

Desenvolvimento de blocos pré sinterizados de compósito ZTA - 80%Al₂O₃ / 20%ZrO₂ para fresagem em sistema CAD/CAM

RESUMO

A zircônia tetragonal estabilizada por ítria (Y-TZP) é um material promissor, mas que apresenta instabilidade hidrotérmica em baixa temperatura pela transformação da fase tetragonal metaestável em fase monoclinica, podendo levar à degradação em baixa temperatura (DBT), que pode comprometer a previsibilidade dos tratamentos reabilitadores em longo prazo. Portanto, o presente trabalho tem por objetivo inovar na síntese de compósitos policristalinos em forma de blocos pré-sinterizados à base de alumina reforçada por zircônia (ZTA - zirconia-toughened alumina) para uso em CAD/CAM, a fim de trazer as melhores características tanto da alumina quanto da zircônia, oferecendo materiais com resistência mecânica melhorada em relação à alumina e mais resistente à DBT em relação à zircônia. Um compósito ZTA 80% Al₂O₃ - 20% ZrO₂ foi sintetizado em matrizes específicas para gerar blocos usináveis em CAD/CAM. O experimento foi dividido em duas etapas: 1.1) Usinagem de discos 14 mm x 1 mm (ISO 6872:2015) para serem caracterizados quanto a densidade, difração de raios X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e propriedades ópticas. 1.2) Usinagem de discos para avaliação mecânica incluindo indentação Vickers e tenacidade à fratura e resistência à flexão biaxial (RFB). Para todos os testes, foram realizadas análises antes e após um protocolo de envelhecimento hidrotérmico acelerado em autoclave. Os resultados desta pesquisa mostraram o sucesso da síntese do ZTA experimental, com picos típicos de alumina e zircônia (fases monoclinica, tetragonal e cúbica), bem como não houve diferença nos espectros de DRX para ambas as condições envelhecidas ou não. As micrografias sugerem que o processamento do ZTA propiciou uma excelente compactação do material e gerou uma matriz cristalina densa, com grãos esféricos e poucos defeitos intergranulares, mantendo a microestrutura antes e após o envelhecimento. O compósito ZTA fresado apresentou alta opacidade (alta razão de contraste) e capacidade de mascaramento (baixo parâmetro de translucidez) para amostras imediatas e envelhecidas. Da mesma forma, o

processo de envelhecimento não alterou os valores de dureza (~ 17 GPa) e tenacidade à fratura (~ 5.5 GPa MPamm^{1/2}) do compósito ZTA usinado a partir dos blocos. O compósito ZTA também não apresentou alteração significativa no módulo de Weibull (~ 15) e resistência característica (~ 450 MPa) antes e após envelhecimento hidrotérmico. O ZTA experimental fresado apresentou alta probabilidade de sobrevida para missões de tensão de 100 e 300 MPa (99%), independentemente da condição de armazenamento. No entanto, para uma missão de 500 MPa, as amostras apresentaram uma redução estatisticamente significativa na probabilidade de sobrevida (2%) para ambas as condições de armazenamento. Conclui-se que o método de síntese e processamento proposto foi capaz de sintetizar com sucesso um compósito ZTA 80% Al₂O₃ - 20% ZrO₂ em formato de blocos para serem fresados em sistema CAD/CAM odontológico, resistente ao envelhecimento hidrotérmico.

Palavras-chave: Compósito. ZrO₂-Al₂O₃. Propriedade mecânica. Propriedade óptica. Microestrutura.

ABSTRACT

Development of pre-sintered ZTA 80% Al₂O₃/20% ZrO₂ composite blocks for milling in CAD/CAM system

Yttrium tetragonal zirconia polycrystals (Y-TZP) is a promising material, but it presents hydrothermal instability at low temperature due to the transformation of the metastable tetragonal phase into a monoclinic phase, which can lead to low temperature degradation (LTD), compromising the long-term predictability of dental reconstructions. Therefore, the present work aims to innovate in the synthesis of polycrystalline composites in the form of pre-sintered blocks based on zirconia-toughened alumina (ZTA - zirconia-toughened alumina) for CAD/CAM systems used in dentistry, in order to bring the best characteristics of both alumina and zirconia, offering materials with improved mechanical strength compared to alumina and more resistant to LTD compared to zirconia. The 80% Al₂O₃ - 20% ZrO₂ ZTA were synthesized in custom made matrices to generate CAD/CAM blocks able to be milled. The experiment was divided into two steps: 1.1) Machining of 14 mm x 1 mm discs (ISO 6872:2015) to be characterized by density, X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM) and optical properties; 1.2) Machining of discs for mechanical evaluation including Vickers indentation and fracture toughness and biaxial flexural strength (BFS). For all tests, analyses were performed before and after an accelerated hydrothermal aging protocol in autoclave. The results of this research showed the success of the synthesis of the experimental ZTA, with typical peaks of alumina and zirconia (monoclinic, tetragonal and cubic phases), as well as the absence of difference in the XRD spectra for both aged and immediate conditions. The micrographs suggest that the ZTA processing provided excellent compaction of the material and generated a dense crystalline matrix, with spherical grains and few intergranular defects, maintaining the microstructure before and after aging. The milled ZTA composite showed high opacity (high contrast ratio) and masking ability (low translucency parameter) for immediate and aged samples. Likewise, the aging process did not alter the hardness (~17 GPa) and fracture toughness (~5.5 GPa

MPamm1/2) values of the ZTA composite machined from the blocks. The ZTA composite also showed no significant change in Weibull modulus (~ 15) and characteristic strength (~ 450 MPa) before and after hydrothermal aging. The milled experimental ZTA showed a high probability of survival for stress missions of 100 and 300 MPa (99%), regardless of the storage condition. However, for a mission of 500 MPa, the samples showed a statistically significant reduction in the probability of survival (2%) for both storage conditions. It is concluded that the proposed synthesis and processing method was able to successfully synthesize a ZTA 80% Al_2O_3 - 20% ZrO_2 composite resistant to hydrothermal aging in block format to be milled in a dental CAD/CAM system,

Keywords: Composite. Al_2O_3 – ZrO_2 . Mechanical property. Optical property. Microstructure.