

# CIÊNCIA E TECNOLOGIA

Estudos

Sobre

as

Propriedades, Processamento e  
Produção de Materiais

Sergio Bitencourt Araújo Barros  
(Organizador)

 EDITORA  
ARTEMIS  
2020

# CIÊNCIA E TECNOLOGIA

Estudos

Sobre

as

Propriedades, Processamento e  
Produção de Materiais

Sergio Bitencourt Araújo Barros  
(Organizador)

 EDITORA  
ARTEMIS  
2020

2020 by Editora Artemis  
Copyright © Editora Artemis  
Copyright do Texto © 2020 Os autores  
Copyright da Edição © 2020 Editora Artemis  
**Edição de Arte:** Bruna Bejarano  
**Diagramação:** Helber Pagani de Souza  
**Revisão:** Os autores



Todo o conteúdo deste livro está licenciado sob uma Licença de Atribuição *Creative Commons*.  
Atribuição 4.0 Internacional (CC BY 4.0).

O conteúdo dos artigos e seus dados em sua forma, correção e confiabilidade são de responsabilidade exclusiva dos autores. Permitido o download da obra e o compartilhamento, desde que sejam atribuídos créditos aos autores, e sem a possibilidade de alterá-la de nenhuma forma ou utilizá-la para fins comerciais.

**Editora Chefe:**

Prof<sup>a</sup> Dr<sup>a</sup> Antonella Carvalho de Oliveira

**Editora Executiva:**

Viviane Carvalho Mocellin

**Organizador:**

Sergio Bitencourt Araújo Barros

**Bibliotecário:**

Maurício Amormino Júnior – CRB6/2422

**Conselho Editorial:**

Prof. Dr. Adalberto de Paula Paranhos, Universidade Federal de Uberlândia

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Amanda Ramalho de Freitas Brito, Universidade Federal da Paraíba

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Angela Ester Mallmann Centenaro, Universidade do Estado de Mato Grosso

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Carmen Pimentel, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Catarina Castro, Universidade Nova de Lisboa, Portugal

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Cláudia Neves, Universidade Aberta de Portugal

Prof. Dr. Cleberton Correia Santos, Universidade Federal da Grande Dourados

Prof. Dr. Eduardo Eugênio Spers, Universidade de São Paulo

Prof. Dr. Eloi Martins Senhoras, Universidade Federal de Roraima

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Elvira Laura Hernández Carballido, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, México

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Emilas Darlene Carmen Lebus, Universidad Nacional del Nordeste/ Universidad Tecnológica Nacional, Argentina

Prof. Dr. Geoffroy Roger Pointer Malpass, Universidade Federal do Triângulo Mineiro

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Iara Lúcia Tescarollo Dias, Universidade São Francisco

Prof. Dr. Ivan Amaro, Universidade do Estado do Rio de Janeiro

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Ivânia Maria Carneiro Vieira, Universidade Federal do Amazonas

Prof. Me. Javier Antonio Albornoz, University of Miami and Miami Dade College, USA

Prof. Dr. Joaquim Júlio Almeida Júnior, UniFIMES - Centro Universitário de Mineiros

Prof. Dr. Juan Diego Parra Valencia, Instituto Tecnológico Metropolitano de Medellín, Colômbia  
Prof. Dr. Júlio César Ribeiro, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro  
Prof. Dr. Leinig Antonio Perazolli, Universidade Estadual Paulista  
Prof.ª Dr.ª Livia do Carmo, Universidade Federal de Goiás  
Prof.ª Dr.ª Luciane Spanhol Bordignon, Universidade de Passo Fundo  
Prof. Dr. Marcos Augusto de Lima Nobre, Universidade Estadual Paulista  
Prof.ª Dr.ª Maria Aparecida José de Oliveira, Universidade Federal da Bahia  
Prof.ª Dr.ª Maria do Céu Caetano, Universidade Nova de Lisboa, Portugal  
Prof.ª Dr.ª Maria do Socorro Saraiva Pinheiro, Universidade Federal do Maranhão  
Prof.ª Dr.ª Mauriceia Silva de Paula Vieira, Universidade Federal de Lavras  
Prof.ª Dr.ª Odara Horta Boscolo, Universidade Federal Fluminense  
Prof.ª Dr.ª Patrícia Vasconcelos Almeida, Universidade Federal de Lavras  
Prof. Dr. Rodrigo Marques de Almeida Guerra, Universidade Federal do Pará  
Prof. Dr. Sergio Bitencourt Araújo Barros, Universidade Federal do Piauí  
Prof. Dr. Sérgio Luiz do Amaral Moretti, Universidade Federal de Uberlândia  
Prof. Dr. Turpo Gebera Osbaldo Washington, Universidad Nacional de San Agustín de Arequipa, Peru  
Prof. Dr. Valter Machado da Fonseca, Universidade Federal de Viçosa  
Prof.ª Dr.ª Vanessa Bordin Viera, Universidade Federal de Campina Grande  
Prof. Dr. Wilson Noé Garcés Aguilar, Corporación Universitaria Autónoma del Cauca, Colômbia

**Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)  
(eDOC BRASIL, Belo Horizonte/MG)**

C569 Ciência e tecnologia [recurso eletrônico] : estudos sobre as propriedades, processamento e produção de materiais / Organizador Sergio Bitencourt Araújo Barros. – Curitiba, PR: Artemis, 2020.

Formato: PDF

Requisitos de sistema: Adobe Acrobat Reader

Modo de acesso: World Wide Web

Inclui bibliografia

Edição bilíngue

ISBN 978-65-87396-18-7

DOI 10.37572/EdArt\_187261020

1. Materiais – Ciência e tecnologia. 2. Química verde. 3. Sustentabilidade. I. Barros, Sergio Bitencourt Araújo.

CDD 577.14

**Elaborado por Maurício Amormino Júnior – CRB6/2422**

## APRESENTAÇÃO

A coletânea intitulada **“Ciência e Tecnologia: Estudos sobre as Propriedades, Processamento e Produção de Materiais”** contempla resultados de pesquisas na área de química da matéria condensada, envolvendo conceitos de Química Verde, sustentabilidade e tecnologia.

A obra é iniciada com capítulos que versam sobre desenvolvimento de materiais sustentáveis e suas aplicações, como o uso de rejeitos de frutos aplicados como inibidores de corrosão de aço carbono, desenvolvimento de fotocatalizadores eficientes na purificação de sistemas aquosos contaminados por corante, assim como uma minuciosa revisão sobre a ampla gama de microorganismos existentes no meio ambiente capaz de biodegradar uma grande variedade de polímeros. Nos capítulos seguintes são tratadas a otimização de sistemas e materiais que são normalmente usados em impressão 3D de objetos e na fabricação de dispositivos eletrônicos; a preparação de material cerâmico com grande potencial em aplicações odontológicas; o aproveitamento de finos de resíduos de minério de manganês pelo processo de pelotização e, finalmente, a utilização de resíduos de minério de manganês para obtenção de compósitos com matriz metálica de alumínio.

O livro tem como foco apresentar aos leitores diferentes aspectos de pesquisas e aplicações da química da matéria condensada e de suas áreas correlatas no desenvolvimento de materiais e tecnologias que incentivem a sustentabilidade e tecnologias.

As pesquisas que integram a obra são de grande valia para o meio acadêmico, fornecendo subsídios teóricos para futuras investigações científicas, podendo ser usados desde o ensino dos temas abordados, para o desenvolvimento de projetos de trabalhos de conclusão de curso e pesquisas, para a atualização do estado da arte na área de degradação de polímeros, tratamento de efluentes, dentre outros.

Aos autores da obra, quero parabenizar pela qualidade dos artigos e agradecer por disponibilizá-los aos leitores por meio da Editora Artemis. Aos leitores, convido a apreciarem e examinarem a obra **“Ciência e Tecnologia: Estudos sobre as Propriedades, Processamento e Produção de Materiais”**.

Enfim, desejo-lhes uma excelente leitura!

Prof. Dr. Sergio Bitencourt Araújo Barros

## SUMÁRIO

<b>CAPÍTULO 1</b> .....	<b>1</b>
ESTUDO DO SINERGISMO DO PÓ DA CASCA DE CACAU E MAMONA COMO INIBIDORES DE CORROSÃO PARA O AÇO CARBONO EM MEIO ÁCIDO	
Lhaira Souza Barreto	
Thássia Félix de Almeida	
André de Mendonça Santos	
Fernando Cotting	
Franco Dani Rico Amado	
Vera Rosa Capelossi	
<b>DOI 10.37572/EdArt_1872610201</b>	
<b>CAPÍTULO 2</b> .....	<b>13</b>
AUMENTO DA ATIVIDADE FOTOCATALÍTICA INDUZIDA POR FILMES HETEROESTRUTURADOS DE TiO <sub>2</sub> /Pt/SnO <sub>2</sub>	
Elias de Souza Monteiro Filho	
Glaucio de Oliveira Testoni	
Rafael Aparecido Ciola Amoresi	
Glaucio Meireles Mascarenhas Morandi Lustosa	
João Paulo de Campos da Costa	
Marcelo Vianna Nogueira	
Miguel Ruiz	
Maria Aparecida Zaghete Bertochi	
Elson Longo da Silva	
Leinig Antonio Perazolli	
<b>DOI 10.37572/EdArt_1872610202</b>	
<b>CAPÍTULO 3</b> .....	<b>31</b>
MICROORGANISMOS NA BIODEGRADAÇÃO DE POLÍMEROS EM MEIO AQUOSO	
Lhaira Souza Barreto	
Erika Emanuele Gomes da Silva	
Josiane Dantas Viana Barbosa	
Sara Horácio de Oliveira Maciel	
Yêda Medeiros Bastos de Almeida Glória	
Maria Vinhas	
<b>DOI 10.37572/EdArt_1872610203</b>	
<b>CAPÍTULO 4</b> .....	<b>49</b>
ESTUDO DA CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA E TÉRMICA DO PLA PROCESSADO POR MANUFATURA ADITIVA	
Felipe Lopes Fonseca da Silva	
Nirlei Santos de Lima	
Luciana Sgarbi Rossino	
Marcos Dorigão Manfrinato	
<b>DOI 10.37572/EdArt_1872610204</b>	

<b>CAPÍTULO 5 .....</b>	<b>62</b>
ESTUDO DE SUPERFÍCIE E MORFOLÓGICO DE FILMES FINOS BASEADOS NO POLÍMERO SEMICONDUTOR CONJUGADO PBTTT-C14	
José Enrique Eirez Izquierdo	
Marco Roberto Cavallari	
Marcelo Goncalves Honnicke	
Fernando Josepetti Fonseca	
<b>DOI 10.37572/EdArt_1872610205</b>	
<b>CAPÍTULO 6 .....</b>	<b>75</b>
ESTUDO COMPARATIVO DAS PROPRIEDADES ESTRUTURAIS E MORFOLÓGICAS DE DOIS SISTEMAS CERÂMICOS SINTERIZADOS DE 3Y-TZP	
Fabiola Stahlke Prado	
Cláudio Machado Junior	
Renato Panegaci dos Santos	
Alejandra Hortencia Miranda González	
<b>DOI 10.37572/EdArt_1872610206</b>	
<b>CAPÍTULO 7 .....</b>	<b>84</b>
APROVEITAMENTO DE RESÍDUOS DE MINÉRIO DE MANGANÊS PARA OBTENÇÃO DE PELOTAS	
Milton Teles Neto	
Margarida Márcia Fernandes Lima	
Rhelman Rossano Urzedo Queiroz	
Rosa Malena Fernandes Lima	
<b>DOI 10.37572/EdArt_1872610207</b>	
<b>CAPÍTULO 8 .....</b>	<b>98</b>
SINTERIZAÇÃO AO NATURAL DE COMPÓSITOS COM MATRIZ DE ALUMÍNIO REFORÇADOS COM 5%p, 10%p e 15%p DE RESÍDUOS DE MINÉRIO DE MANGANÊS	
Margarida Márcia Fernandes Lima	
Vítor Martins Incalado	
Rhelman Rossano Urzedo Queiroz	
Rosa Malena Fernandes Lima	
<b>DOI 10.37572/EdArt_1872610208</b>	
<b>SOBRE O ORGANIZADOR .....</b>	<b>118</b>
<b>ÍNDICE REMISSIVO .....</b>	<b>119</b>

## ESTUDO COMPARATIVO DAS PROPRIEDADES ESTRUTURAIS E MORFOLÓGICAS DE DOIS SISTEMAS CERÂMICOS SINTERIZADOS DE 3Y-TZP

Data de submissão: 31/07/2020

Data de aceite: 15/10/2020

**\*Autor correspondente: Alejandra Hortencia  
Miranda González**

E-mail: alejandra.horten@uol.com.br

Tel: +55 14 991625373

### **Fabiola Stahlke Prado**

Programa de Pós-Graduação Stricto Sensu em  
Odontologia,  
Universidade Pitágoras UNOPAR, Londrina, PR,  
Brasil.

<http://lattes.cnpq.br/5945486708837985>

### **Cláudio Machado Junior**

Graduação em Odontologia,  
Universidade Anhanguera de São Paulo, São  
Paulo, SP, Brasil.

<http://lattes.cnpq.br/3509202662505153>

### **Renato Panegaci dos Santos**

Graduação em Odontologia,  
Universidade Ibirapuera, São Paulo, SP, Brasil.

<http://lattes.cnpq.br/3628256630062999>

### **Alejandra Hortencia Miranda González**

Programa de Pós-Graduação Stricto Sensu em  
Odontologia,  
Universidade Pitágoras UNOPAR, Londrina, PR,  
Brasil.

Programa de Pós-Graduação Stricto Sensu em  
Biotecnologia e Inovação em Saúde,  
Universidade Anhanguera de São Paulo, São  
Paulo, SP, Brasil.

<http://lattes.cnpq.br/1059436387901853>

**RESUMO:** A fabricação de dispositivos comerciais odontológicos está ligada à eficiência dos pós cerâmicos. Nesse sentido, o objetivo central desta pesquisa foi avaliar as propriedades estruturais e morfológicas da cerâmica odontológica comercial de zircônia estabilizada por ítria (Y-TZP), VITA InCeram® YZ, após o processo de sinterização, e compará-las às propriedades apresentadas por uma cerâmica de 3Y-TZP sintetizada quimicamente por meio do método de precursores poliméricos. Os pós obtidos da síntese química foram tratados termicamente a 800°C por 3h. O pó experimental e pó do sistema VITA InCeram® YZ foram compactados na forma de pastilhas para posterior etapa de sinterização a 1530°C por 2 h e caracterizados quanto à cristalinidade por meio de análises de Difração de raios X (DRX) e quanto as propriedades morfológicas por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Os resultados de DRX para os dois grupos sinterizados revelaram a coexistência das fases cristalinas tetragonal e monoclinica. A caracterização por MEV revelou uma superfície com morfologia regular, livre de poros e trincas e constituída por grãos



homogêneos e nanométricos. Assim, os resultados estabeleceram propriedades estruturais e morfológicas muito semelhantes entre os dois sistemas cerâmicos o que indica a possível aplicação odontológica da cerâmica de 3Y-TZP sintetizada quimicamente.

**PALAVRAS-CHAVE:** Cerâmicas odontológicas. Zircônia/Ítria. Precursores poliméricos. Sinterização. Caracterizações.

## "COMPARATIVE STUDY OF STRUCTURAL AND MORPHOLOGICAL PROPERTIES OF TWO 3Y-TZP SINTERED CERAMIC SYSTEMS".

**ABSTRACT:** The manufacture of commercial dental devices is related to the efficiency of ceramic powders. In this way, the main objective of this research was to evaluate the structural and morphological properties of the commercial yttria-stabilized zirconia (Y-TZP) dental ceramic, VITA InCeram® YZ, after the sintering process, and compare them to the properties presented by a 3Y-TZP ceramic chemically synthesized using the polymeric precursor method. Powders obtained from chemical synthesis were heat treated at 800°C for 3h. The experimental powder and powder from the VITA InCeram® YZ system were compacted in the form of pellets for subsequent sintering step at 1530°C for 2 h and characterized for crystallinity by means of X-ray Diffraction (XRD) analysis and morphological properties by means of Scanning Electron Microscopy (SEM). XRD results for the two sintered groups revealed the coexistence of tetragonal and monoclinic crystalline phases. SEM characterization revealed a surface with regular morphology, free of pores and cracks and consisting of homogeneous and nanometric grains. Thus, the results established structural and morphological properties very similar between the two ceramic systems, which indicate the possible application of 3Y-TZP dental ceramic synthesized.

**KEYWORDS:** Dental ceramics. Zirconia/Yttria. Polymeric precursors. Sintering. Characterization.

### 1. INTRODUÇÃO

As cerâmicas são os materiais mais biocompatíveis que existem e trazem consigo várias vantagens, tais como: estabilidade química, excelente resultado estético, condutibilidade térmica e coeficiente de expansão térmica similares aos tecidos dentários, elevada resistência à compressão, podendo ser confeccionadas em formas específicas, além da possibilidade de adesão aos sistemas resinosos atualmente em uso. Suas principais desvantagens, no entanto, são o seu baixo módulo de elasticidade e fragilidade (KELLY, 2004; LIANG et al., 2008; PRESENDA et al., 2015).

Em 1975, Garvie, Hannik e Pascoe descreveram o mecanismo de fortalecimento por transformação da cerâmica de zircônia, e deram início assim a pesquisas que

buscavam entender o mecanismo básico do comportamento deste material. Estes estudos resultaram no desenvolvimento de uma grande variedade de cerâmicas baseadas em zircônia ( $ZrO_2$ ) (GARVIE, HANNIK, PASCOE, 1975).

Restaurações totalmente cerâmicas em  $ZrO_2$  exibem excelentes propriedades mecânicas, resistência flexural e dureza, boa biocompatibilidade e superior estética, uma ótima alternativa para substituir o metal de suporte com desempenho clínico comparável às restaurações metalocerâmicas convencionais (KELLY; DENRY, 2008; MIYAZAKI et al., 2013). A  $ZrO_2$  pura assume três formas cristalográficas, dependendo da temperatura: monoclinica, tetragonal e cúbica. Quando ocorre o resfriamento da cerâmica, à temperatura ambiente, observa-se uma transformação martensítica reversível tetragonal-monoclinica que causa o aumento de 3 a 4% em seu volume. Isto pode levar à propagação de trincas e resultar na fratura do corpo sólido. Portanto, o uso de cerâmicas de  $ZrO_2$  pura não é indicado em aplicações estruturais (TADOKORO, MUCILLO, 2004; ANDRADE, 2006). Para resolver este problema é necessário a adição de óxidos para obter-se a estabilização da fase tetragonal, que oferece melhores propriedades mecânicas, sendo, portanto, de escolha para o uso restaurador na odontologia (PICONI; MACCAURO, 1999).

A adição de 3 mol% de óxido de ítrio ( $Y_2O_3$ ) permite a estabilização da zircônia policristalina em sua fase tetragonal à temperatura ambiente (3Y-TZP). Esta zircônia apresenta características muito favoráveis como o tamanho de seu grão relativamente fino e o processo de tenacificação que inibi a propagação de trincas (MIYAZAKI et al., 2013; COMPOSILVAN; TORRENTS; ANGLADA, 2014; DENRY; KELLY, 2014; ZHAO; ZHU; LUO, 2016).

Devido às suas propriedades mecânicas superiores, biocompatibilidade aos tecidos humanos e propriedades ópticas melhoradas, as cerâmicas 3Y-TZP tornaram-se cada vez mais importantes nas últimas décadas como biomateriais para restaurações, sendo amplamente empregadas comercialmente na fabricação de coroas, próteses fixas dentárias e implantes dentários (MIYAZAKI et al., 2013; COMPOSILVAN; TORRENTS; ANGLADA, 2014; DENRY; KELLY, 2014; PRESENDA et al., 2015; TONG et al., 2016; ZHAO; ZHU; LUO, 2016).

Obtêm-se a cerâmica de zircônia a partir da compactação do óxido metálico de zircônio sob temperaturas elevadas. Composta quase exclusivamente de óxidos é totalmente livre de sílica, diferentemente das porcelanas convencionais (ANUSAVICE; SHEN; RAWLS, 2013). Algumas variáveis importantes, no entanto, influenciam as propriedades finais da cerâmica, tais como: a metodologia de síntese e processamento, a quantidade e tipos de aditivos, bem como a temperatura de tratamento térmico durante a sinterização (ANDRADE, 2006).

O método de precursores poliméricos (MPP), também conhecido por método Pechini, consiste em uma rota química utilizada para produzir pós cerâmicos. Este

método oferece diversas vantagens no processamento dos pós, tais como etapas que permitem o controle estequiométrico, menores temperaturas de síntese, possibilidade de trabalhar em solução aquosa e de não exigir cuidado especial com a atmosfera, além da possibilidade de produzir pós com tamanho de partícula nanométrica (PECHINI, 1967).

Desta forma, a proposta central deste trabalho foi promover a síntese química de uma cerâmica de 3Y-TZP experimental e caracterizar suas propriedades estruturais e morfológicas a fim de estimar a possibilidade de uma aplicação odontológica futura deste sistema.

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1 Síntese do pó de 3Y-TZP experimental

O MPP foi empregado para a síntese dos pós de zircônia estabilizados por 3 mol% em ítria (3Y-TZP). Este método é baseado na polimerização do citrato metálico com o uso de etilenoglicol. A polimerização, promovida pelo aquecimento da mistura, resulta em uma resina homogênea na qual os íons metálicos são distribuídos uniformemente por toda a matriz orgânica. Uma solução de 80% em massa de butóxido de zircônio em butanol,  $Zr(OC_4H_9)_4$  (Aldrich) e nitrato de ítrio hexahidratado,  $Y(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$  (Aldrich), foram utilizados como matérias-primas. A preparação envolveu as seguintes etapas: reação de complexação de íons metálicos com ácido cítrico anidro,  $C_6H_8O_7$  (Synth), e reação de esterificação promovida pelo etilenoglicol,  $C_2H_6O_2$  (Synth). Análises gravimétricas foram realizadas em triplicata para determinar a concentração de íons  $Zr^{4+}$  na resina polimérica. Finalmente, uma quantidade estequiométrica de  $Y(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$  foi adicionada para obter uma solução contendo 3 mol% de ítria-zircônia. A mistura foi mantida em agitação e o aquecimento prolongado a  $130^\circ C$  por 1 h produziu uma resina transparente viscosa. A carbonização da resina a  $350^\circ C$  por 3 h em um forno mufla resultou em uma massa sólida rica em componentes orgânicos. O pó experimental foi finalmente submetido a um tratamento térmico a  $800^\circ C$  por 3 h, em ar estático, para atingir o estágio de cristalização.

### 2.2 Seleção do material comercial

Neste trabalho foram utilizados blocos cerâmicos pré-sinterizados do sistema VITA InCeram® YZ (VITA Zahnfabrik H. Rauter GmbH & Co. KG, BadSäckingen–Germany), introduzidos no mercado Odontológico para a confecção de infra estruturas por CAD/CAM (Desenho assistido por computador / Manufatura assistida por computador). As especificações do material comercial estão descritas na Tabela 1.

Tabela 1: Especificações dos blocos cerâmicos conforme a descrição do fabricante.

Nome do produto	Composição química	Forma de apresentação
VITA In-Ceram® YZ	< 95 mol% de zircônia (ZrO <sub>2</sub> ) 5 mol% de ítria (Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) < 3 mol% de óxido de háfnio (HfO <sub>2</sub> ) < 1 mol% de (alumina) Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> e óxido de silício (SiO <sub>2</sub> )	Bloco YZ-40/19 com dimensões 39 mm x 19 mm x 15,5 mm

### 2.3 Compactação e prensagem dos pós de Y-TZP

Os pós de 3Y-TZP sintetizado e do sistema VITA InCeram® YZ foram compactados em molde de aço inoxidável de 12 mm de diâmetro. A prensagem uniaxial dos pós foi realizada em uma prensa hidráulica de bancada com capacidade máxima de carga de 10 t. Após a aplicação de carga de 2 t durante 30 s, foram obtidas pastilhas com 12,05 mm de diâmetro e 2,10 mm de espessura em média.

### 2.4 Sinterização das pastilhas cerâmicas

O processo de sinterização foi realizado em um forno do sistema Lava da 3M, modelo Furnace 200. As pastilhas obtidas da compactação e prensagem dos pós de 3Y-TZP sintetizado e do sistema VITA InCeram® YZ foram sinterizadas seguindo as orientações indicadas pelo fabricante VITA: tempo de subida de 1,5 h, temperatura de sinterização 1530°C e tempo de permanência de 2 h. Os materiais sinterizados foram então caracterizados por DRX e MEV.

### 2.5 Caracterizações

As análises de DRX foram realizadas em um difratômetro de raios X Rigaku Miniflex600 (Rigaku International Corporation, Tóquio, Japão) (Faculdade de Ciências – UNESP/Bauru) usando fonte de radiação CuK (  $\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$  ) operando a 40 kV e 15 mA. As varreduras foram realizadas de 10° a 80° (2  $\theta$  ) em um tamanho de passo de 0,02° com uma velocidade de varredura de 2° / min. A análise qualitativa das fases foi realizada usando os bancos de dados do Joint Committee on Powder Diffraction – International Center for Diffraction Data (JCPDS– ICDD).

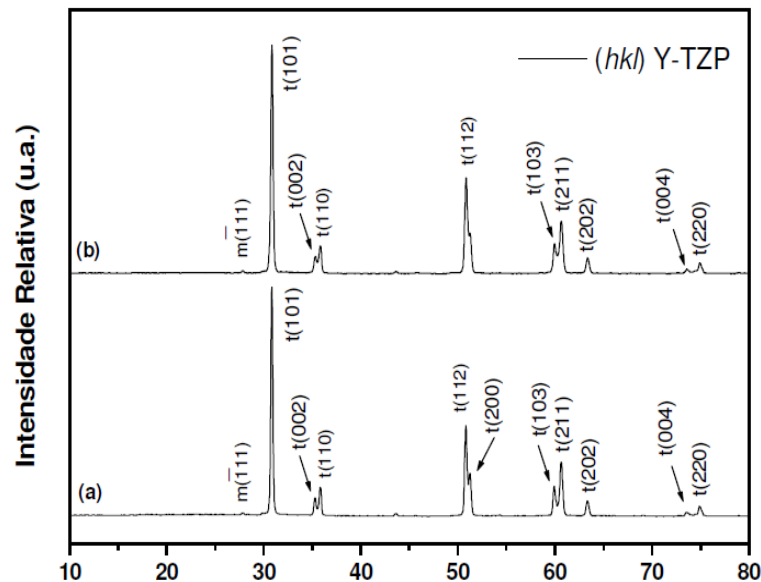
Para as análises de MEV, as pastilhas sinterizadas foram fixadas em stub com fita de carbono e levadas ao equipamento de metalização, ficando recobertas por uma fina camada de ouro. Foi utilizado um equipamento metalizador de ouro/ evaporador de carbono com bomba rotatória – Quorum, modelo Q150R ES. Assim preparadas, as amostras foram avaliadas utilizando-se elétrons secundários, por meio de um microscópio eletrônico de varredura Zeiss modelo EVO LS15 (Faculdade de Ciências – UNESP/Bauru).

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 Análises por DRX

A Figura 1 ilustra os padrões de difração de raios X obtidos para as pastilhas sinterizadas de 3Y-TZP experimental e VITA InCeram® YZ.

Figura 1: Difratogramas de raios X das pastilhas cerâmicas de Y-TZP sinterizadas a 1530°C por 2h: (a) 3Y-TZP experimental; (b) VITA InCeram® YZ.



Os sistemas cerâmicos de Y-TZP estudados apresentaram padrões de difração de raios X praticamente iguais quando comparados entre si, considerando tanto as fases cristalinas formadas quanto a intensidade destas fases. Os picos de maior intensidade identificados em  $2\theta = 30,2^\circ, 35,0^\circ, 50,2^\circ, 60,0^\circ, 62,8^\circ$  e  $74,4^\circ$ , planos (101), (110), (112), (211), (202) e (220), respectivamente, foram associados apenas à cristalização da fase tetragonal.

Isto reflete que a metodologia de síntese química para o preparo da cerâmica 3Y-TZP foi satisfatória, pois um dos objetivos era obter um material sintetizado quimicamente com características estruturais semelhantes às apresentadas pelo sistema comercial.

Das análises por DRX realizadas por Liang et al. (2008) em pós de Y-TZP tratados termicamente a 950°C por 2 h, compactados na forma de pastilhas e sinterizados a 1350°C por 2 h, os resultados revelaram a cristalização da fase 100% tetragonal (LIANG et al, 2008). Lazar et al. (2008) descreveram a síntese de pós de Y-TZP dopados com 3 mol% de  $Y_2O_3$  por meio de uma rota química de coprecipitação. Os pós foram calcinados a 800°C por 1 h, compactados e finalmente sinterizados a 1500°C por 1 h. A caracterização por DRX em conjunto com refinamento Rietveld (para quantificação das fases formadas) revelou um conteúdo de fase de 96% tetragonal e 4% monoclinica (LAZAR et al., 2008). Da análise da cerâmica VITA InCeram® YZ, Kreidler (2008) apresentou os resultados de DRX de blocos cerâmicos

sinterizados a 1530°C por 7 h e 50 min. Os padrões revelaram a presença da fase tetragonal majoritária e menor porção de fase monoclinica (KREIDLER, 2008). Por outro lado, Arata et al. (2014) descreveram a análise quantitativa de fases por DRX em cerâmicas odontológicas de Y-TZP. Nesse estudo, pastilhas da composição VITA foram sinterizadas a 1530°C por 2 h e as análises de DRX indicaram a presença apenas da fase tetragonal (ARATA et al., 2014).

### 3.2 Análises por MEV

As Figuras 2 e 3 ilustram as imagens obtidas da morfologia dos sistemas sinterizados.

Figura 2: Caracterizações morfológicas por MEV em diferentes aumentos para a cerâmica 3Y-TZP experimental sinterizada: (a) 5000x; (b) 10000x.

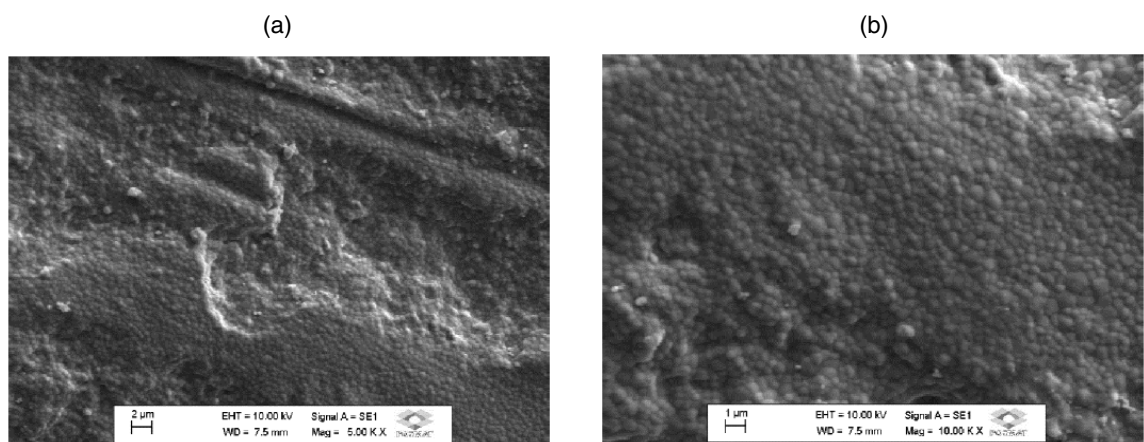
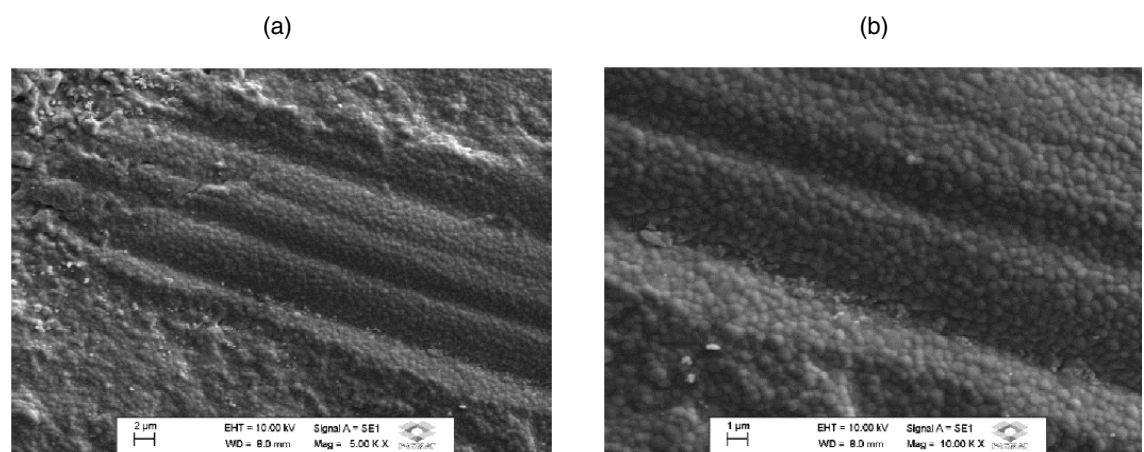


Figura 3: Caracterizações morfológicas por MEV em diferentes aumentos para a cerâmica VITA InCeram® YZ: (a) 5000x; (b) 10000x.



Novamente as análises de MEV revelaram morfologias dos sistemas cerâmicos muito semelhantes. As imagens obtidas com aumento de 5000x, Figuras 2a e 3a, indicam que o processo de sinterização tanto para o sistema experimental quanto para o comercial, conduziu à uma morfologia densa, livre de poros e trincas. Nas imagens obtidas com aumento de 10000x, Figuras 2b e 3b, é possível observar que a morfologia de ambos sistemas cerâmicos de Y-TZP é constituído de partículas homogêneas, com forma esférica e tamanho na escala nanométrica.

No estudo desenvolvido por Presenda et al. (2015), avaliou-se o efeito da sinterização por micro-ondas na microestrutura e propriedades mecânicas em cerâmicas Y-TZP usadas em aplicações odontológicas. Entre as cerâmicas estudadas, o sistema VITA In-Ceram® YZ foi sinterizado em um forno elétrico convencional, sob duas condições distintas de aquecimento: 1300°C e 1400°C por um tempo de permanência de 2 h. As imagens das análises de MEV possibilitaram determinar os tamanhos de partículas para cada uma das temperaturas de sinterização,  $229 \pm 67$  nm (1300°C) e  $286 \pm 68$  nm (1400°C). Além disso, os autores descreveram a morfologia como densa e livre de poros (PRESENDA et al., 2015). Em um estudo mais recente, Tong et al. (2016) investigaram as propriedades mecânicas e óticas de três cerâmicas Y-TZP comerciais conhecidas por apresentarem elevada translucidez, elevada resistência e elevada área superficial. A composição de elevada área superficial foi sinterizada a 1350°C por 2 h e analisada, entre outras técnicas, por MEV. As imagens revelaram que os contornos de grãos foram claramente visíveis e o tamanho dos grãos não foi uniforme. Embora o tamanho médio dos grãos tenha sido calculado em 0,47  $\mu$ m, muitos grãos largos com tamanho maior que 1  $\mu$ m foram identificados (TONG et al, 2016).

Assim, a partir dos resultados obtidos das caracterizações por DRX e MEV, conclui-se que a síntese química do sistema 3Y-TZP foi realizada com êxito, possibilitando obter um material com propriedades estruturais e morfológicas comparáveis às apresentadas pelo sistema comercial VITA InCeram® YZ.

#### 4. CONCLUSÕES

Das caracterizações estruturais por DRX e morfológicas por MEV da cerâmica de 3Y-TZP sinterizada verificou-se que o sistema experimental obtido pelo método de precursores poliméricos apresentou propriedades muito semelhantes às apresentadas pelo sistema comercial VITA InCeram® YZ. A fase cristalina formada foi majoritariamente tetragonal e a morfologia constituída de partículas homogêneas, com forma esférica e tamanho na escala nanométrica. Conclui-se que a síntese da cerâmica 3Y-TZP foi realizada com êxito, possibilitando obter um material com propriedades adequadas para uma possível aplicação odontológica.

#### AGRADECIMENTOS

Este estudo teve apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES). Os autores também agradecem aos Professores Fenelon Martinho Lima Pontes e Luís A. Sousa Marques da Rocha da Faculdade de Ciências – UNESP/Bauru, pelo suporte nas análises de DRX e MEV, respectivamente.

## REFERÊNCIAS

- ANDRADE, I. M. Síntese pelo método Pechini e caracterização de zircônia-céria e zircônia-céria-neodímio. Dissertação (Mestrado em Química) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2006. 118 f.
- ANUSAVICE Kenneth J.; SHEN Chiayi; RAWLS H. Ralph. Phillips Materiais Dentários. 12. ed. Rio de Janeiro: Elsevier, 2013.
- ARATA, A.; CAMPOS, T. M. B.; MACHADO, J. P. B.; LAZAR, D. R. R.; USSUI, V.; LIMA, N. B.; TANGO, R. N. Quantitative phase analysis from X-ray diffraction in Y-TZP dental ceramics: A critical evaluation. *Journal of Dentistry*, v. 42, p. 1487-1494, 2014.
- CAMPOSILVAN E.; TORRENTS O.; ANGLADA M. Small-scale mechanical behavior of zirconia. *Acta materialia*, v. 80, 2014.
- DENRY I.; KELLY J. R. Emerging ceramic-based materials for dentistry. *J. dent. Rest.*, v. 93, 2014.
- GARVIE R. C.; HANNINK R. H.; PASCOE R. T. Ceramic steel?. *Nature (London)*, vol. 285, p. 703-704, 1975.
- KELLY R. Dental ceramics: current thinking and trends. *The Dental Clinics of North America*, v. 48, 2004.
- KELLY R.; DENRY I. Stabilized zirconia as a structural ceramic: An overview. *Dental Materials*, v. 24, 2008.
- KREIDLER, M. A. M. Caracterização da influência do tipo de sinterização na composição química, resistência à flexão e dureza de blocos cerâmicos para CAD/CAM. Tese (Doutorado em Ciências Odontológicas) – Faculdade de Odontologia de Araraquara da Universidade Estadual Paulista, 2008. 180 f.
- LAZAR, D. R. R.; BOTTINO, M. C.; OZCAN, M.; VALANDRO, L. F.; AMARAL, R.; USSUI, V.; BRESSIANI, A. H. A. Y-TZP ceramic processing from coprecipitated powders: a comparative study with three commercial dental ceramics. *Dental Materials*, v. 24, n. 12, p. 1676-1685, 2008.
- LIANG X.; et al. Preparation and properties of dental zirconia ceramics. *Journal of University of Science and Technology Beijing*, v. 15, p. 764-768, 2008.
- MIYAZAKI T.; et al. Current status of zirconia restoration. *Journal of Prosthodontic Research*, v. 57, 2013.
- PECHINI M P. Method of preparing lead and alkaline-earth titanates and niobates and coatings method using the same to form a capacitor. Sprague Electric Company US 3330697, 1967.
- PICONI C.; MACCAURO G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*, v. 20, 1999.
- PRESENDA A.; et al. Effect of microwave sintering on microstructure and mechanical properties in Y-TZP materials used for dental applications. *Ceramics International*, v. 41, p. 7125-7132, 2015.
- TADOKORO, S. K.; MUCCILLO, E. N. S. Zircônia tetragonal policristalina. Parte I: Síntese e caracterização. *Anais ABC*, 2004.
- TONG H.; et al. Characterization of three commercial Y-TZP ceramics produced for their High – Translucency, High – strength and High – Surface Area. *Ceramics International*, v. 42, p. 1077-1085, 2016.
- ZHAO T.; ZHU J.; LUO J. Study of crack propagation behavior in single crystalline tetragonal zirconia with the phase field method. *Engineering fracture mechanics*, v. 159, 2016.



## **SOBRE O ORGANIZADOR**

**SERGIO BITENCOURT ARAÚJO BARROS** - Doutor em Química pela Universidade Estadual de Campinas. Mestre e Licenciado em Química pela Universidade Federal do Piauí. Foi professor do quadro efetivo do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Maranhão, no período de 2009 a 2011, onde atuou no ensino técnico e superior. Atualmente é professor Adjunto da Universidade Federal do Piauí, Campus Senador Helvídio Nunes de Barros. Possui experiência em ensino e pesquisa na área de Química e Ciências, com ênfase em Físico Química Inorgânica, atuando principalmente nos seguintes temas: Ensino de Química e Ciências, Síntese de polímeros e preparação de nanofilmes, Polímeros naturais, Síntese de nanopartículas e metalofalocianinas, Método Sol-Gel para elaboração/preparação de materiais carbono cerâmicos e compósitos cerâmicos microporosos, Síntese e Caracterização de novos materiais e Desenvolvimento de sensores eletroquímicos.  
<http://lattes.cnpq.br/4639320486261004>

## ÍNDICE REMISSIVO

### A

Aço carbono 1, 2, 3, 4, 6, 8, 9, 10

Análise Fractográfica 54

Aproveitamento de resíduos de minérios 84, 85, 99

Azul de metileno 13, 14, 17, 19, 27

### B

Barreira de Schottky 24

Biodegradação 31, 32, 33, 35, 36, 37, 38, 39, 40, 41, 42, 43, 44, 45, 47

### C

Caracterização 1, 6, 37, 43, 53, 59, 75, 80, 83, 85, 88, 89

Caracterização mecânica 49, 53, 54

Caracterização térmica 54, 59

Casca da mamona 3, 4, 5, 6, 7, 8, 10

Casca do cacau 4, 5, 6, 7, 8, 10

Cerâmicas 76, 77, 79, 80, 81, 82

Compósitos de matriz metálica de alumínio 99

Curvas de polarização 4, 9

### D

Degradação enzimática 34, 36, 39, 40

### E

Elétron-buraco 25

Eletrônica orgânica 62, 63, 65

### F

Filme fino 66, 67, 71

### G

Gestão de resíduos 32

### I

Impedância 1, 4, 6, 7, 8, 10

Impressão 3D 50, 61

Inibidores de corrosão 1, 2, 3, 6, 10

## M

Método dos precursores poliméricos 75, 77, 82

Modelagem por Fusão e Deposição 49, 50

## O

Odontológico 78

## P

Pelotização 84, 85, 86, 96

Poli (Ácido Lático) 49, 51, 52, 53, 61

Polímeros biodegradáveis 37, 43, 45

Polímeros semicondutores 62, 64

Poly(2,5-bis(3-tetradecyl-thiophen-2-yl)thieno[3,2-b]thiophene) (PBTTT-C14) 62

Propriedades mecânicas 2, 32, 33, 39, 40, 41, 49, 56, 58, 77, 82

## S

Semicondutor 15, 16, 24, 62, 64, 66, 69, 71, 72

Sinterização 21, 23, 50, 75, 77, 79, 81, 82, 83, 85, 98, 99, 100, 101, 105, 106, 107, 113, 114, 115, 116

## T

Transistores 62, 65



**EDITORIA  
ARTEMIS  
2020**