

Previsão de fadiga de cerâmicas dentárias de ZrO₂ estabilizada com Y₂O₃ (Y-TZP)

(Fatigue prediction of ZrO₂ dental ceramics stabilized with Y₂O₃ (Y-TZP))

R. C. Souza¹, R. N. Duarte¹, M. F. R. P. Alves², J. K. M. de F. Daguano³, C. dos Santos^{4,5} K. Strecker⁶

¹Instituto Federal de São Paulo, Área Mecânica, Campus São João da Boa Vista (IFSP-SJBV), S. J. B. Vista (SP), Brasil

²Universidade de São Paulo, Escola de Engenharia de Lorena (USP-EEL-DEMAR), Lorena (SP), Brasil

³Universidade Federal do ABC, Lab. Biomateriais e Disp. Biomédicos (UFABC), São Bernardo do Campo (SP), Brasil

⁴Centro Universitário de Volta Redonda, Pró-Reitoria de Pesq. Extensão, (MEMAT-UNIFOA), Volta Redonda (RJ), Brasil

⁵Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Faculdade de Tecnologia de Resende (UERJ-FAT), Resende (RJ), Brasil

⁶Departamento de Eng.Mecânica, Universidade Federal de São João Del'Rei, São João del Rei, (MG), Brasil

rchaves@ifsp.edu.br,

Resumo

Uma das propriedades mais importantes a ser considerada em materiais dentários de próteses ou implantes é a fadiga cíclica devido às solicitações mecânicas dos processos de mastigação. O comportamento à fadiga de cerâmicas sinterizadas a base de ZrO₂ estabilizada com 3% mol Y₂O₃ foi estudado. As amostras foram obtidas por prensagem uniaxial e sinterizadas a 1530°C-2h. A resistência à fratura e à fadiga foram obtidas pelo ensaio de flexão em 4 pontos, com os testes de fadiga, a 25 Hz, temperatura ambiente, R = 0,1, obtendo a curva S-N. Com estes testes determinou-se a distribuição de Weibull da vida e da resistência mecânica inicial. Apesar de sua visível susceptibilidade à fadiga, o material 3Y-TZP foi verificado ser particularmente apropriado para a preparação das componentes dentários devido a sua resistência mecânica inicial elevada que são notadamente superiores aos das cargas mastigatórias.

Palavras chave: Materiais Dentários, Fadiga, Propriedades Mecânicas, Cerâmica Estrutural, Y-TZP

Abstract

One of the most important properties to be considered in denture or implant dental materials is the cyclic fatigue due to the mechanical demands of the chewing processes. The fatigue behavior of sintered ceramics based on ZrO₂ stabilized with 3% mol Y₂O₃ was studied. The samples were obtained by uniaxial pressing and sintered at 1530°C-2h. Fracture and fatigue strength were obtained by the 4-point flexural test, with fatigue tests at 25 Hz, room temperature, R = 0.1, obtaining the S-N curve. With these tests the Weibull distribution of life and the initial mechanical resistance were determined. Despite its apparent susceptibility to fatigue, the 3Y-TZP material has been found to be particularly suitable for the preparation of dental components because of their high initial mechanical strength which are markedly higher than that of masticatory loads.

Keywords: Dental Materials, Fatigue, Mechanical Properties, Structural Ceramics, Y-TZP

INTRODUÇÃO

O uso de cerâmicas estruturais à base de zircônia estabilizada com ítria (Y-TZP) como biocerâmicas iniciou-se na década de 1980 e recentemente um aumento importante da importância destes materiais resultou no seu uso como materiais dentários devido ao ótimo

desempenho das suas propriedades funcionais, principalmente estética, biocompatibilidade e resistência química [1-4].

A zircônia estabilizada com ítria (Y-TZP) se tornou uma alternativa interessante como cerâmica estrutural biocompatível uma vez que é também inerte em meio fisiológico, apresenta maior resistência à flexão, maior tenacidade à fratura e menor módulo de elasticidade [5-7]. Além de suas propriedades mecânicas, a zircônia se torna esteticamente bastante interessante. O seu reforço mecânico é consequência da transformação induzida por tensão da fase tetragonal para fase monoclinica das partículas de zircônia, a qual é acompanhada de uma expansão volumétrica (3 a 6%) [8]. Esta expansão volumétrica gera tensões na matriz cerâmica que dificulta a propagação da trinca. A introdução de pequena quantidade de zircônia em alumina como aditivo de sinterização leva a formação de solução sólida a qual promove o processo de densificação pela introdução de vacâncias [9]. Por outro lado, a microestrutura de um material compósito é formada a partir da adição de uma segunda fase o que aumenta o tempo de vida e a confiabilidade do cerâmico por prover maior tenacidade à fratura e resistência mecânica [9-15].

A tendência das técnicas de cerâmica dental vem sendo a eliminação da subestrutura metálica das restaurações, inclusive das restaurações sobre implantes, visando uma melhor estética e utilizando para isso cerâmicas de maior tenacidade à fratura e resistência à fadiga, minimizando a sua fragilidade. O comportamento em fadiga que ocorre abaixo da resistência à fratura crítica é um fenômeno comum em todos os materiais incluindo os cerâmicos [16-17]. Estudos de falhas em cerâmicas sob uma taxa de carregamento foram iniciados no final do século dezanove, entretanto apenas em meados do século vinte começou-se a explicar os mecanismos de falhas e estudar a deterioração na resistência sob fadiga estática, posteriormente vários estudos foram conduzidos sob diferentes formas de fadiga. Então, foi demonstrada a susceptibilidade das cerâmicas à fadiga por impacto mostrando que as tensões induzidas pelo choque foram mais prejudiciais [18-20]]. Foi estudado o comportamento em fadiga da ZrO_2 (3 mol% Y_2O_3 estabilizada: 3Y-TZP) e os resultados claramente mostraram que os materiais foram susceptíveis à fadiga cíclica e estática. Ainda, o tempo de falha sob carregamento cíclico foi consideravelmente menor do que o equivalente sob carga estática [22].

Há uma forte demanda para geração de relevantes dados de projetos de fadiga. Por outro lado, conhecimentos de fadiga em cerâmicas são muito insuficientes [19-23]. Entretanto, testes de fadiga aplicados a materiais frágeis impõem vários problemas. Um deles é o amplo espalhamento dos dados o qual algumas vezes obscurece a tendência à fadiga. Este espalhamento é considerado derivar intrinsecamente da distribuição de defeitos nas amostras

[24]. Neste trabalho as propriedades físicas e mecânicas dos materiais Zircônia (ZrO_2) tetragonal policristalina estabilizada com ítria (3% mol- Y_2O_3) 3Y-TZP foi investigada. Entretanto, o desempenho desta cerâmica sob carregamento de fadiga cíclica foi determinado usando o teste por flexão em quatro pontos.

MATERIAIS E MÉTODOS

O material utilizado neste trabalho foi a Zircônia (ZrO_2) tetragonal estabilizada com ítria (3% mol) (Tosoh-Japão) apresentando área de superfície específica de $6,21 \text{ m}^2/\text{g}$ (BET) e tamanho médio de partículas de $0,97 \mu\text{m}$ (dados do fornecedor).

Foram confeccionadas amostras utilizando matrizes retangulares com medidas de $114 \times 25 \text{ mm}$, para posterior desenvolvimento dos corpos-de-prova dos ensaios de fadiga e flexão ($3 \times 4 \times 45 \text{ mm}^3$). O pistão e as paredes da matriz foram lubrificadas com estearina para minimizar os efeitos do atrito durante a compactação. Foi executada uma prensagem uniaxial a frio sob pressão de 80 MPa , por 30s. As amostras foram sinterizadas na temperatura de 1530°C -2h com taxas de aquecimento de $1^\circ\text{C}/\text{min}$. até 1100°C , $5^\circ\text{C}/\text{min}$. até 1400°C e $3^\circ\text{C}/\text{min}$. até a temperatura final. A taxa de resfriamento foi máxima de $5^\circ\text{C}/\text{min}$.

As placas cerâmicas sinterizadas foram cortadas e retificadas em barras retangulares para realização dos ensaios de flexão em 4 pontos e fadiga cíclica ($3 \times 4 \times 45 \text{ mm}^3$), respectivamente. Os corpos-de-prova foram retificados por rebolo diamantado para dar paralelismo às faces dos corpos de prova. Após o desbaste, as amostras foram polidas com pastas de diamante na sequência de 15, 9, 6, 3 e $1 \mu\text{m}$. A densidade aparente dos corpos prova foram determinadas utilizando o método de Arquimedes.

As fases cristalinas presentes nas amostras sinterizadas foram identificadas por difração de raios X, utilizando radiação Cu- $K\alpha$ na escala 2θ com varredura entre 20° e 80° , com passo de $0,05^\circ$ e tempo de exposição (velocidade) de 2s / ponto de contagem.

Observações dos materiais sinterizados por microscopia eletrônica de varredura (LEO 1450VP com WDS acoplado) foram realizadas observando-se a superfície de fratura e a microestrutura do material. Foi utilizado ataque térmico para revelação microestrutural (1350°C -15 min).

A dureza e tenacidade à fratura foi realizada pelo método de indentação Vickers. Foi utilizado microdurômetro modelo Micromet 2004. Após a medição das diagonais de impressão, foram calculados os valores da dureza Vickers do material (GPa).

A tenacidade à fratura foi calculada utilizando a relação das medidas dos comprimentos da trincas (c) e dos comprimentos das indentações (a), para a relação proposta por Niihara [25], validadas para trincas tipo Palmqvist que apresentam relação $c/a < 3,5$.

A resistência a fratura (σ_f) foi determinada pelo ensaio de flexão em 4 pontos seguindo a norma DIN EM 843-1 (ASTM C 1161-90), à temperatura ambiente, com velocidade de carregamento de 0,5 mm/s e com espaçamentos de 40 e 20 mm entre os roletes, externos e internos, respectivamente, utilizando máquina universal de ensaios mecânicos, MTS 810 (250 kN).

O comportamento em fadiga cíclica dos material cerâmico sinterizado, foi obtido utilizando o ensaio de fadiga, em temperatura ambiente, com carregamento por flexão em 4 pontos, em uma Máquina Universal Servohidráulica de Ensaios Mecânicos-MTS 810 operada sob controle de carga, com uma forma de onda senoidal em uma frequência de 25 Hz e razão de tensão constante de $R = 0,1$ até a fratura ou aproximadamente de 2 a 5×10^6 ciclos sem romper.

Por razões estatísticas foram ensaiadas no mínimo 12 amostras por nível de tensão, sendo dois níveis com 21 para avaliar a estatística, com, no mínimo, 5 níveis de tensões (2 níveis para vida infinita com 3 amostras cada), perfazendo um mínimo de 60 ensaios em fadiga e 25 ensaios de flexão, visando determinar a tendência da vida útil dos materiais. A estatística de Weibull foi realizada, correlacionando a probabilidade de falha do material em número de ciclos, em determinada tensão, aos quais os corpos de prova foram submetidos, suficientes para uma boa análise estatística.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

É observado que as amostras de Y-TZP apresentaram densidade relativa próxima de 100% ($99,7 \pm 0,2$), indicando que as temperaturas de sinterização, foram suficientes para ativação dos mecanismos de sinterização com quase total eliminação dos poros presentes nos compactos. A Figura 1 apresenta o difratograma de raios X da amostra sinterizada.

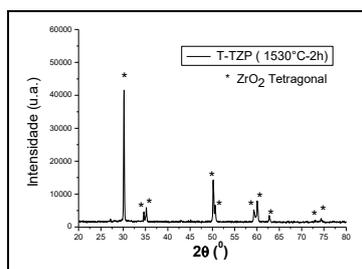


Figura 1 - Difratograma de raios X da Y-TZP após sinterização (1530°C-2h).

Pode-se observar que, dentro do limite de detecção do difratômetro (cerca de 2%) não é notada a presença da fase ZrO_2 monoclinica caracterizada por picos de difração nas posições $2\theta=28^\circ$ e $2\theta=31^\circ$. Assim pode-se inferir que o teor de transformação T-M gerado durante a preparação metalográfica, é inferior a 2% vol, ou seja, é desprezível.

A Figura 2 apresenta micrografia representativa da 3Y-TZP após sinterização.

Analisando a microestrutura típica é possível observar a presença da microestrutura refinada com grãos equiaxiais de tamanho médio em torno de $0,61 \mu m$. Não é observado um crescimento anormal dos grãos de zircônia nesse material.

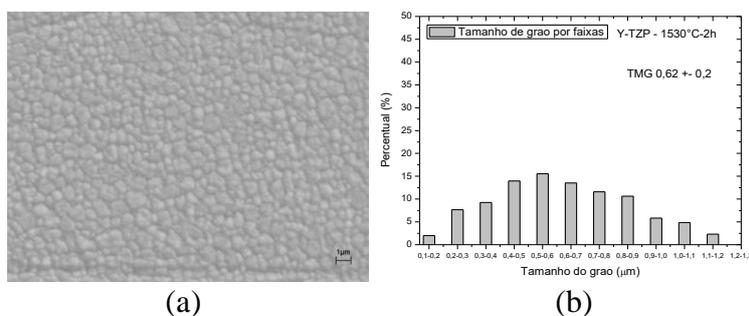


Figura 2 - (a) Micrografia da superfície polida da Y-TZP. (b) Distribuição do tamanho médio de grão.

A Tabela A apresenta os resultados das propriedades mecânicas de dureza Vickers, tenacidade à fratura e módulo de ruptura das amostras sinterizadas.

Tabela A - Propriedades mecânicas das amostras sinterizadas.

Composição	Microdureza (HV)	Tenacidade à Fratura K_{IC} (MPam ^{1/2})	Módulo de Ruptura (MPa)
ZrO ₂ -3% Y ₂ O ₃	1353 ± 10	7,05 ± 0,26	880 ± 35

Pôde ser observado que nesta temperatura utilizada chegou-se a densidade acima de 99%, portanto as condições de sinterização indicaram que foram satisfatórias para eliminar em grande parte a porosidade e manter uma microestrutura de grãos refinados. Observam-se a partir da tabela A que a alta densificação e esta microestrutura de grãos refinados obtidos nas amostras sinterizadas, bem como a total predominância da fase tetragonal indicada nos resultados dos difratogramas de raios X foram os responsáveis pelos elevados valores de dureza, tenacidade à fratura e módulo de ruptura. Os mecanismos de tenacificação pela transformação de fase seguida de deflexão de trincas são os principais mecanismos atuando para melhorar as propriedades mecânicas deste material [26]. A transformação de fase T-M, associado com grãos refinados e baixa porosidade, permitiu que o MOR alcançasse um valor elevado próximo de 900 MPa para a zircônia. Além disso, valores de dureza, para a zircônia foi por volta de 1350 HV (13,5 GPa).

A Figura 3 apresenta as curvas de Weibull para amostras Y-TZP sinterizadas.

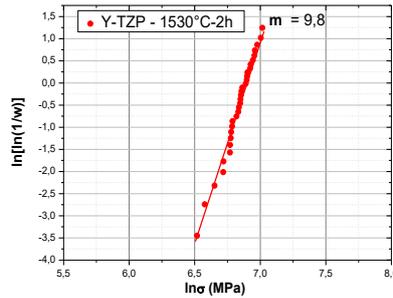


Figura 3 - Distribuição de Weibull dos Y-TZP sinterizados.

Em geral, o parâmetro m de Weibull de materiais cerâmicos depende fortemente do processamento utilizado, distribuição de poros, e do grau de acabamento superficial. Esses valores tipicamente variam entre 3 e 15 para materiais cerâmicos. O valor elevado de m representa uma menor dispersão da resistência à fratura e assim maior confiança do material. De acordo com Quinn [27], um valor de m que excede 10 indica um material "bom" e confiável para aplicações estruturais. O módulo de Weibull de $m = 9,8$ para a ZrO_2 , demonstra a confiabilidade para o material, viabilizando sua utilização em aplicações sujeitas a esforços mecânicos, devido a sua alta confiabilidade.

Os resultados de fadiga cíclica realizados em diferentes tensões são apresentados em função do número de ciclos suportado pelos materiais na Figura 4.

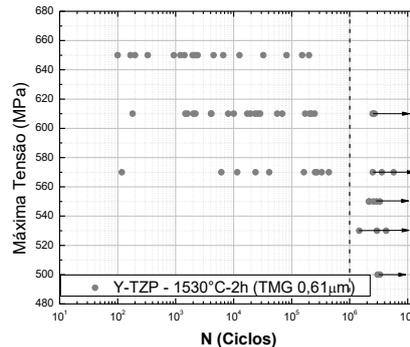


Figura 4 - Curva de fadiga ($\sigma_{\max} \times N$) das amostras de Y-TZP.

Na Figura 4 as amostras que suportaram a uma vida em fadiga entre 2 a 5×10^6 ciclos sem fraturar, foram consideradas de vida infinita. Essas amostras que não fraturaram são marcadas com o símbolo da seta. No máximo cinco níveis de tensão foram escolhidos para os ensaios de forma a identificar possíveis diferenças de comportamento, indicando uma tendência de curva. Nessa figura é possível observar que o limite de resistência à fadiga está em torno de 550 MPa, o que corresponde a 62,5 % do MOR. Nos níveis de tensão mais baixos ($\sigma_{\max} = 500$ MPa e 530 MPa), nenhuma fratura espontânea ou fratura por fadiga foi observada antes de se

atingir o número de ciclos de 2 a 5×10^6 . Com o aumento de σ_{\max} , acima dos níveis citados, algumas amostras alcançaram N_f acima de 2×10^6 ciclos sem falha, mas algumas, não muitas 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 2×10^6 ciclos, foi relativamente grande.

Da análise dos dados experimentais indicados na Figura 4 revelou que em tensões acima de 550 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 as tensões maiores são aplicadas. Em contraste, a redução da tensão máxima aplicada leva a um aumento significativo de amostras ensaiadas sem falhar com vida maior que 2×10^6 ciclos.

A Figura 5 apresenta a curva $\sigma_{\max} \times N$, com os resultados dos valores médios e desvios padrões dos testes de fadiga cíclica, das amostras de Y-TZP.

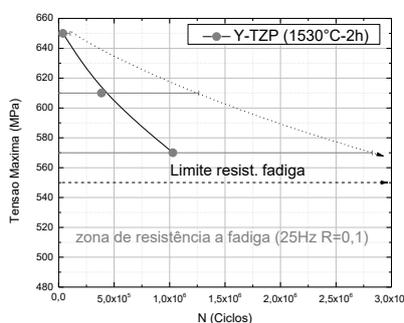


Figura 5 - Resultados dos valores médios e desvios padrões dos testes de fadiga cíclica das amostras de Y-TZP: curva $\sigma_{\max} \times N$.

É possível observar nas Figuras 4 e 5 que há uma grande dispersão dos resultados dos testes de fadiga ensaiados em 650 MPa, 610 MPa e 570 MPa, o que é bem característico de materiais cerâmicos. Verifica-se na figura 11 que quanto menor foi a tensão máxima de aplicação de ensaio maior foi o valor médio do número de ciclos e bem 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 a falha por fadiga.

A Figura 6 apresenta a micrografia observada em MEV da superfície de fratura de corpos de prova de ZrO_2 pura fraturados após os testes de fadiga cíclica. Observam-se aspectos característicos e típicos de fraturas frágeis intercrystalina, com nucleação de trincas na superfície de tração e propagação para o interior do material. Nesta figura é possível observar que a fratura

se dá por ruptura pelos contornos de grão. Também é possível observar nela que a nucleação da trinca surge na superfície do corpo de prova a que está submetida sob tensão de tração, e que esse surgimento da trinca se dá na superfície livre e central dos corpos de prova, com propagação para o interior do material, e não dos cantos vivos, diferentemente e tipicamente dos corpos de prova ensaios em flexão estática.

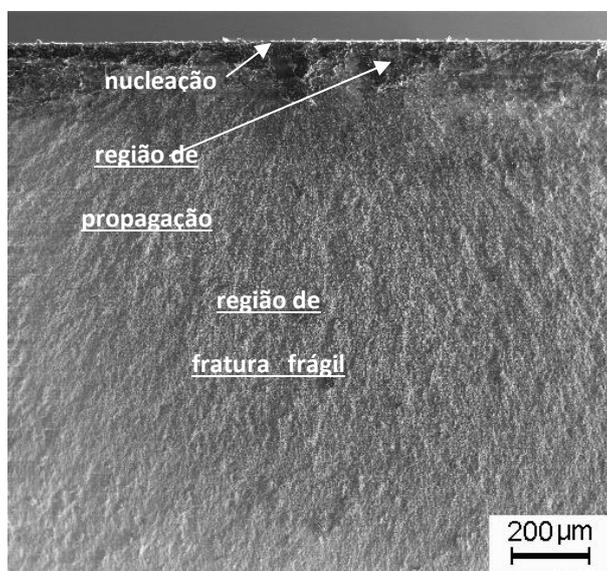


Figura 6 – Típica micrografia da superfície de fratura de um corpo de prova (cdp) da Y-TZP rompida por fadiga em alto ciclo.

A ruptura das amostras em fadiga se dá na superfície polida sob tração durante o ensaio e ocorre no modo frágil, sendo uma função do tamanho crítico de falha. Esta falha, em geral, inicia a propagação e sofre compressão devido à transformação martensítica associada à expansão volumétrica aumentando a resistência à propagação da trinca, até alcançar um valor crítico, acima do qual a trinca propaga em modo catastrófico. O mecanismo da tensão induzida pela transformação t-m foi também observado por Grathwohl and Liu [19]. O ensaio cíclico de Y-TZP fornece interessantes resultados a respeito do comportamento em fadiga, fenômeno do limite e o efeito do aumento da resistência da cerâmica tenacificada por transformação. A extensão da fadiga não é muito claramente delimitada e é claro que esta cerâmica de grão refinados é particularmente propensa à fadiga cíclica.

A Figura 7 e a tabela B apresentam resultados das análises de Weibull das amostras ensaiadas em fadiga, no qual os dados de falha espontânea (N_f menor ou próximo a 10^3 ciclos) foram excluídos dos cálculos. Neste caso os módulos de Weibull foram calculados para os níveis de tensão de 570 MPa, 610 MPa e 650 MPa, que apresentaram corpos de prova fraturados por fadiga cíclica, sobrevivendo alguns milhares de números de ciclos após serem submetidos ao seu respectivo carregamento cíclico.

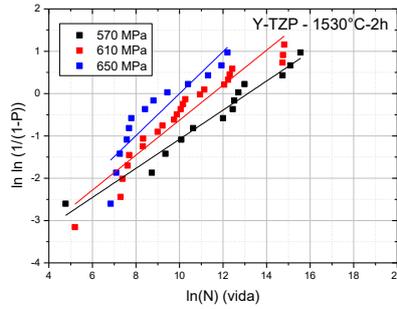


Figura 7 - Distribuição de Weibull das amostras de Y-TZP ensaiadas em fadiga nas tensões máximas de 570 MPa, 610 MPa e 650 MPa.

Tabela B - Parâmetros de Weibull para a fadiga da zircônia pura.

Tensão Máxima (MPa)	m	b (ciclos)
650	0,50	22036
610	0,41	100779
570	0,34	507194

Com os valores de b e m, pode-se determinar a vida confiável para qualquer probabilidade de falha. Este cálculo é feito de acordo com $N(r)$ que é a vida confiável com probabilidade r, ou seja, existem r% de chances do material não falhar até um número de ciclos igual a $N(r)$. 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 C. A partir desses valores, foram traçadas duas curvas que delimitam um intervalo no qual se espera que 80% das falhas venham a ocorrer. As curvas foram traçadas em um gráfico contidas na Figura 8 no qual foram colocados também os pontos correspondentes aos dos ensaios da zircônia pura.

Tabela C - Parâmetros de Weibull para a fadiga de Y-TZP.

Tensão Máxima (MPa)	$N(90\%)$ [ciclos]	$N(10\%)$ [ciclos]
650	245	116833
610	434	759101
570	731	5731651

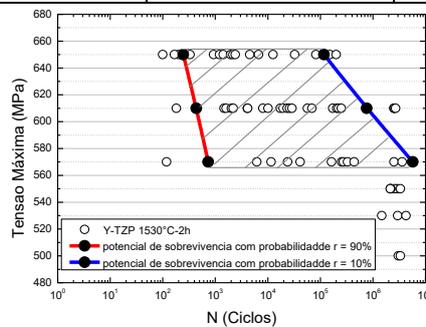


Figura 8 - Intervalo de confiança de 80% da distribuição de Weibull de Y-TZP com os resultados dos testes de fadiga cíclica.

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. Por isso, os valores muito baixos de “m” refletem a baixa uniformidade e o alto espalhamento nos dados de fadiga. Uma tendência é observada dos valores de m aumentar e os valores de b diminuir conforme o aumento da tensão máxima, ou seja, com o aumento da tensão a dispersão dos valores diminui, e vice versa, revelado nos valores obtidos de m. Isto é evidente, pois quando maior for o nível de tensão menor será o valor do tamanho da falha crítica e que é mais fácil de ser encontrada devido ao fato de que em cerâmicas os defeitos serem inerentes a elas e quando estes são cada vez menores a probabilidade de encontrá-los nelas é maior.

A vida característica de cada nível de tensão é dada pelos valores de b. 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 partir dos valores de m e b foi possível determinar a faixa de 80% das falhas ocorrerem e quando foi comparado com os dados dos ensaios ficou evidente que a grande maioria das falhas do corpos de prova ensaiados ficaram dentro dela, mostrando a vida confiável dentro desta faixa.

CONCLUSÕES

Os resultados apresentados indicam que a Y-TZP possui alta densidade relativa (>99%) e uma refinada microestrutura composta de grãos de tamanho médio em torno de 0,61 μm e com fases cristalinas compostas de ZrO_2 tetragonal, além de boa resistência a fratura por flexão, apresentando propriedades promissoras para utilização como materiais dentários. Nas condições de sinterização utilizadas neste trabalho foram obtidos valores resistência à fratura de 900 MPa e valor de 1350 HV. O valor de tenacidade à fratura estão próximos a $7 \text{ MPam}^{1/2}$, bem como o alto valor do módulo de Weibull ($\geq 9,8$).

Ao submeter o material a carregamento cíclico por flexão em quatro pontos são observadas as suas fortes tendências em possuir comportamento em fadiga apresentando uma larga escala de carregamento onde a fadiga cíclica pode ser detectada. Os resultados obtidos indicam que o limite de resistência à fadiga além de 5×10^6 está em torno de 550 MPa, para a zircônia, ou por volta de 63% da sua resistência estática por flexão e que são notadamente superiores aos das cargas mastigatórias. Os resultados de difração de raios X indicam que o material sofre 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.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a FAPESP pelo apoio financeiro sob os n°s concedidos 04/04386-1 e 05/52971-3, FAPERJ (processos n° E26-201.476/2014 e CNPq (proc. n° 311119/2017-4 e n° 132136/2018-0),

REFERÊNCIAS

- [1] L.L. Hench, "Bioceramics", *J Am Ceram Soc.* 81 [7] (1998) 1705-1728.
- [2] D.F. Willians, "Biofuncionalidade e biocompatibilidade". *Medical and Dental Materials*. New York: VCH, (1992).
- [3] L.L. Hench, J. Wilson, "An Introduction to Bioceramic". Singapura: World Scientific, (1) (1993) 1-23. (Advanced Series in Ceramics, 1).
- [4] De Aza, A.H., Chevalier, J., Fantozzi, G. et al. "Crack growth resistance of alumina, zirconia and zirconia toughened alumina ceramics for joint prostheses". *Biomaterials*, 23, p. 937-945, 2002.
- [5] Kumar, A. S., Durai, A. R., Sornakumar, T. "Ytria ceramics: cutting tool application". *Materials*, 22, p.1808-1810, 2004.
- [6] Heuer, A. H., Chaim, R., Lanteri, V. "Review: phase transformation and microestrutural characterization of alloys in the system $ZrO_2-Al_2O_3$ ". *Advances in ceramicx*. V.24 Science and technology of Zirconia III, p.3-20, 1988.
- [7] Nono, M.C.A., "Cerâmicas à base de zircônia tetragonal policristalina do sistema CeO_2-ZrO_2 (Ce-TZP)", S.J.Campos-SP, ITA-CTA, 1990, Tese de doutorado.
- [8] Stevens, R., "An introduction to zirconia: Zirconia and zirconia ceramics". 2nd Ed Twickenham: Magnesium elektrum, 1986, (Magnesium Elektron Publications, n113).
- [9] Wang, J., Stevens, R. "Review zirconia-toughened alumina(ZTA) ceramics". *J. Mat. Science*. v. 24, p. 3421-3440, 1989.
- [10] Claussen, N.J. "Fracture toughness of Al_2O_3 with an unstable ZrO_2 dispersed second phase". *J. American Ceram. Soc.* v.61 p. 49-51, 1976.
- [11] Lange, F. F. "Transformation toughening: Part 4 – Fabrication fracture toughness and strength of $Al_2O_3-ZrO_2$ composites". *J. Mat. Sci.*, v.17, p. 247-254,1982c.
- [12] Hori, S., Yoshimura, M., Somiya, S. "Strength-toughness relation in sintered and isostatically hot-pressed ZrO_2 - toughened Al_2O_3 ". *J. Am. Ceram. Soc.*, v. 69, p. 169-172, 1986.
- [13] Evans, A. G. "Perspective on the development of high-toughness determination ceramics". *J. Am. Ceram. Soc.* 73p. 187-206, 1990.
- [14] Casellas, D., Nagl, M. M., et al., "Growth of Surface Indentation Cracks in Alumina and Zirconia Toughened Alumina", key *Engineering Materials.*, v. 127-131, pp. 895-902, 1997.
- [15] Gregori, G., Burger, W., Sergio, V. "Piezo-spectroscopic analysis of the residual stress in zirconia-toughened alumina ceramics: the influence of the tetragonal-to-monoclinic transformation". *Materials Science and Engineering A271*, p. 401-406, 1999.
- [16] Basu D and Sarkar BK. "Effect of zirconia addition on the fatigue behaviour of fine grained alumina", *Bull Mater Scienc*; 24, 1992, 101-104.
- [17] Yao F, Ando K, Chu MC and Sato S. "Static and cyclic fatigue behaviour of crack-healed Si_3N_4/SiC composite ceramics", *J Eur Ceram Soc*; 21; 2001, 991-997.
- [18] Grathwohl, G., "Crack resistance and fatigue limits of structural ceramics", pp98-105, pmi, vol24, n2, 1992.
- [19] Grathwohl, G., Liu, T., "Crack resistance and fatigue of transforming ceramics: I materials in the $ZrO_2-Y_2O_3-Al_2O_3$ system", *J Am Ceram Soc*, 74 [2], 318-325, 1991.
- [20] Mai, Y.-W., Hu, X., Duan, K., Cotterel, B., "Crack-resistance curve and cyclic fatigue in ceramic materials, *Fracture Mechanics of Ceramics*", vol9, 387-422, 1992, eds R.C.Brad, et al, Plenum Press, N York.

- [21] Piconi, C. & Maccauro, G. “Zirconia as a ceramic biomaterial”. *Biomaterials* v.20, p. 1-25, 1999.
- [22] Basu, D., Sarkar, B. K., “Effect of zirconia addition on the fatigue behaviour of fine grained alumina”, *Bull. Mater. Sci.*, v. 24, n. 2, pp. 101-104, Apr., 2001.
- [23] Grathwohl G, Liu T. “Crack resistance and fatigue of transforming ceramics: II, CeO₂-stabilized tetragonal ZrO₂”. *Journal American Ceramic Society*. 1991b; 74 (12): 3028-3034.
- [24] Kawakubo T, Komeya K. “Static and cyclic fatigue behavior of a sintered silicon nitride at room temperature”. *Journal American Ceramic Society*. 1987; 70 (6): 400-405.
- [27] Niihara, K., Moreno, R., Hasselman, D.P.H., *Journal of Materials Science Letters*, 1982, 1: 13–16.
- [29] Fett, T. and Munz, D., 1996, “Influence of Time-dependent Phase Transformations on Bending Tests”, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 219, pp. 89-94.
- [30] Quinn G.D. “Strength and proof testing”, *Engineered Materials Handbook, Vol. 4, Ceramics and Glasses*. ASM International, Metals Park, OH, 1991, 585-598.