 N (HV1Kgf)	10s	1259	1,235E+04	12,35	180,7807143
9,807 N (HV1Kgf)	20s	1356	1,330E+04	13,30	Média
9,807 N (HV1Kgf)	20s	1487	1,458E+04	14,58	1444,5
9,807 N (HV1Kgf)	20s	1368	1,342E+04	13,42	Desv.P.
9,807 N (HV1Kgf)	20s	1567	1,537E+04	15,37	100,8249308
19,62 N (HV 2Kgf	20s	2211	2,168E+04	21,68	

LADO B

Carga	Tempo	Resultado (HV)	Resultado (Mpa)	Resultado (Gpa)	(HV)
4,903 N(HV 0,5)	10s	1761	1,727E+04	17,27	Média
4,903 N(HV 0,5)	10s	1329	1,303E+04	13,03	1605,5
4,903 N(HV 0,5)	10s	1648	1,616E+04	16,16	Desv.P.
4,903 N(HV 0,5)	10s	1684	1,651E+04	16,51	190,2638519
4,903 N(HV 0,5)	20s	1278	1,253E+04	12,53	Média
4,903 N(HV 0,5)	20s	1349	1,323E+04	13,23	1273
4,903 N(HV 0,5)	20s	1178	1,155E+04	11,55	Desv.P.
4,903 N(HV 0,5)	20s	1287	1,262E+04	12,62	70,76251362
9,807 N (HV1Kgf)	10s	1649	1,617E+04	16,17	Média
9,807 N (HV1Kgf)	10s	1600	1,569E+04	15,69	1586,75
9,807 N (HV1Kgf)	10s	1659	1,627E+04	16,27	Desv.P.
9,807 N (HV1Kgf)	10s	1439	1,411E+04	14,11	101,8180567
9,807 N (HV1Kgf)	20s	1543	1,513E+04	15,13	Média
9,807 N (HV1Kgf)	20s	1496	1,467E+04	14,67	1492,75
9,807 N (HV1Kgf)	20s	1578	1,548E+04	15,48	Desv.P.
9,807 N (HV1Kgf)	20s	1354	1,328E+04	13,28	98,4119742
19,62 N (HV 2Kgf	60s	1699	1,666E+04	16,66	

5% silica								
LADO A					LADO B			
Carga	Tempo	resultado (HV)	(HV)		Carga	Tempo	resultado (HV)	(HV)
4,903 N(HV 0,5)	10s	1474	Média		4,903 N(HV 0,5)	10s	1286	Média
4,903 N(HV 0,5)	10s	1464	1622,5		4,903 N(HV 0,5)	10s	1742	1387,25
4,903 N(HV 0,5)	10s	2411	Desv.P.		4,903 N(HV 0,5)	10s	1041	Desv.P.
4,903 N(HV 0,5)	10s	1141	547,95042		4,903 N(HV 0,5)	10s	1480	296,9797
4,903 N(HV 0,5)	20s	1327	Média		4,903 N(HV 0,5)	20s	1241	Média
4,903 N(HV 0,5)	20s	1268	1410,25		4,903 N(HV 0,5)	20s	1568	1298,25
4,903 N(HV 0,5)	20s	1876	Desv.P.		4,903 N(HV 0,5)	20s	1042	Desv.P.
4,903 N(HV 0,5)	20s	1170	317,17963		4,903 N(HV 0,5)	20s	1342	218,8003
9,807 N (HV1Kgf)	10s	1905	Média		9,807 N (HV1Kgf)	10s	935	Média
9,807 N (HV1Kgf)	10s	1199	1755,5		9,807 N (HV1Kgf)	10s	1346	1211,4
9,807 N (HV1Kgf)	10s	2496	Desv.P.		9,807 N (HV1Kgf)	10s	1364	Desv.P.
9,807 N (HV1Kgf)	10s	1422	574,92173		9,807 N (HV1Kgf)	10s	1133	179,2465
					9,807 N (HV1Kgf)	10s	1279	
9,807 N (HV1Kgf)	20s	1891	Média		9,807 N (HV1Kgf)	20s	1107	Média
9,807 N (HV1Kgf)	20s	1098	1606		9,807 N (HV1Kgf)	20s	1067	1094,25
9,807 N (HV1Kgf)	20s	2378	Desv.P.		9,807 N (HV1Kgf)	20s	1082	Desv.P.
9,807 N (HV1Kgf)	20s	1057	642,04725		9,807 N (HV1Kgf)	20s	1121	24,29506
							lado A	lado B
				>	19,62 N (HV 2Kgf	10s	1315	1066
				>	19,62 N (HV 2Kgf	20s	1254	1356

10% silica								
LADO A					LADO B			
Carga	Tempo	resultado (HV)	(HV)		Carga	Tempo	resultado (HV)	(HV)
4,903 N(HV 0,5)	10s	1150	Média		4,903 N(HV 0,5)	10s	1117	Média
4,903 N(HV 0,5)	10s	1316	1251,75		4,903 N(HV 0,5)	10s	1164	1168,75
4,903 N(HV 0,5)	10s	1047	Desv.P.		4,903 N(HV 0,5)	10s	1369	Desv.P.
4,903 N(HV 0,5)	10s	1494	195,86454		4,903 N(HV 0,5)	10s	1025	145,4473
4,903 N(HV 0,5)	20s	1124	Média		4,903 N(HV 0,5)	20s	958	Média
4,903 N(HV 0,5)	20s	1875	1306,5		4,903 N(HV 0,5)	20s	1213	1089,5
4,903 N(HV 0,5)	20s	937	Desv.P.		4,903 N(HV 0,5)	20s	1195	Desv.P.
4,903 N(HV 0,5)	20s	1290	405,50421		4,903 N(HV 0,5)	20s	992	133,1428
9,807 N (HV1Kgf)	10s	1638	Média		9,807 N (HV1Kgf)	10s	1526	Média
9,807 N (HV1Kgf)	10s	1047	1428,25		9,807 N (HV1Kgf)	10s	1534	1429,75
9,807 N (HV1Kgf)	10s	1684	Desv.P.		9,807 N (HV1Kgf)	10s	1349	Desv.P.
9,807 N (HV1Kgf)	10s	1344	295,43908		9,807 N (HV1Kgf)	10s	1310	116,8942
9,807 N (HV1Kgf)	20s	1529	Média		9,807 N (HV1Kgf)	20s	1425	Média
9,807 N (HV1Kgf)	20s	982	1283		9,807 N (HV1Kgf)	20s	1382	1284
9,807 N (HV1Kgf)	20s	1482	Desv.P.		9,807 N (HV1Kgf)	20s	1211	Desv.P.
9,807 N (HV1Kgf)	20s	1139	265,48949		9,807 N (HV1Kgf)	20s	1118	144,1874
							lado A	lado B
				>	19,62 N (HV 2Kgf	10s	1201	1257
				>	19,62 N (HV 2Kgf	20s	1210	1070

15% silica								
LADO A					LADO B			
Carga	Tempo	sultado (H	(HV)		Carga	Tempo	resultado (HV)	(HV)
4,903 N(HV 0,5)	10s	1017	Média		4,903 N(HV 0,5)	10s	888	Média
4,903 N(HV 0,5)	10s	1048	1176,5		4,903 N(HV 0,5)	10s	843	845
4,903 N(HV 0,5)	10s	1021	Desv.P.		4,903 N(HV 0,5)	10s	824	Desv.P.
4,903 N(HV 0,5)	10s	1620	295,987		4,903 N(HV 0,5)	10s	825	29,96665
4,903 N(HV 0,5)	20s	1617	Média		4,903 N(HV 0,5)	20s	1061	Média
4,903 N(HV 0,5)	20s	1729	1613,75		4,903 N(HV 0,5)	20s	1254	1232
4,903 N(HV 0,5)	20s	1825	Desv.P.		4,903 N(HV 0,5)	20s	1115	Desv.P.
4,903 N(HV 0,5)	20s	1284	235,6938		4,903 N(HV 0,5)	20s	1498	195,0812
9,807 N (HV1Kgf)	10s	1512	Média		9,807 N (HV1Kgf)	10s	1259	Média
9,807 N (HV1Kgf)	10s	1576	1737,75		9,807 N (HV1Kgf)	10s	1245	1285,5
9,807 N (HV1Kgf)	10s	1619	Desv.P.		9,807 N (HV1Kgf)	10s	1256	Desv.P.
9,807 N (HV1Kgf)	10s	2244	340,3512		9,807 N (HV1Kgf)	10s	1382	64,61424
9,807 N (HV1Kgf)	20s	1178	Média		9,807 N (HV1Kgf)	20s	1186	Média
9,807 N (HV1Kgf)	20s	1440	1356,25		9,807 N (HV1Kgf)	20s	1176	1213,75
9,807 N (HV1Kgf)	20s	1452	Desv.P.		9,807 N (HV1Kgf)	20s	1190	Desv.P.
9,807 N (HV1Kgf)	20s	1355	126,4341		9,807 N (HV1Kgf)	20s	1303	59,79061
			lado A	>	19,62 N (HV 2Kgf	20s	1195	
			lado B	>	19,62 N (HV 2Kgf	20s	1299	