

Síntese de um nanocompósito ATZ (80% ZrO₂-20% Al₂O₃) e caracterização microestrutural, óptica e de sobrevivência antes e após o envelhecimento

Este estudo teve como objetivo realizar o processamento de um nanocompósito ATZ (zircônia reforçada por alumina - 80%ZrO₂-20%Al₂O₃) a partir de um pó cerâmico nanométrico e caracterizar seu conteúdo cristalino, microestrutura, tensão residual, propriedades mecânicas e ópticas antes e após ser submetido ao envelhecimento artificial por duas metodologias: autoclave e reator hidrotérmico. Foram confeccionados cento e sessenta e cinco (n=165) espécimes de ATZnano em forma de disco (12 x 1,2 mm) a partir do pó nanocerâmico ATZ-20/80-BA (Nanoe, França). Testes pilotos prévios levaram ao seguinte protocolo de prensagem e sinterização: prensagem uniaxial à 3000 kgf/cm² durante 30 segundos e pré-sinterização à 1000°C por uma hora seguida de sinterização à 1500°C por 2 horas. Sinterizados, os espécimes foram polidos com discos e suspensões diamantadas de até 1 µm e divididos em três grupos conforme a metodologia de envelhecimento (n=55/grupo): ATZ-I (imediate), ATZ-A (envelhecido em autoclave por 20h, à 134°C e 2,2 bar) e ATZ-R (envelhecido em reator hidrotérmico por 20h, à 134°C e 2,2 bar). Difração de raios-x (DRX) foi empregada para caracterização do conteúdo cristalino e microscopia eletrônica de varredura (MEV) para observação da microestrutura e medição do tamanho de grãos. Espectroscopia Raman foi utilizada para análise da tensão residual. As propriedades ópticas foram mensuradas por meio do cálculo de razão de contraste (RC) e parâmetro de translucidez (ΔE_{00}). As propriedades mecânicas foram avaliadas por meio de microdureza Vickers e cálculo da tenacidade à fratura (K_{IC}), além de teste de resistência à flexão biaxial (RFB) determinando estresse característico (MPa), módulo de Weibull (m) e probabilidade de sobrevivência para missões estimadas de 300, 500 e 800 MPa (ISO 6872:2015). Os resultados demonstraram o sucesso do método de processamento proposto, com picos típicos de alumina e zircônia tetragonal nos espectros de DRX. A análise quantitativa revelou um aumento estatisticamente significativo na quantidade de conteúdo monoclinico no grupo ATZ-R (30,6%) quando comparado ao ATZ-A (20,3%). As micrografias de MEV evidenciaram uma microestrutura densa, com tamanho de grãos médio de 0,43 µm para ATZ-I. A espectroscopia Raman demonstrou a formação de tensões residuais compressivas nos grupos envelhecidos, sendo maior para ATZ-R (-215,1 MPa). As propriedades ópticas descreveram um material opaco e com alta capacidade de mascaramento (RC: 0,99; ΔE_{00} : 0,26), sem mudanças estatisticamente significativas após os protocolos de envelhecimento. A análise das propriedades mecânicas revelou valores de dureza em torno de 1247 HV e tenacidade à fratura de 1,9 MPa.m^{1/2}. Quanto aos resultados de estresse característico, os três grupos se demonstraram estatisticamente diferentes entre si, sendo ATZ-R o que apresentou maior valor (879 MPa). O módulo de Weibull se mostrou elevado para todos os grupos ($m>16$) evidenciando o sucesso dos testes pilotos na otimização do método de processamento. Assim, o ATZnano se mostrou um material confiável para utilização em missões de 300 e 500 MPa, correspondentes a indicações para próteses monolíticas ou infraestruturas de até 3 elementos envolvendo molares. Já para uso como próteses de 4 elementos (800 MPa), desenvolvimentos e inovações posteriores são necessárias.