

# Crescimento subcrítico de trinca e previsão de vida em fadiga do compósito cerâmico $ZrO_2-Al_2O_3$

## *(Subcritical crack growth and fatigue life prediction of $ZrO_2-Al_2O_3$ composite ceramic)*

R. C. Souza<sup>1</sup>, L. A. Santos<sup>2</sup>, C. A. R. P. Baptista<sup>3</sup>, L. A. Bicalho<sup>3</sup>, K. Strecker<sup>4</sup>, M. J. R. Barboza<sup>3</sup>, C. Santos<sup>5,6</sup>

<sup>1</sup>Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia - IFET, R. Dr. João Batista Merlin s/n, Jardim Itália, S. João da Boa Vista, SP 13872-551

<sup>2</sup>Instituto Tecnológico da Aeronautica - ITA, Pça M. Eduardo Gomes 50, Vila das Acácias, S. José dos Campos, SP 12228-900

<sup>3</sup>Escola de Engenharia de Lorena - EEL, Universidade de S. Paulo - USP, Polo Urbo-Industrial, Gleba AI-6, C.P. 116, Lorena, SP 12600-970

<sup>4</sup>Universidade Federal de S. J. Del Rei - UFSJ, Campus S. Antônio, Pça Frei Orlando 170, Centro, S. João Del-Rei, MG 36307-352

<sup>5</sup>Centro Universitário de Volta Redonda - UNIFOA, Av. Paulo Erlei Alves Abrantes 1325, Três Poços, Volta Redonda, RJ 27240-560

<sup>6</sup>Faculdade de Tecnologia - FAT, Universidade do Estado do Rio de Janeiro - UERJ, Rod. Presidente Dutra, km 298, Pólo Industrial, Resende, RJ 27537-000

*rchaves@ifsp.edu.br, luizlourenco.santos@gmail.com, baptista@demar.eel.usp.br, bicalholuiz@uol.com.br, strecker@ufsjs.edu.br, mibarboza@uol.com.br, claudinei@demar.eel.usp.br*

### Resumo

Cerâmicas apresentam excelente durabilidade química, resistência ao desgaste, biocompatibilidade, respeito ao meio ambiente e estética. Uma das propriedades mais importantes a ser considerada em implantes dentários totalmente cerâmicos é a fadiga cíclica, devido às solicitações mecânicas cíclicas as quais os implantes estão subjugados durante processos de mastigação, que pode induzir milhares de ciclos de tensão por dia em uma restauração, com isso exibir significativo crescimento subcrítico de trinca e assim poder diminuir a resistência de componentes cerâmicos, ao longo do tempo. Nesse trabalho, a previsão de vida em fadiga cíclica do compósito  $ZrO_2-Al_2O_3$  foi investigada. Mistura de pós contendo 80% de  $ZrO_2$  e 20% de  $Al_2O_3$  foi compactada e sinterizada a 1600 °C. As amostras sinterizadas foram caracterizadas por difração de raios X e microscopia eletrônica de varredura. Dureza, tenacidade e resistência à fratura por flexão foram determinadas, e os resultados utilizados na determinação dos parâmetros de fadiga. Os testes de fadiga foram realizados em dispositivo de flexão em 4 pontos, sob frequência de 25 Hz e razão de tensão de 0,1. Um aumento do nível de tensão levou à redução do tempo de vida sob fadiga. Baseado nos parâmetros determinados pelos ensaios mecânicos e de fadiga, e utilizando-se a estatística de Weibull, associada a modelos de determinação de crescimento subcrítico de falha, a velocidade de propagação de trincas nesse compósito é determinada e relacionada com os mecanismos de transformação martensítica e tensão residual entre as fases. Os componentes submetidos ao carregamento cíclico exibiram propagação subcrítica de trinca, em níveis de tensão significativamente menores do que o  $K_{IC}$ . Apesar desta susceptibilidade ao crescimento subcrítico de trinca, cálculos com base nos parâmetros de fadiga e nas tensões aplicadas indicam que os componentes com estruturas do compósito  $ZrO_2-Al_2O_3$  podem exibir vidas maiores que 20 anos, se o diâmetro do componente estrutural é adequadamente projetado.

**Palavras-chave:** cerâmica, compósito  $ZrO_2-Al_2O_3$ , propriedades mecânicas, fadiga.

### Abstract

Ceramics provide excellent chemical durability, wear resistance, biocompatibility and respect for the environment. One of the most important properties to be considered in fully ceramic dental implants is the cyclic fatigue due to cyclic mechanical stress to which the implants are overwhelmed during mastication processes which can induce thousands of stress cycles per day in a restoration, thereby significant display subcritical crack growth and so can reduce the resistance of ceramic components, over time. In this work, the prediction of fatigue life cycle of  $ZrO_2-Al_2O_3$  composite was investigated. A powder mixture containing 80%  $ZrO_2$  and 20%  $Al_2O_3$  was compacted and sintered at 1600 °C. The sintered samples were characterized by X-ray diffraction and scanning electron microscopy. Hardness, toughness and bending strength were determined and the results used in determining the parameters of fatigue. The fatigue tests were performed on device 4 point bending under 25 Hz frequency and stress ratio of 0.1. An increased level of stress has led to reduction of lifetime under fatigue. Based on parameters determined by the mechanical tests and fatigue, and using Weibull statistic associated with models for determining growth subcritical fault, the rate of crack propagation in composite is determined and related to phase transformation mechanism and residual stress between the phases. The components subject to cyclic loading exhibited subcritical crack propagation at stress levels significantly lower than  $K_{IC}$ . Despite this susceptibility to subcritical crack growth, calculations based on the parameters of fatigue and the applied voltages indicate that the composite structures with components  $ZrO_2-Al_2O_3$  can exhibit lifetime greater than 20 years, if the diameter of the structural member is suitably designed.

**Keywords:** ceramic,  $ZrO_2-Al_2O_3$  composite, mechanical properties, fatigue.

## INTRODUÇÃO

Componentes cerâmicos para aplicações estruturais são geralmente submetidos a operações contínuas em variadas formas de carga aplicada [1]. Usualmente, cerâmicas são caracterizadas em respeito à sua dureza, tenacidade à fratura e resistência a fratura. Contudo, a falha sob condições de fadiga em cargas muito menores que a resistência a fratura característica, é um fenômeno comum em cerâmicas [2, 3], e que normalmente inibe o uso desses materiais em aplicações mais nobres e criteriosas. Conseqüentemente, é muito importante investigar a resistência à fadiga desses materiais. A fadiga cíclica de cerâmicas tem sido recentemente alvo de muitas pesquisas, pois existe uma grande demanda por resultados devido ao crescente uso como material dentário. As cerâmicas são utilizadas como materiais dentários devido principalmente a sua estética, biocompatibilidade e ser quimicamente inertes [4-6].

O compósito  $ZrO_2-Al_2O_3$  tem sido objeto de estudos devido à possibilidade de aumento da resistência ao desgaste e redução da resistência à degradação em comparação à tradicional zirconia estabilizada com ítria,  $ZrO_2-Y_2O_3$ . Nesse trabalho o estudo da vida em fadiga do compósito  $ZrO_2-Al_2O_3$  é investigado por meio de ensaios de flexão com vista a identificar limites seguros de resistência mecânica.

## EXPERIMENTAL

### Processamento

Pós de  $ZrO_2:3\% Y_2O_3$  (Tosoh, Japão), foram preparados com 20% em peso de  $Al_2O_3$  (Almatis, USA), sendo misturados em moinho de atrito com bolas por 2 h. Amostras foram compactadas uniaxialmente a 100 MPa e posteriormente sinterizadas a 1600 °C/2 h com taxa de aquecimento e resfriamento 10 °C/min. As amostras sinterizadas foram cortadas, obtendo-se corpos de prova de 3 mm x 4 mm x 45 mm, e foram lixadas e polidas.

### Caracterizações

As fases presentes nas amostras sinterizadas foram identificadas por difração de raios X, utilizando radiação  $Cu-K\alpha$  com varredura em  $2\theta$  entre 20° e 80°, com passo de 0,05° e velocidade de 3 s por passo. Os picos foram identificados por comparação com arquivos JCPDS [7]. A quantificação de fração volumétrica da fase monoclinica ( $F_M$ ) foi calculada a partir das intensidades integradas dos picos monoclinicos  $(-111)_M$  e  $(111)_M$  e do pico tetragonal  $(101)_T$  [8, 9], conforme as equações A e B:

$$F_M = \frac{1,311X_M}{1+0,311X_M} \quad (A)$$

em que

$$X_M = \frac{(\bar{1}11)_M + (111)_M}{(\bar{1}11)_M + (111)_M + (101)_T} \quad (B)$$

em que  $(-111)_M$  se localiza em  $2\theta = 28^\circ$ ,  $(111)_M$  em  $2\theta = 31,2^\circ$ ,  $(101)_T$  em  $2\theta = 30^\circ$  representam a intensidade integrada dos picos difratados nos planos monoclinicos  $(-111)_M$  e  $(111)_M$  e no plano tetragonal  $(101)_T$ .

A massa específica dos corpos a verde foi determinada pelo método geométrico e pela pesagem das amostras. O cálculo da massa específica das amostras sinterizadas foi pelo princípio de Arquimedes, ou seja, com a imersão do corpo de prova por um fio de nylon, utilizando água destilada a 20 °C como meio. A densidade relativa foi então calculada pela relação entre a massa específica da cerâmica sinterizada ( $\rho_{Simt}$ ) e a massa específica real de cada composição estudada, obtida por picnometria de He. As amostras foram lixadas e polidas e as superfícies submetidas a metalização foram observadas por microscopia eletrônica de varredura (LEO 1450VP com WDS).

### Propriedades mecânicas

A metodologia utilizada para a determinação dos valores de dureza das amostras seguiu a norma ASTM C 1327-99 [10], a qual fornece o método de teste padrão para a obtenção da dureza Vickers de cerâmicas avançadas. Por razões estatísticas, foram realizadas 21 impressões Vickers nas superfícies de cada uma das amostras polidas, com uma carga de 2000 gf aplicada durante 10 s. Foi utilizado microdurômetro Micromet 2004. A tenacidade à fratura foi calculada a partir dos resultados de dureza, medindo-se o comprimento da trinca em cada vértice das indentações piramidais. Foi calculado o comprimento médio de trinca para cada uma das 21 indentações para obtenção da tenacidade das amostras ( $K_{IC}$ ), por meio da equação C, válida para sistemas de trincas tipo Palmqvist.

$$K_{IC} = 0,016 \left( \frac{E}{H_V} \right)^{1/2} \cdot P \cdot b^{-3/2} \quad (C)$$

em que  $K_{IC}$  = Tenacidade à fratura [ $MPa \cdot m^{1/2}$ ],  $E$  = Módulo de elasticidade [ $GPa$ ] = 190  $GPa$ ,  $H_V$  = Dureza Vickers [ $GPa$ ],  $P$  = Carga de indentação [ $MPa$ ], e  $b$  = Comprimento médio de trinca [ $m$ ].

A medida do comprimento das trincas foi feita logo após o ensaio de dureza, buscando evitar o crescimento lento de trinca após a impressão, iniciado pelo campo de tensão que atua após o carregamento. Para realização de testes de flexão, amostras com dimensões de 4 mm x 3 mm x 45 mm foram lixadas, polidas e testadas por flexão em 4 pontos, com espaçamento entre roletes de 40 e 20 mm e taxa de carregamento de 0,5 mm/s.

### Fadiga cíclica

Os testes de fadiga cíclica foram feitos por meio de testes de flexão em 4 pontos na temperatura ambiente e com umidade relativa 60%. As dimensões das amostras e as condições dos testes foram as mesmas dos ensaios de flexão. A fadiga cíclica foi estudada sob uma condição de tensão em ondas sinusoidais com frequência de 25 Hz e razão de

tensão constante ( $R$ ) entre a tensão mínima ( $\sigma_{\min}$ ) e máxima ( $\sigma_{\max}$ ) de 0,1. O número de amostras usadas nos testes de fadiga variaram entre 10 e 20 para cada nível de tensão, com tensões máximas de 470, 500 e 530 MPa. Amostras com elevada vida em fadiga tiveram os testes interrompidos entre 2 e  $5 \times 10^6$  ciclos. Essas amostras interrompidas foram submetidas a análises de DRX e MEV com procedimentos apresentados previamente.

#### Análise estatística

Para a avaliação estatística da resistência a fratura, estatística de Weibull [11] foi utilizada, conforme equação D.

$$P(x) = 1 - \exp\left(-\left(\frac{x}{b}\right)^m\right) \text{ para } x > 0 \text{ e} \quad (D)$$

$$P(x) = 0 \text{ para } x \leq 0$$

nas quais  $P$  = probabilidade associada ao valor de  $x$  (ou probabilidade de falha),  $m$  = módulo de Weibull,  $b$  = parâmetro de escala ou resistência característica,  $x$  = resistência à flexão (testes estáticos) ou o número de ciclos para a falha (testes de fadiga). Os parâmetros de Weibull  $m$  e  $b$  são obtidos pela linearização da Eq. D, conforme equação E, e por meio do gráfico  $\ln \ln [1/(1-P(x))]$  versus  $\ln x$ .

$$\ln \ln \left( \frac{1}{1-P(x)} \right) = m \ln(x) - m \ln(b) \quad (E)$$

O valor de tensão para 50% de probabilidade de falha foi estimado como referência e também para comparação direta com a resistência à fratura média. O parâmetro de Weibull  $m$  para os testes estáticos foi determinado usando um fator de correção de 0,938, correspondendo a 21 amostras, de acordo com a norma DIN-51-110 [12].

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### Caracterizações

A Fig. 1 apresenta os resultados de difração de raios X do compósito  $ZrO_2-Al_2O_3$  sinterizado a 1600 °C. A cerâmica sinterizada apresenta somente as fases  $ZrO_2$  tetragonal e  $\alpha-Al_2O_3$ . Não foram detectadas quantidades consideráveis de fase  $ZrO_2$  monoclinica residual.

A Fig. 2 (a,b) apresenta micrografias indicativas dos aspectos micro-estruturais e da superfície de fratura, respectivamente, de amostra submetida a teste de fadiga, nos compósitos  $ZrO_2-Al_2O_3$  sinterizados.

É observada na Fig. 2a uma típica microestrutura composta de finos grãos equiaxiais de  $ZrO_2$  com tamanho médio de  $\sim 0,5 \mu m$ , com grãos de  $Al_2O_3$  (fase escura) de tamanho médio superior a  $1 \mu m$ , apresentando dispersão relativamente homogênea. A Fig. 2b apresenta uma típica

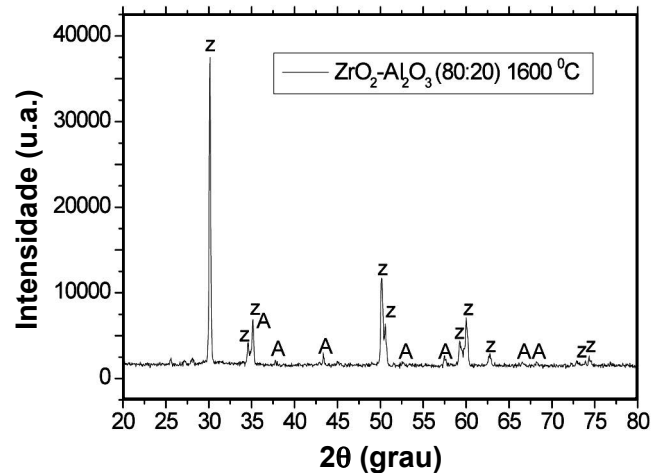


Figura 1: Difratoograma de raios X do compósito  $ZrO_2-Al_2O_3$  sinterizado (Z- $ZrO_2$  tetragonal; A- $\alpha-Al_2O_3$ ).  
[Figure 1: X-ray diffraction pattern of sintered  $Al_2O_3-ZrO_2$  composite (Z- $ZrO_2$  tetragonal, A:  $\alpha-Al_2O_3$ ).]

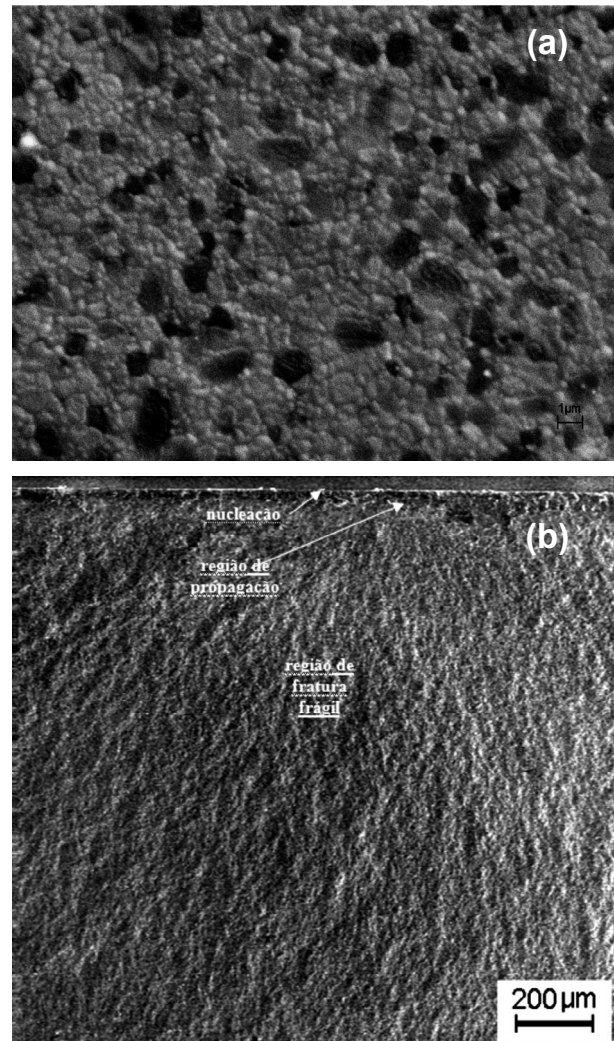


Figura 2: a) Micrografia obtida em microscópio eletrônico de varredura de amostra sinterizada de  $ZrO_2-Al_2O_3$ ; b) superfície de fratura.

[Figure 2: a) SEM micrographs of sintered sample  $ZrO_2-Al_2O_3$  b) fracture surface.]

Tabela I - Principais propriedades dos compósitos  $ZrO_2-Al_2O_3$  desenvolvidos neste trabalho.

[Table I - Main properties of  $ZrO_2-Al_2O_3$  composites developed in this work.]

Densidade relativa (%)	Dureza Vickers (HV)	Tenacidade à Fratura (MPa $m^{1/2}$ )	Módulo de Ruptura (MPa)	Módulo de Weibull
99,8 ± 0,2	1520 ± 15	8,0 ± 0,2	680 ± 35	11,7

superfície de fratura mostrando claramente o estágio inicial de nucleação e propagação da falha, que se inicia na parte superior da figura, correspondente à região central da superfície polida, sujeita a tração máxima, durante os testes de flexão. A Tabela I apresenta uma síntese dos resultados de propriedades físicas e mecânicas avaliadas nesta etapa de caracterização.

Os resultados de densidade relativa indicam que as condições de sinterização foram satisfatórias para atingir densificação praticamente completa nos compósitos em questão. O valor de dureza apresentado está coerente com a composição desenvolvida, composta de 20% de  $Al_2O_3$ . Em relação a típicas  $ZrO_2-Y_2O_3$  sinterizadas [13-16], cuja dureza está em ~ 1300 HV, a adição da  $Al_2O_3$  aumentou a dureza do material em cerca de 16%. A tenacidade à fratura em ~ 8,0 MPa $m^{1/2}$  é plenamente satisfatória para aplicações estruturais e pode ser justificada pela alta densificação, com manutenção da microestrutura refinada de  $ZrO_2$ , responsável pela ativação de diferentes mecanismos de tenacificação, como tenacificação por transformação de fases tetragonal-monoclinica, microtrincamento e deflexão de trincas [16]. Valores de módulo de ruptura por flexão em 4 pontos próximos a 700 MPa foram obtidos para o lote sinterizado e sua respectiva distribuição de Weibull superior a 11, e representam um material com propriedades notadamente interessante para aplicações onde alta confiabilidade é exigida.

### Fadiga cíclica

Os resultados dos testes de fadiga cíclica são mostrados na Fig. 3, correlacionando os níveis diferentes de tensão máxima ( $\sigma_{max}$ ) e o número de ciclos até a falha do material ( $N_f$ ).

Na realização dos testes de fadiga foram determinados como identificação de vida infinita  $N_f=2$  a  $5 \times 10^6$  ciclos, no caso de não ocorrer falha. As amostras cuja falha não ocorreu nestas condições estão identificadas com uma seta na Fig. 3. Os cinco níveis de tensão máxima ( $\sigma_{max}$ ) foram relacionados em função da resistência à fratura inicial, obtida por ensaio de flexão. O limite de resistência à fadiga foi 430 MPa, correspondente a 62,5% do módulo de ruptura do material. Nas condições de ensaio que utilizaram o menor dos níveis de tensão,  $\sigma_{max} = 430$  MPa, nenhuma fratura espontânea foi observada. Aumentando  $\sigma_{max}$  para 450 MPa, três amostras alcançaram  $N_f$  acima de  $2 \times 10^6$  ciclos sem falha, mas uma amostra falhou após 815.000 ciclos. Subindo

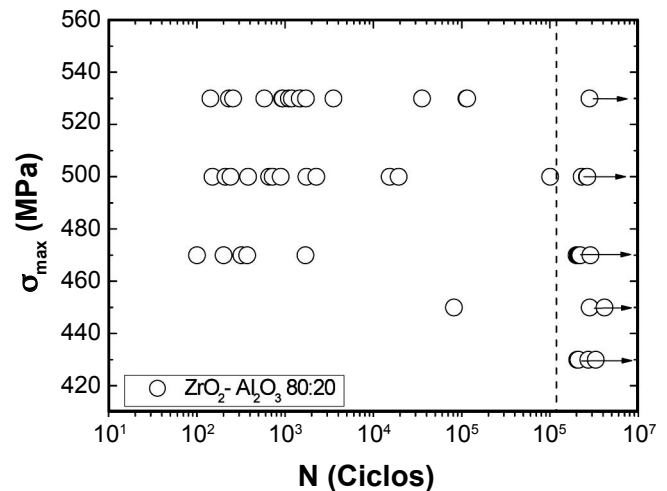


Figura 3: Resultados dos testes de fadiga do compósito ( $ZrO_2-Y_2O_3$ )- $Al_2O_3$ : Curva  $\sigma_{max} \times N$ .

[Figure 3: Results of fatigue tests of composite ( $ZrO_2-Y_2O_3$ )- $Al_2O_3$ : Curve  $\sigma_{max} \times N$ .]

$\sigma_{max}$  para 470 MPa, a maior parte das amostras alcançaram  $N_f$  acima de  $2 \times 10^6$  ciclos sem falha, mas algumas, não muitas amostras, falharam espontaneamente, isto é, abaixo de  $10^3$  ciclos de carregamento. Com o aumento de  $\sigma_{max}$  para 500 MPa, algumas amostras falharam por fadiga e outras amostras alcançaram  $N_f$  acima de  $2 \times 10^6$  ciclos sem falha, porém a maioria das amostras falharam espontaneamente, isto é, abaixo de  $10^3$  ciclos de carregamento. Por outro lado, o número de amostras que falharam entre  $10^3$  ciclos e  $2 \times 10^6$  ciclos, no maior nível de tensão aplicada, 530 MPa, foi relativamente grande. De uma quantidade de 16 amostras testadas no nível de tensão  $\sigma_{max} = 530$  MPa, 6 amostras falharam abaixo de  $10^3$  ciclos, 9 amostras falharam durante a ciclagem e uma amostra sobreviveu até  $2 \times 10^6$  ciclos sem falha. Da quantidade de 16 amostras testadas no nível de tensão  $\sigma_{max} = 500$  MPa revelou que 10 amostras falharam abaixo de  $10^3$  ciclos, 3 amostras falharam durante a ciclagem e 3 amostras sobreviveram acima de  $2 \times 10^6$  ciclos sem falha. Da quantidade de 15 amostras testadas no nível de tensão  $\sigma_{max} = 470$  MPa revelou que 5 amostras falharam abaixo de  $10^3$  ciclos, 10 amostras sobreviveram acima de  $2 \times 10^6$  ciclos sem falha e nenhuma amostra falhou durante a ciclagem. No nível de tensão  $\sigma_{max} = 450$  MPa duas amostras sobreviveram acima de  $2 \times 10^6$  ciclos sem falha, porém uma amostra falhou por fadiga em 815000 ciclos. No entanto, no nível de tensão  $\sigma_{max} = 430$  MPa todas as quatro amostras ensaiadas sobreviveram acima de  $2 \times 10^6$  ciclos sem falha. Os dados experimentais indicados na Fig. 3 revelam que em tensões acima de 430 MPa a maioria das amostras testadas falharam na extensão entre  $10^3 < N_f < 2 \times 10^6$  ciclos. As amostras que falharam em baixo ciclo têm uma tendência a ser mais representativas quando a tensão maior foi aplicada. Porém, na tensão máxima aplicada de 470 MPa não se pôde observar falhas por fadiga na extensão entre  $10^3 < N_f < 2 \times 10^6$  ciclos, mas apenas poucas falhas abaixo de  $10^3$  ciclos e uma grande quantidade de amostras que sobreviveram acima de  $2 \times 10^6$  ciclos sem falha.

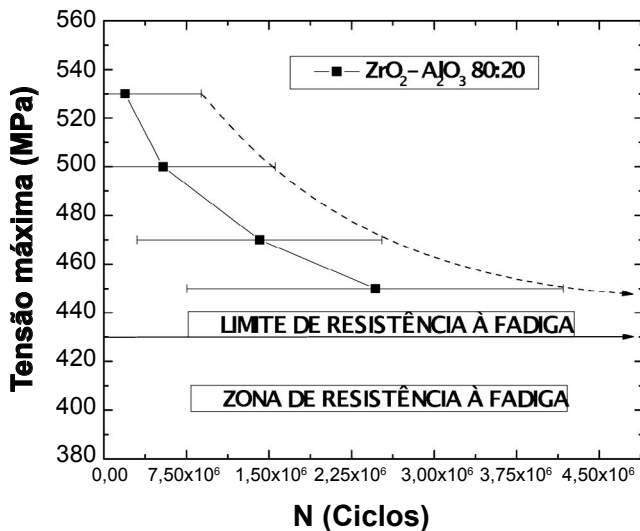


Figura 4: Resultados dos valores médios e desvios padrões dos testes de fadiga cíclica das amostras de  $ZrO_2-Al_2O_3$  80:20: curva  $\sigma_{max} \times N$ .

[Figure 4: Results of average values and standard deviations of cyclic fatigue testing samples of  $ZrO_2-Al_2O_3$  80:20:  $\sigma_{max}$  curve x N.]

A Fig. 4 apresenta a curva  $\sigma_{max} \times N$  com os resultados dos valores médios e desvios padrões dos testes de fadiga cíclica das amostras de  $ZrO_2-Al_2O_3$ .

É também possível observar nas Figs. 3 e 4 que há uma grande dispersão dos resultados dos testes de fadiga ensaiados em 530 MPa, 500 MPa e 470 MPa, o que é bem característico de materiais cerâmicos. Verifica-se na Fig. 4 que quanto menor foi a tensão máxima de aplicação de ensaio maior foi o valor médio do número de ciclos e maior o desvio padrão. Os valores médios de número de ciclos e os valores positivos dos desvios padrões mostram claramente a tendência clássica de curvas de fadiga para metais principalmente os valores positivos dos desvios padrões. Desta forma fica bem claro a observação do limite de resistência à fadiga e a zona dos níveis de tensões máximos em que não ocorrerá mais à falha por fadiga.

#### Análise de Weibull

Tendo em vista que os resultados de fadiga normalmente apresentam grande dispersão de valores e muito mais pronunciado para materiais cerâmicos, onde o amplo espalhamento é mais crítico, é conveniente avaliá-los com o emprego de ferramentas de análise estatística. Embora a norma ASTM E739 preconize o emprego da distribuição log-normal, é aceito que a distribuição de Weibull melhor representa esses dados [12, 17]. A função densidade de probabilidade de Weibull, por ser assimétrica, não admite, por exemplo, probabilidade de falha não nula para uma vida negativa. Além disso, tem-se que certos elementos mais ciclados, em relação ao valor médio, falham com maior probabilidade que elementos menos ciclados em relação a esse mesmo valor, o que é, naturalmente, o esperado. Neste trabalho, foi empregada nas análises dos dados de fadiga,

a função de probabilidade acumulada de Weibull (obtida pela integração da função densidade), dada pela equação F, que define  $P(x)$  como a probabilidade de uma amostra falhar por fadiga com vida (em número de ciclos) menor ou igual a  $x$ .

$$P(x) = 1 - \exp\left(-\left(\frac{x-x_0}{b}\right)^m\right) \quad \text{para } x > x_0 \quad (F)$$

$$P(x) = 0 \quad \text{para } x \leq x_0$$

nas quais  $P(x)$  = probabilidade associada ao valor  $x$ ,  $x_0$  = vida mínima esperada (tempo no qual nenhuma falha ocorrerá),  $b$  = parâmetro de escala da distribuição, e  $m$  = parâmetro de inclinação ou módulo de Weibull.

A distorção da curva de probabilidade é controlada pelo módulo de Weibull  $m$ , ou seja, quanto maior o valor de  $m$ , mais homogênea é a amostra e menor a dispersão dos dados. O valor de  $b$  representa o número de ciclos correspondente à probabilidade acumulada de 0,632, ou seja, existe 63,2% de chance de uma peça falhar com vida em fadiga menor ou igual a  $b$ . A determinação dos parâmetros da distribuição pode ser feita pelos métodos de 3 parâmetros ou de 2 parâmetros. O segundo, mais simples, admite fixar-se em 0 o valor de  $x_0$  (ou seja, a vida mínima é assumida como 0 ciclo - a amostra falharia ao ser colocada na máquina de ensaios). Considerou-se este método mais conveniente pelo grande número de testes realizado o qual forneceu informações prévias sobre os ensaios mostrando que há a possibilidade da amostra falhar com zero ciclo. Assim, fazendo  $x_0 = 0$  e aplicando duas vezes o logaritmo natural ao primeiro termo da equação F, obtém-se, após pequenas manipulações, a equação G:

$$\ln \ln \left( \frac{1}{1-P(x)} \right) = m \ln(x) - m \ln(b) \quad (G)$$

A equação G é resolvida em termos de  $b$  e  $m$  pelo ajuste linear dos pontos experimentais e, para isso, é necessário o emprego de um estimador não-viciado para a probabilidade associada a cada ensaio realizado. Este pode ser feito dispondo em ordem crescente os resultados e empregando-se a equação H, na qual  $k$  é o número de ordem de cada ponto e  $n$  é o número total de ensaios realizados em cada nível de tensão.

$$P(x) = \left( \frac{K}{(n+1)} \right) \quad (H)$$

Os parâmetros de Weibull para os ensaios conduzidos com os corpos-de-prova na condição de  $ZrO_2-Al_2O_3$ , nas tensões de 530 MPa, 500 MPa e 470 MPa, são apresentados na Fig. 5 e resumidos na Tabela II.

Os valores de  $N(10\%)$  e  $N(90\%)$  foram calculados para cada nível de tensão máxima adotado nos ensaios e os resultados são apresentados na Tabela III.

A partir desses valores foram traçadas duas curvas que delimitam um intervalo no qual se espera que 80%

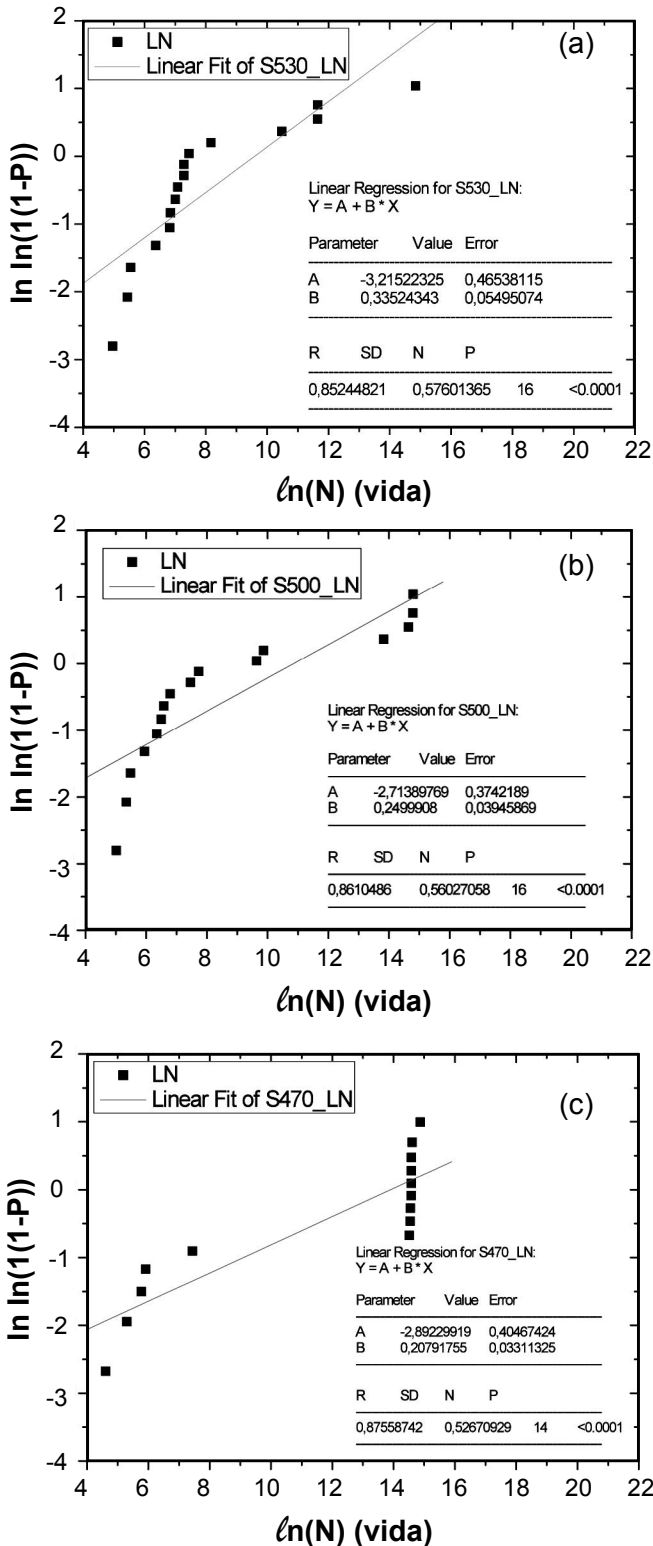


Figura 5: Distribuição de Weibull do compósito  $ZrO_2-Al_2O_3$  submetido a tensões máximas de 530, 500, 470 MPa.  
 [Figure 5: Weibull distribution  $ZrO_2-Al_2O_3$  composite subjected to maximum stresses of 530, 500, 470 MPa.]

das falhas venham a ocorrer. As curvas são apresentadas na Fig. 6, na qual foram colocados também os pontos correspondentes aos dos ensaios da  $ZrO_2-Al_2O_3$ .

Tabela II - Parâmetros de Weibull para a fadiga do compósito  $ZrO_2-Al_2O_3$ .  
 [Table II - Weibull parameters for fatigue of composite  $ZrO_2-Al_2O_3$ .]

Tensão Máxima [MPa]	m	b [ciclos]
530	0,3352	14.628
500	0,2499	51.844
470	0,2079	1.099.976

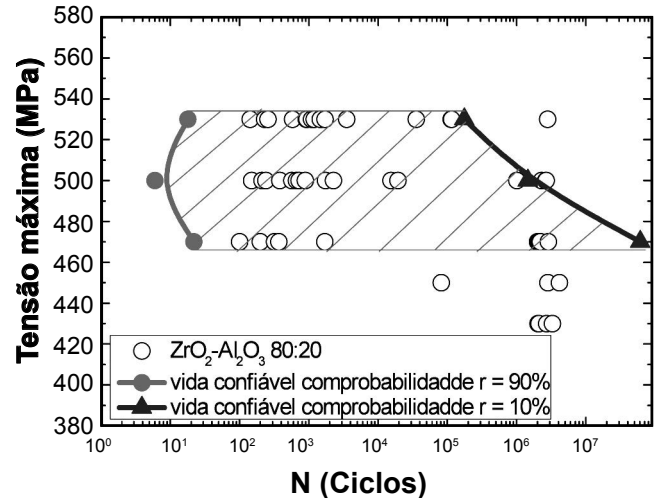


Figura 6: Intervalo de confiança de 80% da distribuição de Weibull do  $ZrO_2-Al_2O_3$  com os resultados dos testes de fadiga cíclica.  
 [Figure 6: Confidence interval 80% of the Weibull distribution of  $ZrO_2-Al_2O_3$  with the results of cyclic fatigue testing.]

*Crescimento de trinca subcrítico*

O estudo de crescimento subcrítico da trinca seguiu uma rotina proposta [18-20]. As curvas obtidas para o crescimento de trinca subcrítico para amostras de  $ZrO_2-Al_2O_3$  sob cargas cíclicas em ar, são obtidas a partir dos gráficos que determina a inclinação  $p$  [18, 20]. O comportamento em fadiga nas três tensões do material investigado é discutido e posteriormente utilizado para estabelecer os diagramas de vida. A resistência mecânica inicial das amostras foi descrita pela estatística de Weibull utilizando a equação I.

$$\ln \ln \left( \frac{1}{1-F} \right) = m \ln \sigma_c - m \ln \sigma_{c,0} \quad (I)$$

A Fig. 6 mostra os dados medidos da resistência num gráfico duplo logarítmico. Os parâmetros de Weibull  $m$  e  $\sigma_{c,0}$  (equação I), foram obtidos a partir da inclinação e da interceptação do eixo y, respectivamente, das curvas montadas mostrado na Fig. 7.

As amostras de  $ZrO_2-Al_2O_3$  exibiram uma resistência mecânica característica  $\sigma_{c,0}$  (693 MPa) aceita pela norma ISO-6872 [21] em termos de aplicação dentária, independente do caso clínico pretendido para o material. De acordo com a lei de Griffith, a resistência mecânica inicial  $\sigma_c$  de componentes frágeis é determinada pelo fator de intensidade tensão crítica

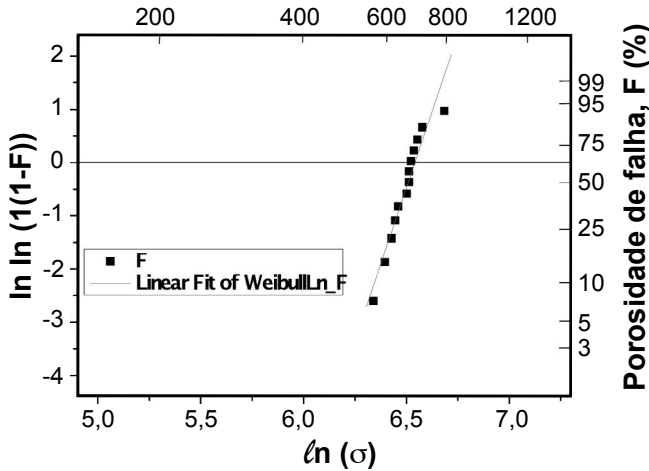


Figura 7: Distribuição de Weibull da resistência mecânica inicial do  $ZrO_2-Al_2O_3$ .  
 [Figure 7: Weibull distribution of the initial mechanical strength of  $ZrO_2-Al_2O_3$ .]

do material,  $K_{IC}$ , e o tamanho de trinca crítica inicial,  $a_c$ , de acordo com a equação J.

$$\sigma_c = K_{IC} / (Y \sqrt{a_c}) \quad (J)$$

na qual Y é uma constante geométrica que depende da localização e forma da trinca (equivalente a 1,3 para trincas de superfície elíptica, assumida neste trabalho). Em materiais policristalinos, baixas rugosidades superficiais e pequenas granulometria conduzem geralmente os baixos tamanhos de trinca crítica inicial,  $\sigma_c$ , e assim alta resistência mecânica,  $\sigma_c$ .

A boa resistência mecânica inicial das amostras de  $ZrO_2-Al_2O_3$  pode ser atribuída ao seu alto fator de intensidade tensão crítica ( $K_{IC} = 8 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ), com baixa porosidade e tamanhos de grãos  $ZrO_2$  pequenos ( $\sim 0,5 \mu\text{m}$ ).

Os resultados da vida obtidos a partir dos testes flexão cíclica também foram descritos com estatísticas de Weibull utilizando a equação K.

$$\ln \ln \left( \frac{1}{1-F} \right) = m^* \ln N_f - m^* \ln N_{f0} \quad (K)$$

A Fig. 8 mostra um gráfico duplo logarítmico dos dados de vida obtidos para as amostras de estruturas investigadas. Conforme no caso da distribuição de resistência mecânica, os parâmetros de Weibull  $m^*$  e  $N_{f0}$  (equação K), foram calculados a partir da inclinação e da interceptação do eixo y, respectivamente, das curvas montada mostrada na Fig. 8.

A máxima tensão aplicada durante os experimentos de vida foi deliberadamente ajustada a fim de induzir a falha dos espécimes dentro de uma vida medida de duração máxima de 1 a 2 dias ( $>2 \times 10^6$  ciclos). A fadiga e o crescimento de trinca subcrítico de materiais submetidos a cargas cíclicas são geralmente descrito pela lei empírica de Paris [22], que correlaciona a velocidade de propagação da trinca v com o fator intensidade de tensão aplicada, de acordo com a equação L.

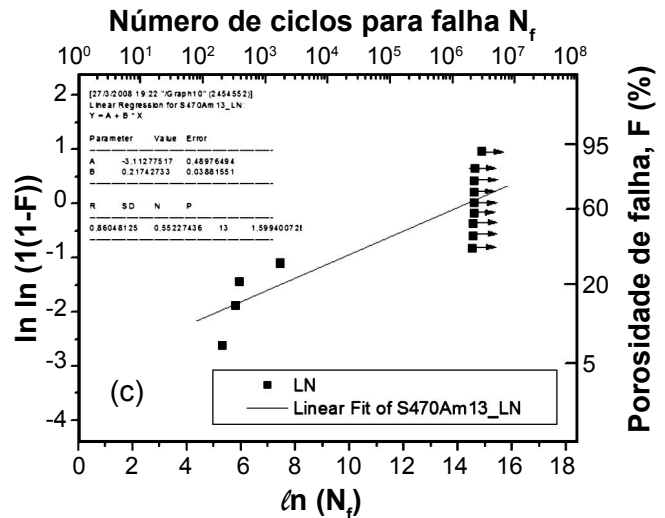
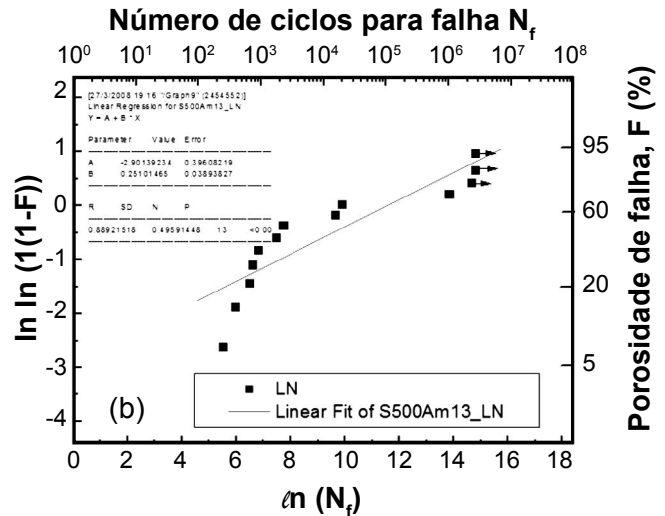
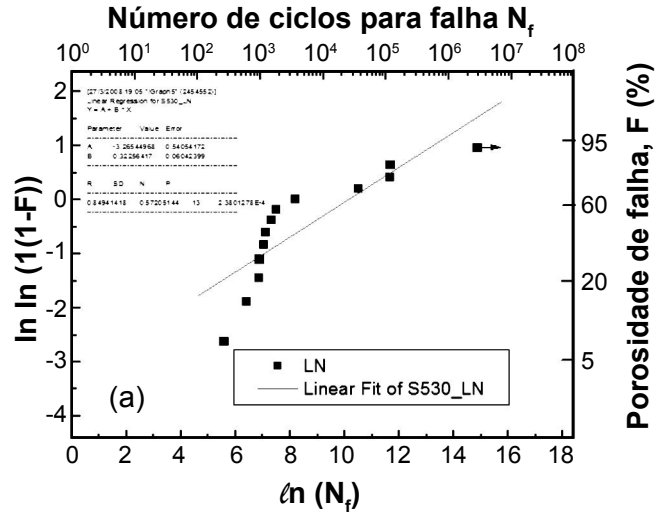


Figura 8: Distribuição de Weibull do número de ciclos para falha ( $N_f$ ) para  $(3Y-TZP)-Al_2O_3$ , em 530 MPa, 500 MPa e 470 MPa.  
 [Figure 8: Weibull distribution of the number of cycles to failure ( $N_f$ ) to  $(3Y-TZP)-Al_2O_3$  at 530 MPa 500 MPa and 470 MPa.]

$$v = A \Delta K_I^n = A(1-R)^n K_{I,max}^n = A^* K_{I,max}^n \quad (L)$$

na qual  $\Delta K_I$  é a amplitude do fator intensidade de tensão aplicada ( $K_{I,max} - K_{I,min}$ ),  $K_{I,max}$  e  $K_{I,min}$  são os fatores intensidade de tensão máximo e mínimo aplicados, R é a razão de tensão  $K_{I,min} / K_{I,max}$ , e n e A (ou A\*) são os parâmetros de crescimento de trincas subcríticos de fadiga cíclica. Em caso de carregamento cíclico, a velocidade da trinca v é dada pelo incremento no tamanho trinca (da) por número de ciclos aplicados (dN): da / dN.  $K_{I,max}$  e  $\Delta K_I$  estão diretamente relacionados com a tensão máxima  $\sigma_{max}$  e a amplitude de tensão  $\Delta\sigma$ , respectivamente, por meio da lei de Griffith [23], de acordo com as equações M e N.

$$K_{I,max} = \sigma_{max} Y \sqrt{a} \quad (M)$$

$$\Delta K_I = \Delta\sigma Y \sqrt{a} \quad (N)$$

Para os testes cíclicos alternados realizados neste estudo (R=0,1), a amplitude de tensão  $\Delta\sigma$  é igual a  $2\sigma_{max}$ . No caso de cerâmicas policristalinas, tais como 3Y-TZP, a velocidade da trinca sob cargas cíclicas exibe uma forte dependência em relação ao fator intensidade de tensão máxima  $K_{I,max}$  do que sobre a amplitude de tensão  $\Delta K_I$  [23-25]. Outras equações empíricas que explicitamente abordam esta questão têm sido assim, propostas para descrever o comportamento de fadiga de cerâmica policristalinas [23, 24]. Uma vez que estas equações ainda não foram generalizadas a outros materiais policristalinos, descrevemos o comportamento em fadiga de cerâmicas dentárias avaliados aqui em termos da simples relação  $v = A^* K_{I,max}^n$ .

A distribuição de Weibull da resistência mecânica e vida mostrada nas Figs. 7 e 8 foram utilizadas para calcular diretamente os parâmetros crescimento de trinca subcrítica A\* e n dos materiais de infraestrutura. Estes parâmetros foram calculado a partir dos dados de  $\sigma_{c,0}$ ,  $N_{f,0}$ , m e m\* usando as equações O e P [19, 22]:

$$n = \frac{m}{m^*} + 2 \quad (O)$$

$$A^* = \frac{2k_{IC}^{2-n} \sigma_{c,0}^{n-2}}{N_{f,0} Y^2 (n-2) (\sigma_{max})^n} \quad (P)$$

Os parâmetros de crescimento de trinca subcríticos calculados utilizando as equações O e P para os diferentes níveis de tensão foram obtidos utilizando os valores de  $K_{IC}$  anteriormente relatado de 8MPam<sup>1/2</sup> para o material (3Y-TZP)-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. As unidades utilizadas para os parâmetros de entrada  $N_{f,0}$ ,  $\sigma_{c,0}$ ,  $\sigma_{max}$  e  $K_{IC}$  foram: número de ciclos para falha, MPa, MPa e MPa.m<sup>1/2</sup>, respectivamente. Os parâmetros de fadiga descritos são discutidos posteriormente.

Além dos parâmetros de fadiga calculados acima, também se podem derivar curvas de crescimento de trinca subcríticas exibindo a velocidade da trinca como uma

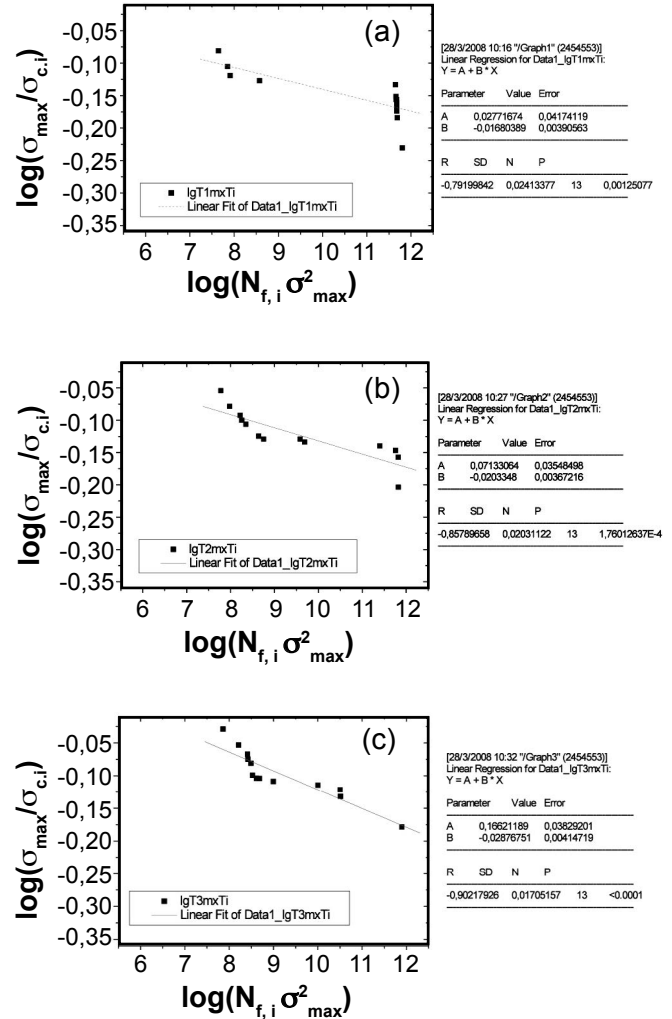


Figura 9: Diagrama auxiliar usado no cálculo da curva de crescimento da trinca subcrítica para (3Y-TZP)-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, em 470, 500 ou 530 MPa. [Figure 9: Diagram auxiliary used in the calculation of the crack growth curve for subcritical (3Y-TZP)-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> at 470, 500 or 530 MPa.]

função de  $K_{I,max}$  das distribuições de Weibull da resistência e da vida mostrado nas Figs. 7 e 8. O método estatístico [23] pode ser utilizado para esse propósito se o grupo de amostras submetidos aos testes de resistência é assumida como estatisticamente exibir a mesma distribuição do tamanho de defeitos como o que das amostras submetidos a experimentos de vida em fadiga. Sob este pressuposto, o método exige que um diagrama auxiliar seja plotado primeiro baseado numa seqüência crescente do aumento dos dados da resistência mecânica inicial ( $\sigma_{c,i}$ , Fig. 7) e da vida ( $N_{f,i}$ , Fig. 8) obtidos para as distribuições Weibull. A Fig. 9 mostra os diagramas que exibe o  $\log(\sigma_{max}/\sigma_{c,i})$ , em função do  $\log(N_{f,i} \sigma_{max}^2)$  para os três níveis de tensão.

A partir da inclinação p das curvas obtidas nestes diagramas, pode-se calcular a velocidade da trinca num fator intensidade de tensão  $K_{I,max} = (\sigma_{max} / \sigma_{c,i}) K_{IC}$  utilizando a equação Q.

$$v = \frac{2p K_{IC}^2}{N_{f,i} \sigma_{c,i}^2 Y^2} \quad (Q)$$



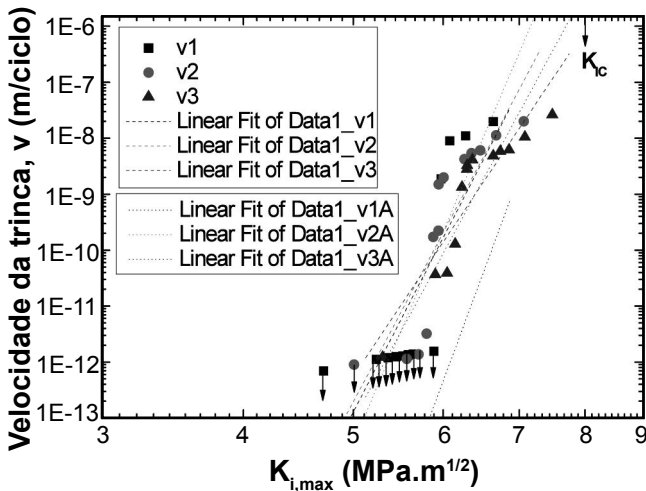


Figura 10: Velocidade da trinca ( $v$ ) como uma função do fator intensidade de tensão máximo ( $K_{I,max}$ ) para amostras de  $ZrO_2-Al_2O_3$ , em 470, 500 e 530 MPa, submetidas a carregamento cíclico em ar (25 Hz,  $R = 0,1$ )\*.

[Figure 10: The crack velocity ( $v$ ) as a function of the maximum stress intensity factor ( $K_{I,max}$ ) for samples of  $ZrO_2-Al_2O_3$ , 470, 500 and 530 MPa, subjected to cyclic loading in air (25 Hz,  $R = 0.1$ ).]

A Fig. 10 mostra um exemplo de um diagrama velocidade versus  $K_{I,max}$  obtida para 3Y-TZP utilizando este método estatístico. A Fig. 10 sugere que a técnica de medição utilizada no presente trabalho é particularmente apropriada para avaliar velocidades muito baixas de propagação de trinca. Desde que a velocidade de trinca não exceda cerca de  $10^{-11}$  m / ciclo se vidas longas são alcançadas (ver discussão abaixo), a técnica empregada neste trabalho é muito apropriada para a avaliação do comportamento em fadiga de longo prazo de cerâmicas dentárias. Em oposição às outras técnicas, o método usado aqui também é baseado na propagação de ocorrência de defeitos natural no material, que é semelhante à condição encontrada na prótese de cerâmica real submetidos à fadiga. As curvas do crescimento da trinca subcrítica obtidas utilizando o método das refs. [18, 20] são mostrados na Fig. 10 para amostras submetidas a cargas cíclicas e calculadas usando os valores de  $K_{IC}$  indicados anteriormente.

\*As linhas montadas pontilhadas e tracejadas foram obtidas utilizando os parâmetros  $A^*$  e  $n$  calculados da distribuição de Weibull e da curva de crescimento de trinca subcrítica, respectivamente. As setas na parte inferior indicam as amostras que não falharam após  $2 \times 10^6$  ciclos de ensaio. A seta no topo indica o fator intensidade de tensão crítica ( $K_{IC}$ ) do material investigado.

A Fig. 10 mostra que o fator intensidade de tensão  $K_{I,max}$  exigidos para propagação da trinca não mudou consideravelmente entre as tensões investigadas, devido principalmente a seus mesmos fatores intensidade de tensão críticos ( $K_{IC}$ ). Em materiais com alto  $K_{IC}$ , como  $ZrO_2-Al_2O_3$ , crescimento de trinca subcrítico foi detectado apenas para valores de  $K_{I,max}$  superiores a 4,6; 5 e 5,3  $MPa \cdot m^{1/2}$ , para 470, 500 e 530 MPa, respectivamente.

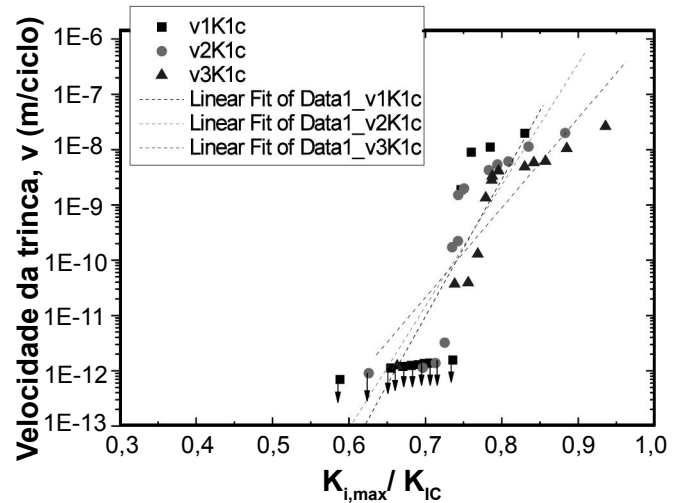


Figura 11: Velocidade da trinca ( $v$ ) como uma função do fator intensidade de tensão máximo normalizado ( $K_{I,max}/K_{IC}$ ) para amostras de  $(3Y-TZP)-Al_2O_3$ , em 470, 500 e 530 MPa, submetidas a carregamento cíclico em ar (25 Hz,  $R = 0,1$ )\*.

[Figure 11: Speed crack ( $v$ ) as a function of stress intensity factor normalized maximum ( $K_{I,max}/K_{IC}$ ) to samples of  $(3Y-TZP)-Al_2O_3$  at 470, 500 and 530 MPa, subjected to cyclic loading in air (25 Hz,  $R = 0.1$ ).]

\*As setas na parte inferior indicam as amostras que não falharam após  $2 \times 10^6$  ciclos de ensaio.

No entanto, quando o fator intensidade de tensão  $K_{I,max}$  é normalizado com relação ao  $K_{IC}$  do material (Fig. 11), torna-se evidente que uma menor razão  $K_{I,max}/K_{IC}$  é exigida para a propagação da trinca no material  $ZrO_2-Al_2O_3$  submetido a menor tensão a velocidades maiores de propagação, o que indica que os compósitos cerâmicos são mais propensos ao crescimento subcríticos da trinca nesses níveis. Crescimentos subcríticos da trinca em materiais policristalinos submetidos a tensões cíclicas podem resultar da quebra de ligações da ponta da trinca de cerâmicas submetidas à água e/ou da degradação dos mecanismos tenacificantes que envolvendo ponteamto de grão ou transformações de fase.

Os parâmetros de fadiga  $A^*$  e  $n$  dos materiais investigados também pode ser determinados a partir da interceptação do eixo y ( $\log A^*$ ) e da inclinação ( $n$ ), respectivamente, das curvas de crescimento subcríticos da trinca, mostradas na Fig. 10. Os resultados são comparados com aqueles calculados diretamente a partir das distribuições Weibull. Embora os

Tabela III - Vida confiável com probabilidade  $r$  para a fadiga do compósito  $ZrO_2-Al_2O_3$ .

[Table III - Life reliable with probability  $r$  to fatigue of the composite  $ZrO_2-Al_2O_3$ .]

Tensão Máxima [MPa]	$N(90\%)$ [ciclos]	$N(10\%)$ [ciclos]
530	18	176.052
500	6	1.457.520
470	22	$6,0743 \times 10^7$

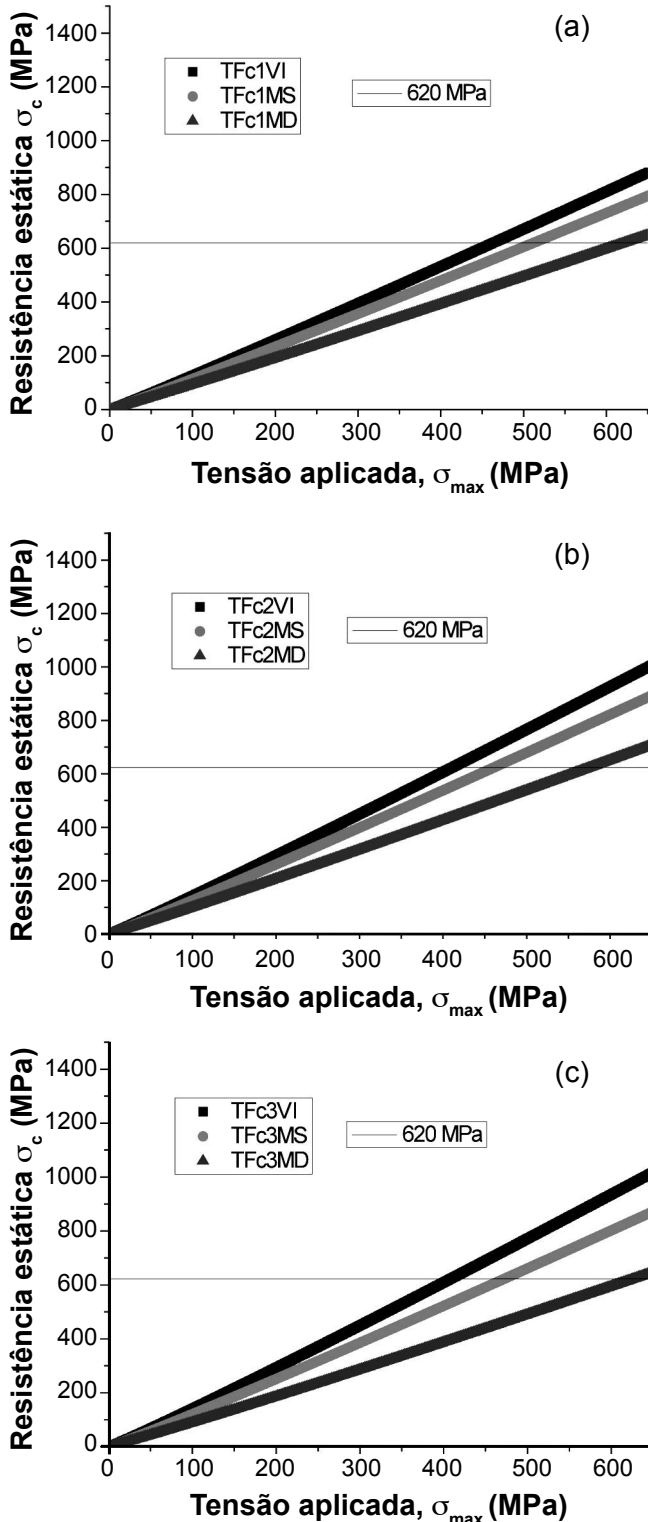


Figura 12: (a) Diagramas de vida para amostras  $ZrO_2-Al_2O_3$  em 470, 500 ou 530 MPa, ao ar (25 Hz,  $R = 0,1$ ).

[Figure 12: (a) Diagram of life for samples  $ZrO_2-Al_2O_3$  at 470, 500 and 530 MPa, in air (25 Hz,  $R = 0.1$ ).]

valores absolutos de  $A^*$  e  $n$  poder mudar de acordo com o método de cálculo utilizado, uma boa concordância é observada quando estes parâmetros são comparados no diagrama  $v \times K_{I,max}$  ilustrado na Fig. 10 (linhas pontilhadas

e tracejadas).

Os parâmetros de fadiga  $A^*$  e  $n$  obtidos neste estudo podem ser usados para estimar o tempo de vida de componentes estruturais ( $N_f$ ) sob condições de cargas cíclicas encontradas durante a utilização do compósito, tais como a mastigação. Para este propósito, assumimos que os mecanismos de falha ocorrendo nos testes acelerados realizados neste estudo permanecem inalterados na situação in vivo em cargas menores.

Reordenando ligeiramente a equação P, pode-se estimar o número de ciclos de falha ( $N_f$ ) de um determinado componente como uma função dos parâmetros de fadiga  $A^*$  e  $n$ , a tensão máxima aplicada  $\sigma_{max}$ , a resistência mecânica inicial do componente  $\sigma_c$  e o fator intensidade de tensão crítico  $K_{IC}$  como mostrado na equação R.

$$N_f = \frac{2k_{IC}^{2-n} \sigma_c^{n-2}}{A^* Y^2 (n-2) (\sigma_{max})^n} \quad (R)$$

Para um determinado material exposto a condições fixas de carregamento, os valores de  $A^*$ ,  $n$ ,  $K_{IC}$  e  $Y$  na equação R são constantes e a vida  $N_f$  depende unicamente da resistência mecânica do componente  $\sigma_c$  e da tensão máxima aplicada durante o carregamento  $\sigma_{max}$ . Com base nesta análise, podem-se construir diagramas para prever o tempo de vida de componentes dentários para condições diferentes de resistência mecânica iniciais  $\sigma_c$  e tensão aplicada  $\sigma_{max}$ .

A Fig. 12 apresenta diagramas de vida calculados a partir da equação R para  $ZrO_2-Al_2O_3$  nas três tensões de fadiga aplicada, utilizando os parâmetros de fadiga  $A^*$  e  $n$  obtidos a partir das distribuições de Weibull. Os diagramas apresentam a vida útil esperada para as diferentes tensões aplicadas em fadiga neste material, em função da resistência mecânica inicial  $\sigma_c$  e tensão aplicada durante a mastigação  $\sigma_{max}$ . A vida útil foi calculada assumindo uma frequência conservadora simulando a mastigação diária de 1400 ciclos [21, 28]. O diagrama foi dividido em regiões correspondentes a uma vida mais de 20 anos (acima da área preta), menor que 1 mês (entre a zona vermelha e azul) ou menor do que uma única mordida (abaixo da área azul, onde  $\sigma_{max} > \sigma_c$ ).

## CONCLUSÕES

As condições de sinterização (a 1600 °C) utilizadas neste trabalho foram satisfatórias para obter altos valores de densidade relativa (99,8%), dureza (1520 HV), tenacidade à fratura (8 MPa.m<sup>1/2</sup>) e módulo de ruptura (700 MPa), bem como o alto valor do módulo de Weibull (> 11) apresentado pelas amostras testadas qualifica este material para aplicações estruturais. Neste compósito cerâmico  $ZrO_2-Al_2O_3$  80:20 submetido ao carregamento cíclico por flexão em quatro pontos para obter a curva  $\sigma_{max} \times N_f$ , é observada a forte tendência em possuir comportamento em fadiga apresentando uma larga escala de carregamento onde a fadiga cíclica pode ser detectada. O limite de resistência à fadiga além de  $5 \times 10^6$  está em ~ 430 MPa para  $ZrO_2-Al_2O_3$

80:20, ou ~ 64% da sua resistência estática por flexão, e são maiores do que as cargas mastigatórias. Os resultados de difração de raios X indicam que o material apresenta transformação de fase t-m devido ao carregamento estático e cíclico. As análises de Weibull dos resultados obtidos em fadiga apresentaram baixos valores de  $m$  refletindo o alto espalhamento dos dados de fadiga. As investigações de fadiga mostraram que cerâmicas contendo zircônia ( $ZrO_2$ - $Al_2O_3$ , 80:20) são mais propensas à fadiga cíclica em ar. Isto é provavelmente devido à degradação do mecanismo de tenacificação por transformação da zircônia sob condições de carregamento aplicado. No entanto, como resultado de seu significativamente superior fator intensidade de tensão crítica ( $K_{IC}$ ), os efeitos de fadiga sobre as estruturas contendo zircônia levam a consideravelmente maiores fatores intensidade de tensão ( $K_{I,max}$ ). O método descrito foi demonstrado ser uma abordagem simples e conveniente para determinar o crescimento subcrítico de trinca. O material à base de zircônia apresentou significativa propagação subcrítica de trinca em níveis de tensão consideravelmente menores do que o valor do fator de intensidade de tensão crítico. Apesar da sua susceptibilidade à fadiga cíclica e ao crescimento de trinca, foi demonstrado que os componentes contendo TZP podem ser utilizados com sucesso como materiais cerâmicos estruturais desde que a sua resistência mecânica inicial seja suficientemente elevada e adequadamente concebida para reduzir ao máximo as tensões de tração aplicadas. Portanto, estruturas à base de zircônia são as mais adequadas para a preparação de elementos com uma vida útil prolongada. Segundo as nossas estimativas de vida, as estruturas a base de 3Y-TZP são as mais toleráveis, devido principalmente à sua consideravelmente elevada resistência mecânica inicial. Isto permite a preparação de elementos com vida comparável à obtida com restaurações à base de metal (> 20 anos) com a vantagem estética e biocompatibilidade de próteses totalmente cerâmicas.

## AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a *FAPERJ*, *CNPq* e *FAPESP* pelo financiamento.

## REFERÊNCIAS

- [1] F. Yao, K. Ando, M. C. Chu, S. Sato, J. Eur. Ceram. Soc. **21** (2001) 991-997.
- [2] D. Basu, B. K. Sarkar, Bull. Mater. Sci. **24** (1992) 101-104.
- [3] G. Grathwohl, T. Liu, J. Am. Ceram. Soc. **72**, 10 (1989) 1988-1990.
- [4] L. L. Hench, *Bioceramics*, J. Am. Ceram. Soc. **81**, 7 (1998) 1705-1728.
- [5] D. F. Willians, "Medical and dental materials", Ed. VCH Weinheim, New York, EUA (1992).
- [6] L. L. Hench, J. Wilson, "An Introduction to Bioceramics", Advanced Series in Ceramics, World Scientific, Singapura (1993) 1-23.
- [7] JCPDS - Joint Committee on Powder Diffraction Standards, *Inorganic Materials*, International Centre for Diffraction Data, Swarthmore, PA, EUA (1979).
- [8] R. C. Garvie, P. S. Nicholson, J. Am. Ceram. Soc. **55** (1972) 303-305.
- [9] H. Toraya, M. Yoshimura, S. Somiya, J. Am. Ceram. Soc. **67** (1984) 119-121.
- [10] ASTM: C1327-99, "Standard test method for Vickers indentation hardness of advanced ceramics" (1999) 1-8.
- [11] W. Weibull, J. Appl. Mechanics **18** (1958) 293-297.
- [12] Normenausschuss Materialprüfung im DIN Deutsches Institut für Normung e.V. 4-Punkt- Biegeversuch, Statistische Auswertung, Ermittlung der Weibull-Parameter DIN 51 110, Teil 3 (1993).
- [13] C. Santos, R. C. Souza, A. F. Habibe, L. D. Maeda, M. J. R. Barboza, C. N. Elias, Mater. Sci. Eng. A **478** (2008) 257-263.
- [14] M. J. Bondioli, J. K. M. F. Daguano, A. A. P. C. Santos, Mater. Sci. Forum **660-661** (2010) 826-831.
- [15] R. Stevens, *Zirconia: second phase particle transformation toughening of ceramics*, Trans. Brit. Ceram. Soc. **80** (1981) 81-85.
- [16] R. Stevens, "An introduction to zirconia: Zirconia and zirconia ceramics", 2<sup>nd</sup> Ed., Magnesium Elektrum Publ. **113** (1986).
- [17] L. A. Bicalho, C. A. R. P. Baptista, R. C. Souza, C. Santos, K. Strecker, M. J. R. Barboza, Ceram. Int. **39**, 3 (2013) 2405-2414.
- [18] A. R. Studart, F. Filser, P. Kocher, H. Luthy, L. J. Gauckler, Biomaterials **28** (2007) 2695-705.
- [19] A. R. Studart, F. Filser, P. Kocher, H. Luthy, L. J. Gauckler, Dent. Mater. **23**, 1 (2006) 106-14.
- [20] A. R. Studart, F. Filser, P. Kocher, H. Luthy, L. J. Gauckler, Dent. Mater. **23**, 2 (2007) 177-85.
- [21] ISO 6872 International Standard, Dentistry - Ceramic Materials (2008).
- [22] D. Munz, T. Fett, "Ceramics-Mechanical properties, failure behavior, materials selection", Springer, London, UK (1999).
- [23] S.-Y.-Liu, I.-W. Chen, J. Am. Ceram. Soc. **74**, 6 (1991) 1206-1216.
- [24] S.-Y.-Liu, I.-W. Chen, J. Am. Ceram. Soc. **74**, 6 (1991) 1197-1205.
- [25] T. Fett, K. Keller, D. Munz, cfi/Ber. DKG **64** (1978) 433-439.
- [26] K. J. Anusavice, "Materiais Dentários", 10<sup>a</sup> Ed., Ed. Guanabara (1998) cap. 26.  
(Rec. 29/03/2013, Rev. 06/09/2013, Ac. 17/09/2013)