

**CRISTINA YURI OKADA**

**Efeito do envelhecimento por ciclagem mecânica ou ciclagem em autoclave na  
resistência à flexão de cerâmicas odontológicas**

São Paulo

2009

# **Livros Grátis**

<http://www.livrosgratis.com.br>

Milhares de livros grátis para download.

**CRISTINA YURI OKADA**

**Efeito do envelhecimento por ciclagem mecânica ou ciclagem em autoclave na resistência à flexão de cerâmicas odontológicas**

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, para obter o título de Doutor pelo Programa de Pós-Graduação em Odontologia.

Área de Concentração: Materiais Dentários

Orientador: Prof. Dr. Paulo Francisco Cesar

São Paulo  
2009

Catálogo-na-Publicação  
Serviço de Documentação Odontológica  
Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo

Okada, Cristina Yuri

Efeito do envelhecimento por ciclagem mecânica ou ciclagem em autoclave na resistência à flexão de cerâmicas odontológicas / Cristina Yuri Okada; orientador Paulo Francisco Cesar. -- São Paulo, 2009.  
89p.; 30 cm.

Tese (Doutorado - Programa de Pós-Graduação em Odontologia. Área de Concentração: Materiais Dentários) -- Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo.

1. Porcelana dentária – Análise microestrutural    2. Porcelana dentária – Resistência à flexão    3. Materiais dentários

CDD 617.695  
BLACK D15

AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE E COMUNICADA AO AUTOR A REFERÊNCIA DA CITAÇÃO.

São Paulo, \_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_

Assinatura:

E-mail:

## FOLHA DE APROVAÇÃO

Okada CY. Efeito do envelhecimento por ciclagem mecânica ou ciclagem em autoclave na resistência à flexão de cerâmicas odontológicas. Tese apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Doutor em Odontologia.

São Paulo, / /2009

Banca Examinadora

1) Prof(a). Dr(a). \_\_\_\_\_

Titulação: \_\_\_\_\_

Julgamento: \_\_\_\_\_ Assinatura: \_\_\_\_\_

2) Prof(a). Dr(a). \_\_\_\_\_

Titulação: \_\_\_\_\_

Julgamento: \_\_\_\_\_ Assinatura: \_\_\_\_\_

3) Prof(a). Dr(a). \_\_\_\_\_

Titulação: \_\_\_\_\_

Julgamento: \_\_\_\_\_ Assinatura: \_\_\_\_\_

4) Prof(a). Dr(a). \_\_\_\_\_

Titulação: \_\_\_\_\_

Julgamento: \_\_\_\_\_ Assinatura: \_\_\_\_\_

5) Prof(a). Dr(a). \_\_\_\_\_

Titulação: \_\_\_\_\_

Julgamento: \_\_\_\_\_ Assinatura: \_\_\_\_\_

## DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho às pessoas que, com um amor incondicional, sempre acreditaram em mim, meus pais **Maria Kimiyo Okada e Chiguero Okada**.

## AGRADECIMENTOS

A todas as pessoas que contribuíram direta e indiretamente para a realização e conclusão deste trabalho, minha eterna gratidão.

Aos co-autores deste trabalho: **Márcia Borba, Maico Dutra de Araújo, Karen Akemi Fukushima, Erick de Lima, Talita Vieira Pegoraro, Vanessa Juliana Gomes Carvalho, Álvaro Della Bona, Humberto Naoyuki Yoshimura e Paulo Francisco Cesar.**

Ao Prof. Dr. **Paulo Francisco Cesar**, pela dedicação ao meu aprendizado, sua orientação minuciosa, compreensão e amizade em todos os momentos, desde minha iniciação científica em 2000.

Ao Prof. Dr. **Humberto Naoyuki Yoshimura**, pela participação em toda minha formação científica, sempre somando conhecimento e ajudando nas dificuldades e por abrir as portas dos laboratórios do IPT para a realização deste trabalho.

À Profa. Dra. **Rosa Miranda Grande**, por me acolher não somente como aluna, mas principalmente como ser humano, oferecendo sua sincera amizade, do início à conclusão deste trabalho.

À Profa. Dra. **Carla Castiglia Gonzaga**, pelos conhecimentos transmitidos e principalmente pela amizade, incentivo e inspiração para a realização desse trabalho.

Aos Professores do Departamento de Materiais Dentários da FOU SP, que contribuíram não somente em minha formação acadêmica, mas principalmente em minha formação pessoal:

Profa. Dra. **Alyne Simões Gonçalves**

Prof. Dr. **Antônio Muench**

Prof. Dr. **Carlos Eduardo Francci**

Prof. Dr. **Fernando Neves Nogueira**

Prof. Dr. **Igor Studart Medeiros**

Profa. Dra. **Josete Barbosa Cruz Meira**

Prof. Dr. **Leonardo Elloy Rodrigues Filho**

Prof. Dr. **Paulo Eduardo Capel Cardoso**

Prof. Dr. **Rafael Yagüe Ballester**

Prof. Dr. **Roberto Ruggiero Braga**

Prof. Dr. **Victor Elias Arana-Chavez**

Prof. Dr. **Walter Gomes Miranda Jr.**

Aos funcionários do Departamento de Materiais Dentários, **Antônio Carlos Lascala, Rosa Cristina Nogueira e Silvio Peixoto Soares**, por todo auxílio prestado, companheirismo e principalmente pela amizade.

À técnica em prótese dentária **Paula Gomes da Silva Vaz**, pela grande ajuda na confecção dos espécimes.

Aos alunos de iniciação científica da FOU SP, **Vanessa Juliana Gomes Carvalho, Talita Vieira Pegoraro e Erick de Lima** pela ajuda na confecção de parte dos espécimes e pela amizade oferecida.

À Profa. Dra. **Tomie Nakakuki** de Campos e ao Departamento de Prótese onde a ciclagem mecânica foi realizada.

Ao estagiário didático do Departamento de Prótese **Emerson Nakao**, pelo empenho e ajuda na realização da ciclagem mecânica.

À Dra. **Catia Fredericci**, por todo apoio e por possibilitar o uso de laboratórios do IPT para a realização deste trabalho.

Ao Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT), onde grande parte do trabalho foi realizada.

A todos os amigos da Pós-Graduação, pelo companheirismo, apoio e amizade que fizeram desta etapa da minha vida muito especial. Especialmente à **Karen Akemi Fukushima**, pelo apoio incondicional, pela grande amizade e por me ajudar em todas as etapas deste trabalho, tornando possível o impossível.

Ao amigo **Breno Mont' Alverne Haddade Silva**, por acreditar em mim.

À amiga **Letícia Cristina Cidreira Boaro**, por todo incentivo e companheirismo.

Aos mais que amigos, companheiros de jornada, **Maico Dutra de Araújo, Marcelo Mendes Pinto e Vinícius Rosa**, por todos os momentos juntos no laboratório e fora dele.

Ao amigo e companheiro, **Ricardo Kobayashi** e toda sua família que foram fundamentais no período de finalização deste trabalho, oferecendo-me apoio, amizade e até mesmo suas casas.

À minha família, pelo amor incondicional. Em especial aos meus pais, **Maria Kimiyo Okada e Chiguero Okada**, pela luta de uma vida que me trouxeram até aqui. Aos meus padrinhos queridos, **Helena Yoshiko Okada Narisawa e Carlos Shiro Narisawa** (*in memoriam*) por estarem sempre por perto me apoiando e amando. Ao meus avós, **Kozo Okada** (*in memoriam*), **Tugue Okada** (*in memoriam*), **Isao Miyazaki** (*in memoriam*) e **Nobuko Miyazaki**, pela construção dos princípios passados a mim por meus pais. A minha querida tia **Mariy Miyazaki**, por todo suporte e incentivo.

Às agências de fomento **FAPESP e CAPES** pelo suporte financeiro que permitiu a realização desta pesquisa.

*“Para conhecermos os amigos é necessário passar pelo sucesso e pela desgraça. No sucesso, verificamos a quantidade e, na desgraça, a qualidade.”*

*Confúcio*

## RESUMO

Okada CY. Efeito do envelhecimento por ciclagem mecânica ou ciclagem em autoclave na resistência à flexão de cerâmicas odontológicas [Tese]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2009.

Os objetivos deste trabalho foram: a) realizar a análise microestrutural de cerâmicas odontológicas e relacioná-la aos valores de resistência à flexão obtidos, b) avaliar o efeito de dois tipos de envelhecimento (ciclagem mecânica e ciclagem em autoclave) sobre a resistência à flexão desses materiais e c) avaliar se a configuração do espécime (discos versus barras) é capaz de alterar o efeito da ciclagem mecânica sobre a resistência à flexão. Cinco materiais foram utilizados: zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítrio (YZ), alumina policristalina (AL), alumina infiltrada por vidro/reforçada por zircônia (ICZ) e duas porcelanas (VM7 e VM9). Espécimes em forma de barra (2 x 4 x 16 mm) e disco (12 mm x 2 mm) foram confeccionados conforme as recomendações dos fabricantes. A densidade foi determinada pelo método de Arquimedes, as constantes elásticas foram determinadas pelo método do pulso-eco ultrassônico. Microscopia óptica e eletrônica de varredura foram utilizadas para determinar a fração e tamanho médio de poros e partículas e a análise de EDS para a realização de análise química dos microconstituintes. O efeito do envelhecimento por ciclagem mecânica (YZ, AL e ICZ: 80 N por 105 ciclos e VM7 e VM9: 45 N por 104 ciclos, a 2 Hz) ou por ciclagem em autoclave a 134°C, pressão de 2,2 kgf/cm<sup>2</sup> durante 5h, foi avaliado nos espécimes em forma de barra e comparados com um grupo controle, não ciclado. O efeito do envelhecimento por ciclagem mecânica foi comparado entre os espécimes em forma de barra e disco para as porcelanas estudadas. Houve diferenças significativas entre os valores de resistência em função do material, causadas pelas diferenças em sua microestrutura, sendo que as porcelanas apresentam baixos valores de resistência (VM7: 69,4 MPa e VM9: 64,7 MPa), enquanto que a AL e a ICZ apresentaram valores intermediários (462,8 MPa e 408,6 MPa, respectivamente) e a YZ apresentou o maior valor de resistência à flexão (869 MPa). Após a ciclagem mecânica, somente o material AL apresentou redução estatisticamente significativa da resistência à flexão (389,2 MPa). A ciclagem em autoclave não resultou em degradação significativa da resistência de nenhum dos materiais testados. A configuração do espécime (barra ou disco) não alterou o efeito da ciclagem mecânica sobre a resistência das porcelanas testadas (nenhum material apresentou queda da resistência após ciclagem). Entretanto, nos espécimes em forma de disco a resistência à flexão da VM7 foi significativamente maior que a da VM9 (69,6 MPa e 57,6 MPa, respectivamente), enquanto que nos espécimes em forma de barra não houve diferença estatística entre os valores de resistência das duas porcelanas (VM7: 61,1 MPa e VM9: 68,8 MPa).

Palavras-Chave: cerâmicas odontológicas, análise microestrutural, resistência à flexão, envelhecimento

## ABSTRACT

Okada CY. Mechanical and autoclave cycling effect on flexural strength of dental ceramics [Tese]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2009.

The aims of this study were: to perform a microestructural analysis of dental ceramics and correlate the results with the flexural strength obtained; to evaluate two aging process (mechanical cycling and autoclave cycling) on the flexural strength of the materials and to evaluate the specimen configuration (bar or disc) on the flexural strength of mechanical cycling aged specimens. The five ceramics tested were: yttria-stabilized zirconia (YZ), polycrystalline alumina (AL), glass-infiltrated alumina/zirconia reinforced (ICZ) and two dental porcelains (VM7 and VM9). Bars (2 x 4 x 16 mm) and discs (12 mm x 2 mm) were produced according to the manufactures instructions. Density was obtained by Arquimedes method and the elastics constants were obtained by ultrasonic pulse-echo method. Optical and Scanning Electron Microscope were used to determine the fraction and size of both pores and particles while the chemical composition was obtained by EDS. Aging effect on flexural strength after mechanical or autoclave cycling was evaluated on bar specimens and compared to a control group, which was not cycled. The specimen configurations (bars or discs) were compared after mechanical cycling for porcelains. Microestructural differences between material resulted on flexural strength values statistically different, porcelains presented lower values of flexural strength (VM7: 69,4 MPa and VM9: 64,7 MPa), while AL and ICZ presented intermediate flexural strength (462,8 MPa and 408,6 MPa, respectively) and YZ presented the highest flexural strength (869 MPa). Only AL presented a significant lower flexural strength after mechanical cycling (389,2 MPa). Autoclave cycling did not influence the flexural strength of the studied materials. Also, the specimen configuration did not influence the flexural strength values before or after mechanical cycling. It should be noted that disc specimens of VM7 presented significantly higher flexural strength values than VM9 (69,6 MPa and 57,6 MPa, respectively), however for bar specimens no statistical difference was noted between the mean strength of both porcelains (VM7: 61,1 MPa and VM9: 68,8 MPa).

Keywords: dental ceramics, microstructural analysis, flexural strenght, aging

## LISTA DE FIGURAS

- Figura 4.1 - Imagens do processo de corte dos espécimes: (a) bloco de YZ preso ao tubo de PVC com cera pegajosa; (b) primeiro corte; (c) vista lateral do primeiro corte; (d) segundo corte; (e) terceiro corte; (f) bloco com todos os cortes realizados .....38
- Figura 4.2 - Imagens do processo de sinterização dos espécimes YZ e AL: (a) barras de AL cortadas a partir do bloco pré-sinterizado e colocadas dentro de uma caixa com bolas de zircônia; (b) caixa com espécimes sobre a base de refratário do forno Zyrcomat; (c) caixa fechada sobre a base do forno antes do início do ciclo de queima; (d) espécimes de AL recém-sinterizados .....40
- Figura 4.3 - Imagens do processo de infiltração dos espécimes ICZ: (a) barras de ICZ no momento da aplicação da pasta de vidro; (b) pasta de vidro aplicada sobre a superfície do espécime; (c) aspecto da barra logo após o ciclo de infiltração do vidro; (d) aspecto do espécime logo após a remoção do vidro com pontas montadas .....41
- Figura 4.4 - (a) matriz de WC utilizada para confecção do corpo verde; (b) suspensão de porcelana sendo aplicada na cavidade do molde com vibração; (c) remoção dos excessos de água com papel absorvente e (d) espécime recém-extraído da matriz .....43
- Figura 4.5 - Imagens da montagem dos espécimes para usinagem em retificadora: (a) 5 barras de AL coladas lado a lado; (b) vista lateral do conjunto de barras colado nas barras metálicas que garantem o perpendicularismo entre faces adjacentes; (c) vista oblíqua do conjunto; (d) vista superior 45
- Figura 4.6 - (a) dispositivo para quebra de canto das barras de cerâmica. (b) espécime posicionado dentro do dispositivo para quebra de canto .....47
- Figura 4.7 - Espécimes em forma de barra de YZ (a) e AL (b): (1) antes de sinterizar; (2) após sinterização; (3) após usinagem; (4) após polimento de uma das faces e quebra de cantos .....47
- Figura 4.8 - (a) matriz de WC utilizada para confecção do corpo verde; (b) suspensão de porcelana sendo aplicada na cavidade do molde com vibração; (c) remoção dos excessos de água com papel absorvente; (d) espécime recém-extraído da matriz .....49

- Figura 4.9 - Dispositivo para ensaio de resistência à flexão em três pontos. (a) e (b): vistas superior e lateral do espécime colocado sobre os dois cilindros inferiores; (c) e (d): vistas superior e lateral do espécime posicionado com o cilindro superior sobre ele. (e) e (f): vistas superior e lateral do espécime posicionado dentro do dispositivo pronto para ser ensaiado na máquina de ensaios universal .....56
- Figura 4.10 - (a) Base mostrando as três esferas formando um círculo de 8 mm de diâmetro separadas 120° e o pistão com diâmetro de 1,7 mm; (b) dispositivo de flexão biaxial do tipo pistão sobre três esferas; (c) vista do espécime posicionado para ensaio no dispositivo.....58
- Figura 4.11 - Simulador de ciclos mastigatórios: (a) vista geral da máquina; (b) dispositivos de flexão em três pontos com espécimes configurados em barras sendo ciclados imersos em saliva artificial; (c) detalhe de um espécime configurado em barra sendo ciclado; (d) dispositivos de flexão biaxial com espécimes configurados em discos sendo ciclados imersos em saliva artificial; (e) detalhe de um espécime configurado em disco sendo ciclado .....60
- Figura 4.12 - Dispositivo para ciclagem mecânica das barras. (a) vista superior; (b) vista inclinada; (c) vista inclinada com espécime posicionado .....61
- Figura 4.13 - Dispositivo para ciclagem mecânica dos discos. (a) vista superior da base; (b) detalhe do pistão com esfera de 6 mm de diâmetro; (c) vista lateral do conjunto base/pistão; (d) vista superior com espécime posicionado .....61
- Figura 5.1 - Imagens de MEV das superfícies polidas e condicionadas de todos os materiais estudados: YZ, AL, ICZ, VM7 e VM9 .....66
- Figura 5.2 - Espectros de EDS dos materiais YZ e AL.....67
- Figura 5.3 - Espectros de EDS do material ICZ: (a) partículas de alumina (área mais escura Figura 5.1); (b) partículas de zircônia (área mais clara da Figura 5.1) e (c) vidro de lantânio (área acinzentada da Figura 5.1).....68
- Figura 5.4 - Espectro de EDS da porcelana VM7.....69
- Figura 5.5 - Espectros de EDS da porcelana VM9: (a) matriz vítrea e (b) partícula de leucita.....69

- Figura 5.6 - Micrografias ópticas (a, c, e) e respectivas imagens de poros replicados das micrografias (b, d, f) utilizadas nas análises quantitativas dos materiais YZ, AL e ICZ .....70
- Figura 5.7 - Micrografias ópticas (a, c) e respectivas imagens de poros replicados das micrografias (b, d) utilizadas nas análises quantitativas das porcelanas VM7 e VM9 .....71
- Figura 5.8 - Superfícies de fratura das Barras: YZ (a); AL (b); ICZ (c); VM7 (d) e VM9 (e). As setas indicam a origem da fratura.....74
- Figura 5.9 - Padrão de fratura dos discos: (a) VM7 em 3 fragmentos e (b) VM9 em 2 fragmentos; superfícies de fratura dos discos: VM7 (a) e VM9 (b). Em (b) e (d) a superfície submetida à tração no ensaio de flexão é a superior. 76

## LISTA DE TABELAS

- Tabela 4.1 - Dimensões (mm) dos espécimes de infraestrutura YZ, AL e ICZ em suas diferentes fases de preparação (notar a contração de sinterização da YZ de 20%, da AL de 15% e que o material ICZ não sofre contração) .....36
- Tabela 4.2 - Ciclos de sinterização dos materiais YZ e AL e infiltração de vidro do ICZ .....41
- Tabela 4.3 - Ciclos de sinterização das porcelanas de recobrimento VM7 e VM9 recomendados pelo fabricante .....43
- Tabela 4.4 - Dimensões (mm) dos espécimes de porcelana, VM7 e VM9, em suas diferentes fases de preparação (notar a contração de sinterização de ~16%).....44
- Tabela 5.1 - Densidade ( $\rho$ ), módulo de elasticidade ( $E$ ), coeficiente de Poisson ( $\nu$ ), tipo de cristal, fração volumétrica (de partículas de segunda fase e poros), e tamanho (de partículas de segunda fase, grão e poros). Valores dispostos em média  $\pm$  desvio-padrão. Para um mesmo parâmetro, valores seguidos da mesma letra são estatisticamente semelhantes,  $p > 0,05$  .....65
- Tabela 5.2 - Resistência à flexão uniaxial (MPa $\pm$  desvio padrão) em função do material e do tipo de ciclagem. Valores seguidos da mesma letra são estatisticamente semelhantes,  $p > 0,05$  .....72
- Tabela 5.3 - Resistência à flexão uniaxial (MPa  $\pm$  desvio padrão) de espécimes de porcelana em função da configuração do espécime, disco ou barra. Valores seguidos da mesma letra são estatisticamente semelhantes,  $p > 0,05$  .....73

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	15
<b>2</b>	<b>REVISÃO DA LITERATURA</b> .....	18
<b>3</b>	<b>PROPOSIÇÃO</b> .....	32
<b>4</b>	<b>MATERIAL E MÉTODOS</b> .....	33
4.1	MATERIAL.....	33
4.2	CONFECÇÃO DOS ESPÉCIMES.....	33
4.2.1	<b>Espécimes em forma de barras</b> .....	35
4.2.2	<b>Espécimes em forma de discos</b> .....	48
4.3	ANÁLISE MICROESTRUTURAL DOS MATERIAIS.....	50
4.3.1	<b>Densidade</b> .....	50
4.3.2	<b>Constantes elásticas</b> .....	51
4.3.3	<b>Microscopia e espectroscopia por dispersão de energia (EDS)</b> .....	53
4.4	ENSAIOS MECÂNICOS.....	54
4.4.1	<b>Resistência à flexão uniaxial em 3 pontos (espécimes em forma de barra)</b> .....	55
4.4.2	<b>Resistência à flexão biaxial (espécimes em forma de disco)</b> .....	57
4.4.3	<b>Ensaio de envelhecimento (ciclagem mecânica e ciclagem em autoclave)</b> .....	58
4.4.4	<b>Análise fractográfica</b> .....	62
4.5	ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	62
<b>5</b>	<b>RESULTADOS</b> .....	63
5.1	CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS.....	63
5.2	EFEITOS DO ENVELHECIMENTO SOBRE A RESISTÊNCIA À FLEXÃO.....	72
5.3	EFEITO DA CONFIGURAÇÃO DO ESPÉCIME SOBRE A RESISTÊNCIA À FLEXÃO.....	72
5.4	ANÁLISE FRACTOGRÁFICA.....	73
<b>6</b>	<b>DISCUSSÃO</b> .....	77
<b>7</b>	<b>CONCLUSÕES</b> .....	82
	<b>REFERÊNCIAS<sup>1</sup></b> .....	84

## 1 INTRODUÇÃO

O maior desafio da indústria produtora de cerâmicas odontológicas é criar um material que substitua por completo as próteses metalo-cerâmicas em todas as suas indicações clínicas. Entretanto, essa substituição ainda não ocorreu até os dias de hoje já que nenhuma cerâmica utilizada em odontologia alcançou os altos índices de sucesso clínico das próteses metalo-cerâmicas.

O material cerâmico que chegou mais perto de substituir as infraestruturas metálicas é a zircônia tetragonal estabilizada por ítrio (Y-TZP). Essa cerâmica foi introduzida recentemente na odontologia para a construção de infraestruturas de coroas totais e próteses fixas até quatro elementos na região posterior, entretanto existe uma falta de dados de acompanhamento clínico com mais de 5 anos para comprovar a sua eficiência como substituta das ligas metálicas. Os resultados clínicos iniciais mostram que apesar dos baixos índices de fratura, estruturas de Y-TZP ainda podem apresentar falhas nos conectores das próteses fixas de três ou mais elementos e mais recentemente tem sido relatado com frequência o problema do lascamento da porcelana de recobrimento aplicadas sobre infraestruturas de Y-TZP.

O estudo da mecânica da fratura dos materiais mostra que a principal limitação dos materiais cerâmicos é a sua fragilidade, o que fica evidente quando são reportados os valores de tenacidade à fratura ( $K_{Ic}$ ) desses materiais. Enquanto os metais e ligas metálicas apresentam valores de tenacidade à fratura que podem chegar a  $100 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$  para alguns tipos de aço, as porcelanas dentárias apresentam  $K_{Ic}$  ao redor de  $1 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$ . Já a Y-TZP apresenta tenacidade à fratura

de  $9 \text{ MPa.m}^{0.5}$ , mas ainda assim esse valor está bem abaixo daquele reportado para os metais. O alto valor de tenacidade à fratura da Y-TZP em relação às outras cerâmicas se deve a mecanismos de tenacificação presentes nesse material como a transformação martensítica de cristais que aumentam de volume ao redor da ponta da trinca evitando a sua propagação de forma catastrófica. Esses mecanismos serão discutidos em detalhes na revisão da literatura.

Ainda faltam estudos clínicos controlados que indiquem como infraestruturas de Y-TZP se comportam mecanicamente em comparação com as estruturas metálicas. Portanto, a comunidade científica tem lançado mão de estudos laboratoriais que consigam prever o comportamento clínico em longo prazo da Y-TZP com o intuito de ajudar a tomada de decisão na clínica. Um dos principais problemas que tem sido estudado em laboratório é o fenômeno da fadiga desses materiais.

A fadiga dos materiais cerâmicos pode ser estudada de várias formas como, por exemplo, determinando-se o coeficiente de susceptibilidade ao crescimento subcrítico de defeitos ( $n$ ) por meio de ensaios de resistência realizados com diferentes taxas de carregamento do espécime. Outra forma mais clássica de estudar fadiga é por meio da utilização de máquinas de ensaios universais servo-hidráulicas ou eletromagnéticas que aplicam em cada espécime um protocolo de cargas cíclicas e computam o número de ciclos até ocorrer a fratura do espécime.

Uma terceira forma de se estudar o fenômeno da fadiga, e que foi a forma escolhida para a realização do presente estudo, é por meio de simuladores da mastigação. Nesse caso, os espécimes são submetidos em um primeiro momento a um determinado número de ciclos mastigatórios com carga e frequência fixas no simulador para posteriormente serem carregados até a fratura em uma máquina de

ensaios universal. O objetivo desse tipo de experimento é verificar o grau de degradação da resistência do material após ser submetido à ciclagem mecânica.

O presente estudo teve como objetivo avaliar o efeito da ciclagem mecânica realizada em simulador de ciclos mastigatórios sobre a resistência de diversos materiais cerâmicos (Y-TZP, alumina policristalina, alumina infiltrada por vidro/reforçada por zircônia e duas porcelanas). Adicionalmente, o efeito da ciclagem em autoclave também foi avaliado já que esse tipo de ciclagem tem sido proposta por alguns autores para verificar a resistência da Y-TZP à transformação espontânea e indesejada de grãos. Para compreender o comportamento mecânico dos diversos materiais, uma análise microestrutural detalhada também foi realizada. Outro objetivo do estudo foi avaliar se a configuração do espécime de porcelana (discos versus barras) é capaz alterar o efeito da ciclagem mecânica sobre a resistência à flexão. Esses resultados podem ajudar pesquisadores a decidir sobre qual a melhor configuração de espécimes para realizar esse tipo de estudo laboratorial.

## 2 REVISÃO DA LITERATURA

As cerâmicas odontológicas podem ser utilizadas em Odontologia para a confecção de próteses parciais fixas (PPFs) devido à sua excelente biocompatibilidade, estabilidade química e grande capacidade de mimetizar os tecidos dentais. Entretanto, essas PPFs podem falhar por causa de microinfiltração, descolamento ou fratura da peça. As falhas por fratura estão relacionadas à característica frágil desses materiais, sendo que estudos clínicos apresentam taxas de insucesso variadas dependendo do sistema cerâmico avaliado. Dentre os sistemas existentes, o mais utilizado para a confecção de PPFs é o metalo-cerâmico, que apresenta taxa de sucesso variando de 72 a 87% após 10 anos, 69 a 74% após 15 anos, e 53% após 30 anos (Creugers; Kayser; van 't Hof, 1994; Scurria; Bader; Shugars, 1998; Holm; Tidehag; Tillberg et al., 2003), sendo que as falhas ocorrem principalmente devido a cárie secundária (Raigrodski; Chiche, 2001). Dessa forma, as PPFs metalo-cerâmicas tornaram-se uma referência de sucesso clínico, sendo esperado que outros sistemas cerâmicos alcancem o mesmo índice de sucesso para que possam substituí-las (Tinschert; Natt; Mautsch et al., 2001).

A necessidade da substituição do sistema metalo-cerâmico se deu por causa de duas desvantagens principais em relação a sistemas totalmente cerâmicos: menor biocompatibilidade do metal e menor translucidez da restauração como um todo. Com relação à biocompatibilidade, alguns estudos mostram que as ligas metálicas são mais tóxicas do que as cerâmicas e, apesar do reconhecido sucesso de restaurações metálicas em odontologia, existe uma tendência de se substituir as ligas metálicas por cerâmicas, mais biocompatíveis (Reuling; Wisser; Jung et al.,

1990; Lucas; Lemons, 1992; Uo; Sjogren; Sundh et al., 2003). Em relação à translucidez, muitas cerâmicas (principalmente porcelanas e vitro-cerâmicas) apresentam grande vantagem em relação ao metal, já que são mais translúcidas e permitem mimetizar com mais perfeição os detalhes estéticos dos dentes. Entretanto, é importante lembrar que algumas cerâmicas apresentam pouca ou nenhuma translucidez (por ex. zircônia), sendo seu alcance estético semelhante ao das metalo-cerâmicas (Heffernan; Aquilino; Diaz-Arnold et al., 2002a; Heffernan; Aquilino; Diaz-Arnold et al., 2002b) (esta observação não leva em conta a região cervical da coroa, onde as coroas totalmente cerâmicas apresentam a vantagem de não apresentarem o halo escuro comumente observado quando se utiliza a metalo-cerâmica).

As restaurações totalmente cerâmicas podem ser utilizadas em diversas situações clínicas e combinando-se diferentes tipos de materiais. Portanto, é importante que se saiba em cada situação, e para cada material, quais são os índices de insucesso e as causas das falhas observadas. Esta revisão irá apresentar principalmente os modos de fratura dos diferentes materiais nas variadas situações clínicas.

Restaurações cerâmicas de camada única (monolíticas) são aquelas confeccionadas com porcelanas (ou vitro-cerâmicas) e cimentadas sobre o dente com um cimento resinoso, utilizando-se técnicas adesivas. Vários modelos de restaurações desse tipo podem ser produzidos, como as inlays, onlays, overlays e coroas totais, com espessura variando de 1,0 a 2,0 mm (Kelly, 1999), dependendo da região do dente restaurado. O índice de insucesso dessas coroas quando realizadas em molares varia de 4 a 6% por ano para vitro-cerâmicas à base de tetrassílica fluormica (Dicor) (Malament; Socransky, 1999; Sjogren; Lantto; Tillberg,

1999; Apholt; Bindl; Luthy et al., 2001) e de 3 a 4% por ano para vitro-cerâmicas à base de leucita (Empress 1) (Fradeani; Aquilano, 1997; Sjogren; Lantto; Granberg et al., 1999). O modo de fratura desse tipo de restauração já foi bastante investigado por meio de análise fractográfica em pesquisas clínicas, concluindo-se que a origem da fratura encontra-se na face de cimentação da peça (Kelly; Campbell; Bowen, 1989; Kelly; Giordano; Pober et al., 1990; Thompson; Anusavice; Naman et al., 1994). Assim, a distribuição dos defeitos nessa superfície é de fundamental importância para a longevidade da restauração (Anusavice; Hojjatie, 1992).

Com o intuito de melhorar o desempenho clínico das restaurações monolíticas, foram desenvolvidos os sistemas cerâmicos de duas camadas (bilayers) cujo desenho se assemelha ao das metalo-cerâmicas, com uma infraestrutura feita de uma cerâmica de maior tenacidade à fratura recoberta por uma porcelana ou vitro-cerâmica com propriedades térmicas compatíveis. A restauração em duas camadas é vantajosa, pois o uso de uma porcelana de recobrimento mais translúcida permite que se contorne o problema das cerâmicas de infraestrutura apresentarem baixa translucidez. Quando utilizadas para a confecção de coroas em molares, essas restaurações feitas em duas camadas apresentam índice de insucesso menor do que o das monolíticas. Estudos clínicos utilizando infraestruturas de alumina (Procera) e alumina infiltrada por vidro (In-Ceram Alumina) apresentam índice de fratura de 1 a 2% por ano (Oden; Andersson; Krystek-Ondracek et al., 1998; Haselton; Diaz-Arnold; Hillis, 2000; McLaren; White, 2000). Entretanto, outros estudos avaliando coroas de alumina infiltrada por vidro (In-Ceram Alumina) mostram um prognóstico mais promissor com taxa de insucesso de menos de 1% após 4 anos (Scotti; Catapano; D'Elia, 1995; Probster, 1996). Assim, enquanto alguns autores (Lawn; Deng; Thompson, 2001) avaliam que essas

taxas de insucesso, apesar de pequenas, ainda não se comparam às aquelas observadas para as metalo-cerâmicas, outros (Chong; Chai; Takahashi et al., 2002; Guazzato; Albakry; Swain et al., 2002) consideram que as restaurações em duas camadas devem ser aceitas como uma alternativa para coroas totais em molares.

O modo de fratura de coroas totalmente cerâmicas em duas camadas ainda não foi determinado com a mesma exatidão que para as porcelanas monolíticas (Lawn; Deng; Thompson, 2001). Alguns estudos laboratoriais indicam que neste caso a fratura ocorre de forma semelhante à observada em coroas monolíticas, isto é, a partir de trincas radiais nucleadas na cerâmica de infraestrutura, na face em contato com o cimento (Kelly; Campbell; Bowen, 1989; Anusavice; Hojjatie, 1992; White; Caputo; Vidjak et al., 1994; Zeng; Oden; Rowcliffe, 1998; Wakabayashi; Anusavice, 2000; Proos; Swain; Ironside et al., 2002). Dessa forma, a resistência da restauração é regida pela resistência do material de infraestrutura e não pela porcelana de recobrimento. Entretanto, existem poucos estudos clínicos com análises fractográficas que apresentem esse modo de fratura. Thompson, Anusavice, Naman et al. (1994) analisaram coroas do sistema Cerestore (infraestrutura de espinélio) fraturadas clinicamente e notaram que o ponto de iniciação da fratura se localizava na interface entre a porcelana e a infraestrutura ou dentro da infraestrutura. Recentemente, Quinn, Quinn, Kelly et al. (2005) apresentaram um estudo fractográfico com 3 coroas fraturadas em função, sendo as infraestruturas de alumina, alumina infiltrada por vidro ou dissilicato de lítio, respectivamente. Segundo os autores, a determinação do ponto exato de início da falha foi muito difícil devido à rugosidade das superfícies de fratura, mas foi possível observar que os defeitos iniciadores poderiam encontrar-se na superfície de cimentação ou no interior do material. Além desses achados, esse estudo clínico

também mostrou que as fraturas podem se iniciar na margem da restauração, onde há acúmulo de tensões circulares (*hoop stresses*), fato este consistente com os achados de um recente estudo de análise por elementos finitos (De Jager; de Kler; van der Zel, 2006)

As PPFs totalmente cerâmicas são confeccionadas com sistemas de duas camadas (*bilayers*), sendo que o desenho da prótese se assemelha ao das metalocerâmicas, com uma infraestrutura feita de uma cerâmica de maior tenacidade recoberta por uma porcelana ou vitro-cerâmica com propriedades térmicas compatíveis. Nem todas as cerâmicas odontológicas apresentam propriedades mecânicas suficientes para suportar as tensões geradas em uma PPF. Em 1990, PPFs de três elementos com infraestrutura de alumina infiltrada por vidro (Sistema In-Ceram Alumina) foram introduzidas para uso em dentes anteriores (Probster; Diehl, 1992). Em 1998, a vitro-cerâmica à base de dissilicato de lítio (Empress 2) também foi introduzida para confecção de infraestruturas de PPFs até o primeiro pré-molar (Sorensen; Cruz; Mito et al., 1999). A indicação de materiais cerâmicos para a confecção de PPFs na região de molares somente se tornou possível com o surgimento de materiais para infraestrutura com maior tenacidade à fratura como a alumina infiltrada por vidro e reforçada com zircônia (In-Ceram Zircônia) (Guazzato; Albakry; Ringer et al., 2004a), e a zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítrio (yttrium oxide partially-stabilized tetragonal zirconia polycrystals – Y-TZP) (Filser; Kocher; Weibel et al., 2001; Denry; Kelly, 2008; Kelly; Denry, 2008).

Alguns estudos clínicos apresentaram índice de fratura de PPFs do sistema In-Ceram Alumina variando de 10 a 12% após 3 a 5 anos, entretanto em todos os trabalhos a maioria das peças avaliadas não envolvia molares (Sorensen; Kang; Torres et al., 1998; Vult von Steyern; Jonsson; Nilner, 2001; Olsson; Furst;

Andersson et al., 2003). Já um estudo em que as PPFs (do mesmo material) envolviam somente molares, um índice de fratura de 35% foi observado após 3 anos (Kelly; Tesk; Sorensen, 1995). Outros estudos clínicos mostraram índices de fratura de 7% após 5 anos para PPFs com infraestrutura de dissilicato de lítio (não envolvendo molares) (Sorensen; Cruz; Mito et al., 1999; Esquivel-Upshaw; Anusavice; Young et al., 2004).

Com relação ao modo de fratura de PPFs totalmente cerâmicas, alguns estudos mostraram que o ponto de fratura se localiza no conector da peça, região que concentra as tensões de tração resultantes da carga da mastigação (Kelly; Tesk; Sorensen, 1995; Proos; Steven; Swain et al., 2000; Fischer; Weber; Marx, 2003). Uma grande diferença é notada quando se comparam os modos de fratura de PPFs totalmente cerâmicas e metalo-cerâmicas. Enquanto as próteses totalmente cerâmicas fraturam frequentemente na sua totalidade (porcelana de recobrimento e cerâmica de infraestrutura) (Tinschert; Natt; Mautsch et al., 2001; Luthy; Filser; Loeffel et al., 2005; Sundh; Molin; Sjogren, 2005), as metalo-cerâmicas só exibem falhas na porcelana de recobrimento (delaminação), sendo que a estrutura metálica fica sempre íntegra (Kilicarslan; Kedici; Kucukesmen et al., 2004). Esses achados refletem o fato de que a tenacidade à fratura dos metais é muito maior (da ordem de 10 vezes) do que a das cerâmicas de infraestrutura.

O ponto de origem da fratura nos conectores de PPFs totalmente cerâmicas depende da forma como este é construído. O estudo clínico de Kelly, Tesk e Sorensen (1995) mostrou que, quando o conector é feito de alumina infiltrada por vidro e recoberto por uma porcelana, a fratura se origina na interface entre a infraestrutura e a porcelana. Esses achados foram comprovados por um recente estudo laboratorial no qual demonstrou-se que a concentração de tensões na

interface se dá por causa da grande diferença entre os módulos de elasticidade da zircônia de infraestrutura e da porcelana de recobrimento (Guazzato; Proos; Quach et al., 2004). Já outros estudos laboratoriais mostram que a fratura também pode se iniciar na porcelana (face gengival) e se propagar na interface, gerando uma delaminação (Guazzato; Proos; Sara et al., 2004; White; Miklus; McLaren et al., 2005; Taskonak; Yan; Mecholsky et al., 2008). Esses estudos mostraram que o conector não deve ser recoberto com porcelana na área gengival (solicitada em tração durante a mastigação). Quando a face gengival do conector não é recoberta pela porcelana, a fratura se inicia na superfície do material de infraestrutura que se situa em tração, porém trincas cônicas (*cone cracks*) são observadas na porcelana logo abaixo do indentador, com ocorrência de delaminação (Guazzato; Proos; Quach et al., 2004; White; Miklus; McLaren et al., 2005).

Com base nos índices clínicos de falha e nos modos de fratura descritos acima, parece claro que PPFs totalmente cerâmicas precisam ser melhoradas para que possam suportar as condições adversas encontradas na região posterior da cavidade oral, com forças mastigatórias de 100 a 700 N, aplicadas em meio úmido a 37°C em mais de  $10^7$  ciclos, por intermédio de cúspides com raio de 2 a 4 mm, resultando em uma área média total de contato de 50 mm<sup>2</sup>, o que gera tensões variando desde 3,5 até 890 MPa (Peterson; Pajares; Lawn et al., 1998; Kelly, 1999). Uma das principais formas de melhorar o desempenho desse tipo de trabalho é selecionar um material para infraestrutura com propriedades mecânicas (resistência e tenacidade à fratura) que se assemelhem ao máximo às das ligas metálicas usadas para metalo-cerâmica (Rekow; Harsono; Janal et al., 2006; Griggs, 2007).

Dentre as cerâmicas disponíveis para confecção de infraestruturas de PPFs, a Y-TZP é a que apresenta melhores propriedades mecânicas (Della Bona; Kelly,

2008), tornando-se portanto uma potencial candidata para substituir as infraestruturas metálicas (Lawn; Deng; Thompson, 2001). A superioridade mecânica da Y-TZP sobre os outros tipos de cerâmicas odontológicas fica evidente ao se compararem valores de algumas propriedades mecânicas. Considerando-se a resistência à flexão e tenacidade à fratura, respectivamente, as porcelanas e vitro-cerâmicas (à base de leucita) apresentam valores em torno de 150 MPa e 1,5 MPa.m<sup>0,5</sup>, as vitro-cerâmicas à base de dissilicato de lítio (Empress 2) apresentam valores ao redor de 300 MPa e 3,0 MPa.m<sup>0,5</sup>, a alumina infiltrada por vidro (In-Ceram Alumina) apresenta valores ao redor de 450 MPa e 4,0 MPa.m<sup>0,5</sup>, a alumina infiltrada por vidro e modificada com 33% de zircônia (In-Ceram Zircônia) apresenta valores ao redor de 600 MPa e 5,0 MPa.m<sup>0,5</sup>, e finalmente a Y-TZP apresenta valores ao redor 900 MPa e 9,0 MPa.m<sup>0,5</sup> (Lawn; Deng; Thompson, 2001; Guazzato; Albakry; Ringer et al., 2004b; Guazzato; Albakry; Ringer et al., 2004a; Raigrodski, 2004; Luthy; Filser; Loeffel et al., 2005). Por causa desses altos valores, a Y-TZP é chamada de cerâmica odontológica “ultrarresistente” (*ultra-strong*) (Lawn; Pajares; Zhang et al., 2004), sendo a única indicada pelos fabricantes para a realização de PPFs de quatro elementos na região posterior (Luthy; Filser; Loeffel et al., 2005).

O notável comportamento mecânico da Y-TZP deve-se principalmente ao mecanismo de tenacificação presente nesses materiais que é chamado de transformação martensítica. A zircônia pura é uma cerâmica polimórfica que apresenta três formas cristalinas: monoclinica (M), cúbica (C), e tetragonal (T). À temperatura ambiente, esse material apresenta-se na forma monoclinica, a qual é estável até a temperatura de 1170°C. Quando o material é aquecido além desta temperatura, essa forma monoclinica transforma-se em tetragonal. Ao atingir

2370°C, a fase tetragonal se transforma em cúbica, sendo que esta forma existe até que se atinja a temperatura de fusão (2680°C). Durante o resfriamento, a transformação de tetragonal para monoclinica (T-M) ocorre em temperaturas inferiores a 1070°C. Essa transformação se dá por meio de um processo de cisalhamento não difusional em velocidades próximas à do som. Além disso, durante o processo ocorre uma expansão volumétrica que pode variar de 3 a 5%. Quando um aditivo como a ítria é adicionado em uma proporção de 3% em mol à zircônia, ocorre uma estabilização da fase tetragonal à temperatura ambiente. Entretanto, quando o material é submetido a tensões (por ex., da mastigação, desgaste e polimento), estas induzem a transformação T-M, produzindo tensões de compressão ao redor de defeitos pré-existentes no material e dificultando sua propagação, o que resulta em um aumento significativo da tenacidade à fratura.

Apesar das excelentes propriedades mecânicas da Y-TZP, existe uma dúvida sobre a possibilidade de se obter sucesso com esse material em Odontologia por dois motivos principais: a) existem poucos estudos clínicos de longo prazo com PPFs (Vult von Steyern; Carlson; Nilner, 2005; Della Bona; Kelly, 2008) e b) existe um alto índice de insucessos com a Y-TZP na área médica. Uma revisão de 2006 (Chevalier, 2006) atentou para o fato de que em 2001, aproximadamente 400 próteses de cabeça de fêmur (*hip joint implant*) fraturaram em um curto período de tempo, o que colocou a comunidade médica diante de um dilema e levou a uma queda de mais de 90% nas vendas da Y-TZP de marca Prozyr entre 2001 e 2002. Segundo o autor, a comunidade odontológica parece não estar suficientemente preocupada com o problema do envelhecimento da Y-TZP no organismo, já que o mercado de vendas desse material tem crescido mais de 12% por ano.

A degradação das propriedades mecânicas da Y-TZP no organismo (*aging*) ocorre quando, na presença de água, os cristais tetragonais da superfície do material transformam-se em monoclinicos (Deville; Gremillard; Chevalier et al., 2005). Essa transformação é induzida pela reação das moléculas de água com o óxido de zircônio, formando hidróxidos na superfície da trinca (De Aza; Chevalier; Fantozzi et al., 2002). A transformação T-M de um grão leva a um aumento de seu volume, gerando tensões ao seu redor e resultando no surgimento de microtrincas. Essas trincas funcionam como uma passagem, permitindo que mais água penetre na estrutura, levando mais grãos a se transformarem e conseqüentemente gerando mais trincas e aumentando a rugosidade da superfície (Chevalier, 2006). Esse fenômeno pode ser agravado por outro chamado crescimento subcrítico de trincas (*subcritical crack growth*), que se caracteriza pela presença de defeitos que crescem lentamente antes da ocorrência da fratura catastrófica. Esse tipo de crescimento é extremamente sensível às cargas aplicadas na estrutura, porém também depende da concentração da solução de imersão, temperatura, tamanho de grão do material, e concentração de ítria. Assim, as trincas crescem lentamente até atingirem um tamanho crítico que, para um determinado nível de tensão, deflagra a fratura catastrófica (fratura rápida). Como medida de segurança, é importante que a condição de uso da Y-TZP seja tal que o fenômeno de crescimento subcrítico não ocorra (velocidade de crescimento da trinca igual a zero) (Chevalier; Deville; Munch et al., 2004).

Levando-se em conta os fenômenos de *aging*, crescimento subcrítico e a alta taxa de insucesso de algumas marcas comerciais de Y-TZP na área médica, surge na Odontologia o seguinte questionamento: as condições em que se encontram as PPFs na cavidade oral são menos agressivas do que no caso das

próteses articulares a ponto da degradação do material ser menor? De fato, é possível que a cavidade oral represente um desafio mecânico muito inferior ao que estão submetidos os implantes de cabeça de fêmur. Entretanto, a pergunta proposta parece ainda não ter sido respondida, pois, como dito anteriormente, trabalhos clínicos de longo prazo ainda são incipientes.

Alguns estudos laboratoriais recentes simulando o envelhecimento da Y-TZP na cavidade oral indicam algumas tendências sobre o comportamento mecânico desse material em meio úmido e sob tensões cíclicas. O estudo de Jung, Peterson, Kim et al. (2000) mostrou que, dentre as cerâmicas usadas em odontologia, a Y-TZP é a única que não apresenta redução da resistência após  $10^6$  ciclos mecânicos (em água) com carga de 500 N aplicada com uma esfera de raio de 3,18 mm. Porém, neste estudo, o modo de fratura dos espécimes não foi semelhante ao encontrado em peças fraturadas na clínica, já que a fratura se iniciou por defeitos gerados pelo indentador esférico na superfície de contato. Ainda neste trabalho, quando a carga da ciclagem foi aumentada para 3000 N, notou-se uma queda (pela metade) na resistência do material em comparação com a resistência medida após ciclagem com 500 N. Outros dois estudos similares a esse utilizaram uma configuração tal que as falhas (trincas radiais) na Y-TZP foram geradas na face oposta ao indentador, o que é mais compatível com o modo de fratura clínico de coroas totais e PPFs (Zhang; Lawn; Rekow et al., 2004; Zhang; Pajares; Lawn, 2004). Nesses trabalhos, apesar dos ensaios terem sido realizados ao ar, observou-se uma significativa redução na tensão necessária para gerar defeitos críticos em função do tempo no ensaio de fadiga cíclica. Esses autores notaram também que a introdução de defeitos típicos do processamento de Y-TZP (por ex.: jateamento ou desgaste com pontas para ajuste da peça) causa uma degradação ainda maior da resistência da

Y-TZP, fato este também observado por Zhang e Lawn (2005). Curtis, Wright e Fleming (2006) observaram uma redução no módulo de Weibull e uma diminuição na resistência de uma marca de Y-TZP (Lava, 3M) após ciclagem mecânica (a seco) com  $10^5$  ciclos e tensão de 65 MPa. Entretanto, no trabalho de Sund, Milon e Sjogren (2005), a ciclagem mecânica em água ( $10^5$  ciclos, 50 N, raio do indentador de 3 mm) de PPFs (de Y-TZP) de 3 elementos não afetou significativamente a sua resistência. Neste último estudo, a baixa carga aplicada e o grande diâmetro do indentador provavelmente não geraram tensões semelhantes às encontradas na região posterior da cavidade oral (Kelly, 1999). O trabalho de Fischer, Weber e Marx (2003) utilizou o método de elementos finitos e previu, baseado no coeficiente de susceptibilidade ao crescimento subcrítico ( $n$ ) calculado a seco, que PPFs de 3 elementos de Y-TZP apresentam probabilidade de fratura igual a zero após 10 anos, considerando-se uma carga estática de 100 N.

Estudos sobre envelhecimento de outros sistemas cerâmicos disponíveis no mercado estão sendo realizados na tentativa de prever a durabilidade de próteses totalmente cerâmicas. Kheradmandan, Koutayas, Bernhard et al. (2001) compararam o envelhecimento de diferentes materiais em um simulador de mastigação biaxial com termociclagem, encontrando uma taxa de sobrevivência de 75% para uma vitro-cerâmica reforçada por dissilicato de lítio e 37,5% para um compósito de alumina infiltrado por vidro após simulação de 5 anos de envelhecimento. Studart, Filser, Kocher et al. (2007) demonstraram uma susceptibilidade maior ao envelhecimento por fadiga cíclica de cerâmicas contendo zircônia (Y-TZP e compósito de alumina e zircônia infiltrado por vidro) em comparação com uma vitro-cerâmica reforçada por dissilicato de lítio, evidenciando a degradação da zircônia devido aos mecanismos de crescimento lento de trincas descritos anteriormente.

Diversas configurações de ensaios para a obtenção da resistência à flexão de cerâmicas odontológicas são propostas na literatura (Ban; Anusavice, 1990). Os ensaios de flexão uniaxial, em três ou quatro pontos, e biaxial, pistão sobre três bolas (*piston-on-three-balls*) ou anel sobre anel (*ring-on-ring*) são os mais utilizados. Pick, Meira, Driemeier et al. (2009), trabalhando com resinas compostas, demonstraram pela análise de elementos finitos que a distribuição de tensões durante o carregamento ocorre de maneira diferenciada conforme a configuração do ensaio. Considerando que os espécimes para ensaio de flexão uniaxial são em forma de barra e os espécimes para ensaios de flexão biaxial são em forma de disco, os autores demonstraram que enquanto a tensão na barra tende a se dissipar paralelamente ao seu longo do longo eixo, no disco ela se concentra centralmente, essa diferença faz com que o volume do espécime tensionado seja maior em barras do que em discos. Dessa forma, os espécimes em forma de barra utilizados nos ensaios uniaxiais estão mais sujeitos a fratura em tensões inferiores quando comparados aos espécimes em forma de disco, utilizados nos ensaios biaxiais, uma vez que quanto maior volume sob tensão, maior a probabilidade que nesse volume exista um defeito, intrínseco do material ou inerente do processamento do espécime, que concentre a tensão ao um nível crítico, no qual a fratura irá ocorrer. Outra consideração importante quanto à diferença entre espécimes em forma de barra e disco é que os defeitos nas bordas de barras podem ser concentradores de tensão, uma vez que a tensão é distribuída pelo longo eixo da barra alcançando suas bordas, enquanto que no disco, a concentração de tensões é localizada no centro, não sofrendo influência dos defeitos existentes nas bordas. Os mesmos autores concluíram que o ensaio biaxial é mais sensível na detecção de diferenças de resistência à flexão entre materiais do que o ensaio uniaxial, e que os valores

obtidos pelo ensaio biaxial são maiores e mais próximos aos obtidos pela análise de elementos finitos que os do ensaio uniaxial.

O presente estudo teve como objetivo determinar o efeito do envelhecimento feito por dois métodos (ciclagem mecânica e ciclagem em autoclave) na resistência mecânica de materiais cerâmicos utilizados para a construção de PPFs, incluindo a Y-TZP. A ciclagem mecânica foi realizada por meio de um simulador dos ciclos mastigatórios. O ciclo de autoclave tem sido sugerido como um método de envelhecimento acelerado capaz de prever o comportamento mecânico da Y-TZP a 37°C (Deville; Gremillard; Chevalier et al., 2005; Chevalier, 2006). A comparação entre esses dois métodos de envelhecimento é importante para saber se ambos resultam em degradação semelhante da resistência dos materiais e se predizem de forma semelhante o seu comportamento na cavidade oral.

### 3 PROPOSIÇÃO

Os objetivos deste estudo foram os seguintes:

- 3.1 Realizar a análise microestrutural de três cerâmicas usadas para infraestruturas de PPFs (zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítrio, Y-TZP, alumina policristalina, AL, alumina infiltrada por vidro/reforçada por zircônia, ICZ) e duas porcelanas para recobrimento de infraestruturas cerâmicas (VM7 e VM9), e correlacionar com os resultados obtidos nos ensaios mecânicos. A hipótese a ser testada é a de que a microestrutura do material influencia o seu comportamento mecânico.
- 3.2 Avaliar o efeito de dois tipos de envelhecimento (ciclagem mecânica e ciclagem em autoclave) sobre a resistência à flexão desses materiais. A hipótese a ser testada é a de que ambos os envelhecimentos diminuem a resistência à flexão dos diferentes materiais.
- 3.3 Avaliar se a configuração do espécime de porcelana (discos versus barras) é capaz alterar o efeito da ciclagem mecânica sobre a resistência à flexão. A hipótese a ser testada é a de que a configuração do espécime não altera o efeito da ciclagem mecânica sobre a resistência dos materiais.

## 4 MATERIAL E MÉTODOS

### 4.1 MATERIAL

Foram estudadas cinco cerâmicas odontológicas, três para infraestruturas de próteses parciais fixas (PPF) totalmente cerâmicas, em forma de blocos para usinagem em sistema CAD-CAM e duas porcelanas recomendadas para o recobrimento dessas infraestruturas cerâmicas.

As cerâmicas para infraestrutura utilizadas foram: a) zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítrio - Vita In-Ceram 2000 YZ Cubes (YZ); b) alumina policristalina - Vita In-Ceram 2000 AL Cubes (AL) e c) alumina infiltrada por vidro/reforçada por zircônia - Vita In-Ceram Classic Zircônia Blanks (ICZ). As porcelanas para recobrimento utilizadas foram: a) VM7 e b) VM9. Todos os materiais foram produzidos por Vita-Zahnfabrik (Bad Säckingen, Alemanha).

### 4.2 CONFECÇÃO DOS ESPÉCIMES

Para avaliar o efeito de dois tipos de envelhecimento (ciclagem mecânica e ciclagem em autoclave) sobre a resistência à flexão desses materiais foram confeccionados espécimes em forma de barras. Para o grupo controle, sem envelhecimento, 30 barras foram confeccionadas de cada material e para cada

grupo experimental, ciclagem mecânica ou ciclagem em autoclave, 10 barras foram confeccionadas.

Para avaliar se a configuração do espécime foi capaz alterar o efeito da ciclagem mecânica sobre a resistência à flexão foram confeccionados espécimes em forma de disco das porcelanas VM7 e VM9. Para o grupo controle, sem envelhecimento, foram confeccionados 10 discos de cada material e para o grupo experimental (envelhecimento por ciclagem mecânica), 10 discos foram confeccionados também. Para a comparação discos versus barras, 10 barras foram confeccionadas para o grupo controle, enquanto que os resultados do grupo experimental de ciclagem mecânica das barras de porcelana foram diretamente utilizados na comparação com os resultados obtidos com os discos.

O Quadro 4.1 apresenta o resumo do delineamento experimental deste trabalho, no qual a quantidade de espécimes de cada grupo em cada experimento pode ser observada em função do material utilizado.

Experimento	Configuração do espécime	Grupo experimental	Material				
			Y-TZP	ICZ	AL	VM7	VM9
Efeito do tipo de envelhecimento sobre a resistência à flexão	Barra	Controle	30	30	30	30	30
		Ciclagem mecânica	10	10	10	10	10
		Ciclagem em autoclave	10	10	10	10	10
Efeito da configuração do espécime sobre a resistência à flexão após envelhecimento por ciclagem mecânica	Barra	Controle	-	-	-	10	10
		Ciclagem mecânica	-	-	-	10*	10*
	Disco	Controle	-	-	-	10	10
		Ciclagem mecânica	-	-	-	10	10

\* foram utilizados os resultados obtidos de 10 barras do grupo experimental (ciclagem mecânica) do experimento de avaliação do efeito do tipo de envelhecimento sobre a resistência à flexão

Quadro 4.1 - Resumo do delineamento experimental

#### 4.2.1 Espécimes em forma de barras

Foram confeccionadas 60 barras de 2 x 4 x 16 mm de cada material, sendo 30 barras para a obtenção da resistência à flexão (grupo controle), 10 barras para o envelhecimento por ciclagem mecânica (grupo experimental), 10 barras para o envelhecimento por ciclagem em autoclave e outras 10 barras para a obtenção da resistência à flexão (grupo controle) para a comparação com os dados dos espécimes em forma de discos.

#### 4.2.1.1 Cerâmicas de infraestrutura

As barras dos materiais YZ, AL e ICZ foram obtidas por meio do corte com disco diamantado (Série 15 LC, Buehler, Lake Buff, IL, EUA) de blocos pré-sinterizados. As dimensões de corte foram calculadas com o objetivo de extrair o maior número possível de espécimes de cada bloco, levando-se em conta a contração dos materiais durante sua sinterização (com exceção do ICZ, que não sofre contração), a perda de material para realizar cada corte (~0,3 mm) e a dimensão final desejada dos espécimes com sobrematerial para realizar o acabamento (usinagem e polimento). Sabendo que o material YZ contrai 20% e o material AL 15% durante a sinterização, as dimensões de corte para cada material utilizadas são apresentadas na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 - Dimensões (mm) dos espécimes de infraestrutura YZ, AL e ICZ em suas diferentes fases de preparação (notar a contração de sinterização da YZ de 20%, da AL de 15% e que o material ICZ não sofre contração)

<b>Material</b>	<b>Antes da sinterização</b>	<b>Após sinterização</b>	<b>Após usinagem</b>
<b>YZ</b>	4,0 x 6,6 x 20	3,2 x 5,2 x 16	2 x 4 x 16
<b>AL</b>	3,7 x 6,2 x 19	3,2 x 5,2 x 16	2 x 4 x 16
<b>ICZ</b>	3,2 x 5,2 x 16	3,2 x 5,2 x 16	2 x 4 x 16

O pino metálico do bloco cerâmico para encaixe no equipamento CAD-CAM foi descolado aquecendo-se o conjunto em uma chapa quente (CV200, Jung, Blumenau, Brasil) a temperatura de ~150°C por cerca de 20 minutos até a cola

derreter. O bloco cerâmico foi então fixado em um tubo de PVC com cera “pegajosa” e posicionado no porta-amostra de uma cortadeira (Isomet 1000, Buehler, Lake Buff, EUA) para a realização dos cortes a 275 rpm e 150 g de carga sob intensa refrigeração (Figura 4.1).

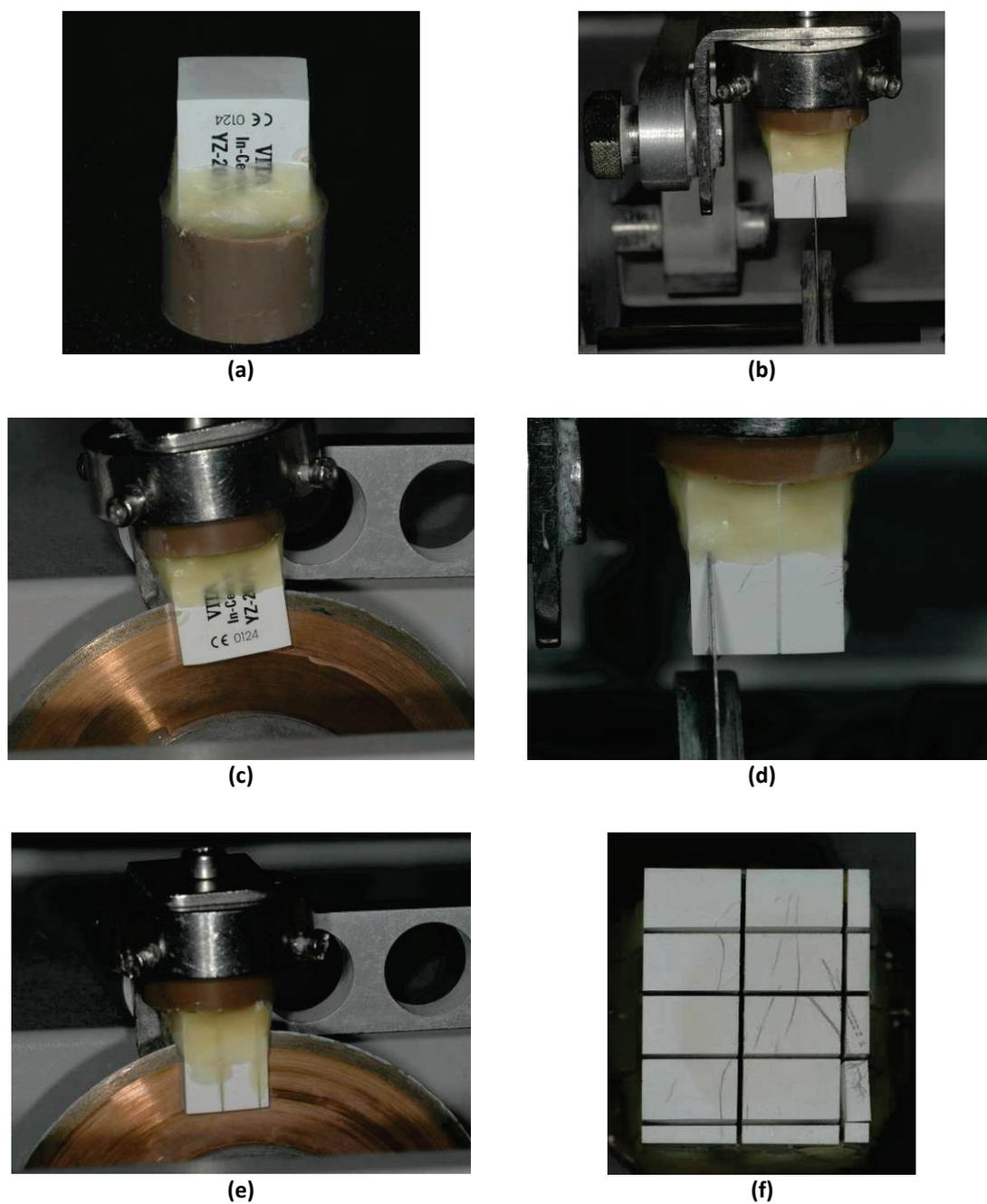


Figura 4.1 - Imagens do processo de corte dos espécimes: (a) bloco de YZ preso ao tubo de PVC com cera pegajosa; (b) primeiro corte; (c) vista lateral do primeiro corte; (d) segundo corte; (e) terceiro corte; (f) bloco com todos os cortes realizados

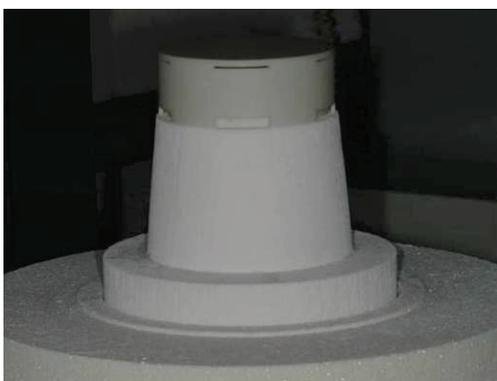
Os espécimes de YZ e AL foram sinterizados no forno Zyrcomat (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) em grupos de oito espécimes (Figura 4.2), enquanto que os de ICZ foram infiltrados com um vidro específico do sistema (Zircônia Glass Powder, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) em grupos de três espécimes. Para a infiltração do vidro no ICZ, 40% da massa da barra de pó de vidro foi misturado à água destilada formando uma pasta e então aplicada sobre a superfície de 4 mm das barras e levada ao forno Inceramat 3 (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) para a realização do ciclo de infiltração (Figura 4.3). O excesso de vidro após a infiltração foi removido com auxílio de pontas montadas em um motor elétrico. Os ciclos de sinterização da YZ e AL e o ciclo de infiltração do vidro no ICZ estão apresentados na Tabela 4.2.



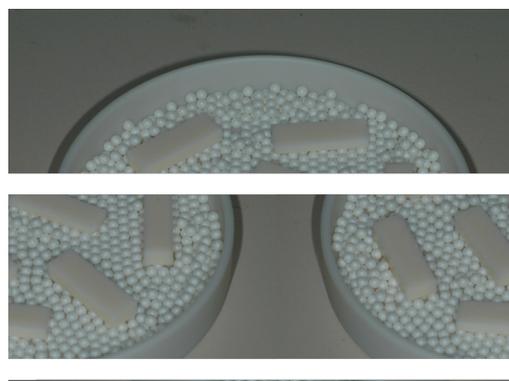
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 4.2 - Imagens do processo de sinterização dos espécimes YZ e AL: (a) barras de AL cortadas a partir do bloco pré-sinterizado e colocadas dentro de uma caixa com bolas de zircônia; (b) caixa com espécimes sobre a base de refratário do forno Zyrcomat; (c) caixa fechada sobre a base do forno antes do início do ciclo de queima; (d) espécimes de AL recém-sinterizados

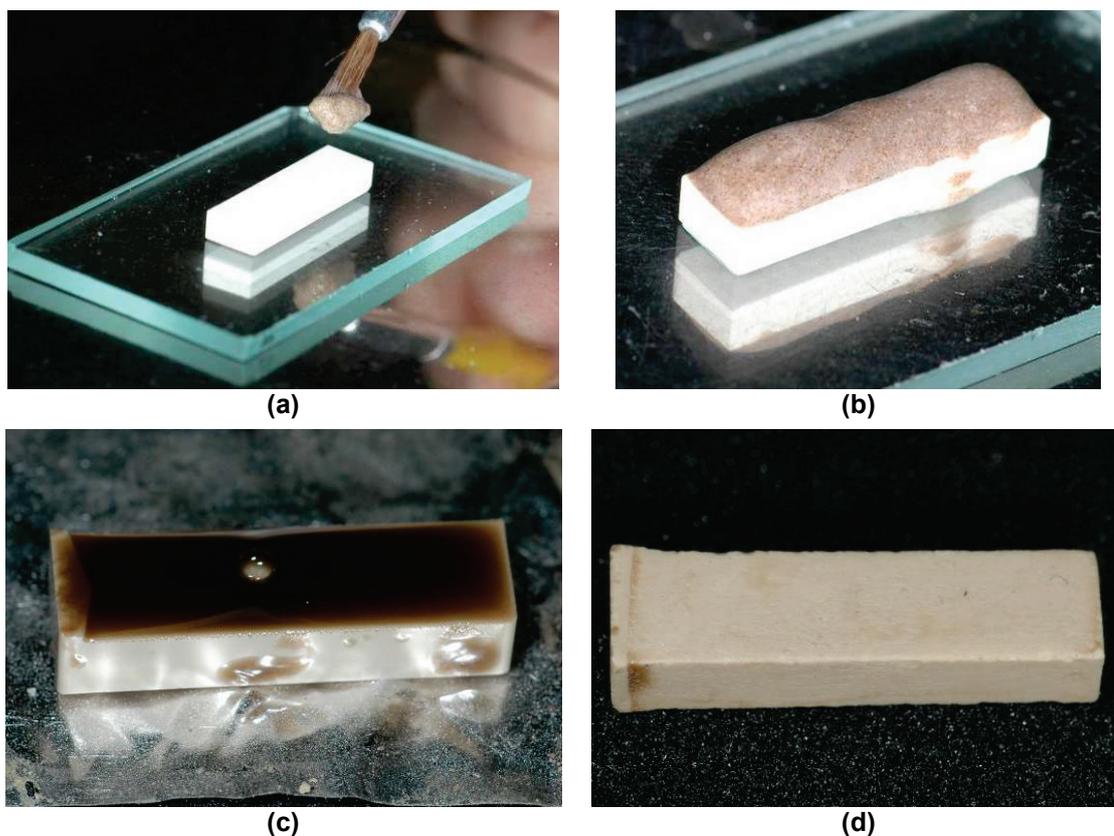


Figura 4.3 - Imagens do processo de infiltração dos espécimes ICZ: (a) barras de ICZ no momento da aplicação da pasta de vidro; (b) pasta de vidro aplicada sobre a superfície do espécime; (c) aspecto da barra logo após o ciclo de infiltração do vidro; (d) aspecto do espécime logo após a remoção do vidro com pontas montadas

Tabela 4.2 - Ciclos de sinterização dos materiais YZ e AL e infiltração de vidro do ICZ

	YZ e AL	ICZ (infiltração do vidro)
Temperatura 1 (°C)	-	200
Temperatura 2 (°C)	1530	1110
Tempo de queima na temperatura 1 (horas)	-	0,5
Tempo de queima na temperatura 2 (horas)	2	6
Taxa de aquecimento (°C/min.)	25	-
Tempo de resfriamento 1 (horas)	7,5	~3

#### 4.2.1.2 *Porcelanas de recobrimento*

Os espécimes de porcelana foram produzidos pela mistura de pó de porcelana e água destilada em um béquer de vidro resultando em uma suspensão. Em seguida, uma matriz de aço foi preenchida, vertendo-se a suspensão no seu interior com vibração. O excesso de água da camada foi removido com um papel absorvente e o excesso da pasta foi removido com uma lâmina de vidro para a obtenção do corpo verde (Figura 4.4). O corpo verde, depois de extraído da matriz, foi colocado sobre uma base refratária e inserido no forno Keramat I (Knebel, Porto Alegre, RS, Brasil), onde foi realizada a sinterização de acordo com os ciclos propostos pelo fabricante (Tabela 4.3). As porcelanas foram sinterizadas em grupos de três por ciclo. O corpo verde foi confeccionado nas dimensões de ~4,0 x 6,6 x 20 mm, estimando uma contração de sinterização de ~16% para a obtenção de barras de 3,3 x 5,5 x 16,8 mm com sobrematerial suficiente para a realização da usinagem e polimento resultando em uma barra com as medidas finais de 2 x 4 x 16 mm (Tabela 4.4).

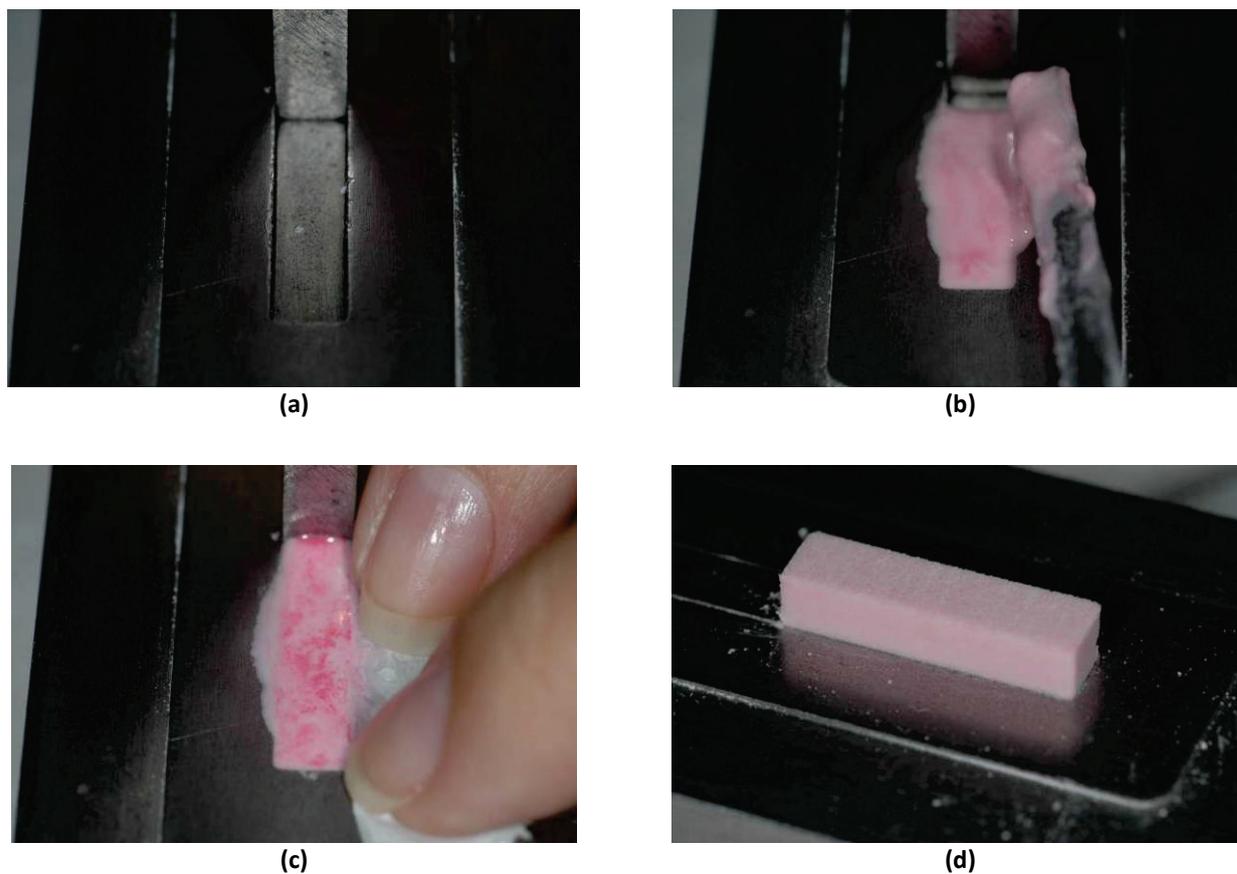


Figura 4.4 - (a) matriz de WC utilizada para confecção do corpo verde; (b) suspensão de porcelana sendo aplicada na cavidade do molde com vibração; (c) remoção dos excessos de água com papel absorvente e (d) espécime recém-extraído da matriz

Tabela 4.3 - Ciclos de sinterização das porcelanas de recobrimento VM7 e VM9 recomendados pelo fabricante

Porcelana	VM7 e VM9
Tempo de secagem 1 (min.)	6
Vácuo (mmHg)	29
Temperatura inicial (°C)	500
Temperatura máxima (°C)	910
Temperatura de desligamento do vácuo (°C)	910
Tempo de queima sem vácuo	1
Taxa de aquecimento (°C/min.)	55
Tempo de resfriamento 1 (min.)	3
Tempo de resfriamento 2 (min.)	3

Tabela 4.4 - Dimensões (mm) dos espécimes de porcelana, VM7 e VM9, em suas diferentes fases de preparação (notar a contração de sinterização de ~16%)

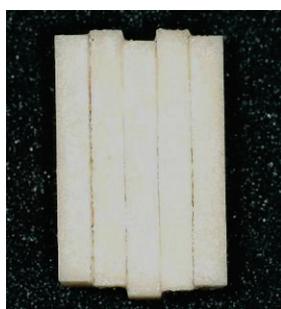
<b>Material</b>	<b>Antes da sinterização</b>	<b>Após sinterização</b>	<b>Após usinagem</b>
<b>VM7</b>	4,0 x 6,6 x 20	3,3 x 5,5 x 16,8	2 x 4 x 16
<b>VM9</b>	4,0 x 6,6 x 20	3,3 x 5,5 x 16,8	2 x 4 x 16

#### 4.2.1.3 Acabamento (usinagem e polimento)

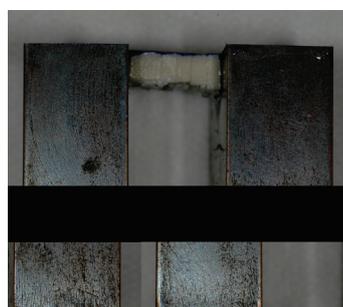
Após a sinterização da AL, YZ, VM7 e VM9 e da infiltração de vidro no ICZ, todos os espécimes tiveram suas faces mais largas usinadas em uma retificadora plana MSG-600 (Mitutoyo, São Paulo, Brasil) em três etapas: a primeira com rebolo grosso (K-plus 1313 nyb; 5540533/01; D151075, Winter) e avanço vertical de 0,020 mm por passe; a segunda com rebolo médio (K-plus 1313 nyb; 5540464/01; D46075, Winter) e avanço vertical de 0,010 mm por passe; e a terceira com rebolo fino (K-plus 888 nyb; 5540534/01; D15c C75, Winter) e avanço vertical de 0,002 mm por passe, sendo que o desbaste mínimo realizado em cada rebolo foi de 0,060 mm por face, tendo como base as especificações descritas na norma ASTM C1161-02 (2002).

Em seguida, para realizar a usinagem do lado mais estreito, 5 espécimes foram colados com cola de cianoacrilato (Loctite Super Bonder, Henkel, Itapevi, Brasil) lado a lado, colocando em contato as suas faces mais largas (Figura 4.5a). Em seguida, duas barras de aço foram coladas ao conjunto de espécimes, como demonstrado na Figura 4.5b-d. Essas barras metálicas foram especialmente usinadas de forma que possuíam perpendicularidade entre todas as faces

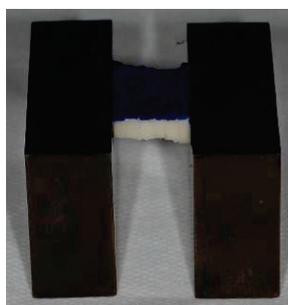
adjacentes. O conjunto “barras metálicas/espécimes” foi então levado à retificadora plana para usinagem do primeiro lado mais estreito dos espécimes tendo como guia as barras metálicas e resultando na retificação deste lado a  $90^\circ$  com os lados adjacentes. Por fim, foi realizada a usinagem do último lado estreito do espécime, paralelamente ao lado oposto, já retificado a  $90^\circ$ .



(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 4.5 - Imagens da montagem dos espécimes para usinagem em retificadora: (a) 5 barras de AL coladas lado a lado; (b) vista lateral do conjunto de barras colado nas barras metálicas que garantem o perpendicularismo entre faces adjacentes; (c) vista oblíqua do conjunto; (d) vista superior

O processo de usinagem foi realizado para obter barras com as dimensões desejadas (Tabela 4.1 e Tabela 4.4), faces opostas paralelas entre si, e faces adjacentes perpendiculares entre si, sendo realizado sempre paralelamente ao longo do maior eixo do espécime. A usinagem foi realizada cuidadosamente para se evitar ou minimizar a geração de defeitos nos espécimes e a criação de tensões residuais superficiais. Todo o processo de usinagem foi feito sob intensa refrigeração com uma solução de água deionizada e óleo solúvel.

Após a usinagem a face solicitada em tração durante o ensaio de flexão foi polida em uma politriz semi-automática Ecomet 4 (Buehler, Lake Buff, IL, EUA) utilizando-se de pratos de polimento: METLAP 10 (Buehler, Lake Buff, IL, EUA); panos de polimento: Ultrapad, Chemomet e Texmet Perforated (Buehler, Lake Buff, IL, EUA) e suspensões de diamante de granulações variando de 45  $\mu\text{m}$  até 3  $\mu\text{m}$  (Buehler, Lake Buff, IL, EUA ou Extec Corp., Enfield, CT, EUA). Para passar de uma etapa do polimento para a próxima, sempre de uma granulometria maior para uma menor, os espécimes foram observados em microscópio óptico (DMRXE, Leica, Alemanha) e, a partir do julgamento feito quanto à lisura da superfície, a etapa foi repetida ou não. Após o polimento, os quatro cantos de todos os espécimes foram chanfrados utilizando-se um dispositivo para quebra de canto (Figura 4.6) em uma lixa d'água de granulação 600, lubrificada com água, o que padronizava o desgaste da largura do chanfro em 0,1 mm, como preconiza a norma ISO 6872 (2008). A Figura 4.7 mostra imagens de espécimes de YZ e AL em suas diferentes fases de preparação, desde o corte até a quebra de cantos.

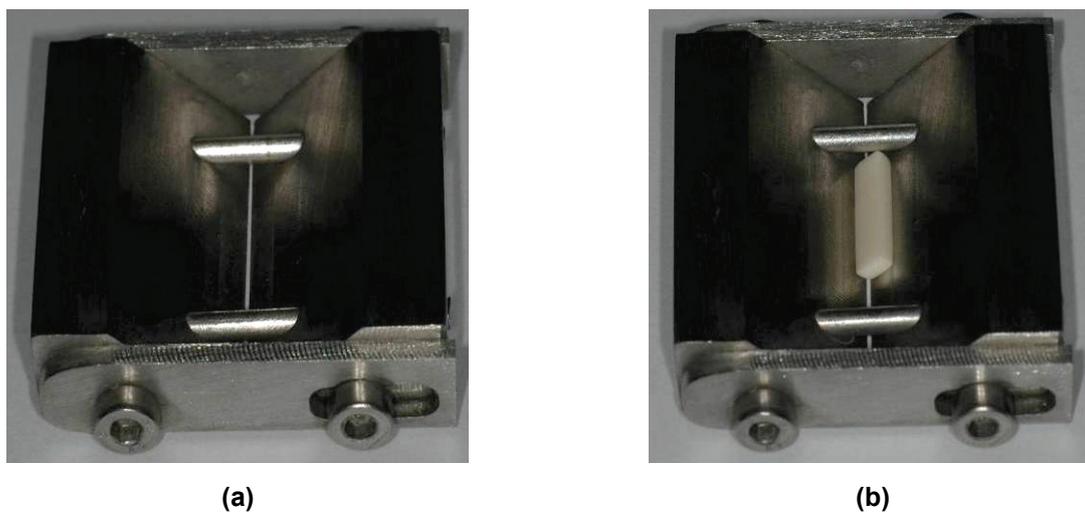


Figura 4.6 - (a) dispositivo para quebra de canto das barras de cerâmica. (b) espécime posicionado dentro do dispositivo para quebra de canto

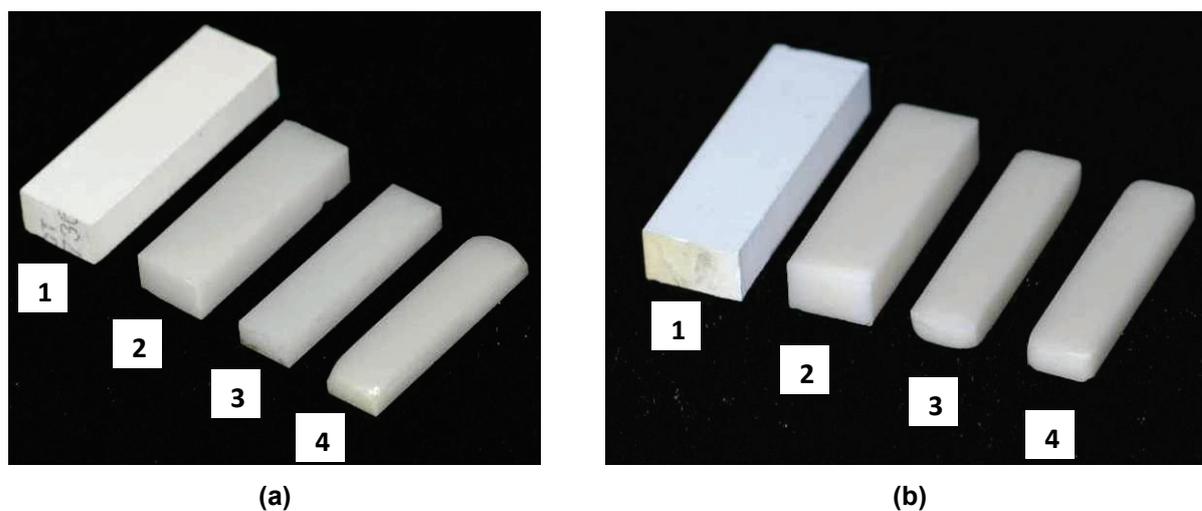


Figura 4.7 - Espécimes em forma de barra de YZ (a) e AL (b): (1) antes de sinterizar; (2) após sinterização; (3) após usinagem; (4) após polimento de uma das faces e quebra de cantos

#### 4.2.2 Espécimes em forma de discos

Foram confeccionados 20 discos de 2 mm de espessura por 12 mm de diâmetro das porcelanas VM7 e VM9, sendo 10 discos para a obtenção da resistência à flexão (grupo controle) e 10 discos para o envelhecimento por ciclagem mecânica (grupo experimental). Esses espécimes foram confeccionados para a realização da comparação com os espécimes em forma de barras.

Da mesma forma que para as barras, uma suspensão preparada com pó de porcelana e água destilada foi aplicada em uma matriz de carbetto de tungstênio (WC) sob vibração e o excesso de água foi removido com papel absorvente (Figura 4.8). Após a extração da matriz, o corpo verde foi sinterizado no forno Keramat I (Knebel, Porto Alegre, RS, Brasil) seguindo o ciclo recomendado pelo fabricante, em grupos de três espécimes (Tabela 4.3). O corpo verde foi confeccionado nas dimensões de 3 mm de espessura por 14 mm de diâmetro, estimando uma contração de sinterização de ~16% para a obtenção de um disco de 2,5 mm de espessura e 12 mm de diâmetro após a sinterização, com sobrematerial que possibilitasse realizar o acabamento (retificação e polimento) (Figura 4.8). Os discos já sinterizados tiveram seus dois lados retificados e um lado polido em uma politriz semi-automática Ecomet 4 (Buehler, Lake Buff, IL, EUA) até a espessura de 2 mm, da mesma forma que as barras.

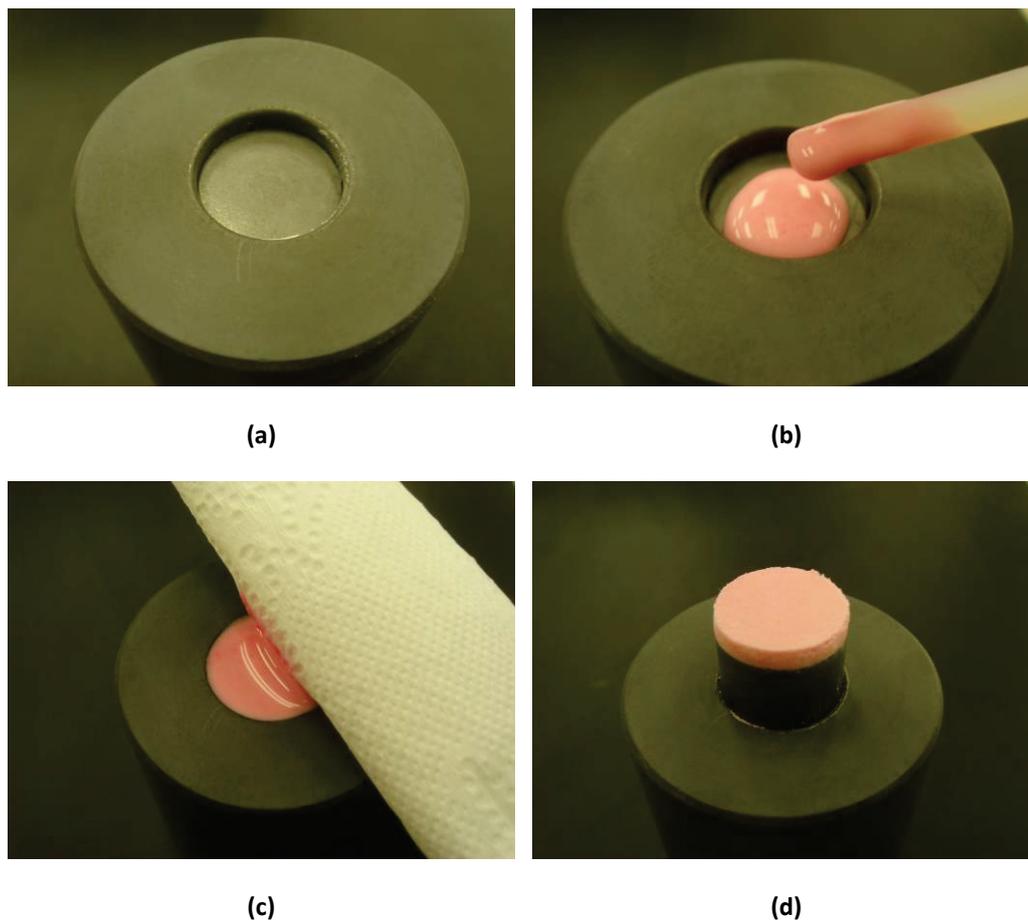


Figura 4.8 - (a) matriz de WC utilizada para confecção do corpo verde; (b) suspensão de porcelana sendo aplicada na cavidade do molde com vibração; (c) remoção dos excessos de água com papel absorvente; (d) espécime recém-extraído da matriz

### 4.3 ANÁLISE MICROESTRUTURAL DOS MATERIAIS

#### 4.3.1 Densidade

A densidade aparente foi determinada por meio do método de Arquimedes. Foram medidas, em uma balança analítica (H35AR, Mettler, Zurique, Suíça), as massas de espécimes (em forma de barras, n=10) secos e imersos em um béquer com água destilada. A densidade do espécime  $\rho$  foi calculada de acordo com a seguinte fórmula:

$$\rho = \frac{m_{ar}}{m_{ar} - m_{\acute{a}gua}} \cdot \rho_{\acute{a}gua} \quad \text{Equação 1}$$

onde  $m_{ar}$  e  $m_{\acute{a}gua}$  são as massas do espécime medidas no ar e imerso em água, respectivamente, e  $\rho_{\acute{a}gua}$  é a densidade da água na temperatura em que as medidas foram realizadas (essa temperatura foi aferida com um termômetro).

### 4.3.2 Constantes elásticas

As constantes elásticas dos espécimes de todos os materiais foram determinadas pelo método do pulso-eco ultrassônico, que se baseia na velocidade de propagação da onda no material. Utilizou-se um aparelho emissor-receptor de pulso ultrassônico (*pulser-receiver*, 5900 PR, Panametrics, Billerica, EUA) de 200 MHz, capaz de emitir e captar pulsos ultrassônicos com o auxílio de um transdutor. Foram utilizados um transdutor de onda longitudinal (V208-RM, Panametrics, Billerica, EUA) e um transdutor de onda transversal (V222-BB-RM, Panametrics, Billerica, EUA), ambos de 20 MHz. Para realização das medições foi necessária a utilização de um acoplante (Couplant SWC, Panametrics, Billerica, EUA) entre a amostra e o transdutor. O tempo de vôo do pulso ultrassônico foi determinado em um osciloscópio (TDS 1002, Tektronix, Beaverton, EUA), medindo-se o período entre os dois primeiros picos de reflexão. Neste caso a distância de vôo do pulso foi duas vezes a espessura do corpo. As velocidades longitudinal e transversal do pulso ultrassônico foram determinadas por:

$$V_T = 2.b/t_T \quad \text{Equação 2}$$

$$V_L = 2.b/t_L \quad \text{Equação 3}$$

onde,  $V$  é a velocidade,  $b$  é a espessura da amostra e  $t$  é o tempo de vôo do pulso ultrassônico. Os subscritos  $T$  e  $L$  referem-se às ondas transversal e longitudinal, respectivamente.

A partir das velocidades  $V_L$  e  $V_T$  e da densidade  $\rho$  da amostra, calcularam-se o módulo de Young,  $E$ , e o coeficiente de Poisson,  $\nu$ , através das seguintes equações:

$$E = \rho \cdot \left( \frac{3 \cdot V_T^2 \cdot V_L^2 - 4 \cdot V_T^4}{V_L^2 - V_T^2} \right) \quad \text{Equação 4}$$

$$\nu = 0,5 \cdot \frac{V_L^2 - 2 \cdot V_T^2}{V_L^2 - V_T^2} \quad \text{Equação 5}$$

Por este método foram analisados 10 espécimes de cada material em forma de barras. Os transdutores foram apoiados sobre a face de 4 mm de largura e as medições dos tempos de vôo foram realizadas com a propagação ao longo da espessura nominal de 2,0 mm. A espessura de cada amostra foi medida com um paquímetro digital (Mitutoyo, Kawasaki, Japão).

### 4.3.3 Microscopia e espectroscopia por dispersão de energia (EDS)

Os espécimes foram analisados em microscópio óptico, MO (DMRXE, Leica, Wetzlar, Alemanha), e em microscópio eletrônico de varredura, MEV (JSM 6300, Jeol, Peabody, EUA), acoplado com um espectrômetro por dispersão de energia (EDS Noran Instruments, Middletown, EUA) para realização de análise química dos microconstituintes.

Os tamanhos dos poros foram aferidos para os todos os materiais (após sinterização) por meio de dez imagens obtidas no microscópio óptico das superfícies polidas. Para a determinação do tamanho dos grãos nos materiais de infraestrutura (YZ, AL e ICZ), foram obtidas dez imagens no MEV das superfícies polidas após ataque térmico (1470°C por 30 min. ao ar) em forno elétrico (FD44, Yamato, Tóquio, Japão) para revelar os limites intergranulares. Para determinar a fração volumétrica de leucita na porcelana VM9, dez imagens foram obtidas da superfície polida após condicionamento com ácido hidrófluorídrico a 2% por 15 segundos (a porcelana VM7 não contém partículas de segunda fase). Inicialmente, os poros, grãos e partículas de leucita foram delimitados manualmente em um programa para tratamento de imagens (Photoshop 7.0, Adobe, EUA). Em seguida, as imagens replicadas foram levadas a um programa analisador de imagem (Image J, EUA) para quantificação do tamanho e fração volumétrica. Os valores de tamanhos de grãos, partículas e poros utilizados neste trabalho equivalem ao diâmetro de Feret, ou seja, o comprimento do eixo que liga os pontos mais afastados do perímetro analisado. A análise de EDS foi feita com baixo aumento para análise de uma região geral dos materiais, e com maiores aumentos, para análise das fases individuais.

#### 4.4 ENSAIOS MECÂNICOS

Uma máquina de ensaios universal (Syntech 5G, MTS, Eden Prairie, EUA) foi utilizada. Os ensaios foram realizados com taxa de tensão de carregamento de 1 MPa/s, mantida por um programa de controle de velocidade de carregamento (TestWorks 4 Advanced Rate Control Option, MTS, Eden Prairie, EUA).

Durante os ensaios de resistência à flexão os espécimes ficavam submersos em saliva artificial a uma temperatura de 37°C. A saliva artificial foi produzida com a seguinte composição: 100 mL de  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  (2,5 mM); 100 mL de  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  (2,4 mM); 100 mL de  $\text{KHCO}_3$  (1,50 mM); 100 mL de  $\text{NaCl}$  (1,0 mM); 100 mL de  $\text{MgCl}_2$  (0,15 mM); 100 mL de  $\text{CaCl}_2$  (1,5 mM); e 6 mL de Ácido Cítrico (0,002 mM).

#### 4.4.1 Resistência à flexão uniaxial em 3 pontos (espécimes em forma de barra)

Conforme a norma ISO 6872 (2008), o ensaio de resistência à flexão dos espécimes configurados em barras foi realizado com um dispositivo de ensaio de flexão em três pontos com apoios cilíndricos de 2,0 mm de diâmetro e distância entre estes de 12,0 mm (Figura 4.9). Os valores de resistência à flexão ( $\sigma_f$  em MPa) para as barras foram determinados de acordo com a seguinte fórmula:

$$\sigma_f = \frac{3Pl}{2wb^2} \quad \text{Equação 6}$$

onde, P é a carga de fratura, l é a distância entre os apoios, w é a largura do espécime, e b é a sua espessura.

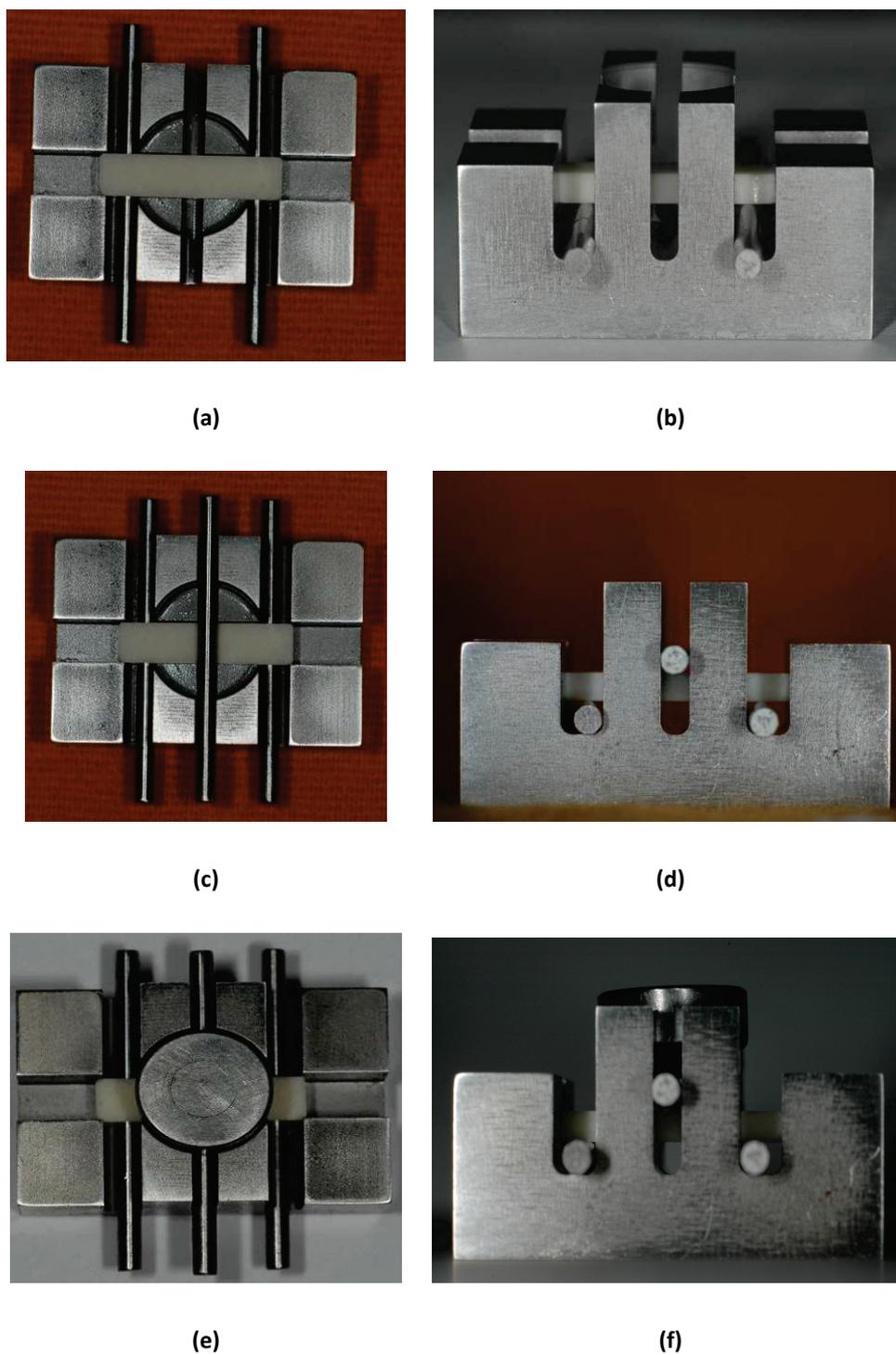


Figura 4.9 - Dispositivo para ensaio de resistência à flexão em três pontos. (a) e (b): vistas superior e lateral do espécime colocado sobre os dois cilindros inferiores; (c) e (d): vistas superior e lateral do espécime posicionado com o cilindro superior sobre ele. (e) e (f): vistas superior e lateral do espécime posicionado dentro do dispositivo pronto para ser ensaiado na máquina de ensaios universal

#### 4.4.2 Resistência à flexão biaxial (espécimes em forma de disco)

Conforme a norma ASTM F 394-78 (1996), o ensaio de resistência à flexão dos espécimes configurados em discos foi realizado com um dispositivo de ensaio de flexão biaxial do tipo pistão sobre três bolas (*piston on three balls*), com diâmetro de pistão de 1,8 mm, raio do círculo formado pelas esferas de 4 mm e diâmetro das esferas de 0,6 mm (Figura 4.10). Os valores de resistência à flexão ( $\sigma_f$  em MPa) para os discos foram determinados de acordo com a seguinte fórmula

$$\sigma_f = -0,2387F(X - Y)/w^2 \quad \text{Equação 7}$$

onde  $\sigma_f$  é a resistência à flexão biaxial,  $F$  é a carga no momento da fratura,  $w$  é a espessura do espécime e  $X$  e  $Y$  foram determinados pelas seguintes equações:

$$X = (1 + \nu)\ln(B/C)^2 + [(1 - \nu)/2](B/C)^2 \quad \text{Equação 8}$$

$$Y = (1 + \nu)[1 + \ln(A/C)^2] + (1 - \nu)(A/C)^2 \quad \text{Equação 9}$$

onde  $\nu$  é o coeficiente de Poisson,  $A$  é o raio do círculo formado pelas esferas de apoio (4 mm),  $B$  é o raio da ponta do pistão (1,8 mm) e  $C$  é o raio do espécime (~6 mm).

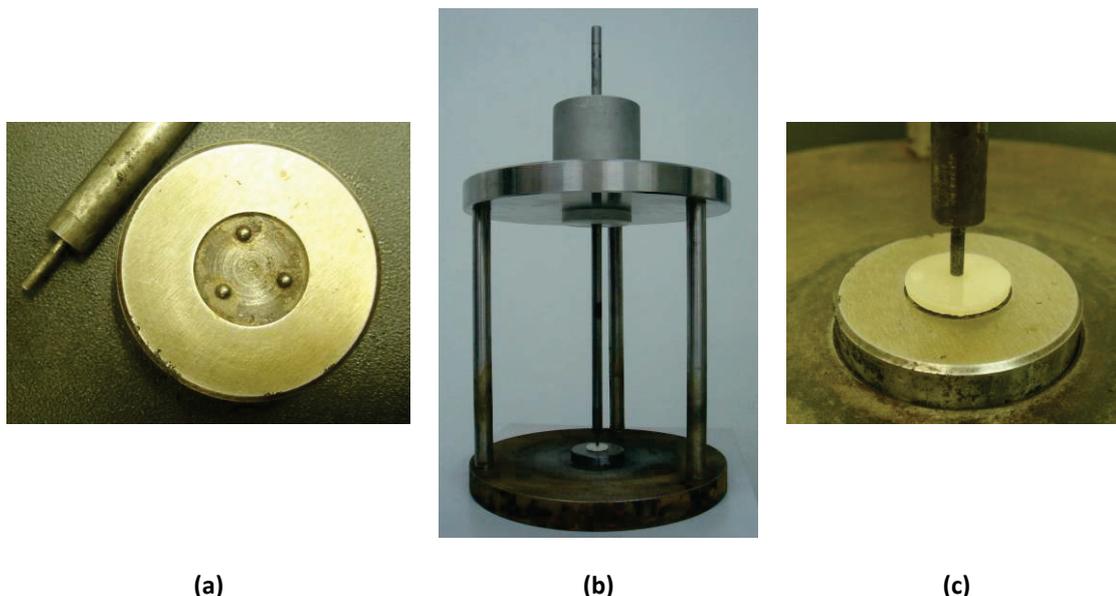


Figura 4.10 - (a) Base mostrando as três esferas formando um círculo de 8 mm de diâmetro separadas 120° e o pistão com diâmetro de 1,7 mm; (b) dispositivo de flexão biaxial do tipo pistão sobre três esferas; (c) vista do espécime posicionado para ensaio no dispositivo

#### 4.4.3 Ensaio de envelhecimento (ciclagem mecânica e ciclagem em autoclave)

O ensaio de envelhecimento por ciclagem mecânica foi realizado com todos os materiais com o espécime configurado em barra e apenas com as porcelanas VM7 e VM9 também foi realizado com o espécime configurado em disco. Dessa forma, a configuração do espécime, barra ou disco, e o tipo de ensaio de resistência à flexão, três pontos ou biaxial, puderam ser comparados.

A resistência à flexão para o ensaio de envelhecimento foi determinada em duas diferentes condições:

a) controle: no qual os espécimes não passaram pela ciclagem mecânica e

b) após ciclagem mecânica: no qual os espécimes foram envelhecidos em um simulador de ciclos mastigatórios imersos em saliva artificial. O simulador utilizado foi composto por 10 cilindros pneumáticos alinhados e montados sobre um chassi de aço e ligados a uma rede de ar (Figura 4.11). A pressão do ar, a velocidade de impulsão dos cilindros e sua frequência foram controladas por uma caixa de comando, que ao acionar o sistema, moveu os pistões localizados na parte interna desses cilindros, comprimindo os espécimes com força controlada. A força foi dependente da pressão utilizada. Neste trabalho, os espécimes foram ciclados mecanicamente utilizando-se a mesma configuração do teste de resistência a flexão uniaxial a que foram submetidos posteriormente (flexão em 3 pontos) ou numa configuração semelhante à do teste de resistência a flexão biaxial (pistão sobre três bolas) no qual o pistão foi substituído por uma esfera de aço com 3 mm de raio. A Figura 4.12 mostra o dispositivo utilizado para a ciclagem das barras e a Figura 4.13 mostra o dispositivo utilizado para a ciclagem dos discos. Os dispositivos foram acoplados à máquina sendo que, sob cada dispositivo foi colocado um cilindro de silicone para absorver o impacto da ciclagem. Desta forma, o pistão superior ficava sempre encostado no espécime, permitindo que a ciclagem fosse realizada sem impacto. A Figura 4.11 mostra as barras sendo cicladas imersas em saliva artificial. A carga e o número de ciclos utilizados variaram para conforme o material. Espécimes de cerâmica de infraestrutura (YZ, AL e ICZ) foram ciclados com carga de 80 N por  $10^5$  ciclos. Os espécimes de porcelana foram ciclados com carga de 45 N por  $10^4$  ciclos. A frequência utilizada foi sempre de 2,0 Hz, sendo que em cada ciclo a carga variou de 0 até a carga máxima em 0,25 segundos, retornando a 0 nos próximos 0,25 segundos. Dessa forma, a cada segundo dois ciclos completos foram realizados.

c) após ciclagem em autoclave: os espécimes foram submetidos a um procedimento de envelhecimento acelerado com vapor a 134°C sob pressão de 2,2 kgf/cm<sup>2</sup> por 5 horas (correspondendo a cerca de 21 anos a 37°C no organismo (Chevalier, 2006)) em uma autoclave (Phoenix AB 25, São Carlos, Brasil). Devido à limitação da autoclave, foram realizados cinco ciclos de 1 h para totalizar as 5 h.

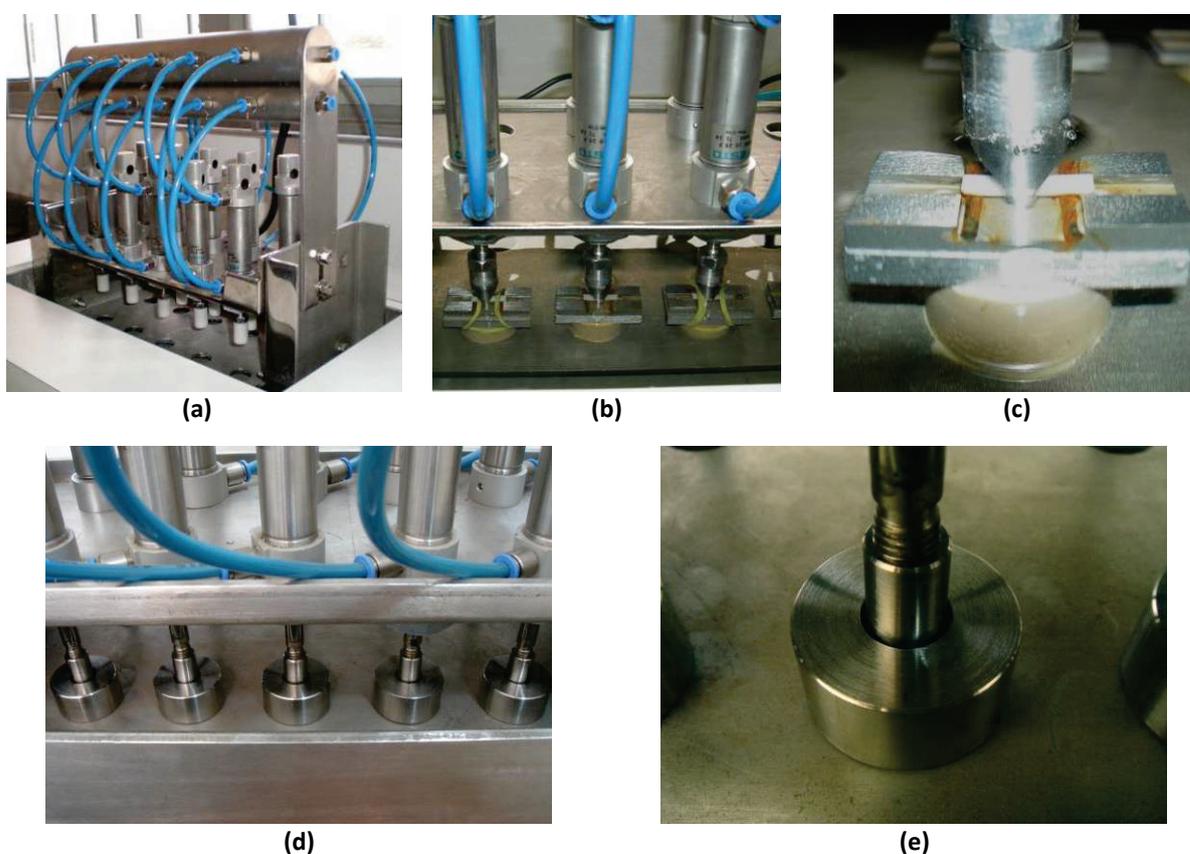


Figura 4.11 - Simulador de ciclos mastigatórios: (a) vista geral da máquina; (b) dispositivos de flexão em três pontos com espécimes configurados em barras sendo ciclados imersos em saliva artificial; (c) detalhe de um espécime configurado em barra sendo ciclado; (d) dispositivos de flexão biaxial com espécimes configurados em discos sendo ciclados imersos em saliva artificial; (e) detalhe de um espécime configurado em disco sendo ciclado

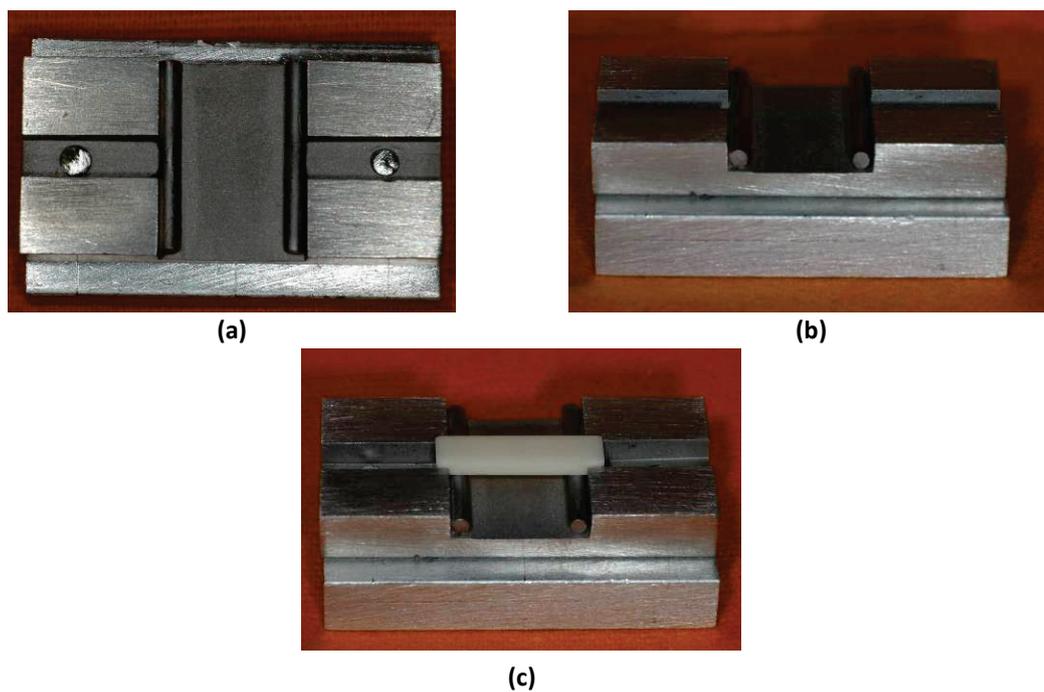


Figura 4.12 - Dispositivo para ciclagem mecânica das barras. (a) vista superior; (b) vista inclinada; (c) vista inclinada com espécime posicionado

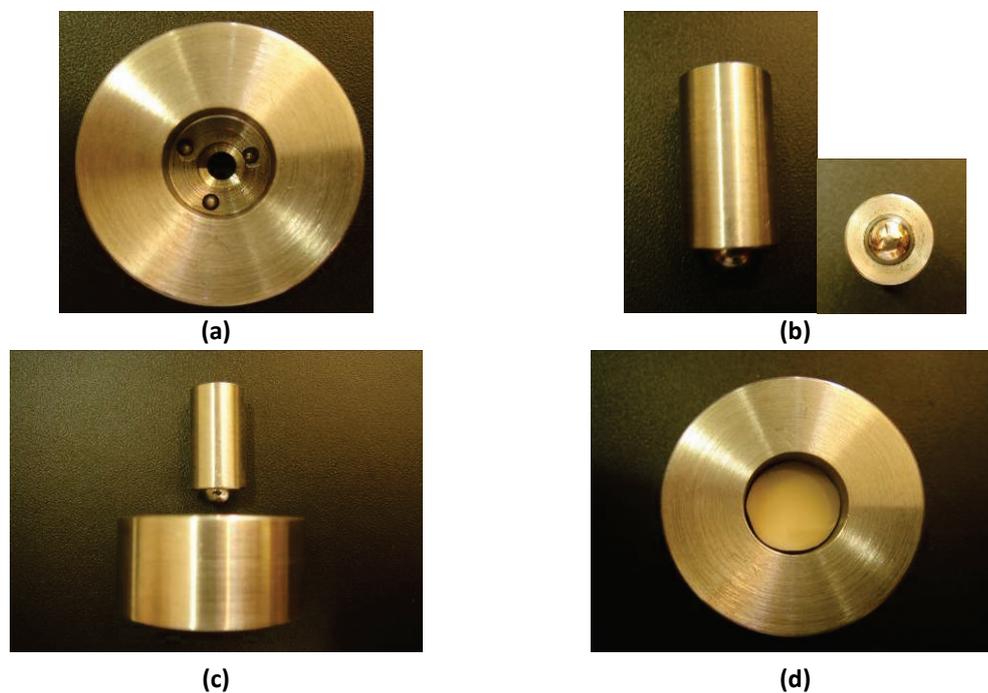


Figura 4.13 - Dispositivo para ciclagem mecânica dos discos. (a) vista superior da base; (b) detalhe do pistão com esfera de 6 mm de diâmetro; (c) vista lateral do conjunto base/pistão; (d) vista superior com espécime posicionado

Posteriormente ao envelhecimento, por ciclagem mecânica ou por ciclagem em autoclave, os espécimes foram ensaiados e obtidos os valores de resistência à flexão conforme descrito nos itens 4.4.1 e 4.4.2.

#### **4.4.4 Análise fractográfica**

A análise fractográfica de todas as amostras ensaiadas (barras e discos) foi realizada em estereomicroscópio (CCD, Olympus, Center Valley, EUA) para identificação dos padrões de fratura.

#### **4.5 ANÁLISE ESTATÍSTICA**

Foram analisados por meio de análise de variâncias (ANOVA) os seguintes resultados: densidade, módulo de elasticidade, coeficiente de Poisson, tamanhos (de grão, partículas e poros), fração volumétrica (de partículas e poros), todos os valores de resistência à flexão média (em função da configuração do espécime e das ciclagens). Os contrastes entre médias foram feitos com o teste de Tukey com nível global de significância de 5%.

## 5 RESULTADOS

### 5.1 CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS

A Tabela 5.1 apresenta os resultados referentes à caracterização dos cinco materiais estudados. Com relação à densidade, houve diferenças estatísticas entre as médias de todos os materiais, sendo que YZ apresentou a maior densidade, seguido por ICZ, AL, VM9 e VM7 em ordem decrescente. Com relação ao módulo de elasticidade ( $E$ ), nota-se pela Tabela 5.1 que a AL apresentou rigidez significativamente maior do que os outros materiais, seguido por ICZ e YZ em ordem decrescente. As duas porcelanas (VM7 e VM9) apresentaram valores de módulo de elasticidade estatisticamente semelhantes, porém as médias foram de ~3 a 6 vezes menores do que os valores dos outros materiais. Com relação ao coeficiente de Poisson ( $\nu$ ), nota-se que a cerâmica YZ obteve uma média significativamente maior do que as dos outros materiais, e que os materiais AL e ICZ obtiveram valores intermediários. As duas porcelanas obtiveram os menores valores de  $\nu$ .

A análise em microscópio eletrônico de varredura (Figura 5.1) e a espectroscopia por dispersão de energia (Figura 5.2) mostraram que o material YZ é constituído de grãos de zircônia com tamanho média de  $0,7 \mu\text{m}$  (Tabela 5.1). Já o material AL é constituído por grãos de alumina (Figura 5.1 e Figura 5.2) com um tamanho médio maior ( $2,3 \mu\text{m}$ , Tabela 5.1). O compósito ICZ apresentou microestrutura constituída de dois tipos de partículas (alumina e zircônia) envoltas por um vidro que foi infiltrado no material. Na imagem da Figura 5.1 nota-se que as partículas mais escuras são de alumina, as mais claras são de zircônia, e as partes

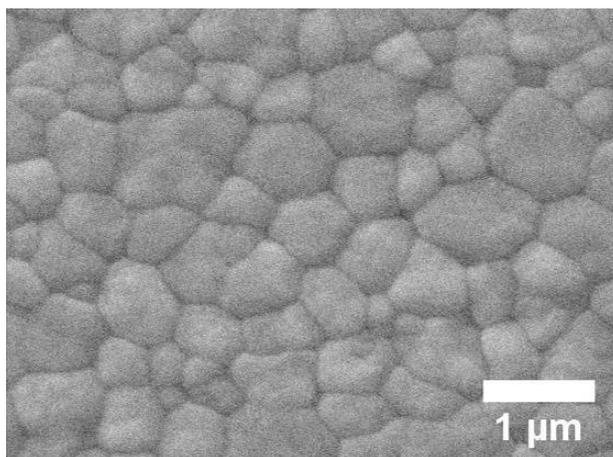
acinzentadas representam o vidro à base de lantânio, o que pode ser confirmado pelo EDS da Figura 5.3. As frações volumétricas de alumina e zircônia determinadas no analisador de imagens foram, respectivamente, 46,0 e 20,2%. Já os tamanhos médios de partícula foram de 2,5 e 1,3  $\mu\text{m}$  para alumina e zircônia, respectivamente. A porcelana VM7 não apresentou partículas de segunda fase, como pode ser notado na Tabela 5.1. Este material somente apresentou áreas delimitadas na imagem da superfície polida e levemente atacada com ácido fluorídrico que provavelmente correspondem a vidros com diferentes composições. O vidro do qual a porcelana VM7 é constituída contém silício, alumínio, potássio, sódio e cálcio de acordo com a análise de EDS (Figura 5.4). A porcelana VM9 apresentou microestrutura constituída de uma matriz vítrea com partículas de leucita dispersas em seu interior Tabela 5.1. Essas partículas se apresentaram heterogeneamente distribuídas ao longo da matriz de vidro, formando aglomerados que apresentaram algumas trincas ao seu redor. Essas trincas se formaram durante o resfriamento do material após o ciclo de sinterização, como consequência da diferença entre os coeficientes de expansão térmica linear da leucita e da matriz vítrea. O analisador de imagens mostrou que a fração volumétrica de leucita da VM9 foi de 4,6% e o tamanho médio das partículas foi de 1,4  $\mu\text{m}$  (Tabela 5.1). De acordo com a análise por EDS (Figura 5.5), os mesmos constituintes foram encontrados tanto na matriz vítrea quanto nas partículas de leucita da VM9, sendo eles silício, alumínio, potássio, sódio e cálcio.

Em relação à porosidade (Tabela 5.1, Figura 5.6 e 5.7), o material ICZ foi o que apresentou a maior fração volumétrica de poros (5,4%). As duas porcelanas apresentaram frações de poros intermediárias, ao redor de 2,6%, e significativamente maiores que as frações encontradas para os materiais YZ e AL, os quais apresentaram frações de poros muito pequenas e estatisticamente

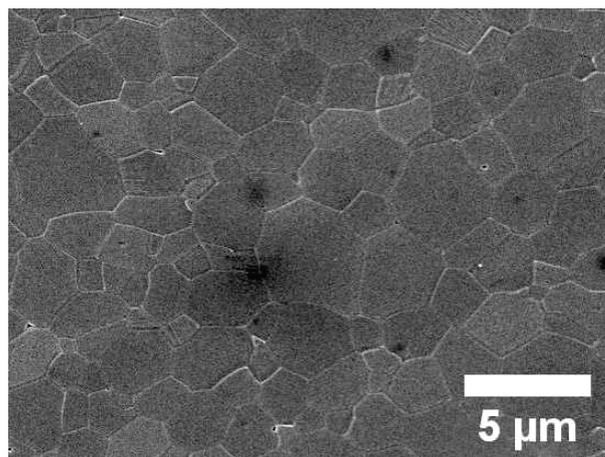
semelhantes, ao redor de 0,2%. Com relação ao tamanho dos poros, foi possível observar que os materiais ICZ, VM7 e VM9 apresentaram poros de tamanho semelhantes e significativamente maiores do que os poros da YZ e AL.

Tabela 5.1 - Densidade ( $\rho$ ), módulo de elasticidade ( $E$ ), coeficiente de Poisson ( $\nu$ ), tipo de cristal, fração volumétrica (de partículas de segunda fase e poros), e tamanho (de partículas de segunda fase, grão e poros). Valores dispostos em média  $\pm$  desvio-padrão. Para um mesmo parâmetro, valores seguidos da mesma letra são estatisticamente semelhantes,  $p > 0,05$

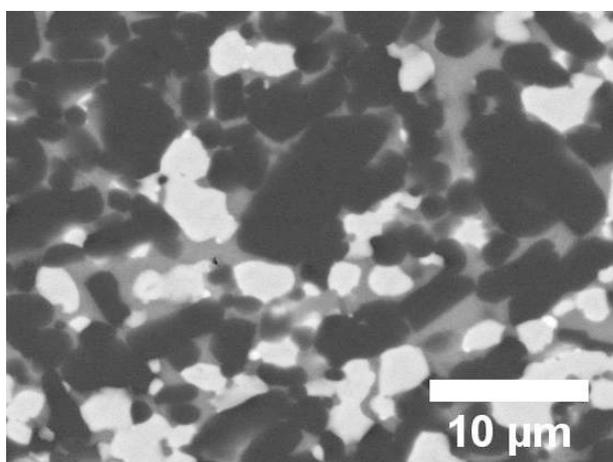
	Material				
	YZ	AL	ICZ	VM7	VM9
$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	6,062 $\pm$ 0,009 <sup>a</sup>	3,953 $\pm$ 0,004 <sup>c</sup>	4,303 $\pm$ 0,054 <sup>b</sup>	2,345 $\pm$ 0,08 <sup>e</sup>	2,444 $\pm$ 0,03 <sup>d</sup>
E (GPa)	209,3 $\pm$ 2,1 <sup>c</sup>	390,4 $\pm$ 8,3 <sup>a</sup>	246,7 $\pm$ 2,4 <sup>b</sup>	66,7 $\pm$ 5,5 <sup>d</sup>	66,5 $\pm$ 0,7 <sup>d</sup>
$\nu$	0,316 $\pm$ 0,005 <sup>a</sup>	0,244 $\pm$ 0,012 <sup>b,c</sup>	0,257 $\pm$ 0,006 <sup>b</sup>	0,228 $\pm$ 0,024 <sup>c</sup>	0,210 $\pm$ 0,008 <sup>d</sup>
Fases cristalinas	Zircônia tetragonal	Alumina alfa	Alumina alfa e zircônia tetragonal	-	leucita
fração vol. de partícula (%)	-	-	alumina:46,0 $\pm$ 3,3 zircônia:20,2 $\pm$ 2,1	-	4,6 $\pm$ 1,9
tamanho de partícula ( $\mu$ m)	-	-	alumina:2,5 $\pm$ 0,3 zircônia:1,3 $\pm$ 0,6	-	1,4 $\pm$ 0,2
tamanho de grão ( $\mu$ m)	0,7 $\pm$ 0,1 <sup>b</sup>	2,3 $\pm$ 0,1 <sup>a</sup>	-	-	-
fração vol. de poros (%)	0,1 $\pm$ 0,1 <sup>c</sup>	0,2 $\pm$ 0,1 <sup>c</sup>	5,4 $\pm$ 1,5 <sup>a</sup>	2,7 $\pm$ 0,7 <sup>b</sup>	2,6 $\pm$ 1,0 <sup>b</sup>
tamanho de poros ( $\mu$ m)	7,1 $\pm$ 0,5 <sup>c</sup>	8,9 $\pm$ 1,5 <sup>b</sup>	10,2 $\pm$ 0,3 <sup>a</sup>	11,2 $\pm$ 1,3 <sup>a</sup>	10,4 $\pm$ 1,2 <sup>a</sup>



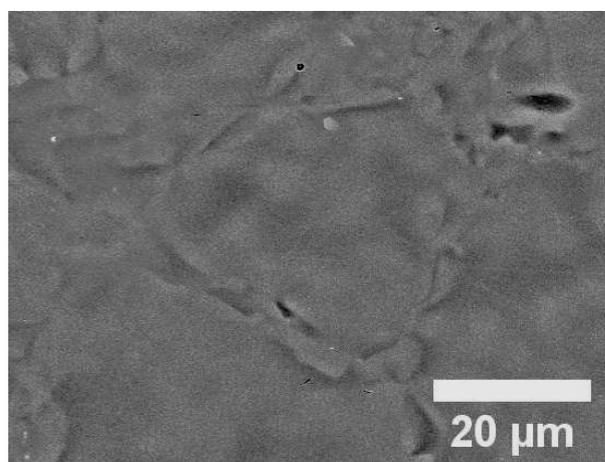
YZ



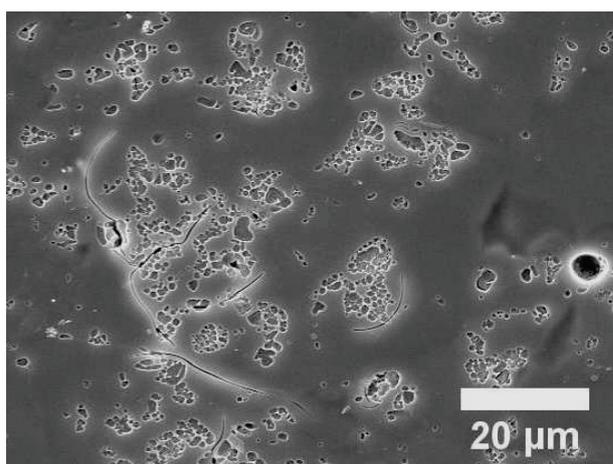
AL



ICZ

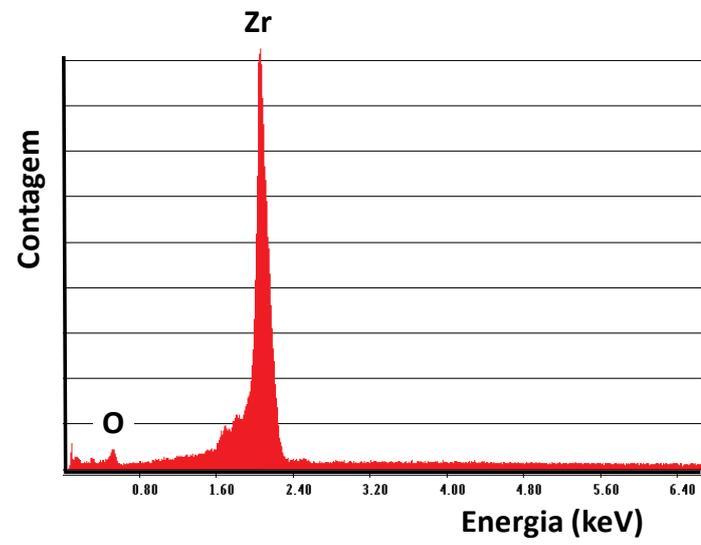


VM7

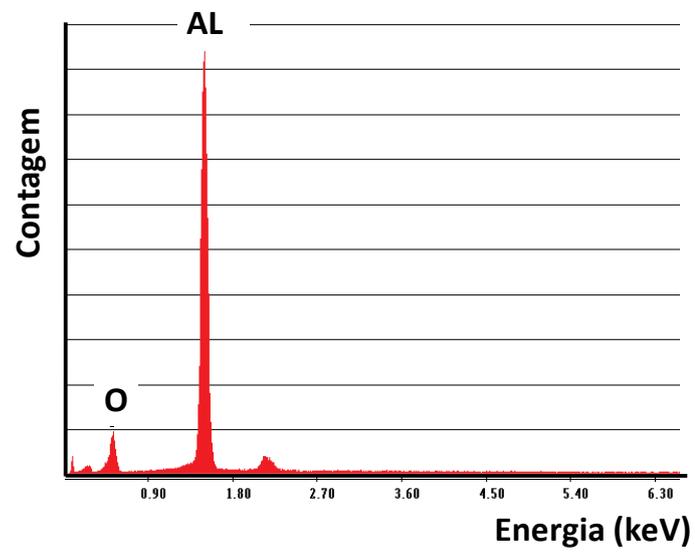


VM9

Figura 5.1 - Imagens de MEV das superfícies polidas e condicionadas de todos os materiais estudados: YZ, AL, ICZ, VM7 e VM9

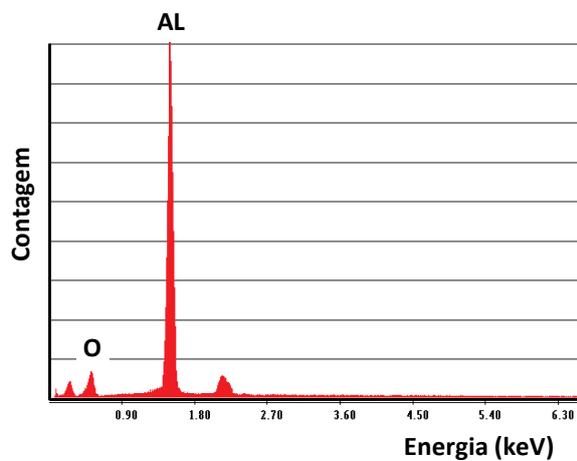


YZ

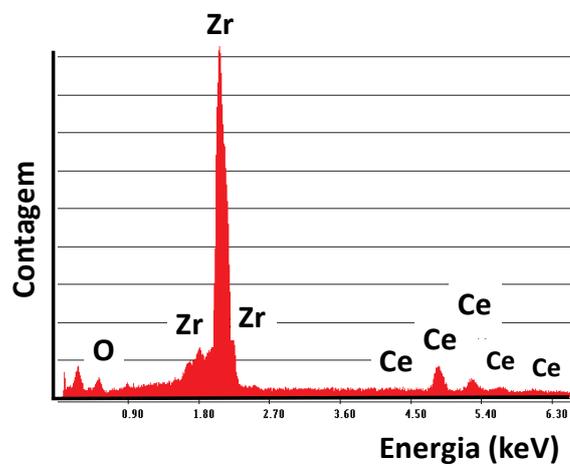


AL

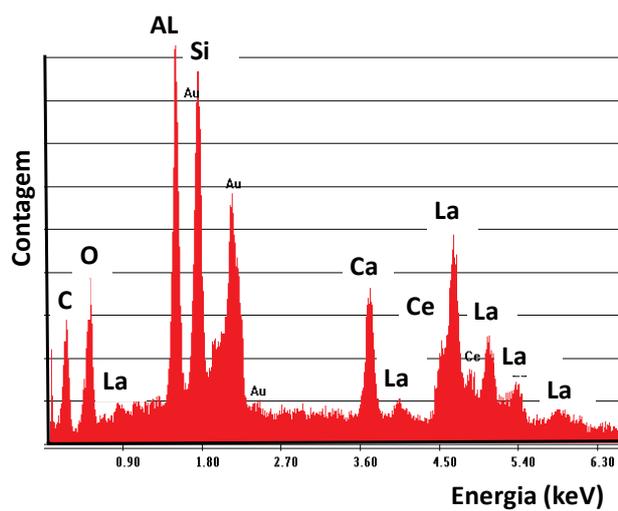
Figura 5.2 - Espectros de EDS dos materiais YZ e AL



(a)



(b)



(c)

Figura 5.3 - Espectros de EDS do material ICZ: (a) partículas de alumina (área mais escura Figura 5.1); (b) partículas de zircônia (área mais clara da Figura 5.1) e (c) vidro de lantânio (área acinzentada da Figura 5.1)

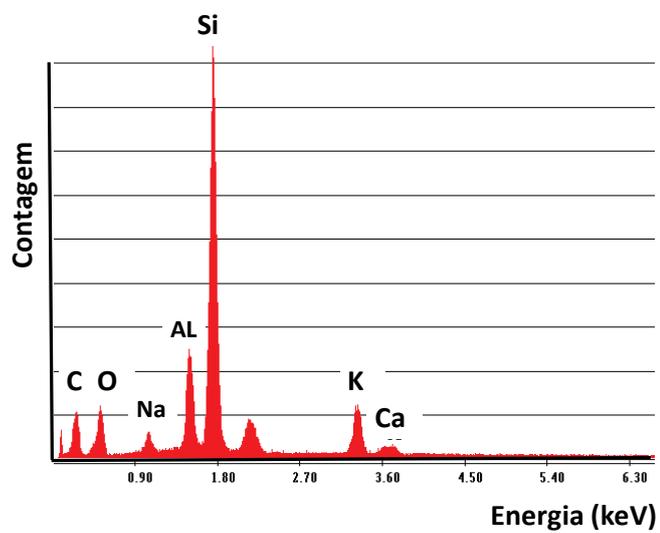
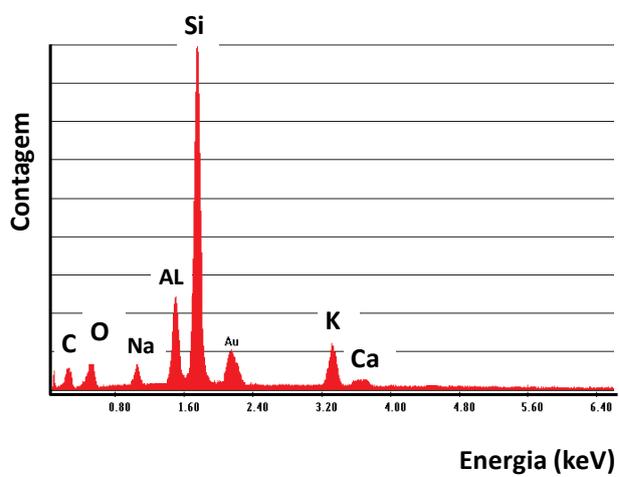
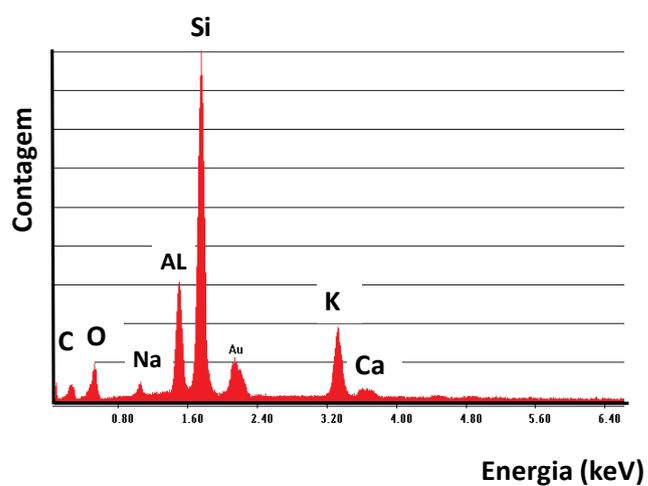


Figura 5.4 - Espectro de EDS da porcelana VM7



(a)



(b)

Figura 5.5 - Espectros de EDS da porcelana VM9: (a) matriz vítrea e (b) partícula de leucita

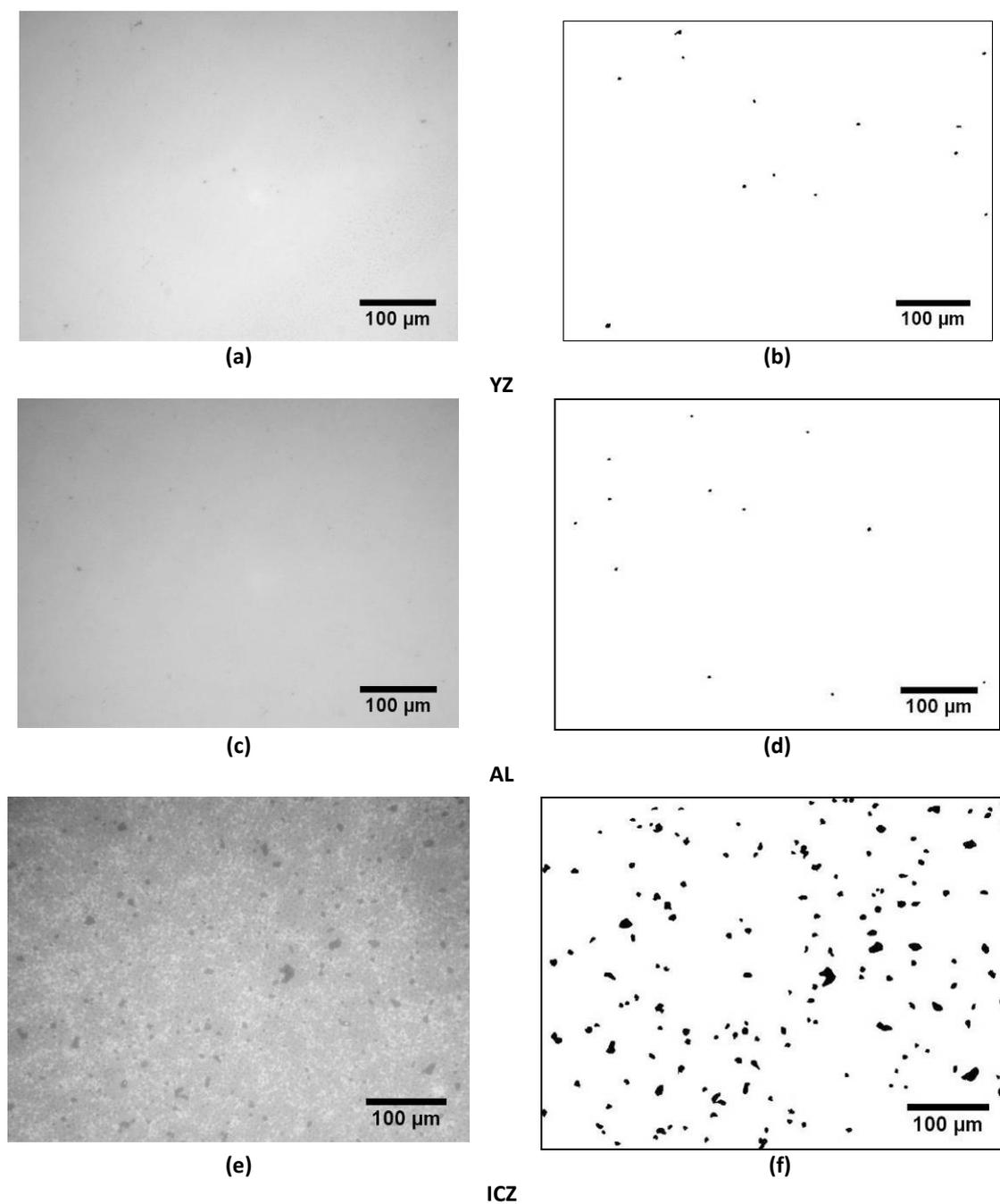


Figura 5.6 - Micrografias ópticas (a, c, e) e respectivas imagens de poros replicados das micrografias (b, d, f) utilizadas nas análises quantitativas dos materiais YZ, AL e ICZ

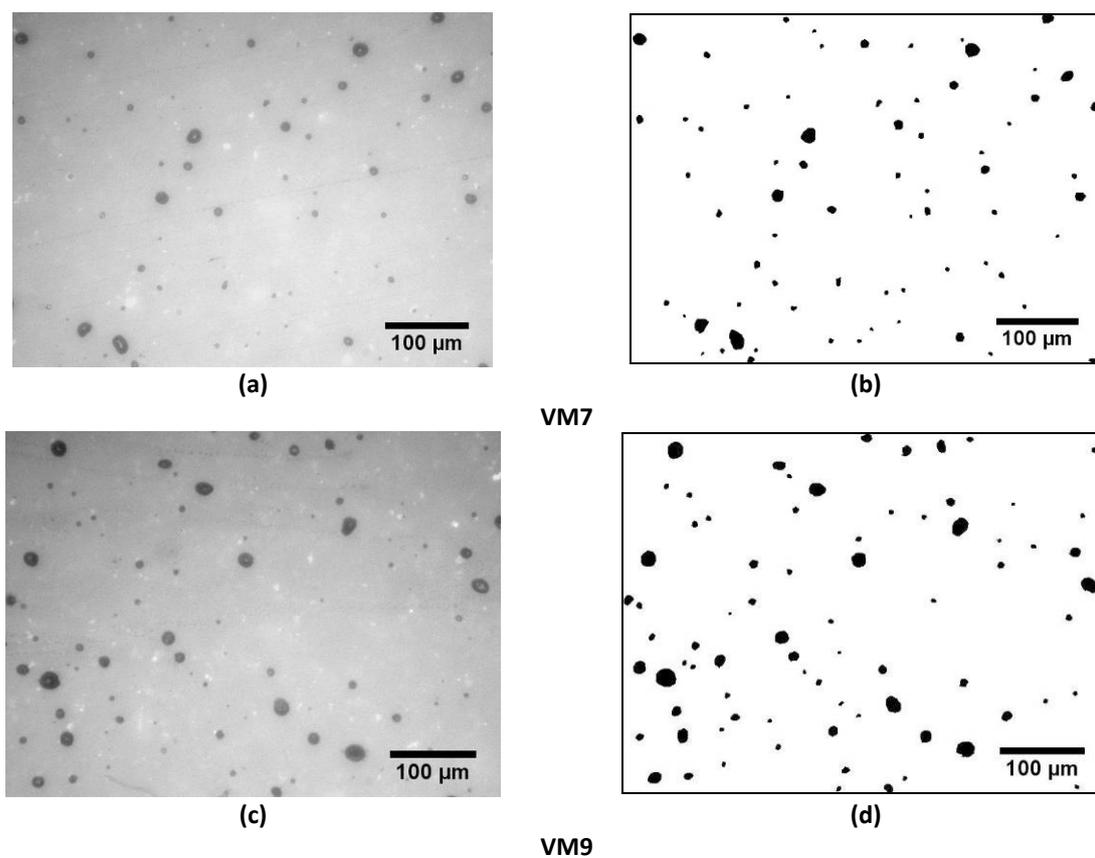


Figura 5.7 - Micrografias ópticas (a, c) e respectivas imagens de poros replicados das micrografias (b, d) utilizadas nas análises quantitativas das porcelanas VM7 e VM9

## 5.2 EFEITOS DO ENVELHECIMENTO SOBRE A RESISTÊNCIA À FLEXÃO

A Tabela 5.2 mostra o efeito dos diferentes tipos de ciclagens sobre os espécimes dos materiais em estudo. Com exceção do material AL após a ciclagem mecânica, não houve alteração significativa do valor de resistência dos materiais tanto após a ciclagem mecânica como após os ciclos de autoclave.

Tabela 5.2 - Resistência à flexão uniaxial (MPa $\pm$  desvio padrão) em função do material e do tipo de ciclagem. Valores seguidos da mesma letra são estatisticamente semelhantes,  $p > 0,05$

	Material				
	YZ	AL	ICZ	VM7	VM9
<b>Controle</b>	869,0 $\pm$ 92,3 <sup>a</sup>	462,8 $\pm$ 59,0 <sup>b</sup>	408,6 $\pm$ 32,5 <sup>b,c</sup>	69,4 $\pm$ 12,2 <sup>d</sup>	64,7 $\pm$ 8,9 <sup>d</sup>
<b>Após ciclagem mecânica*</b>	920,0 $\pm$ 75,8 <sup>a</sup>	389,2 $\pm$ 103,2 <sup>c</sup>	372,0 $\pm$ 33,8 <sup>c</sup>	62,7 $\pm$ 9,3 <sup>d</sup>	62,7 $\pm$ 9,3 <sup>d</sup>
<b>Após ciclagem em autoclave**</b>	874,7 $\pm$ 222,2 <sup>a</sup>	424,2 $\pm$ 52,7 <sup>b,c</sup>	392,0 $\pm$ 15,3 <sup>b,c</sup>	62,1 $\pm$ 7,2 <sup>d</sup>	62,0 $\pm$ 10,5 <sup>d</sup>

\*Para YZ, AL e ICZ: 80 N por 10<sup>5</sup> ciclos; para VM7 e VM9: 45 N por 10<sup>4</sup> ciclos

\*\*134°C/2,2 kgf/cm<sup>2</sup>/5h

## 5.3 EFEITO DA CONFIGURAÇÃO DO ESPÉCIME SOBRE A RESISTÊNCIA À FLEXÃO

A Tabela 5.3 mostra que não houve alteração significativa da resistência de nenhuma das porcelanas após a realização da ciclagem mecânica, independentemente da configuração do espécime. Entretanto, o ranqueamento dos

dois materiais variou em função dessa configuração. Para os espécimes em forma de barra, não houve diferença significativa entre os valores de resistência das porcelanas VM7 e VM9, enquanto que para espécimes em forma de disco os valores de resistência da porcelana VM7 foram significativamente superiores aos da VM9 tanto antes como após a ciclagem mecânica.

Tabela 5.3 - Resistência à flexão uniaxial (MPa  $\pm$  desvio padrão) de espécimes de porcelana em função da configuração do espécime, disco ou barra. Valores seguidos da mesma letra são estatisticamente semelhantes,  $p > 0,05$

	VM7		VM9	
	Discos	Barras	Discos	Barras
<b>Controle</b>	69,6 $\pm$ 15,2 <sup>a</sup>	61,1 $\pm$ 5,6 <sup>a,b</sup>	57,6 $\pm$ 5,2 <sup>b</sup>	68,8 $\pm$ 9,4 <sup>a,b</sup>
<b>Após ciclagem mecânica</b>	69,9 $\pm$ 10,9 <sup>a</sup>	62,7 $\pm$ 9,3 <sup>a,b</sup>	57,1 $\pm$ 3,6 <sup>b</sup>	62,7 $\pm$ 9,3 <sup>a,b</sup>

#### 5.4 ANÁLISE FRACTOGRÁFICA

Na Figura 5.8 nota-se que os espécimes em forma de barra fraturam sempre como um corpo único com a formação de uma curva de compressão (“*compression curl*”), no lado do espécime submetido em tensão de compressão (lado inferior das figuras). Para os materiais de infraestrutura foi possível identificar a origem da fratura (setas na Figura 5.8). Entretanto para identificar a origem na superfície de fratura das porcelanas seriam necessárias análises complementares no microscópio eletrônico de varredura.

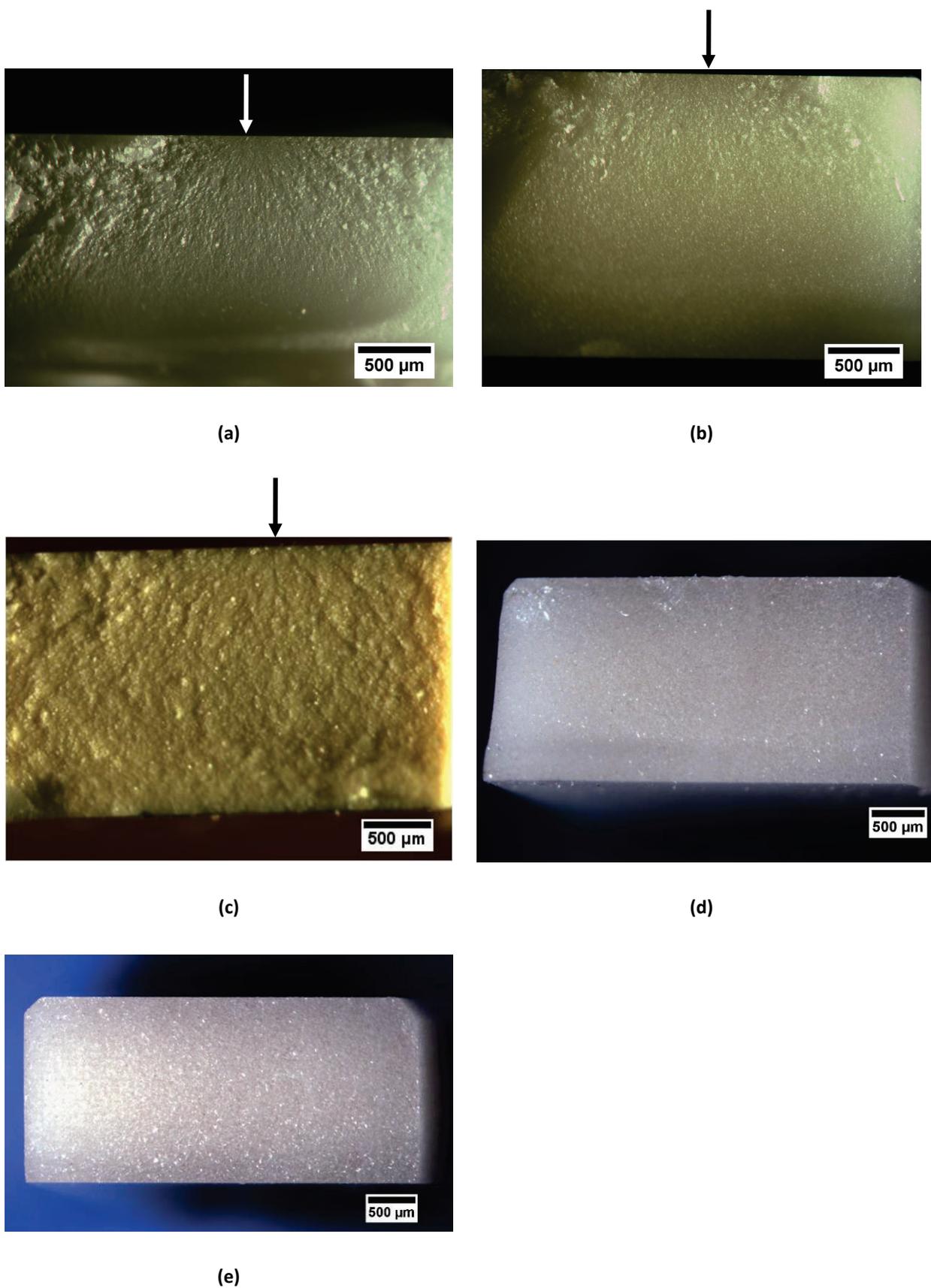


Figura 5.8 - Superfícies de fratura das Barras: YZ (a); AL (b); ICZ (c); VM7 (d) e VM9 (e). As setas indicam a origem da fratura

Os espécimes em forma de disco fraturaram em 2 ou mais fragmentos (Figura 5.9a e Figura 5.9c) não sendo possível a identificação da origem da fratura sem análises complementares em microscópio eletrônico de varredura.

Na Figura 5.9 observam-se os padrões macroscópicos de fratura dos discos em 3 e 2 pedaços, das porcelanas VM7 e VM9, respectivamente, assim como nas barras, existe a formação de uma curva de compressão no lado submetido a tensão de compressão (lado inferior das figuras) que pode ser observado na Figura 5.9b.

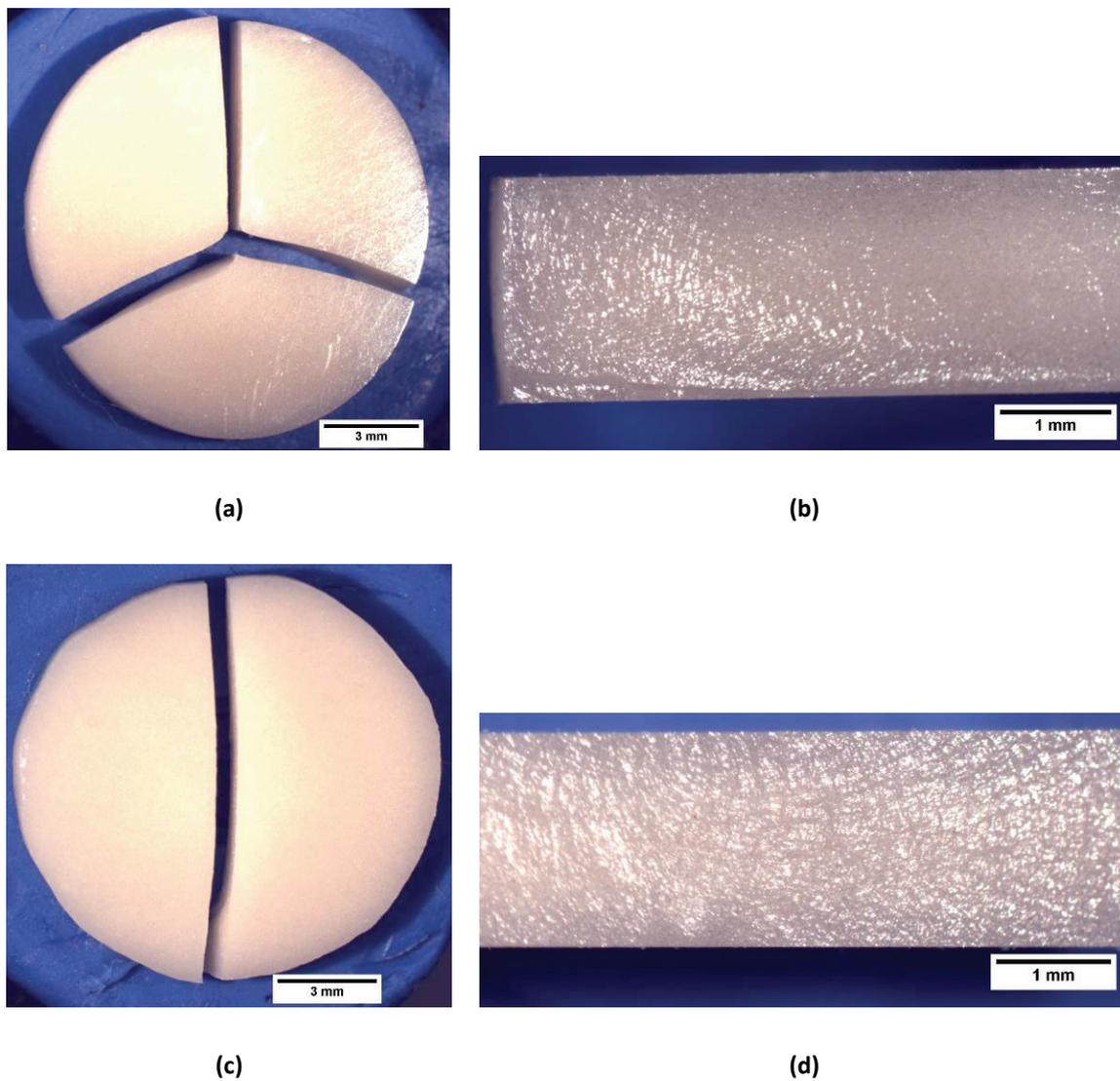


Figura 5.9 - Padrão de fratura dos discos: (a) VM7 em 3 fragmentos e (b) VM9 em 2 fragmentos; superfícies de fratura dos discos: VM7 (a) e VM9 (b). Em (b) e (d) a superfície submetida à tração no ensaio de flexão é a superior.

## 6 DISCUSSÃO

Os resultados deste estudo confirmaram a hipótese de que a microestrutura do material influencia o seu comportamento mecânico, já que houve diferenças significativas entre os valores de resistência em função do material. Essas diferenças observadas entre os valores de resistência são essencialmente causadas pelas diferenças notadas na microestrutura. Sendo assim, as porcelanas apresentam baixos valores de resistência devido à sua composição predominantemente vítrea, enquanto que a alumina e zircônia policristalinas são mais resistentes devido à presença de grãos cristalinos em sua microestrutura e ausência de fase vítrea.

Já a hipótese de que ambos os envelhecimentos diminuem resistência à flexão dos diferentes materiais não foi aceita porque somente a alumina policristalina sofreu degradação da resistência após a ciclagem mecânica e os ciclos de autoclave não causaram alteração significativa no valor de resistência de nenhum dos materiais. A hipótese de que a configuração do espécime não altera o efeito da ciclagem mecânica sobre a resistência dos materiais foi aceita, já que a ciclagem mecânica não foi capaz de alterar significativamente a resistência de nenhuma das porcelanas testadas. Entretanto, é importante ressaltar que o ranqueamento das duas porcelanas em termos de resistência variou em função da configuração do espécime, como demonstrado na Tabela 5.3.

Os valores de módulo de elasticidade significativamente maiores das cerâmicas de infraestrutura (YZ, AL e ICZ) refletem o fato desses materiais serem indicados para próteses parciais fixas nas quais as infraestruturas não podem sofrer deflexão para evitar a fratura da porcelana de cobertura. Já os baixos valores de

módulo de elasticidade das porcelanas mostram que esses materiais devem ser utilizados somente para o recobrimento final das próteses e não como materiais de infraestrutura.

É importante notar que os materiais com maior fração de poros (ICZ, VM7 e VM9) também apresentaram os poros de maior tamanho. Nas Figura 5.6 e Figura 5.7 é possível observar o grau de porosidade dos diferentes materiais a partir de micrografias ópticas e suas respectivas imagens replicadas de poros. As diferenças entre as frações de poros encontradas nos diferentes materiais estão diretamente relacionadas ao seu processamento. A maior porosidade notada no material ICZ demonstra que o processo de infiltração do vidro na pré-forma de alumina-zircônia não foi totalmente eficiente, resultando em maior fração de poros em comparação com os outros materiais. O processamento das porcelanas por meio da técnica da vibração/condensação com posterior sinterização também não conseguiu eliminar totalmente os poros, o que resultou em fração de poros significativamente maior do que as das cerâmicas policristalinas. A prensagem do corpo verde poderia diminuir a porosidade nas porcelanas, entretanto esse procedimento não é normalmente realizado quando se constroem coroas e pontes dentárias e, portanto, também não foi realizado no presente estudo. O fato das cerâmicas policristalinas (YZ e AL) apresentarem porosidade muitas vezes menor do que os outros materiais pode ser explicado pelo processamento do bloco para CAD-CAM que é construído a partir de pós de alta pureza que são prensados pela técnica de prensagem a seco (*“dry-press”*) e posteriormente calcinados. Além disso, o ciclo de sinterização desses materiais (Tabela 4.2) parece estar otimizado para a máxima densificação das estruturas.

Apesar de não ter havido alterações estatisticamente significativas dos valores de resistência após as ciclagens, algumas tendências importantes foram notadas. Para o YZ, a ciclagem mecânica aumentou a média de resistência em 6% em comparação com o controle. É possível que para esse material o estímulo cíclico do simulador de mastigação tenha resultado na transformação de alguns cristais de zircônia tetragonais em monoclinicos, o que pode ter aumentado levemente a resistência dos espécimes. Ainda para o material YZ, é possível notar que os ciclos de autoclave, embora não tenham alterado significativamente a média de resistência em relação ao controle, levaram a um aumento significativo do coeficiente de variação, que aumentou de 11% no grupo controle para 25% no grupo submetido à autoclave. Esse maior coeficiente de variação foi decorrente principalmente de valores de resistência muito baixos registrados para alguns espécimes como, por exemplo, 484 e 541 MPa. Muito provavelmente esses espécimes sofreram uma degradação significativa após a ciclagem de autoclave já que dos 30 espécimes de YZ ensaiados no grupo controle, o valor mais baixo obtido foi de 724 MPa. Um aumento do número de repetições do grupo autoclavado talvez pudesse ter mostrado melhor esse efeito de degradação da resistência após a autoclavagem dos espécimes. Entretanto, com base nos resultados obtidos, é possível apenas afirmar que este tratamento diminuiu significativamente a confiabilidade dos resultados de resistência do YZ. Para os materiais ICZ e VM7, o valor médio de resistência decaiu aproximadamente 10% após a ciclagem mecânica, porém essas diferenças não foram estatisticamente significativas. Provavelmente essas tendências foram decorrentes do mecanismo de crescimento lento de defeitos durante a aplicação de cargas cíclicas pelo simulador da mastigação. Para o material AL, os espécimes submetidos a  $10^5$  ciclos com carga de 80 N obtiveram uma média de resistência

16% menor do que a média do grupo controle. Já os espécimes de AL submetidos à ciclagem em autoclave tiveram sua resistência reduzida em 8% em relação ao grupo controle, porém essa redução não foi estatisticamente significativa.

As superfícies de fratura dos materiais YZ, AL e ICZ apresentaram um tipo de relevo com marcas bem definidas, chamadas de “*hackle lines*” que auxiliam na identificação do ponto de origem da fratura, os quais estão apontados com flechas nas imagens da Figura 5.8. Esse ponto de origem da fratura foi identificado para todos os espécimes dos materiais YZ, AL e ICZ, sendo que todos se encontraram ao longo da face de solicitação em tração, porém nenhum foi encontrado nos cantos chanfrados da barra. As superfícies de fratura dos espécimes das porcelanas VM7 e VM9 foram muito menos rugosas do que as superfícies dos materiais de infraestrutura, o que tornou mais difícil a identificação das marcas que indicam a origem da fratura. Uma análise mais minuciosa em microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura seria necessária para a identificação dessas origens.

O fato da configuração do espécime não ter alterado o efeito da ciclagem mecânica sobre as duas porcelanas testadas é importante já que isso indica que pesquisadores podem escolher o tipo de espécime que mais lhes convier para realizar esse tipo de experimento. Usualmente os espécimes em forma de disco são escolhidos porque são mais fáceis de serem confeccionados e não apresentam o chamado “efeito de borda”, tão comum nos espécimes em forma de barra. Nas barras, se os cantos do espécime não forem muito bem chanfrados e polidos, as fraturas irão se iniciar sempre a partir das bordas do espécime, o que não é desejável no ensaio de resistência. Nos espécimes em forma de disco, nenhum tratamento especial das bordas do espécime é necessário, já que no ensaio biaxial a fratura se inicia sempre no centro do espécime por causa da configuração do ensaio.

Apesar da configuração do espécime não ter alterado o efeito da ciclagem mecânica das porcelanas, é importante ressaltar que o ranqueamento dos dois materiais mudou dependendo da configuração do espécime. Sendo assim, para os espécimes em forma de barras, não houve diferença significativa entre os valores de resistência das porcelanas VM7 e VM9, enquanto que para espécimes em forma de disco os valores de resistência da porcelana VM7 foram significativamente superiores aos da VM9 tanto antes como após a ciclagem mecânica. Aparentemente o processamento dos discos de VM9 resulta em uma distribuição de defeitos mais desfavorável do que aquela encontrada nos discos de VM7, o que pode explicar os menores valores de resistência do primeiro. Uma análise fractográfica mais detalhada com determinação dos tamanhos dos defeitos iniciadores da fratura poderia comprovar essa hipótese e, portanto fará parte de um estudo futuro.

## 7 CONCLUSÕES

A partir dos resultados do estudo foi possível delinear as seguintes conclusões:

- 7.1 Os resultados deste estudo confirmaram a hipótese de que a microestrutura do material influencia o seu comportamento mecânico, já que houve diferenças significativas entre os valores de resistência em função do material. Essas diferenças observadas entre os valores de resistência são essencialmente causadas pelas diferenças notadas na microestrutura. Sendo assim, as porcelanas apresentam baixos valores de resistência devido à sua composição predominantemente vítrea, enquanto que a alumina e zircônia policristalinas são mais resistentes devido à presença de grãos cristalinos em sua microestrutura e ausência de fase vítrea.
- 7.2 A ciclagem mecânica causou diminuição significativa da resistência somente para espécimes do material AL (queda de 16%). A ciclagem em autoclave não resultou em degradação significativa da resistência de nenhum dos materiais testados. Portanto a hipótese de que ambos os envelhecimentos diminuem resistência à flexão dos diferentes materiais não foi aceita.
- 7.3 Não houve alteração significativa da resistência de nenhuma das porcelanas após a realização da ciclagem mecânica, independentemente da configuração do espécime (barras ou discos). Entretanto, o ranqueamento dos dois materiais variou em função da configuração do espécime. Para os espécimes em forma de barras, não houve diferença significativa entre os valores de resistência das porcelanas VM7 e VM9, enquanto que para espécimes em forma de disco os

valores de resistência da porcelana VM7 foram significativamente superiores aos da VM9 tanto antes como após a ciclagem mecânica. Portanto, a hipótese de que a configuração do espécime não altera o efeito da ciclagem mecânica sobre a resistência dos materiais foi aceita.

## REFERÊNCIAS<sup>1</sup>

- Anusavice KJ, Hojjatie B. Tensile stress in glass-ceramic crowns: effect of flaws and cement voids. *Int J Prosthodont*. 1992 Jul-Aug;5(4):351-8.
- Apholt W, Bindl A, Luthy H, Mormann WH. Flexural strength of Cerec 2 machined and jointed InCeram-Alumina and InCeram-Zirconia bars. *Dent Mater*. 2001 May;17(3):260-7.
- ASTM C1161-02. Flexural strength of advanced ceramics at ambient temperature. *Annual Book of American Society for Testing and Materials*. 2002.
- ASTM F349-78. Standard method for biaxial flexure strength (modulus of rupture) of ceramic substrates. *Annual Book of American Society for Testing and Materials*. 1996.
- Ban S, Anusavice KJ. Influence of test method on failure stress of brittle dental materials. *J Dent Res*. 1990 Dec;69(12):1791-9.
- Chevalier J. What future for zirconia as a biomaterial? *Biomaterials*. 2006 Feb;27(4):535-43.
- Chevalier J, Deville S, Munch E, Jullian R, Lair F. Critical effect of cubic phase on aging in 3mol% yttria-stabilized zirconia ceramics for hip replacement prosthesis. *Biomaterials*. 2004 Nov;25(24):5539-45.
- Chong KH, Chai J, Takahashi Y, Wozniak W. Flexural strength of In-Ceram alumina and In-Ceram zirconia core materials. *Int J Prosthodont*. 2002 Mar-Apr;15(2):183-8.
- Creugers NH, Kayser AF, van 't Hof MA. A meta-analysis of durability data on conventional fixed bridges. *Community Dent Oral Epidemiol*. 1994 Dec;22(6):448-52.
- Curtis AR, Wright AJ, Fleming GJ. The influence of simulated masticatory loading regimes on the bi-axial flexure strength and reliability of a Y-TZP dental ceramic. *J Dent*. 2006 May;34(5):317-25.
- De Aza AH, Chevalier J, Fantozzi G, Schehl M, Torrecillas R. Crack growth resistance of alumina, zirconia and zirconia toughened alumina ceramics for joint prostheses. *Biomaterials*. 2002 Feb;23(3):937-45.
- De Jager N, de Kler M, van der Zel JM. The influence of different core material on the FEA-determined stress distribution in dental crowns. *Dent Mater*. 2006 Mar;22(3):234-42.

---

<sup>1</sup> De acordo com Estilo Vancouver. Abreviatura de periódicos segundo base de dados MEDLINE.

Della Bona A, Kelly JR. The clinical success of all-ceramic restorations. *J Am Dent Assoc.* 2008 Sep;139 Suppl:8S-13S.

Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater.* 2008 Mar;24(3):299-307.

Deville S, Gremillard L, Chevalier J, Fantozzi G. A critical comparison of methods for the determination of the aging sensitivity in biomedical grade yttria-stabilized zirconia. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2005 Feb 15;72(2):239-45.

Esquivel-Upshaw JF, Anusavice KJ, Young H, Jones J, Gibbs C. Clinical performance of a lithia disilicate-based core ceramic for three-unit posterior FPDs. *Int J Prosthodont.* 2004 Jul-Aug;17(4):469-75.

Filser F, Kocher P, Weibel F, Luthy H, Scharer P, Gauckler LJ. Reliability and strength of all-ceramic dental restorations fabricated by direct ceramic machining (DCM). *Int J Comput Dent.* 2001 Apr;4(2):89-106.

Fischer H, Weber M, Marx R. Lifetime prediction of all-ceramic bridges by computational methods. *J Dent Res.* 2003 Mar;82(3):238-42.

Fradeani M, Aquilano A. Clinical experience with Empress crowns. *Int J Prosthodont.* 1997 May-Jun;10(3):241-7.

Griggs JA. Recent advances in materials for all-ceramic restorations. *Dent Clin North Am.* 2007 Jul;51(3):713-27.

Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part I. Pressable and alumina glass-infiltrated ceramics. *Dent Mater.* 2004a Jun;20(5):441-8.

Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater.* 2004b Jun;20(5):449-56.

Guazzato M, Albakry M, Swain MV, Ironside J. Mechanical properties of In-Ceram Alumina and In-Ceram Zirconia. *Int J Prosthodont.* 2002 Jul-Aug;15(4):339-46.

Guazzato M, Proos K, Quach L, Swain MV. Strength, reliability and mode of fracture of bilayered porcelain/zirconia (Y-TZP) dental ceramics. *Biomaterials.* 2004 Sep;25(20):5045-52.

Guazzato M, Proos K, Sara G, Swain MV. Strength, reliability, and mode of fracture of bilayered porcelain/core ceramics. *Int J Prosthodont.* 2004 Mar-Apr;17(2):142-9.

Haselton DR, Diaz-Arnold AM, Hillis SL. Clinical assessment of high-strength all-ceramic crowns. *J Prosthet Dent.* 2000 Apr;83(4):396-401.

Heffernan MJ, Aquilino SA, Diaz-Arnold AM, Haselton DR, Stanford CM, Vargas MA. Relative translucency of six all-ceramic systems. Part I: core materials. *J Prosthet Dent*. 2002a Jul;88(1):4-9.

Heffernan MJ, Aquilino SA, Diaz-Arnold AM, Haselton DR, Stanford CM, Vargas MA. Relative translucency of six all-ceramic systems. Part II: core and veneer materials. *J Prosthet Dent*. 2002b Jul;88(1):10-5.

Holm C, Tidehag P, Tillberg A, Molin M. Longevity and quality of FPDs: a retrospective study of restorations 30, 20, and 10 years after insertion. *Int J Prosthodont*. 2003 May-Jun;16(3):283-9.

ISO 6872:2008. Dentistry -- Ceramic materials. International Organization for Standardization. 2008.

Jung YG, Peterson IM, Kim DK, Lawn BR. Lifetime-limiting strength degradation from contact fatigue in dental ceramics. *J Dent Res*. 2000 Feb;79(2):722-31.

Kelly JR. Clinically relevant approach to failure testing of all-ceramic restorations. *J Prosthet Dent*. 1999 Jun;81(6):652-61.

Kelly JR, Campbell SD, Bowen HK. Fracture-surface analysis of dental ceramics. *J Prosthet Dent*. 1989 Nov;62(5):536-41.

Kelly JR, Denry I. Stabilized zirconia as a structural ceramic: an overview. *Dent Mater*. 2008 Mar;24(3):289-98.

Kelly JR, Giordano R, Pober R, Cima MJ. Fracture surface analysis of dental ceramics: clinically failed restorations. *Int J Prosthodont*. 1990 Sep-Oct;3(5):430-40.

Kelly JR, Tesk JA, Sorensen JA. Failure of all-ceramic fixed partial dentures in vitro and in vivo: analysis and modeling. *J Dent Res*. 1995 Jun;74(6):1253-8.

Kheradmandan S, Koutayas SO, Bernhard M, Strub JR. Fracture strength of four different types of anterior 3-unit bridges after thermo-mechanical fatigue in the dual-axis chewing simulator. *J Oral Rehabil*. 2001 Apr;28(4):361-9.

Kilicarslan MA, Kedici PS, Kucukesmen HC, Uludag BC. In vitro fracture resistance of posterior metal-ceramic and all-ceramic inlay-retained resin-bonded fixed partial dentures. *J Prosthet Dent*. 2004 Oct;92(4):365-70.

Lawn BR, Deng Y, Thompson VP. Use of contact testing in the characterization and design of all-ceramic crownlike layer structures: a review. *J Prosthet Dent*. 2001 Nov;86(5):495-510.

Lawn BR, Pajares A, Zhang Y, Deng Y, Polack MA, Lloyd IK, et al. Materials design in the performance of all-ceramic crowns. *Biomaterials*. 2004 Jun;25(14):2885-92.

Lucas LC, Lemons JE. Biodegradation of restorative metallic systems. *Adv Dent Res*. 1992 Sep;6:32-7.

Luthy H, Filser F, Loeffel O, Schumacher M, Gauckler LJ, Hammerle CH. Strength and reliability of four-unit all-ceramic posterior bridges. *Dent Mater.* 2005 Oct;21(10):930-7.

Malament KA, Socransky SS. Survival of Dicor glass-ceramic dental restorations over 14 years: Part I. Survival of Dicor complete coverage restorations and effect of internal surface acid etching, tooth position, gender, and age. *J Prosthet Dent.* 1999 Jan;81(1):23-32.

McLaren EA, White SN. Survival of In-Ceram crowns in a private practice: a prospective clinical trial. *J Prosthet Dent.* 2000 Feb;83(2):216-22.

Oden A, Andersson M, Krystek-Ondracek I, Magnusson D. Five-year clinical evaluation of Procera AllCeram crowns. *J Prosthet Dent.* 1998 Oct;80(4):450-6.

Olsson KG, Furst B, Andersson B, Carlsson GE. A long-term retrospective and clinical follow-up study of In-Ceram Alumina FPDs. *Int J Prosthodont.* 2003 Mar-Apr;16(2):150-6.

Peterson IM, Pajares A, Lawn BR, Thompson VP, Rekow ED. Mechanical characterization of dental ceramics by hertzian contacts. *J Dent Res.* 1998 Apr;77(4):589-602.

Pick B, Meira JB, Driemeier L, Braga RR. A critical view on biaxial and short-beam uniaxial flexural strength tests applied to resin composites using Weibull, fractographic and finite element analyses. *Dent Mater.* 2009 Oct 8.

Probster L. Four year clinical study of glass-infiltrated, sintered alumina crowns. *J Oral Rehabil.* 1996 Mar;23(3):147-51.

Probster L, Diehl J. Slip-casting alumina ceramics for crown and bridge restorations. *Quintessence Int.* 1992 Jan;23(1):25-31.

Proos K, Steven G, Swain M, Ironside J. Preliminary studies on the optimum shape of dental bridges. *Comput Methods Biomech Biomed Engin.* 2000;4(1):77-92.

Proos KA, Swain MV, Ironside J, Steven GP. Finite element analysis studies of an all-ceramic crown on a first premolar. *Int J Prosthodont.* 2002 Jul-Aug;15(4):404-12.

Quinn JB, Quinn GD, Kelly JR, Scherrer SS. Fractographic analyses of three ceramic whole crown restoration failures. *Dent Mater.* 2005 Oct;21(10):920-9.

Raigrodski AJ. Contemporary materials and technologies for all-ceramic fixed partial dentures: a review of the literature. *J Prosthet Dent.* 2004 Dec;92(6):557-62.

Raigrodski AJ, Chiche GJ. The safety and efficacy of anterior ceramic fixed partial dentures: A review of the literature. *J Prosthet Dent.* 2001 Nov;86(5):520-5.

Rekow ED, Harsono M, Janal M, Thompson VP, Zhang G. Factorial analysis of variables influencing stress in all-ceramic crowns. *Dent Mater.* 2006 Feb;22(2):125-32.

Reuling N, Wisser W, Jung A, Denschlag HO. Release and detection of dental corrosion products in vivo: development of an experimental model in rabbits. *J Biomed Mater Res.* 1990 Aug;24(8):979-91.

Scotti R, Catapano S, D'Elia A. A clinical evaluation of In-Ceram crowns. *Int J Prosthodont.* 1995 Jul-Aug;8(4):320-3.

Scurria MS, Bader JD, Shugars DA. Meta-analysis of fixed partial denture survival: prostheses and abutments. *J Prosthet Dent.* 1998 Apr;79(4):459-64.

Sjogren G, Lantto R, Granberg A, Sundstrom BO, Tillberg A. Clinical examination of leucite-reinforced glass-ceramic crowns (Empress) in general practice: a retrospective study. *Int J Prosthodont.* 1999 Mar-Apr;12(2):122-8.

Sjogren G, Lantto R, Tillberg A. Clinical evaluation of all-ceramic crowns (Dicor) in general practice. *J Prosthet Dent.* 1999 Mar;81(3):277-84.

Sorensen JA, Cruz M, Mito WT, Raffener O, Meredith HR, Foser HP. A clinical investigation on three-unit fixed partial dentures fabricated with a lithium disilicate glass-ceramic. *Pract Periodontics Aesthet Dent.* 1999 Jan-Feb;11(1):95-106.

Sorensen JA, Kang SK, Torres TJ, Knode H. In-Ceram fixed partial dentures: three-year clinical trial results. *J Calif Dent Assoc.* 1998 Mar;26(3):207-14.

Studart AR, Filser F, Kocher P, Gauckler LJ. In vitro lifetime of dental ceramics under cyclic loading in water. *Biomaterials.* 2007 Jun;28(17):2695-705.

Sundh A, Molin M, Sjogren G. Fracture resistance of yttrium oxide partially-stabilized zirconia all-ceramic bridges after veneering and mechanical fatigue testing. *Dent Mater.* 2005 May;21(5):476-82.

Taskonak B, Yan J, Mecholsky JJ, Jr., Sertgoz A, Kocak A. Fractographic analyses of zirconia-based fixed partial dentures. *Dent Mater.* 2008 Aug;24(8):1077-82.

Thompson JY, Anusavice KJ, Naman A, Morris HF. Fracture surface characterization of clinically failed all-ceramic crowns. *J Dent Res.* 1994 Dec;73(12):1824-32.

Tinschert J, Natt G, Mautsch W, Augthun M, Spiekermann H. Fracture resistance of lithium disilicate-, alumina-, and zirconia-based three-unit fixed partial dentures: a laboratory study. *Int J Prosthodont.* 2001 May-Jun;14(3):231-8.

Uo M, Sjogren G, Sundh A, Watari F, Bergman M, Lerner U. Cytotoxicity and bonding property of dental ceramics. *Dent Mater.* 2003 Sep;19(6):487-92.

Vult von Steyern P, Carlson P, Nilner K. All-ceramic fixed partial dentures designed according to the DC-Zirkon technique. A 2-year clinical study. *J Oral Rehabil.* 2005 Mar;32(3):180-7.

Vult von Steyern P, Jonsson O, Nilner K. Five-year evaluation of posterior all-ceramic three-unit (In-Ceram) FPDs. *Int J Prosthodont.* 2001 Jul-Aug;14(4):379-84.

Wakabayashi N, Anusavice KJ. Crack initiation modes in bilayered alumina/porcelain disks as a function of core/veneer thickness ratio and supporting substrate stiffness. *J Dent Res*. 2000 Jun;79(6):1398-404.

White SN, Caputo AA, Vidjak FM, Seghi RR. Moduli of rupture of layered dental ceramics. *Dent Mater*. 1994 Jan;10(1):52-8.

White SN, Miklus VG, McLaren EA, Lang LA, Caputo AA. Flexural strength of a layered zirconia and porcelain dental all-ceramic system. *J Prosthet Dent*. 2005 Aug;94(2):125-31.

Zeng K, Oden A, Rowcliffe D. Evaluation of mechanical properties of dental ceramic core materials in combination with porcelains. *Int J Prosthodont*. 1998 Mar-Apr;11(2):183-9.

Zhang Y, Lawn BR. Fatigue sensitivity of Y-TZP to microscale sharp-contact flaws. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2005 Feb 15;72(2):388-92.

Zhang Y, Lawn BR, Rekow ED, Thompson VP. Effect of sandblasting on the long-term performance of dental ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2004 Nov 15;71(2):381-6.

Zhang Y, Pajares A, Lawn BR. Fatigue and damage tolerance of Y-TZP ceramics in layered biomechanical systems. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2004 Oct 15;71(1):166-71.

# Livros Grátis

( <http://www.livrosgratis.com.br> )

Milhares de Livros para Download:

[Baixar livros de Administração](#)

[Baixar livros de Agronomia](#)

[Baixar livros de Arquitetura](#)

[Baixar livros de Artes](#)

[Baixar livros de Astronomia](#)

[Baixar livros de Biologia Geral](#)

[Baixar livros de Ciência da Computação](#)

[Baixar livros de Ciência da Informação](#)

[Baixar livros de Ciência Política](#)

[Baixar livros de Ciências da Saúde](#)

[Baixar livros de Comunicação](#)

[Baixar livros do Conselho Nacional de Educação - CNE](#)

[Baixar livros de Defesa civil](#)

[Baixar livros de Direito](#)

[Baixar livros de Direitos humanos](#)

[Baixar livros de Economia](#)

[Baixar livros de Economia Doméstica](#)

[Baixar livros de Educação](#)

[Baixar livros de Educação - Trânsito](#)

[Baixar livros de Educação Física](#)

[Baixar livros de Engenharia Aeroespacial](#)

[Baixar livros de Farmácia](#)

[Baixar livros de Filosofia](#)

[Baixar livros de Física](#)

[Baixar livros de Geociências](#)

[Baixar livros de Geografia](#)

[Baixar livros de História](#)

[Baixar livros de Línguas](#)

[Baixar livros de Literatura](#)  
[Baixar livros de Literatura de Cordel](#)  
[Baixar livros de Literatura Infantil](#)  
[Baixar livros de Matemática](#)  
[Baixar livros de Medicina](#)  
[Baixar livros de Medicina Veterinária](#)  
[Baixar livros de Meio Ambiente](#)  
[Baixar livros de Meteorologia](#)  
[Baixar Monografias e TCC](#)  
[Baixar livros Multidisciplinar](#)  
[Baixar livros de Música](#)  
[Baixar livros de Psicologia](#)  
[Baixar livros de Química](#)  
[Baixar livros de Saúde Coletiva](#)  
[Baixar livros de Serviço Social](#)  
[Baixar livros de Sociologia](#)  
[Baixar livros de Teologia](#)  
[Baixar livros de Trabalho](#)  
[Baixar livros de Turismo](#)