

UNIVERSIDADE DE TAUBATÉ
Marcelo Garbossa Francisco

**PROPRIEDADES MECÂNICAS DE CERÂMICAS DE
ZIRCÔNIA TETRAGONAL POLICRISTALINA
CONTENDO ÍTRIO (Y-TZP)
APÓS APLICAÇÃO DE CERÂMICA**

Taubaté - SP
2009

UNIVERSIDADE DE TAUBATÉ
Marcelo Garbossa Francisco

**PROPRIEDADES MECÂNICAS DE CERÂMICAS DE
ZIRCÔNIA TETRAGONAL POLICRISTALINA
CONTENDO ÍTRIO (Y-TZP)
APÓS APLICAÇÃO DE CERÂMICA**

Tese apresentada para obtenção do Título de
Doutor pelo Programa de Pós-graduação em
Odontologia do Departamento de Odontologia da
Universidade de Taubaté.

Orientador: Prof. Dr. Maximiliano Piero Neisser

Co-Orientador: Prof. Dr. Carlos Nelson Elias

Taubaté - SP
2009

**Ficha catalográfica elaborada pelo
SIBi – Sistema Integrado de Bibliotecas / UNITAU**

F819p Francisco, Marcelo Garbossa

Propriedades mecânicas de cerâmicas de zircônia tetragonal policristalina contendo ítrio (Y-TZP) após aplicação de cerâmica / Marcelo Garbossa Francisco. - 2009.

87f.: il.

Tese (doutorado) - Universidade de Taubaté, Programa de Pós-graduação em Odontologia, 2009.

Orientação: Prof. Dr. Maximiliano Piero Neisser, Departamento de Odontologia.

Co-orientação: Prof. Dr. Carlos Nelson Elias, Departamento de Engenharia.

1. Resistência ao cisalhamento. 2. Cerâmica. 3. Prótese dentária.
I. Título.

*Dedico este trabalho à minha esposa
Georgiana Amaral pela dedicação, amor e
carinho.*

AGRADECIMENTO ESPECIAL

Aos meus pais **Roberto e Marilsa** (*in memoriam*) pelo amor e o legado cultural e de caráter que me proporcionaram ao longo da minha formação.

Ao professor **Carlos Nelson Elias**, exemplo de dedicação à pesquisa, pela disponibilidade, carinho e competência com que me recebeu, pelos ensinamentos de conceitos fundamentais da engenharia de materiais e pela valiosa colaboração na realização da parte experimental, sem a qual não seria possível este trabalho, meus sinceros agradecimentos.

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador **Prof. Dr. Maximiliano Piero Neisser**, sempre presente e atencioso nas horas de orientação e convivência, não só pelos conhecimentos transmitidos, mas também pela amizade e incentivo.

À **Universidade Gama Filho**, na qual leciono, pela confiança em mim depositada e aos colegas de trabalho pelo companheirismo, principalmente durante este período.

A Universidade de Taubaté, na pessoa de sua excelentíssima Reitora **Profa. Dra. Maria Lucila Junqueira Barbosa**, sempre presente nas atividades do curso de doutorado em odontologia.

Ao **Prof. Dr. José Roberto Cortelli**, Pró-reitor de Pesquisa e Pós-Graduação da UNITAU, amigo e incentivador à pesquisa e integração entre docentes e discentes.

A **Profa. Dra. Ana Christina Claro Neves** Coordenadora do Programa de Pós-Graduação *strictu sensu* da UNITAU, pela dedicação e empenho pela excelência deste curso, por ser sempre prestativa e solícita.

A **Profa. Dra. Vanessa Cavalli, Profa. Dra. Marinela Holzhausen, Prof. Dr. Gilson Nobre Franco, Prof. Dr. Leonardo Cunha, Profa. Dra. Laís Regiane da Silva Concílio** e Professores da UNITAU pela amizade e ajuda nas dúvidas surgidas ao longo do curso.

À secretária da Pós-Graduação **Adriana Peloggia e equipe**, prestativa e presente sempre que precisei.

Ao **Prof. Dr. Claudinei dos Santos**, por sua importante contribuição viabilizando o acesso ao laboratório de ensaios mecânicos de sua universidade (USP/Lorena), e participando diretamente na elaboração desse trabalho.

Ao técnico de laboratório do IME-RJ, **Leonardo dos Santos**, pelo apoio e colaboração nos ensaios mecânicos.

Ao Laboratório **RHB – Prótese Dentária**, especialmente aos amigos Renan, Solange, Cacá e Acácio, pela valiosa contribuição na aplicação da porcelana para a confecção dos corpos de prova e constante incentivo.

Ao grande amigo **Fabiano Martins Malafaia** pela companhia nas viagens, pelo convívio em todos os momentos dessa longa jornada, e por suas interpretações musicais maravilhosas.

Aos colegas de doutorado **Davi, Caio e Camila** pelo carinho e acolhimento durante o curso e demais colegas que, sempre presentes, me deram incentivo.

Ao **Dr. Silvio de Luca e equipe** que participaram diretamente no processo de sinterização da zircônia.

Às amigas e **Profas. Fátima Puppim, Ana Paula Morais e Mariana de Moraes** que por diversas vezes me substituíram para que pudesse estar presente aos módulos do doutorado.

A **toda minha família** pelo amor, amizade, apoio e incentivo em todos os momentos de minha vida.

Aos **amigos** que estiveram sempre torcendo pelo meu sucesso.

A **todos** que direta ou indiretamente auxiliaram na elaboração desse trabalho.

*“Elucidando o passado, talvez tenhamos
o equilíbrio para intuir o futuro.”*

(Drauzio Varella)

FRANCISCO MG. Propriedades mecânicas de cerâmicas de zircônia tetragonal policristalina contendo ítrio (Y-TZP) após aplicação de cerâmica [Tese de doutorado]. Taubaté: Universidade de Taubaté, Departamento de Odontologia, 2009. 87 p.

RESUMO

Objetivo: Quantificar e comparar propriedades mecânicas, tais como resistência ao cisalhamento da interface de aderência zircônia/cerâmica, microdureza e resistência à flexão de corpos-de-prova confeccionados com diferentes cerâmicas de zircônia tetragonal policristalina contendo ítrio (Y-TZP) e cerâmica de revestimento aplicada. **Método:** Foram comparados, por meio de ensaios mecânicos, corpos-de-prova contendo zircônia nanoparticulada ProtMat (Guaratinguetá, Brasil) e corpos-de-prova contendo zircônia microparticuladas ProtMat (Guaratinguetá, Brasil), Vita 2000 YZ CUBES (Zahnfabrik, Bad Säckingen Alemanha) e IPS e.maxZircad Ivoclar (Schaan/Liechtenstein). Foram confeccionados 84 corpos-de-prova (CP) em forma de blocos ou barras, estas últimas para o ensaio de flexão, sendo 21 de cada marca de zircônia. Todos os CPs foram sinterizados e uma zircônia de cada grupo foi caracterizada por difração de raios-X. Posteriormente foi realizada a aplicação de cerâmica CZR-Cerabien Zr (Noritake shinmachi, Nishi-ku, Nagoya, Japão) sobre os outros oitenta CPs, dos quais cinco CPs de cada grupo receberam a cerâmica em forma quadrangular e nos outros cinco CPs e em todas as barras foi aplicada à cerâmica de revestimento em toda a face. Foi realizado o ensaio de cisalhamento na interface de aderência zircônia/cerâmica dos CPs a partir de uma máquina de ensaio universal e avaliada a microdureza Vickers da interface dos CPs e o ensaio de flexão em quatro pontos das barras. Os CPs foram ainda avaliados sob microscópio óptico para verificação da interface zircônia/cerâmica e análise do tipo de fratura apresentada. **Resultados:** Os valores de dureza Vickers, tenacidade à fratura, resistência à flexão e resistência ao cisalhamento apresentados pelos corpos-de-prova preparados com partículas micrométricas foram de 1300HV, $9\text{MPa m}^{-1/2}$, 850MPa e 60kgf, respectivamente. Só houve diferença estatística nos ensaios de flexão e tenacidade à fratura, tendo a ProtMat nanoparticulada apresentado valores superiores quando comparada às demais. **Conclusões:** Os CPs apresentaram dureza, tenacidade à fratura, resistência à flexão e ao cisalhamento adequados para a utilização em odontologia, tendo os mesmos apresentado comportamentos semelhantes, apesar da resistência dos CPs em zircônia nanoparticulada ter sido superior à resistência da zircônia microparticulada.

Palavras-chave: Resistência ao cisalhamento; Cerâmica; Prótese dentária.

FRANCISCO MG. Mechanical properties of different stabilized tetragonal zirconia polycrystalline (Y-TZP) ceramics after veneering with ceramic [Tese de doutorado]. Taubaté: Universidade de Taubaté, Departamento de Odontologia, 2009. 87p.

ABSTRACT

Aim: The aim of this study was to quantify and compare mechanical and physical properties, such as Vickers hardness, fracture toughness, flexural strength and shear resistance of blanks of different Y-TZP zirconia ceramics used in the manufacture of dental prostheses after veneering with Noritake. **Method:** Commercially nano and microcrystalline zirconia blocks, pre-sintered bars and stabilized with yttria produced in Brazil (ProtMat) and imported (VITA 2000 YZ CUBES and IPS e.maxZircad Ivoclar). Eighty-four commercially samples were sintered from 1350°C to 1530°C as recommended procedure by the manufactures. The results of X-ray diffraction showed that the blocks presented just the tetragonal phase. The blocks were veneered with CZR-Cerabien Zr ceramic (Noritake shinmachi, Nishi-ku, Nagoya, Japão) and afterwards submitted to mechanical tests. Vickers indentation tests were performed to determine hardness and toughness. The shear loading test was performed by using an universal machine and then evaluate the Vickers hardness of the blocks. The flexural resistance was done in four different points in the bars. The samples were observed by SEM to analyze fractures characteristics. **Results:** Zirconium showed similar physical and mechanical properties with no statistically significant differences on the hardness and resistance to fracture. Nanocrystalline zirconium showed higher toughness and flexural resistance results when compared with microcrystalline ones. **Conclusions:** Although the samples of nanocrystalline zirconium showed high values, the materials showed similar Vickers hardness, fracture toughness, flexural strength and shear resistance and all of them can be indicated to be used in dentistry.

Keywords: Shear strenght; Ceramics; Dental prosthesis.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 -	Blocos de zircônia pré-sinterizados (a) ProtMat; (b) Vita (c) Ivoclar	44
Figura 2 -	Blocos de zircônia seccionados para ensaio de microdureza e cisalhamento	44
Figura 3 -	Descrição das zircônias utilizadas no estudo	45
Figura 4 -	Forno de sinterização	45
Figura 5 -	Difratômetro de raios-X	46
Figura 6 -	Ilustração de uma fotomicrografia eletrônica do bloco ProtMat sinterizado	47
Figura 7 -	Aplicação de cerâmica em toda a face dos blocos de zircônia. (a) porcelana sendo aplicada sobre um bloco; (b) blocos com porcelana aplicada em toda a face superior e um bloco central em zircônia, evidenciando a diferença entre antes e após a aplicação.	48
Figura 8 -	Blocos de zircônia com cerâmica aplicada de forma quadrangular com o auxílio de uma matriz de silicone e paquímetro digital (a) blocos com porcelana aplicada em formato quadrangular; (b) molde de silicone utilizado para a conformação da porcelana; (c) paquímetro digital confirmando as medidas da porcelana aplicada	48
Figura 9 -	Microdurômetro Micromet 2004	49

Figura 10 -	Representação esquemática da indentação Vickers e formação das trincas	50
Figura 11 -	Máquina de Ensaio Universal EMIC	53
Figura 12 -	Suporte metálico com CP posicionado	53
Figura 13 -	Cutelo no momento de cisalhamento	53
Figura 14 -	Ilustração de um dos gráficos Força X Deslocamento	54
Figura 15 -	Representação esquemática do ensaio de resistência à flexão em quatro pontos (face polida voltada para baixo)	55
Figura 16 -	Dispositivo para ensaios de flexão/fadiga em Máquina de Ensaio Universal com adaptador para fadiga à flexão	56
Figura 17 -	Difratogramas de raios-X das zircônias microparticuladas Ivoclar e ProtMat após sinterização	57
Figura 18 -	Difratograma de raios-X da zircônia microparticulada Vita após sinterização	58
Figura 19 -	Difratograma de raios-X da zircônia nanoparticulada ProtMat após sinterização	58
Figura 20 -	Indentação Vickers realizada na superfície do CP após sinterização (a) marca da indentação de dureza Vickers; (b) ampliação junto ao vértice da marca com formação de trinca	60
Figura 21 -	Corpos-de-prova fraturados: a) Vita, b) Ivoclar, c) Protmat nano e d) micro (após o ensaio de cisalhamento)	61

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 -	Densidade relativa e retração linear das zircônias após sinterização	57
Tabela 2 -	Tamanho médio dos grãos após sinterização (μm) Dados do fabricante (nm)	59
Tabela 3 -	Microdureza Vickers (HV), tenacidade à fratura ($\text{MPam}^{-1/2}$), resistência à fratura por flexão (MPa) e resistência ao cisalhamento (kgf) dos materiais cerâmicos após sinterização	59

LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

% - por cento

°C - grau Celsius

μm - micrometro

3D - tridimensional

3YZrO₂ - óxido de zircônio contendo 3 % em mol de óxido de ítrio

ADA - American Dental Association

Al₂O₃ - óxido de alumínio

ASTM - Association Society for Testing and Materials

CAD CAM - Computer aided design, computer aided manufactory

cm - centímetro

CP - corpo de prova

et al. - e colaboradores

gf - grama força

GPa - giga Pascal

h - hora

HV - Dureza vickers

ISO - International Standard Organization

J - jaule

JIS - Japanese International Standardization

kgf - kilograma força

m²/g - metro ao quadrado por grama

MEV - microscopia eletrônica de varredura

min - minuto

mm - milímetro

Mol - quantidade de matéria de um sistema

MPa - mega Pascal

MPa.m - mega Pascal por metro

N - Newton

nm - nanômetro

rpm - rotações por minuto

s - segundo

Y-TZP- zircônia tetragonal policristalina contendo ítrio

$Y_2 O_3$ - óxido de ítrio

$Zr O_2$ - óxido de zircônio

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	17
2 REVISÃO DA LITERATURA	20
2.1 PROPRIEDADES MECÂNICAS DOS MATERIAIS	20
2.2 SISTEMAS CERÂMICOS USADOS EM ODONTOLOGIA	23
3 PROPOSIÇÃO	41
4 METODOLOGIA	42
4.1 DELINEAMENTO EXPERIMENTAL	42
4.2 CÁLCULO AMOSTRAL	43
4.3 SELEÇÃO E CONFECÇÃO DAS AMOSTRAS	43
4.4 SINTERIZAÇÃO	45
4.5 CARACTERIZAÇÃO DA SINTERIZAÇÃO (ANÁLISE DE FASES)	46
4.6 APLICAÇÃO DA PORCELANA E CONFECÇÃO DOS CP	47
4.7 ENSAIOS OU PROPRIEDADES MECÂNICAS	49
4.7.1 Microdureza Vickers (HV)	49
4.7.2 Tenacidade à fratura	51
4.7.3 Ensaio de cisalhamento	52
4.7.4 Resistência à Flexão – quatro Pontos	54
4.8 AVALIAÇÃO DO TIPO DE FRATURA:SOB MICROSCOPIA	56
4.9 ANÁLISE ESTATÍSTICA	56
5 RESULTADOS	57
5.1 CARACTERIZAÇÃO DOS BLOCOS APÓS SINTERIZAÇÃO	57
5.2 ENSAIOS MECÂNICOS	59
5.3 ANÁLISE ESTATÍSTICA	60
5.4 AVALIAÇÃO MICROSCÓPICA DO TIPO DE FRATURA	61
6 DISCUSSÃO	62
6.1 DA METODOLOGIA	62
6.1.1 Seleção, confecção, sinterização e caracterização das amostras	62
6.1.2 Ensaio Mecânicos	67
6.2 DOS RESULTADOS	70
6.2.1 Seleção, confecção, sinterização e caracterização das amostras	70
6.2.2 Ensaio Mecânicos	73
7 CONCLUSÕES	76
REFERÊNCIAS	77
APÊNDICES	81
ANEXO	87

1 INTRODUÇÃO

A produção de novos materiais cerâmicos para aplicação na odontologia tem estado em evidência. O desenvolvimento de tecnologias para a produção destes materiais tem sido motivado pela demanda estética observada no dia-a-dia do consultório odontológico e pela necessidade de melhor desempenho dos materiais com custos reduzidos. Avanços significativos são observados no desenvolvimento de técnicas de restauração dentária utilizando materiais cerâmicos, incluindo os sistemas livres de metal. A elaboração de materiais cerâmicos avançados teve início na década de 70 e tem alcançado resultados promissores e uma contínua evolução em diversas aplicações (Boudrias, 2005).

As cerâmicas odontológicas podem consistir principalmente de vidros, porcelanas, cerâmicas vítreas ou estruturas altamente cristalinas com propriedades químicas, mecânicas, físicas e térmicas que as distinguem de outros materiais, razão pela qual vem se sobressaindo e são potenciais substitutos dos materiais metálicos convencionalmente utilizados (Anusavice, 2005). Estas cerâmicas apresentam vantagens não só devido ao desempenho de suas propriedades mecânicas como também pela estética e biocompatibilidade (Neiva et al., 1998; Boudrias, 2005).

A técnica de cerâmica dental permite a eliminação da subestrutura metálica das restaurações visando melhor estética e, para isso, utiliza cerâmicas com maior tenacidade à fratura, alta dureza e maior resistência ao desgaste, tem sido utilizadas (Neiva et al., 1998). Dentre os materiais usados para garantir essas propriedades, destacam-se as cerâmicas a base de alumina e zircônia (Neiva et al., 1998; Ödman & Andersson, 2001; Guazzato et al., 2004). Uma das cerâmicas mais resistentes é o

dióxido de zircônio (Anusavice, 2005).

A zircônia foi descoberta em 1789 e seu nome deriva do árabe *Zargun*. As cerâmicas a base de zircônia pura nas condições ambientes possuem estrutura cristalina monoclinica ou fase pré-sinterização (Piconi & Maccauro, 1999; Eichler et al., 2004). Em temperaturas entre 1170 e 2370°C a fase estável é a tetragonal, uma fase intermediária que pode ter sua contração controlada pelo uso de estabilizantes intersticiais (Denry & Kelly, 2008). Segundo Diego et al. (2007) a zircônia pura não pode ser usada na fabricação de componentes sem a adição de um estabilizador.

A zircônia, quando estabilizada com ítrio, além de exibir excelentes propriedades como resistência mecânica e tenacidade à fratura, é inerte em meio fisiológico, e apresenta maior resistência à flexão que a alumina (Eichler et al., 2004; Moraes et al., 2004; Diego et al., 2007). Além da alta dureza e resistência ao desgaste, a zircônia, quando polida, apresenta estética favorável e biocompatibilidade.

A zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítrio (yttrium stabilized tetragonal zirconia polycrystal / Y-TZP) é um material cerâmico com propriedades mecânicas superiores as das demais cerâmicas odontológicas (Kosmac et al., 1999). Cerâmicas Y-TZP apresentam um mecanismo conhecido como aumento da tenacidade por transformação induzida por tensão. Quando uma trinca começa a se propagar na estrutura da cerâmica, os cristais tetragonais metaestáveis próximos a ponta da trinca se transformam na fase monoclinica estável, e esta transformação acarreta uma expansão volumétrica de 3-4%, a qual induz tensões de compressão que irão opor-se ao crescimento e propagação da trinca (Piconi & Maccauro, 1999; Guazzato et al., 2004; Chevalier, 2006).

A estabilidade química e dimensional das cerâmicas Y-TZP, aliada a alta

resistência à fratura e ao módulo de Young da mesma magnitude das ligas de aço inoxidável deu origem ao interesse no uso da zircônia como biomaterial cerâmico (Piconi & Maccauro, 1999; Diego et al., 2007). A principal aplicação deste material é na reconstrução da articulação do quadril. Seu uso na prática odontológica vem sendo proposto devido à crescente demanda por restaurações livres de metal e à melhoria das propriedades mecânicas destes materiais (Piconi & Maccauro, 1999; Chevalier, 2006).

A utilização de zircônia de alta densidade relativa vem sendo proposta para a fabricação de próteses dentárias por usinagem CAD/CAM. O sistema CAD/CAM para desenho e manufatura da zircônia confecciona um casquete com resistência à flexão e adaptação clinicamente aceitável (Andersson & Odén, 1993; Akbar et al., 2006).

O desenvolvimento de cerâmicas estéticas específicas para aplicação sobre infraestrutura de zircônia viabilizou o uso de próteses de zircônia, indicadas para casos de dentes anteriores, tornando possível a redução de dificuldades técnicas em sua confecção.

Tendo em vista o exposto, justifica-se o presente estudo que visa comparar o comportamento de corpos-de-prova de zircônia produzidas com partículas micrométricas e nanométricas (ProtMat-Brasil), Vita 2000 YZ Cubes (Vita, Alemanha) e IPS e.maxZircad (Ivoclar Vivadent AG, Schaan/Liechtenstein) revestidas de cerâmica CZR - Cerabien Zr (Noritake-shinmachi, Nishi-ku, Nagoya, Japão). Foram avaliadas a microdureza, dureza, resistência à flexão, resistência ao cisalhamento e morfologia da superfície de fratura obtida por microscopia com o objetivo de viabilizar novas opções para aplicação em infra-estrutura de próteses e implantes dentários.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 PROPRIEDADES MECÂNICAS DOS MATERIAIS

As propriedades mecânicas de um material podem ser definidas como o comportamento do mesmo frente à ação de forças externas (Lopes & Siqueira Júnior, 2004). Segundo Anusavice (2005) estas são medidas da resistência do material à deformação ou fratura sob uma força aplicada. Alguns conceitos relacionados com estas propriedades foram por eles descritos, a saber:

Força – grandeza vetorial que, quando aplicada a um corpo, deforma-o ou tende a mudar seu estado, seja de repouso ou movimento.

Resistência mecânica de um material – é a oposição pela força de ligação dos átomos de um material em relação a um carregamento (carga). Indica a capacidade de resistência a uma solicitação externa, seja ela estática ou dinâmica, sem apresentar fratura, e que depende dos tipos e arranjos de seus átomos. É a propriedade que garante que a prótese resista às tensões induzidas sem que haja fratura ou deformação permanente, ou seja, atenda às funções para as quais foi desenhada de maneira adequada e segura.

Tensão – relação entre a força aplicada em um corpo por unidade de área na qual atua. Quando uma força é aplicada a um corpo impedido de alterar a sua posição, ela tende a deformar este corpo, ou seja, em consequência da tensão aplicada promovemos uma **deformação**, que pode ser elástica ou plástica.

Deformação elástica – existe enquanto uma carga está sendo aplicada, desaparecendo após o descarregamento. Pode ser denominada também como temporária ou transitória.

Elasticidade – propriedade que indica a capacidade do material sofrer grandes deformações elásticas. É a propriedade do material segundo a qual a deformação que ocorre em função da aplicação da força, desaparece quando essa é removida. É medida pelo seu módulo.

Módulo de elasticidade (ou Módulo de Young) – descreve a rigidez relativa de um material, relacionando a tensão aplicada no regime elástico e a deformação do material. Quanto menos intensa a força de atração entre os átomos, menor será o módulo de elasticidade e maior será a elasticidade do material.

Limite elástico – tensão acima da qual o material não mais recupera a sua forma original após o carregamento. É a carga máxima em que se observa proporcionalidade entre a força aplicada e a deformação imposta.

Deformação plástica – é a existente em um material mesmo após o descarregamento. Pode ser também denominada residual ou permanente.

Plasticidade – é a capacidade do material sofrer grandes deformações plásticas sem, no entanto, atingir a fratura. Permite avaliar a capacidade de trabalho mecânico que o material poderá suportar conservando sua integridade física. A plasticidade é calculada em porcentagem e o seu valor é obtido pelo alongamento ou estrição medido no ensaio de tração. A plasticidade recebe as denominações particulares de maleabilidade e ductibilidade conforme a natureza da força aplicada.

Rigidez – propriedade que indica a capacidade do material resistir a carregamentos sem deformação, quando submetido a uma tensão não excedente ao limite de escoamento, ou seja, no regime elástico.

Dureza – propriedade que indica a capacidade do material resistir à penetração, ao risco, ao corte, à abrasão. Em metalurgia a dureza é definida como a capacidade de resistência à penetração.

Tensão cisalhante – é a relação entre a força aplicada e a resistência de um corpo-de-prova (CP). É aquela que tende a resistir ao deslizamento de uma porção de um corpo sobre outro.

Tensão de flexão (ou de curvatura) – é a tensão cisalhante (força por unidade de área) de um material submetido à aplicação de carga por flexão.

Tenacidade – é a capacidade do material absorver energia elástica e se deformar plasticamente antes da fratura, mensurada como a área total sob a curva tensão x deformação, obtida em um ensaio de tração.

Tenacidade à fratura – é o fator crítico de intensidade de tensão no início da propagação de uma trinca em um corpo que tenha trinca de forma e tamanho conhecidos.

Elias & Lopes (2007) citaram que, para avaliação dos materiais usados em odontologia, existem especificações e padrões de qualidade apresentadas por organizações, sendo as mais empregadas as da *American Dental Association* (ADA), da *International Standard Organization* (ISO) e da *American Society for Testing and Materials* (ASTM). Estas normas técnicas descrevem as condições para a realização dos ensaios mecânicos e apresentam as propriedades mínimas requeridas que os produtos devem possuir. Os autores completaram que, além de serem divididas por quatro grupos de materiais (metais, cerâmicas, polímeros e compósitos), tais normas são continuamente revisadas e modificadas à medida que a qualidade dos materiais melhora e o mercado consumidor exige. Entretanto, devido à diversidade dos materiais e às condições de emprego, não há especificação para todas as condições de ensaio mecânico, situações nas quais os pesquisadores devem montar experimentos procurando simular as aplicações in vivo.

2.2 SISTEMAS CERÂMICOS USADOS EM ODONTOLOGIA

A zircônia pura pode assumir três formas cristalográficas dependendo da temperatura. Até 1170⁰C a simetria é monoclinica, entre 1170⁰C e 2370⁰C a estrutura é tetragonal e acima de 2370⁰C é cúbica. A transformação de tetragonal para monoclinica pelo resfriamento acompanha uma expansão de volume, muitas vezes, suficiente para levar à fratura. Essa transformação é reversível e se inicia a 950⁰C no resfriamento. Misturar a zircônia pura com óxidos estabilizadores, tais como o Y₂O₃ permite a retenção da estrutura tetragonal e o controle do estresse induzido pela transformação, suspendendo a propagação de trincas e aumentando a rigidez (Denry & Kelly, 2008).

Apesar de existir muitos sistemas cerâmicos contendo zircônia apenas três são usados em odontologia: Ítrio, Magnésio e reforço com alumina.

Andersson & Odén (1993) relataram que o sistema Procera AllCeram é capaz de produzir coroas cerâmicas pelo sistema CAD/CAM. Este sistema representa uma modificação no processo já existente de coroas metálicas e sua descrição traz dados técnicos sobre a forma de preparo do dente, o sistema de obtenção da imagem do preparo pelo computador e a confecção das coroas. Os autores apresentaram também resultados dos ensaios mecânicos, da resistência das coroas, estabilidade de cor, desgaste, precisão de ajuste, cimentação e biocompatibilidade.

Zeng et al. (1996) avaliaram a resistência flexural de três sistemas cerâmicos (Procera Allceram, In-Ceram e IPS Empress) a partir da comparação dos resultados de diferentes métodos de testes de flexão. O estudo permitiu concluir que a cerâmica com alta pureza de alumina (Procera Allceram) apresentou valores médios

de resistência flexural entre 601 e 640MPa, sendo significativamente superior aos demais materiais e que o ensaio de flexão em três pontos apontou confiabilidade nos resultados.

Cottom & Mayo (1996) investigaram a resistência à fratura de amostras de óxido de zircônio estabilizado por ítrio (3Y-ZrO₂) nanocristalinas a partir da obtenção de valores de dureza por indentação Vickers e medida do módulo de elasticidade. Os resultados mostraram que a dureza depende do percentual de densidade mas independe do tamanho real dos grãos. Os valores de resistência à fratura foram menores quando comparados aos resultados de uma amostra microparticulada mas provavelmente isto ocorreu devido a uma incompleta transformação de fase sofrida pela amostra nanoparticulada.

Neiva et al. (1998) compararam a resistência à fratura de três sistemas cerâmicos (IPS Empress, In-Ceram e Procera AllCeram) após cimentação resinosa. Para isto confeccionaram troquéis de resina com módulo de elasticidade semelhante ao da dentina e capazes de receber condicionamento ácido para simular a adesão entre casquete/cimento/dentina. Foram avaliadas dez coroas de cada sistema, sendo as mesmas cimentadas sobre seus respectivos troqueis com cimento resinoso Panavia 21. Os CP foram submetidos à pressão axial sobre a superfície oclusal, com auxílio de uma máquina universal de testes Instron até o momento da fratura e, a fim de avaliar a espessura e a qualidade da linha de cimento sob as coroas, um CP de cada sistema foi levado ao microscópio óptico. Apesar de os resultados não mostrarem diferença significativa na resistência à fratura entre os três sistemas pesquisados, o Sistema IPS Empress apresentou a maior média de resistência à fratura, seguido do sistema In-Ceram e, por último, o sistema Procera

AllCeram. Este foi também o sistema que registrou a maior espessura da linha de cimento, bem como presença de folgas (*gaps*) na mesma.

Yilmaz & Dincer (1999) estabeleceram uma comparação de compatibilidade de adesão do titânio e de uma liga de níquel-cromo com uma porcelana dental. Como nos tempos atuais o titânio foi incorporado ao dia a dia do dentista como um material de grande interesse protético, ele começou a ser usado nas restaurações metalocerâmicas. Dentre as vantagens da liga de titânio os autores citam resistência à corrosão, excelente biocompatibilidade, baixo peso específico, condutividade térmica baixa. No entanto, seus pontos negativos são o alto ponto de fusão, alta reação química com oxigênio, nitrogênio, carbono e hidrogênio em altas temperaturas. A fundição do titânio demanda de máquinas especiais e proteção dos gases que permitem a oxidação do metal. A liga de titânio requer uma porcelana de baixo ponto de fusão. Temperaturas acima de 800 °C podem provocar a formação de uma espessa camada de oxidação, com uma fraca adesão ao titânio. O coeficiente de expansão térmica da porcelana deve estar próximo ao do titânio. Esse tipo de porcelana já é possível encontrar no mercado. Nas conclusões expostas pelos autores, de acordo com o resultado de seus testes, foi determinado que a adesão do titânio-porcelana foi aceitável, e que a compatibilidade de adesão entre o titânio e a porcelana encontrada pode ser comparada com a existente entre a porcelana e a liga de níquel-cromo utilizada.

Piconi & Maccauro (1999) discorreram sobre o emprego de zircônia como um biomaterial. O interesse por este material surgiu devido a propriedades como estabilidade química e dimensional, resistência mecânica e módulo de Young similares aos de ligas de aço inoxidável. Biocompatibilidade e elevadas propriedades mecânicas levaram ao emprego de zircônia para reposição de ossos da bacia e do

fêmur e, considerando os estudos publicados desde o desenvolvimento do material, entre mais de trezentas mil próteses instaladas, em todos estudos analisados, somente dois casos de falha foram relatados. Os esforços têm se concentrado no desenvolvimento de cerâmicas à base de zircônia-Ytrio, caracterizadas pelo menor tamanho dos grãos, materiais comumente conhecidos como Zircônia Policristalina Tetragonal (TZP). Suas propriedades são superiores às aquelas apresentadas por cerâmicas à base de alumina. Um teste de resistência ao impacto, por exemplo, revelou que próteses ortopédicas em zircônia fraturaram somente com impacto acima de 78J, enquanto as próteses em alumina falharam sob 15J de impacto. Em relação à citotoxicidade, os autores afirmaram que resultados negativos foram encontrados em função da degradação do material, pois ligações Zr-OH e Y-OH se formaram após a absorção de água. Outra evidência da degradação do material foi a liberação de Ytrio em solução em estudos *in vitro*.

Kosmac et al. (1999) conduziram um estudo a fim de avaliar o efeito da usinagem e do jateamento na microestrutura, na resistência flexural e na confiabilidade de duas cerâmicas Y-TZP. Usaram discos de duas marcas comerciais de zircônia que foram submetidos à diferentes tratamentos de superfície. Foi realizada difração de raios-X antes e após o tratamento, avaliação de dureza Vickers e tenacidade à fratura. Apesar de sofrerem alterações importantes quando submetidos à usinagem e ao jateamento, os autores ressaltam que a resistência da zircônia ainda é superior aos demais sistemas cerâmicos e que, em condições clínicas, as restaurações dentárias ficam expostas ao estresse e a interações químicas que são mais complexas e deletérias do que os ensaios mecânicos, o que os leva a julgar razoável esperar que as falhas ocorram com valores abaixo dos descritos nos trabalhos experimentais.

Tinschert et al. (2000) compararam cerâmicas fabricadas industrialmente e manufaturadas em laboratório quanto à resistência à flexão. Foram avaliadas três porcelanas feldspáticas (1.Cerec Mark II, 2.Vitadur Alpha Dentin e 3.Vita VMK, ambas da Vita), uma porcelana infiltrada por vidro (4.Dicor, Dentsply), uma alumina infiltrada por vidro (5.InCeram Alumina, Vita), uma porcelana feldspática reforçada por leucita (6.IPS Empress, Ivoclar), uma porcelana reforçada por alumina (7.Vitadur Alpha Core, Vita) e uma zircônia parcialmente estabilizada (8.Zirconia-TZP, Metoxit). Foram confeccionadas trinta barras de cada material de acordo com as instruções do fabricante e foi realizado o teste de resistência à flexão em quatro pontos, para o qual as cerâmicas 5, 7 e 8 apresentaram valores estatisticamente superiores. A cerâmica 5 apresentou um alto valor de resistência, mas módulo de Weibull elevado, o que indica a possibilidade de falha clínica com carregamentos moderados ou leves. A cerâmica 8 mostrou alto módulo de Weibull, mostrando que a possibilidade de falha desta cerâmica em uso clínico é baixa. Os autores concluíram que as porcelanas preparadas industrialmente são mais confiáveis do ponto de vista estrutural para serem utilizadas na odontologia.

Manhart et al. (2000), a fim de esclarecer parâmetros mecânicos das fraturas, determinaram a resistência flexural, o módulo de flexão, a resistência à fratura e ao desgaste de compósitos usados em restaurações posteriores (Solitaire, Definite, Tetric Ceram e Ariston). Os autores descreveram os ensaios realizados e concluíram que além do tipo e do volume do preenchimento, o espaço entre as partículas do material influencia nas propriedades físicas e no comportamento de desgaste do mesmo.

Ödman & Andersson (2001) apresentaram os resultados de um estudo prospectivo de acompanhamento de coroas procera AllCeran. Foram instaladas por

doze profissionais, 87 coroas em cinquenta pacientes, entre os anos 1989 e 1998 que foram acompanhados clinicamente por cinco a 10,5 anos. Setenta e nove dessas coroas foram cimentadas com cimento de fosfato de zinco e oito com cimento de ionômero de vidro. A avaliação da integridade marginal e da estética seguiu o sistema de avaliação qualitativa da Associação Odontológica da Califórnia. Na avaliação da integridade marginal, 92% das coroas foram consideradas clinicamente aceitáveis e duas superfícies cariadas foram registradas. Onze coroas se soltaram e segundo os autores isso teria acontecido por erro na forma do preparo. Foi evidenciado maior frequência de sangramento à sondagem em dentes com coroas Procera AllCeram (39%) do que em dentes naturais adjacentes (27%).

Chong et al. (2002) compararam a resistência flexural do sistema In-Ceram Zirconia e In-Ceram alumina. Foram confeccionadas dez amostras de cada sistema, outras dez amostras para faceta laminada com aplicação de cerâmica (Vitadur α). Uma máquina de carga foi utilizada para o teste de resistência flexural de três pontos. A resistência do sistema In-Ceram Zirconia foi de 513MPa e 64MPa, para CP de coroas e facetas laminadas, respectivamente. Os autores concluíram que as propriedades de resistência e dureza da zircônia tiveram influência positiva nas propriedades do In-ceram zircônia.

Della Bona et al. (2003) empregaram os princípios de fractografia para classificar o padrão de fratura entre compósito e cerâmica submetidos a ensaio de micro-tração. As cerâmicas IPS Empress e IPS Empress 2 receberam condicionamento com ácido fluorídrico ou com fluorfosfato acidulado ou com silano sem tratamento prévio. O silano também foi associado aos ácidos. Em seguida, adesivo e compósito foram aplicados sobre a superfície tratada. Após o teste de micro-tração, os resultados evidenciaram maior valor de resistência à tração quando

IPS Empress 2 foi condicionada com ácido fluorídrico e recebeu aplicação de silano. O emprego do silano melhorou os valores de resistência de união em todas as condições. Os autores observaram que a união entre cerâmica e compósito é influenciada diretamente pela microestrutura da cerâmica e pelo tratamento de superfície.

Zhang et al. (2004) avaliaram o efeito de carregamento cíclico sobre a tolerância à propagação de trincas de uma cerâmica à base de óxido de zircônia (Prozyr Y-TZP - Norton) e uma à base de alumina (AD995 – CoorsTek). Placas de 0.6mm de espessura foram colocadas a blocos de policarbonato transparente e fixadas com resina epóxica. Foram avaliadas amostras polidas, amostras previamente indentadas com esfera de aço (carregamento de 3000 e 4000N) e amostras submetidas a calor (200°C) por duzentas horas. Os autores avaliaram a trinca radial (que se origina a partir da interface com a resina epóxica) ou seja, a fratura da restauração cerâmica. Os resultados evidenciaram que em um mesmo período de tempo, Y-TZP suportaria carregamentos mais altos que alumina. A menor tendência à propagação de trincas parece estar relacionada ao menor tamanho dos cristais.

Moraes et al. (2004) estudaram o mecanismo de fratura dos compósitos de alumina-zircônia e analisaram o crescimento anormal do grão nos compósitos de alumina-zircônia, que é influenciado pela distribuição inicial do tamanho do grão. A distribuição de tamanho não homogêneo dos grãos propiciaram o início do crescimento anormal desses durante a sinterização. A média de tamanho para os grãos de alumina e de zircônia foram determinados por MEV. Difração de raios-X foi usada para quantificar a extensão do estresse indutor da transformação de fase monoclinica para tetragonal. A homogeneidade microestrutural, a resistência à

flexão, a superfície de fratura após o teste flexural e linha de trincas induzidas por dureza Vickers em compósitos de alumina-zircônia também foram observados. Foram utilizados pós de óxido de alumina e zircônia estabilizada por ítrio de diferentes fabricantes: Alumina SE-1000 (Alcoa, EUA), com média de tamanho de partícula de 0,442 μ m. Zircônia estabilizada por ítrio (TZ3YSB, Japão) com 0,35 μ m e zircônia estabilizado por ítrio (3YTZP, Inglaterra) com 0,19 μ m. Diferentes composições foram preparadas com misturas de óxidos variando a quantidade de zircônia de 5 a 80%. Os resultados obtidos, associados com o trajeto da trinca, foram usados para entender e discutir os mecanismos envolvidos na fratura dos compósitos analisados.

Guazzato et al. (2004) realizaram um estudo dividido em duas partes a fim de comparar nove cerâmicas dentais e discutir fatores relacionados quanto à força, resistência à fratura e microestrutura das mesmas. Após o ensaio de flexão, indentação Vickers, aplicação de fórmulas, difração de raios-X e observação sob MEV, foi possível concluir que o processamento mais incrementado não implica em necessariamente melhores propriedades mecânicas, pois estas dependem também do tamanho e da forma do grão, da porosidade, da presença de outras fases na cerâmica e ainda do percentual de sinterização alcançado. Portanto, os autores sugerem que mais trabalhos sejam realizados a fim de se entender melhor a influência do mecanismo de resistência nas propriedades mecânicas e na performance clínica das cerâmicas dentais.

Eichler et al. (2004) apresentaram pela primeira vez dados sobre a resistência à fratura da zircônia na fase monoclinica. Um pó de zircônia nanocristalina (Degussa VP ZrO₂) , foi sinterizado de duas formas após pressão de 3MPa: grupo A – Vinte amostras sinterizadas a 1100°C por 10h e no grupo B - 17 amostras sinterizadas a

1105°C por 5h, ambos seguindo padrão de aquecimento e resfriamento. A difração de raios-X confirmou mais de 99% de fase monoclinica. Cinco amostras de cada grupo, medindo 3mmx4mmx24mm foram submetidas à medida de densidade usando o método de Arquimedes. Fotomicrografias foram feitas em MEV para avaliação do grão que tinha aproximadamente 150µm. Resistência a flexão em quatro pontos foram determinados em 12 amostras do grupo A e oito amostras do grupo B. Por meio de uma máquina de ensaio universal (Instron 1195) com velocidade de 0,2mm/min foram feitos os ensaios de fratura sobre uma das superfícies das peças polidas (ponta de acabamento de 1µm) e umedecidas. Fractografias foram usadas para determinar a origem das fraturas em todas as amostras. Para os valores de resistência à fratura obtidos, foi utilizado o método de avaliação SCF (*Surface Crack in Flexural*), técnica ideal para materiais nanocristalinos, gerando resultados reproduzíveis. Todas as amostras fraturaram a partir da trinca; 92% da ZrO₂ apresentaram resistência à fratura de 234 a aproximadamente 47Mpa, resistência essa comparada à da zircônia tetragonal; a superfície da trinca foi identificada com método de mensuração de resistência à fratura em materiais nanocristalinos.

Sundh et al. (2005) buscaram avaliar o efeito do tratamento térmico e da aplicação de uma faceta na resistência à fratura de próteses parciais de três elementos confeccionadas em zircônia Y-TZP. Após divisão dos CP em quatro grupos (sem tratamento, com tratamento térmico, com aplicação de porcelana Vita e com aplicação de porcelana Eris) para realização de ensaios de fadiga em máquina de ensaio universal, o estudo resultou em uma menor resistência dos corpos usinados e facetados, não havendo diferença entre eles. Foi possível também detectar que a fratura ocorre sempre no ponto de aplicação da força e no conector

da prótese.

Boudrias (2005) avaliou a zircônia estabilizada com ítrio após fadiga cíclica e envelhecimento acelerado. Foi verificado que a zircônia apresentava resistência superior aos sistemas cerâmicos. O autor comentou que o In-Ceram zircônia é diferente da zircônia estabilizada com ítrio pois o primeiro possui apenas 30% de zircônia, é mais opaco, não permite transmissão de luz e sua resistência flexural é 30% menor. Com relação ao tipo de leitura do preparo relatou que o sistema Lava-3M e o Cerec in-lab utilizam um *scanner* óptico e o Procera um *scanner* tátil. A linha de término do preparo é desenhada no computador e a espessura do preparo do dente é de 0,5mm a 0,7mm para melhor suporte da porcelana, aumentando a resistência à fratura da porcelana em 30%. A linha de término é aumentada em 20% para compensar a contração que ocorre na sinterização da zircônia. No caso de uma prótese parcial fixa com pântico(s) o espaço mínimo necessário é de 9mm². Com o desenho concluído a informação é enviada para o sistema robótico que usina o bloco de zircônia. No sistema Lava – 3M a adaptação marginal oscila entre 40µm e 70µm. É recomendável usar sombra no terço gengival da porcelana para melhorar a estética. O sistema Lava-3M e Vita YZ são tingidos eliminando o colar branco da zircônia. A estrutura de zircônia tem radiopacidade similar ao da cerâmica feldspática. O sistema Cynovad tem um CAD/CAM com cópia digitalizada e com escâner com leitura óptica 3D. A usinagem é feita com sinterização total do bloco de zircônia. O sistema Cercon utiliza um sistema óptico para digitalizar a estrutura encerada feita no modelo mestre não utilizando o CAD/CAM, sendo leitura digital do enceramento. Com relação à fluorescência, Boudrias (2005) verificou que quando a luz incide sobre um dente natural ou uma restauração, ela é refletida e parte é absorvida, se encontrar uma superfície opaca a luz reflete e a opacidade impede a transmissão da

luz, isso ocorre nas coroas metalocerâmicas. Na zircônia a transmissão de luz varia de acordo com a espessura, composição, características físicas e o nível de brilho da porcelana. Dentre os materiais avaliados nesse estudo (In-Ceram Spinel, Empress II, In-Ceram Alumina In-Ceram zircônia), a zircônia se coloca em posição mediana na transmissão de luz sendo menor translucidez que o In-Ceram Spinel e o Empress II. Analisou também o grau de desgaste do preparo, sendo um preparo com espaço insuficiente para a restauração ocasionará uma porcelana menos espessa e mais opaca. O tipo de linha de término deve ser chanfro profundo ou ombro biselado com devido acabamento e polimento, o que viabiliza a perfeita leitura do escâner. O tipo de cimento utilizado também é relevante, mas no caso da zircônia não há necessidade de cimento resinoso para dar suporte a restauração, sendo uma indicação suficiente o ionômero de vidro modificado por resina, principalmente na região intra-sulcular. Nesse estudo concluiu-se que produzir uma estrutura de zircônia com o sistema CAD/CAM mostra um grande avanço na confecção de restaurações cerâmicas. Estudos in vitro são favoráveis, mas ainda falta a longevidade clínica para analisar.

Casellas et al. (2005) estudaram a indução de uma alteração microestrutural no tamanho do grão de materiais de alumina reforçados por zircônia com o acréscimo de 5%, 15% e 30% de zircônia em seu volume, a partir de um tratamento térmico sob temperaturas de 1450°C a 1750°C. Analisaram e documentaram então a cinética de crescimento do grão comparando com o tamanho das partículas e dos grãos originais sob MEV e a resistência à fratura através da obtenção de valores de indentação Vickers. Ficou claro que a adição de zircônia resultou em redução do tamanho do grão de alumina e que a resistência à fratura é dependente do volume de zircônia adicionado, bem como da extensão do tratamento térmico.

Zhang & Lawn (2005) avaliaram o efeito de danos superficiais sobre a superfície de cerâmica Y-TZP (Y-TZP Prozyr) submetida a carregamento cíclico. Amostras planas foram polidas ($1\mu\text{m}$) e receberam microindentações Vickers, com carregamento variando de 1 a 100N, e Berkovich, variando de 0,1 a 1N. A superfície submetida à indentação foi, então, cimentada sobre bloco de policarbonato e submetida a carregamento cíclico, até que ocorresse falha catastrófica. Os resultados mostraram elevada tendência à propagação de trincas quando Y-TZP é submetida a dano superficial, diretamente proporcional ao carregamento aplicado. Os autores observaram que o dano causado por jateamento com óxido de alumínio $50\mu\text{m}$ é da ordem de 1N aproximadamente, o que poderia comprometer a longevidade de restaurações em Y-TZP submetidas à jateamento prévio.

Santos et al. (2005a) avaliaram a influência do tempo de sinterização nos aspectos microestruturais e nas propriedades mecânicas dos compósitos de alumina-zircônia. Para o estudo foram preparadas misturas de pó de zircônia contendo 20% de alumina, cujas partículas foram medidas previamente (aproximadamente $0,65\mu\text{m}$). A sinterização a ar ocorreu a 1600°C por 0,120, 240, 360, 480 e 1440min e, após sinterização, as amostras foram caracterizadas por sua densidade relativa (método de imersão) e composição de fase. A dureza Vickers e a resistência à fratura foram determinadas sob carga de 2000gf por 30s, a fim de relacionar tais propriedades mecânicas com aspectos micro-estruturais como distribuição e média do tamanho do grão (MEV). O tempo não influenciou no espessamento do material, por outro lado foi observada pequena redução na dureza e resistência à fratura com o crescimento da partícula. A zircônia cresceu por difusão de volume enquanto a alumina cresceu por migração e difusão.

Santos et al. (2005b) estudaram a importância da temperatura final de

sinterização na densidade relativa, perda de massa e nas fases cristalinas das cerâmicas ZrO_2 e Al_2O_3 . Além da alumina (tipo A-1000 SG, EUA), dois tipos de pó de zircônia foram analisados, a zircônia com tamanho médio de partículas de $0,9\mu m$ (TZ-3YSB, Japão) e de $0,15\mu m$ (TZ-3Y-E, Japão). As amostras foram compactadas por prensagem uniaxial a frio, utilizando matrizes cilíndricas de diâmetro 20mm e sinterizadas em temperaturas variando entre 1450 e 1650°C, com um patamar constante de 60min. Os corpos sinterizados foram submetidos à pesagem em balança analítica para verificação da perda de massa durante a sinterização, utilizando o método de imersão proposto por Arquimedes. Os resultados de difração de raios-X mostraram a zircônia tetragonal após sinterização. Independente da temperatura utilizada, as zircônias apresentaram dureza na ordem de 13GPa, enquanto a alumina apresentou aumento de dureza em função do aumento da densificação, chegando a 15GPa, segundo o método de Indentação Vickers com carga de 2000gf durante 30s. Os resultados de tenacidade à fratura encontrados foram de 8MPa.m (TZ-3YSB) e 11MPa.m (TZ-3Y-E) da ZrO_2 e de 4MPa.m da Al_2O_3 , a partir do comprimento das trincas. Houve um aumento do nível de densificação e das propriedades mecânicas dos materiais cerâmicos, em função do aumento da temperatura utilizada. A alumina mais densa apresentou significativa variação em função do aumento da densidade relativa, o que na zircônia ocorreu em menor escala. A alumina somente foi sinterizada com densidade relativa próxima a 98% em temperaturas acima de 1600°C.

Curtis et al. (2006) examinaram a influência de abrasão por alumina na modificação de superfície pré-cimentação rotineiramente utilizadas para avaliar a performance da cerâmica Y-TZP. A partir do preparo de 12 grupos de discos cerâmicos medindo 13mmx1,5mm verificaram ainda a influência da hidratação das

amostras. Foi avaliada a rugosidade, a dureza Vickers e a composição de fase por difração de raios-X. Os autores concluíram que abrasão por 25, 50 ou 110 μ m de alumina não promoveu diferença na força flexural, não interferiu na caracterização nem na transformação de fase. A hidratação das amostras não influenciou os resultados.

Chevalier (2006) publicou uma vasta revisão da literatura a fim de analisar o conhecimento atual sobre o processo de envelhecimento e seus efeitos no acompanhamento a longo prazo de implantes a base de zircônia em diversas áreas da saúde, incluindo a ortopedia e a odontologia. O autor se propôs a distinguir entre o que seria fato cientificamente comprovado e o que seria especulação a partir da avaliação do processo de deterioração da zircônia como biomaterial a partir de critérios minuciosos. Baseado em suas avaliações e conclusões, o autor sugeriu que as normas ISO devem ser revistas e modificadas a fim de oferecer maior confiabilidade ao clínico para utilização da zircônia como material de prótese para reposição principalmente de osso femural e de dentes.

Akbar et al. (2006) compararam as discrepâncias marginais de coroas de Cerec 3 usinadas pelo equipamento CAD/CAM sobre dentes humanos preparados com dois tipos de linha de término chanfro e ombro. Dezesesseis dentes foram preparados para coroa total, sendo oito dentes com chanfro de 1mm e oito dentes com ombro de 1,2 a 1,5mm. A adaptação marginal foi avaliada de duas formas: usando o critério de saúde pública dos Estados Unidos (USPHS- United States Public Health Service) que avalia oito pontos pré-selecionados em cada margem da coroa e usando MEV para medir espaços marginais, sendo 15 pontos em cada uma das quatro faces, totalizando sessenta medidas. A avaliação de coroas aceitáveis foi determinada a partir de todas as medidas por dente com *gap* menor do que 100 μ m.

Não houve diferença estatística significativa entre ambos os grupos, entretanto no grupo com término em ombro os resultados foram numericamente menores. Não houve diferença significativa entre os métodos de análise (USPHS x MEV).

Daguano et al. (2006) verificaram a influência da temperatura e do tempo de sinterização no desenvolvimento microestrutural e propriedades de compósitos cerâmicos a base de $ZrO_2-Al_2O_3$. Compósitos de ZrO_2 com adições de 20% de Al_2O_3 (tipo SG-1000 Almatis, grupo Alcoa) foram misturados (zircônia tetragonal estabilizada com ítrio, TZ3YSB, Tosoh, Japan) e compactados para sinterização em temperatura de 1500 a 1600°C. Os pós foram misturados em moinho de atrito em meio a álcool isopropílico e agitados a 1000rpm por 4h. Em cada temperatura, os patamares de sinterização foram variados de 0 a 480min. Os corpos sinterizados foram caracterizados quanto às fases presentes, microestrutura, densidade relativa, além de dureza e tenacidade à fratura. Para uma avaliação biológica primária, testes de citotoxicidade baseados em cultura celular de mamíferos foram realizados. Demonstraram que os materiais obtidos são biocompatíveis, devido ao crescimento celular apresentado durante o teste citotológico, indicando que esses compósitos cerâmicos podem ser caracterizados como biomateriais adequados para a aplicação em odontologia. Os resultados indicaram que em todas as condições de sinterização as amostras apresentaram apenas duas fases cristalinas, ZrO_2 tetragonal e $\alpha-Al_2O_3$. É observado um aumento dos valores de propriedades mecânicas em função do aumento da temperatura de sinterização, os quais devem ser relacionados ao leve aumento da densificação das amostras.

Santos et al. (2006) investigaram o efeito da adição de alumina nas propriedades dos compósitos cerâmicos a partir de amostras de ZrO_2 acrescidas de 0 a 30% de Al_2O_3 (misturas em pó, que foram trituradas, compactadas por pressão à

frio e sinterizadas a 1600⁰C por duas horas). As amostras foram caracterizadas por sua densidade relativa, composição e microestrutura. A média de tamanho das partículas foi de 0,67 μ m. Foram determinadas como propriedades mecânicas, em temperatura ambiente, dureza Vickers e resistência à fratura. Após sinterização, em todas as proporções de alumina foi verificada densidade relativa maior que 99%. A adição de alumina entre 0 e 30% respectivamente, produziu um aumento linear na dureza alcançando valores entre 1350 e 1610HV. A resistência à fratura foi próxima de 8MPa, indicando boa resistência à propagação de trincas. No acréscimo da alumina foram desenvolvidos compósitos cerâmicos de alta densidade relativa apresentando dureza variando entre 1350 e 1600HV. Pode-se concluir que esse material obtido, possui propriedades promissoras para utilização como componente protético.

Fernandes (2006) comparou a resistência de união de metais (Verabond, NewCeram e Wirobond) a porcelanas (Omega 900 e Noritake) frente à forças de cisalhamento aplicadas por uma máquina de ensaio universal aos CP com porcelana aplicada em modelo experimental tipo braquete. As ligas de cromo-cobalto tiveram comportamento superior à liga de níquel-cromo sem berílio, embora ambas as ligas tenham comprovado suas indicações para trabalhos metalocerâmicos em relação à adesão do metal com a porcelana.

Diego et al. (2007) objetivaram a caracterização do pó cerâmico do In-ceram correlacionando suas características com a sinterização. Os pós cerâmicos de alumina e alumina-zircônia com seus respectivos vidros (In-ceram Alumina e In-ceram Zircônia) tiveram seu coeficiente de expansão térmica medido a partir de um dilatômetro e suas fases cristalinas identificadas por difração de raios-X. Aspectos morfológicos, composição química e média de tamanho das partículas foram obtidos

usando MEV. Tais características foram avaliadas e discutidas considerando sua substituição por novos materiais cerâmicos. Concluíram que a microporosidade da cerâmica permite a entrada de partículas de vidro, eliminando os poros e aumentando a resistência à fratura, entretanto um coeficiente de expansão térmica menor para as partículas de vidro em relação à cerâmica possibilita menor geração de estresse e redução do tempo de sinterização. Santos & Elias (2007) compararam propriedades mecânicas e biocompatibilidade de blocos de zircônia nacionais e importados para uso em próteses implantossuportadas. Partindo da aquisição de blocos cerâmicos pré-sinterizados da Vita 2000 YZ CUBES e ProtMat materiais avançados, os blocos foram usinados pelo sistema CAD/CAM e sinterizados a 1530^oC para aumentar a dureza e tenacidade à fratura. As amostras sinterizadas foram caracterizadas quanto a variação dimensional (comprimento e volume), densidade relativa, MEV e difração de raios-X. A dureza e a tenacidade foram determinadas pelo método de indentação Vickers. A tenacidade à fratura foi calculada pelo tamanho da trinca na marca de dureza. Foi verificada também a flexão em quatro pontos na máquina universal de ensaios mecânicos. Para avaliar a confiabilidade dos resultados utilizaram tratamento estatístico de Weibull. Os testes de avaliação biológica seguiram a norma ISO 10993-5 onde as amostras são colocadas em placas para cultura celular e a avaliação da citotoxicidade ocorre com a incorporação do corante vital vermelho neutro. Para avaliar a usinabilidade e qualidade das próteses, empregaram o sistema CAD/CAM e posterior aplicação de cerâmica sobre os casquetes. Concluiu-se que os blocos sinterizados ProtMat apresentaram dureza, tenacidade e resistência à fratura, coeficiente de expansão térmica similares aos da VITA 2000 YZ - CUBES e densidade próxima da teórica com retração em torno de 24% e grãos de tamanho médio de 0,5mm.

Souza et al. (2008) investigaram as propriedades mecânicas estáticas e fadiga cíclica da zircônia tetragonal policristalina (3Y-TZP) estabilizada por ítrio. Vinte blocos de cerâmica tetragonal pura pré-sinterizadas (ProtMat/Brasil) de 3mmx4mmx45mm foram sinterizadas a ar por duas horas a 1600°C com aquecimento e resfriamento de 10°C/min e caracterizadas por difração de raios-X e MEV. As superfícies foram polidas com ponta de diamante de 1µm. Dureza e resistência à fratura foram medidas na escala Vickers sob carga de 2000gf por 30s. Os testes de fadiga cíclica foram realizados em quatro pontos variando o estresse entre 570 e 650MPa sendo pelo menos seis CP para cada carga. Os testes eram interrompidos no momento em que era alcançado o número de ciclos de estresse entre 2 e 5×10^6 ciclos. Para evitar interferência do acabamento nas propriedades mecânicas todos os CP tiveram sua rugosidade medida no Mitutoyo SJ-201. Os CP com sinterização próximas de 100% apresentaram dureza de 13,5GPa, resistência à fratura de 8,2MPa e resistência à deformação de 880MPa. O aumento da carga levou a redução do número de ciclos e do número de CP. A transformação tetragonal monoclínica observada pela difração de raios-X contribuiu para o aumento do número de ciclos até atingir a fadiga. A zircônia 3Y-TZP apresentou uma série de condições nas quais a fadiga cíclica pode ser detectada.

Denry & Kelly (2008) fizeram uma revisão da literatura abordando os tipos de zircônia disponíveis para odontologia (3Y-TZP, ZTA, Mg-PSZ), suas propriedades e as possíveis implicações clínicas e consequências a longo prazo das duas principais técnicas de usinagem do casquete (leve e pesada). Analisando as características dos principais estudos clínicos recentes de próteses com zircônia, os autores ressaltaram que a natureza da interface entre a zircônia e a porcelana de revestimento ainda não foi bem estudada.

3 PROPOSIÇÃO

O objetivo deste estudo foi quantificar e comparar as propriedades mecânicas (microdureza, tenacidade à fratura, resistência ao cisalhamento e à flexão) de quatro zircônias do tipo tetragonal policristalina contendo ítrio, a saber: nanoparticulada e microparticulada das empresas ProtMat (Guaratinguetá, São Paulo, Brasil), Ivoclar (Ivoclar Vivadent AG, Schaan/Liechtenstein) e Vita (Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) após aplicação de cerâmica.

4 METODOLOGIA

4.1 DELINEAMENTO EXPERIMENTAL

1) Unidade Experimental:	Corpos-de-prova de quatro diferentes tipos de zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítrio com cerâmica aplicada.
2) Fator em estudo:	
Zircônias	<ul style="list-style-type: none"> a. Microparticulada (ProtMat) b. Nanoparticulada (ProtMat) c. Microparticulada (Vita) d. Microparticulada (Ivoclar-Vivadent)
Sinterização	Difração de raios-X, Princípio de Arquimedes, MEV, paquímetro digital, balança analítica
3) Variável resposta	<ul style="list-style-type: none"> a. Resistência ao Cisalhamento b. Microdureza c. Resistência à flexão d. Tenacidade à fratura

Os procedimentos foram realizados no Laboratório de Ensaios Mecânicos do Departamento de Engenharia Mecânica e de Materiais do IME - Instituto Militar de Engenharia Rio de Janeiro, no Departamento de Engenharia de Materiais da USP – Lorena/SP e no Laboratório de Prótese Dentária RHB, Rio de Janeiro.

4.2 CÁLCULO AMOSTRAL

Aplicando os valores oriundos da revisão da literatura ao programa BioEstat 2.0, utilizou-se a ferramenta para cálculo do tamanho de amostras pelo teste t para amostras pareadas e o teste t para amostras independentes. Como parâmetros estatísticos utilizou-se o poder do teste em 90% e significância de 0,05. Os valores encontrados foram acrescidos de uma margem de erro de 10%, de forma a evitar a formação de erro tipo II. Dessa forma o número de corpos-de-prova (n) deste estudo foi de 84, distribuídos da seguinte forma: 21 corpos-de-prova (CP) de cada tipo de zircônia, sendo um para caracterização após a sinterização, cinco para o ensaio de microdureza, cinco para o ensaio de cisalhamento e dez para o ensaio de flexão.

4.3 SELEÇÃO E CONFECÇÃO DAS AMOSTRAS

Para fins de identificação foram usados dois termos: amostra e corpo-de-prova (CP). Nomeamos de amostra a cerâmica de zircônia tetragonal policristalina contendo ítrio (Y-TZP) previamente à aplicação da porcelana e de CP o conjunto cerâmica de zircônia tetragonal policristalina + cerâmica estética aplicada. As amostras foram preparadas no estado pré-sinterizadas.

Foram confeccionados 44 blocos de cerâmica de zircônia (Y-TZP), sendo 11 de cada grupo conforme a marca comercial, a saber:

- nanoparticulada da ProtMat Materiais Avançados (Guaratinguetá, SP, Brasil);
- microparticulada da ProtMat Materiais Avançados (Guaratinguetá, SP, Brasil);
- microparticulada IPS e.max Zircad, designação comercial ZrHP (Ivoclar Vivadent AG, Schaan/Liechtenstein);

- microparticulada VITA 2000 YZ CUBES (VITA, Zahnfabrik, Bad Säckingen Alemanha).

Os blocos pré-sinterizados (Figura 1) foram seccionados em máquina de corte (BuehleR LTD.– Bluff, Illinois, EUA) na forma de blocos de 15mmx15mmx2mm (Figura 2), conforme descrito por Denry & Kelly (2008). Em seguida, as superfícies dos blocos foram lixadas com lixas de óxido de alumínio, granulação 200 (Norton, Brasil) para remoção das irregularidades e padronização do acabamento das superfícies.

Para realização do ensaio de flexão foram confeccionadas dez amostras de cada grupo de zircônia em forma de barra polida, medindo 45mmx4mmx3mm, conforme as normas descritas para esse ensaio.

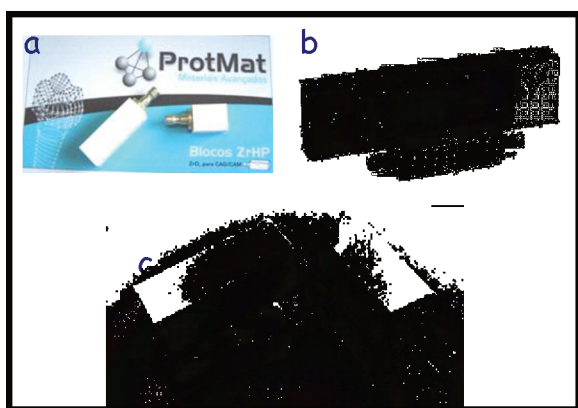


Figura 1 – Blocos de zircônia pré-sinterizados (a) ProtMat (b) Vita (c) Ivoclar

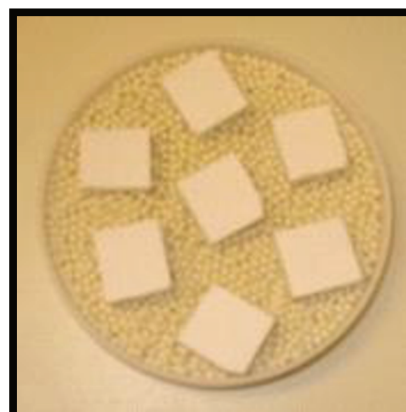


Figura 2 – Blocos de zircônia seccionados para ensaio de microdureza e cisalhamento

As características descritas pelos fabricantes das zircônias testadas são apresentadas na figura 3.

NOME COMERCIAL	TAMANHO MÉDIO DOS GRÃOS	TEMPERATURA SINTERIZAÇÃO	FABRICANTE
ZrHP ProtMat (Microparticulada)	400-500nm	1530 ^o C	PROTMAT
ZrHP ProtMat (Nanoparticulada)	150 nm	1350 ^o C	PROTMAT
e.maxZircad (Microparticulada)	500 nm	1530 ^o C	IVOCLAR- VIVADENT
Vita 2000 YZ CUBES (Microparticulada)	500 nm	1530 ^o C	VITA

Figura 3 – Descrição das zircônias utilizadas no estudo

4.4 SINTERIZAÇÃO

Os blocos pré-sinterizados seccionados foram levados ao forno VITA Zyrcomat (VITA, Zahnfabrik, Bad Säckingen) (Figura 4) para sinterização por aproximadamente duas horas. O aquecimento e resfriamento foram realizados aplicando-se taxa de 10^oC/min em temperatura de 1530^oC (patamar de 120min) e atmosfera ambiente. Os blocos de zircônia nanoparticulada foram sinterizados em forno MAITEC F1650 (Maitec, São Carlos, SP) a 1350^oC (Moraes et al., 2004; Eichler et al., 2004; Akbar et al., 2006; Diego et al., 2007; Souza et al., 2008).



Figura 4 – Forno de sinterização

Foram realizadas dez pesagens em cada CP, antes e após a sinterização utilizando balança analítica com precisão de 10^{-5} g e medição com paquímetro digital com precisão de 0,01mm, a fim de se determinar a retração e a perda de massa das amostras, após sinterização.

Para o cálculo da massa específica das amostras sinterizadas foi executado em teste obedecendo o princípio de Arquimedes, que consiste na imersão do CP em água destilada a 20°C por um fio de nylon e obteve-se a densidade relativa que foi calculada pela relação entre a massa específica da cerâmica antes e após sinterização.

4.5 CARACTERIZAÇÃO APÓS SINTERIZAÇÃO (ANÁLISE DE FASES)

Para verificar e validar as amostras sinterizadas, foram analisadas as fases presentes. As amostras foram identificadas, uma amostra de cada grupo, por meio de um difratômetro de raios-X (XRD-6000-SHIMADZU DO BRASIL), utilizando radiação Cu-K α (Figura 5). A varredura do feixe foi realizada em ângulos entre 20° e 80°, passo angular de 0,05° e velocidade de três contagens/segundo. Os picos foram identificados, através de comparação com arquivos padrão de difração.

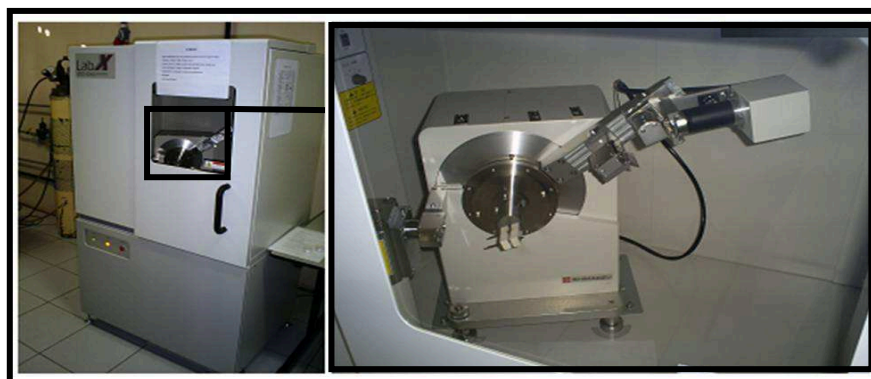


Figura 5 – Difratômetro de raios-X

As amostras sinterizadas tiveram suas superfícies lixadas e polidas (discos de diamante e pasta Cosmedent, EUA) e foram submetidas à preparação metalográfica para viabilizar a análise no microscópio eletrônico de varredura (JEOL, JSM-5800LV, Tokio, Japão), a fim de se observar o tamanho das partículas (Figura 6). Conforme descrito por Moraes et al. (2004), o valor médio dos grãos foi obtido baseado na observação de pelo menos cem grãos de cada material.

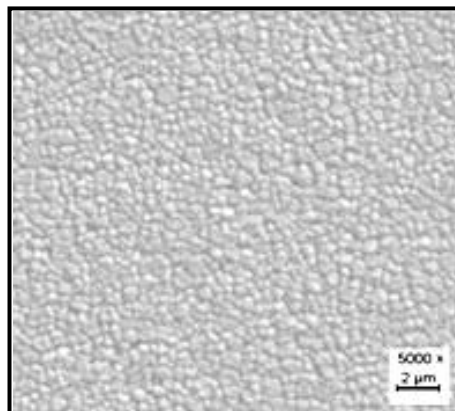


Figura 6 – Ilustração de uma fotomicrografia eletrônica do bloco Protmat sinterizado

4.6 APLICAÇÃO DA CERÂMICA E CONFECÇÃO DOS CP

Os quarenta blocos de zircônia foram levados a um laboratório de prótese dentária (RHB, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) e, em uma de suas faces, foi aplicada cerâmica CZR - Cerabien Zr (Noritake-shinmachi, Nagoya, Japão) cor A3, com espessura de 2mm, seguindo a orientação do fabricante. A cerâmica foi aplicada e a cocção foi feita a uma temperatura inicial de 600⁰C com subida de temperatura de 55⁰C min e final de 935⁰C por um min e pressão de 30atmHg. Cada grupo foi então dividido de forma que a cerâmica fosse aplicada de duas formas sobre os blocos de zircônia:

- a) em toda a face do bloco (Figura 7);

b) em uma área quadrangular e espessura de 4mm (medida com um paquímetro digital) e ângulos retos na interface com a zircônia (confirmados com o auxílio de um esquadro) a partir da delimitação de uma matriz de silicone (Figura 8).

As quarenta barras para o ensaio de flexão receberam cerâmica apenas de uma forma, ou seja, em toda uma face.

A este conjunto passamos a chamar corpo-de-prova (CP).

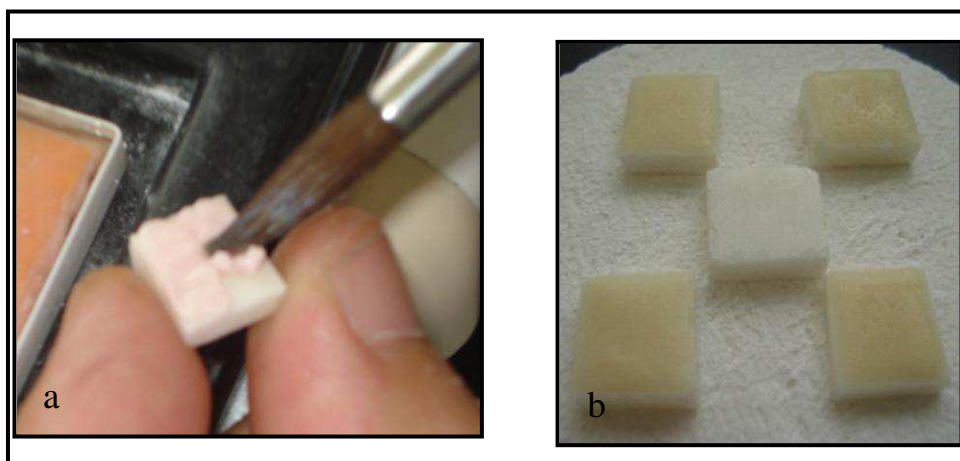


Figura 7 – Aplicação de cerâmica em toda a face dos blocos de zircônia (a) porcelana sendo aplicada sobre um bloco; (b) blocos com porcelana aplicada em toda a face superior e um bloco central em zircônia, evidenciando a diferença entre antes e após a aplicação

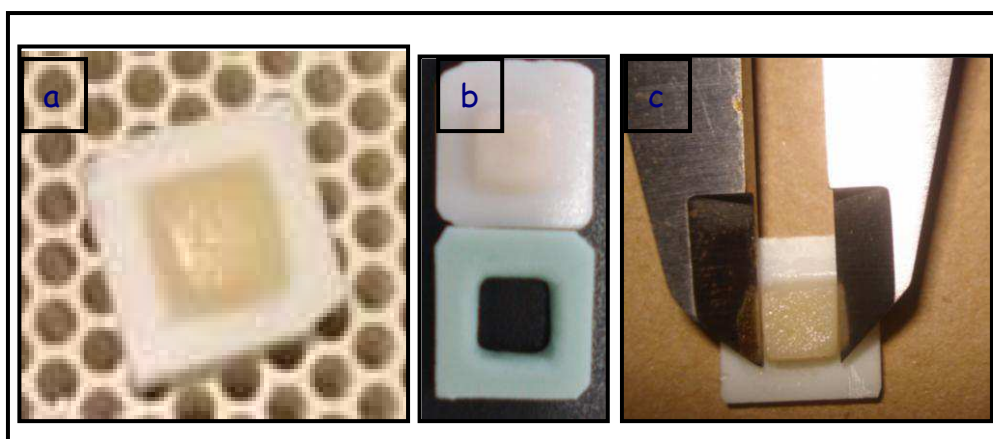


Figura 8 – Blocos de zircônia com cerâmica aplicada de forma quadrangular com o auxílio de uma matriz de silicone e paquímetro digital (a) blocos com porcelana aplicada em formato quadrangular; (b) molde de silicone utilizado para a conformação da porcelana; (c) paquímetro digital confirmando as medidas da porcelana aplicada

4.7 ENSAIOS OU PROPRIEDADES MECÂNICAS

4.7.1 Microdureza Vickers (HV)

Os cinco CP de cada grupo que receberam a aplicação da cerâmica em toda a face do bloco de zircônia e foram dispostos lateralmente e embutidos em resina epóxica, expondo o lado zircônia/cerâmica e polidos com discos Dialite (Komet, EUA) para o ensaio de microdureza. A dureza e a tenacidade foram determinadas pelo método de indentação Vickers, usando um microdurômetro modelo Micromet 2004 (Figura 9). A metodologia utilizada para a determinação dos valores de dureza dos CP seguiu as normas da American Society for Testing Materials (1999) C 1327-99 e C 1424-99, que fornecem o procedimento para preparação e a obtenção da dureza Vickers de cerâmicas avançadas, conforme descrito a seguir.



Figura 9 – Microdurômetro Micromet 2004

Por razões estatísticas, foram realizadas 21 impressões Vickers nas superfícies de cada um dos CP polidos, utilizando carga de 2000gf na região do $ZrO_2(Y_2O_3)$, e 300gf na região do recobrimento, aplicada durante trinta segundos. A Figura 10 apresenta de forma esquemática uma indentação Vickers.

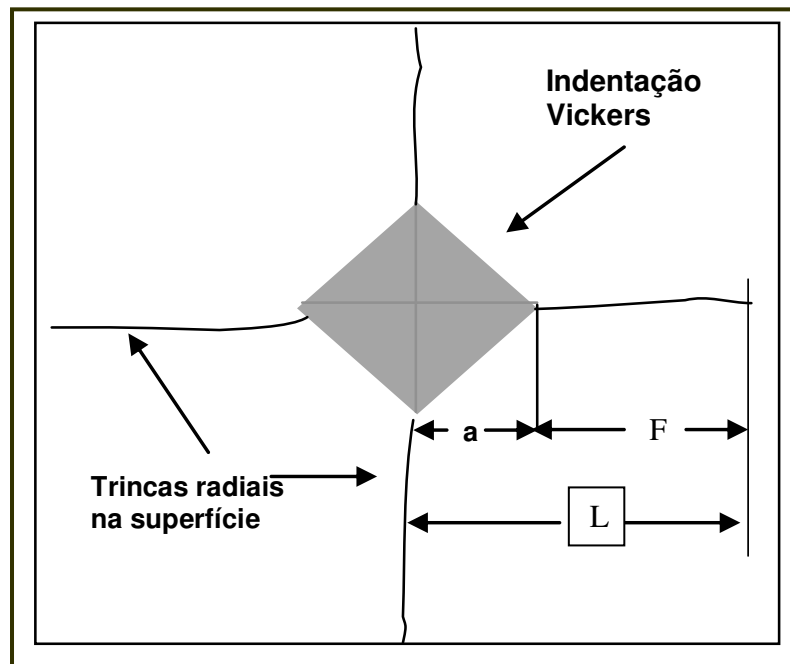


Figura 10 - Representação esquemática da indentação Vickers e formação das trincas

As impressões foram realizadas de tal forma que a distância entre os centros das impressões fosse de quatro vezes a diagonal da indentação ($4d$). Somente as diagonais de impressão consideradas aceitáveis dentro dos padrões da norma foram medidas utilizando o microscópio óptico, e analisador de imagens, com aumento de 100x.

Cada impressão Vickers apresenta dois pares de trincas radiais, o que geram um total de sessenta pares de trincas. Nos cálculos foram utilizados, para cada CP, pelo menos trinta pares de trincas perfeitas, ou seja, aquelas que não apresentaram interações com imperfeições de polimento e desvios da trajetória da trinca nucleada a partir dos vértices das indentações. A medida do comprimento das trincas foi

realizada logo após o ensaio de dureza, para evitar o crescimento lento da trinca após a impressão, iniciado pelo campo de tensão que atua após o carregamento.

Após a medição das diagonais de impressão, foram calculados os valores da dureza Vickers do material (GPa), conforme a equação:

$$H_v = [2 P \text{ sen } \theta/2] / a^2 \quad (1)$$

Onde:

H_v é a dureza Vickers (kgf/mm^2);

P é a carga aplicada pelo penetrador Vickers (kgf);

θ é o ângulo de inclinação da pirâmide Vickers (136°) e;

a é o comprimento médio da diagonal da impressão (mm).

Os valores obtidos de microdureza Vickers em H_v , kgf/mm^2 , podem ser convertidos para GPa a partir da fórmula:

$$1 \text{ GPa} = 1,02 \times 10^{-2} \text{ kgf}/\text{mm}^2 \quad (2)$$

4.7.2 Tenacidade à fratura

A tenacidade à fratura foi calculada medindo-se o comprimento médio das trincas em cada vértice das 21 indentações piramidais, utilizando as equações propostas na literatura por Anstis et al. (1981), que leva em consideração o módulo de elasticidade e a dureza do material, a semi-diagonal da impressão Vickers e o comprimento da trinca, conforme ilustrado no Anexo A.

A metodologia utilizada para a determinação dos valores de tenacidade à fratura por indentação Vickers dos CP foi realizada com base na norma American

Society for Testing Materials C 1424-99.

4.7.3 Ensaio de cisalhamento

Cinco CPs de cada grupo foram submetidos ao ensaio de cisalhamento para avaliação da resistência da interface de aderência entre a zircônia e a cerâmica. O ensaio foi realizado em uma máquina de ensaio universal (EMIC-DL 10000 - Emic Equipamentos e Sistemas de Ensaio Ltda., Paraná, Brasil), seguindo a Norma American Society for Testing Materials C1327 para materiais cerâmicos (Figura 11).

O CP foi embutido em resina epóxica, deixando exposto o lado da cerâmica aplicada e foi então fixado por intermédio de um suporte metálico confeccionado para este fim (Figura 12). Este conjunto ficava posicionado na base da máquina de ensaio de forma a permitir a ação de cisalhamento. Um cutelo fixado no mandril da haste vertical da máquina foi acoplado à célula de carga, cujo limite de força foi de 480kgf, e esta era acionada a uma velocidade programada de descida de 1mm/min, induzindo a ruptura ou deslocamento da porcelana (Figura 13).



Figura 11- Máquina de Ensaio Universal EMIC

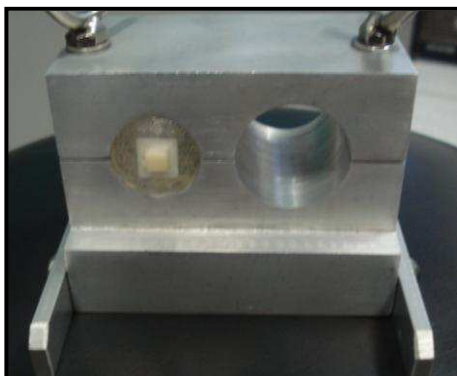


Figura 12- Suporte metálico com o CP posicionado



Figura 13- Cutelo no momento de cisalhamento

A máquina conectada a um computador cujo software gerou, a cada ensaio, um gráfico força x deslocamento, permitindo a mensuração da capacidade de aderência da cerâmica à zircônia (Figura 14).

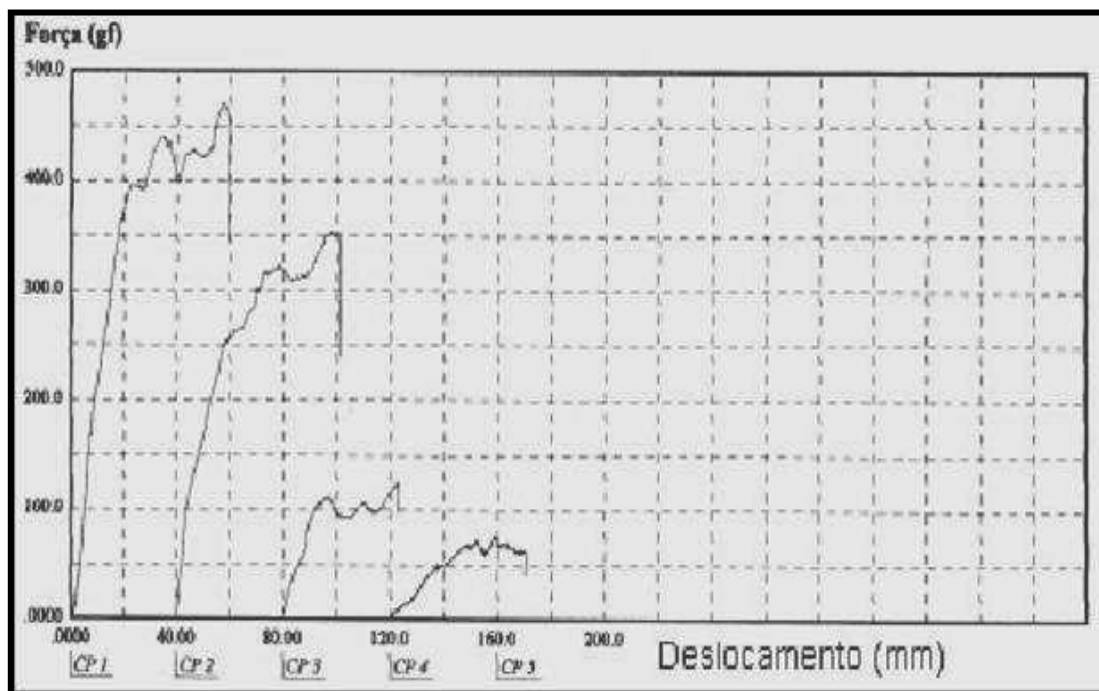


Figura 14 – Ilustração de um dos gráficos Força X Deslocamento

4.7.4 Resistência à flexão – quatro pontos

Para a análise da resistência à flexão foram utilizados 40 CP tipo barra, polidos, nas dimensões de 45mmx4mmx3mm, como descrito anteriormente.

A resistência à flexão (σ_f), foi avaliada pela carga de colapso do CP, determinada em quatro pontos, seguindo as especificações ditadas pela norma Japanese Industrial Standard R 1601 (1981), à temperatura ambiente, com velocidade de carregamento de 0,5mm/s e com espaçamentos de 40 e 20mm entre os roletes de apoio e de aplicação de carga (l_1 e l_2 , respectivamente) como mostra a figura 15, utilizando uma máquina universal de ensaios mecânicos MTS-250KN (Figura 16).

A resistência à flexão dos CP foi calculada utilizando-se a equação, a seguir:

$$\sigma_f = \frac{3}{2} F_A \times \frac{(I_1 - I_2)}{b \times h^2} \quad (3)$$

Onde:

σ_f = resistência à flexão (MPa);

F_A = carga de ruptura (N);

b = base dos CP (mm);

h = altura dos CP (mm);

l_1 = espaçamento maior entre os roletes de carregamento (mm);

l_2 = espaçamento menor entre os roletes de carregamento (mm).

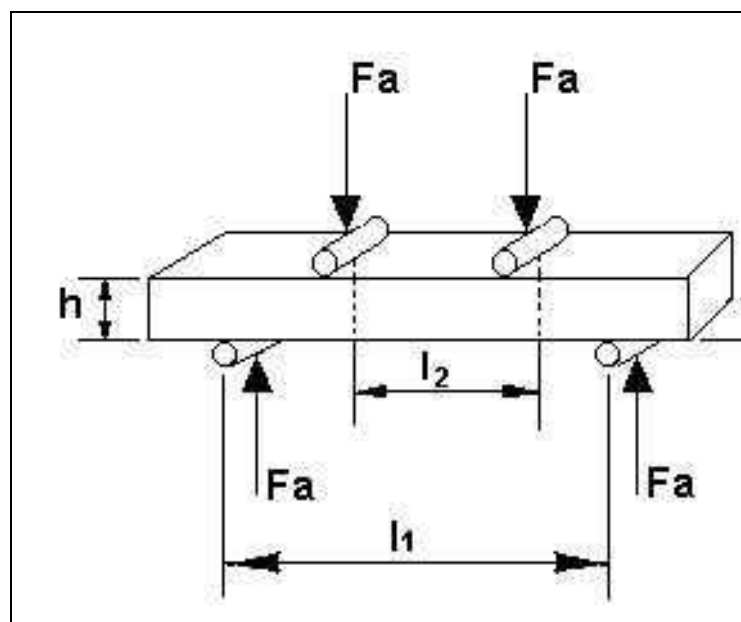


Figura 15 - Representação esquemática do ensaio de resistência à flexão em quatro pontos (face polida voltada para baixo)

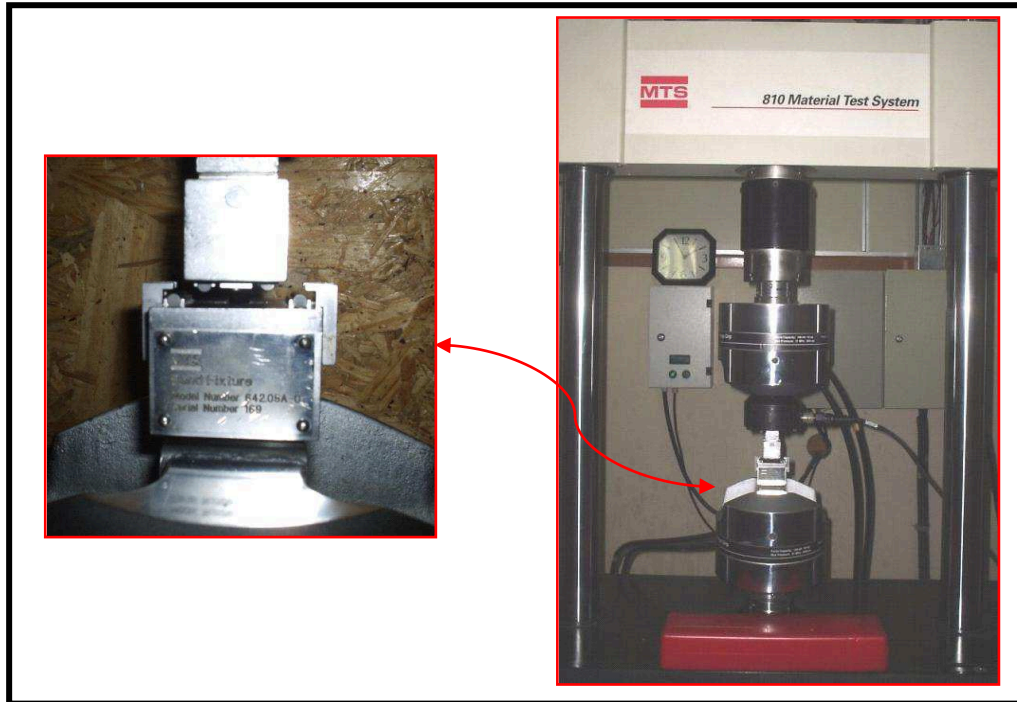


Figura 16 - Dispositivo para ensaios de flexão/fadiga em Máquina de Ensaio Universal com adaptador para fadiga a flexão

4.8 AVALIAÇÃO DO TIPO DE FRATURA: SOB MICROSCOPIA

Todos os CP submetidos ao ensaio de cisalhamento foram analisados no microscópio óptico (Pantec, Panambra, Brasil) com aumento de cinco e vinte vezes para avaliação da interface zircônia/cerâmica e o tipo de fratura ocorrido com o auxílio do software ScopePhoto 6.0.

4.9 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Após a obtenção dos resultados, os dados foram submetidos à análise estatística ANOVA (análise de variância). Por se tratar de dados intervalares, a comparação das médias foi feita pelo teste Tukey com nível de significância de 5%.

5 RESULTADOS

5.1 CARACTERIZAÇÃO DOS BLOCOS APÓS SINTERIZAÇÃO

Os resultados referentes à densidade relativa das zircônias após sinterização e retração, bem como a observação do percentual de transformação de fase das mesmas são apresentados na tabela 1. Nos difratogramas de raios-X apresentados nas figuras 17, 18 e 19 pode-se observar as fases presentes.

Tabela 1 - Densidade relativa e retração linear das zircônias após sinterização

Zircônia	PROTMAT nano	PROTMAT micro	IVOCLAR	VITA
Densidade Relativa (%)	99,6 ± 0,4	99,5 ± 0,4	99,3 ± 0,3	99,2 ± 0,6
Retração Linear (%)	24,1 ± 0,6	24,5 ± 0,3	24,4 ± 0,5	24,3 ± 0,4

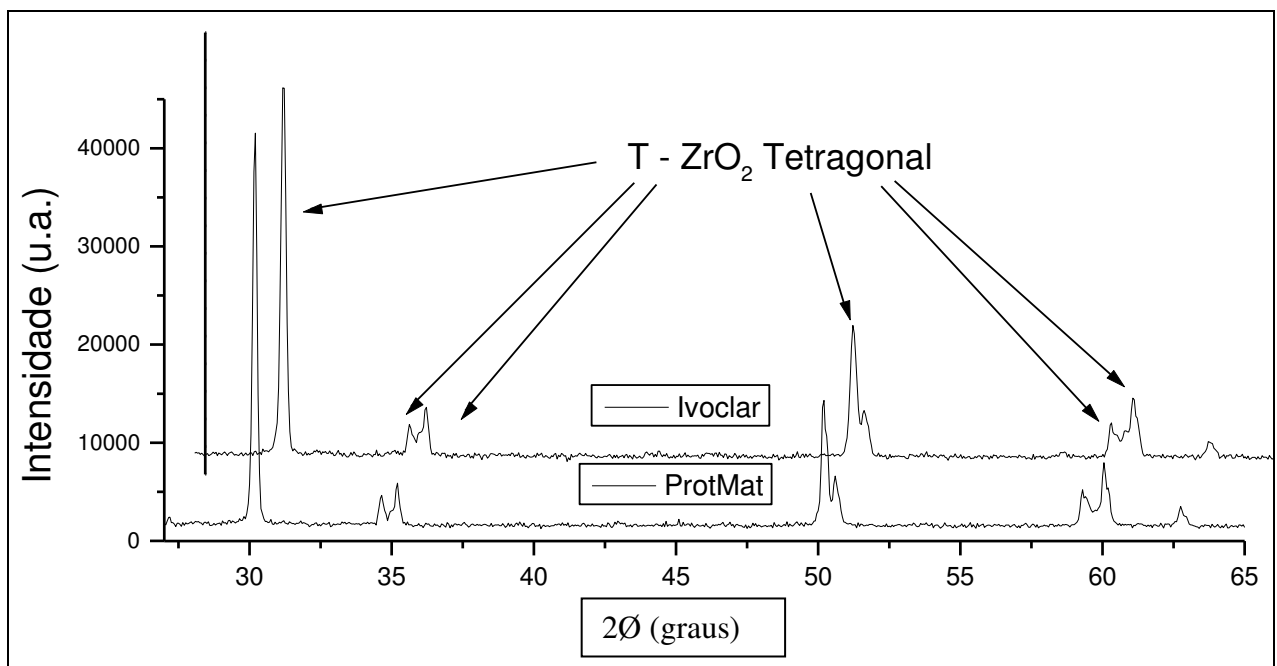


Figura 17 - Difratogramas de raios-X das zircônias microparticuladas Ivoclar e ProtMat após sinterização

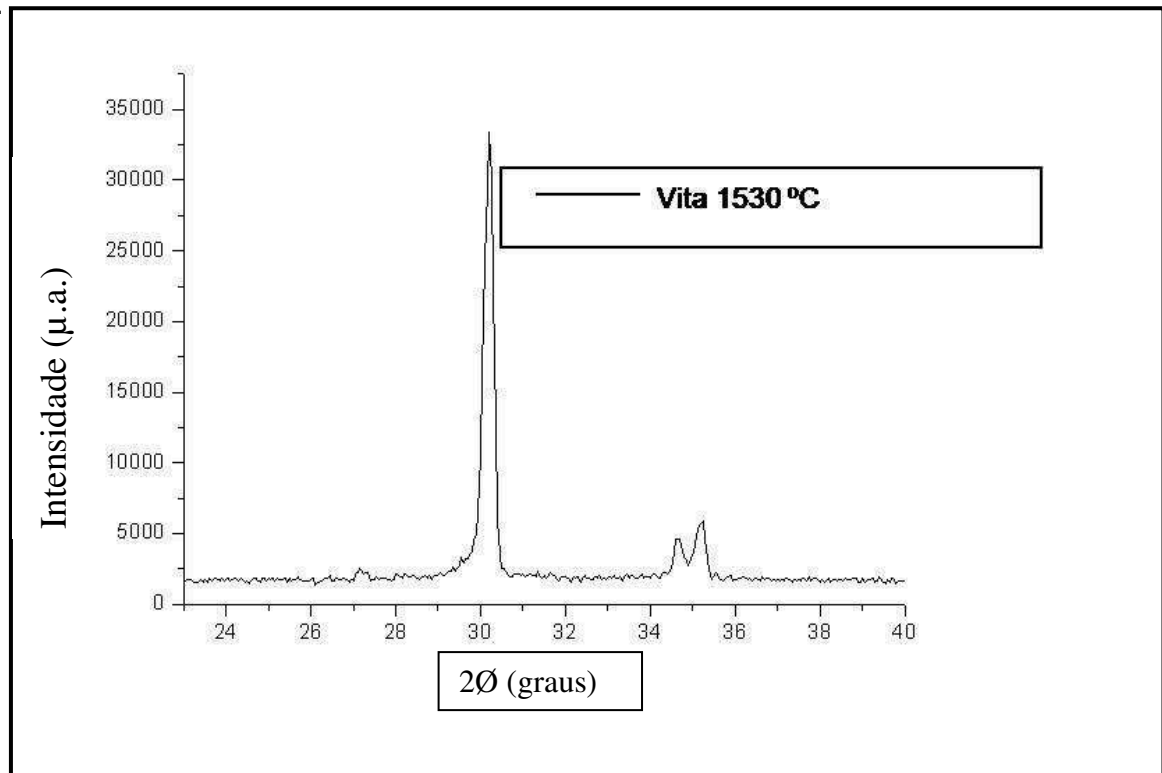


Figura 18 - Difratoograma de raios-X da zircônia microparticulada Vita após sinterização

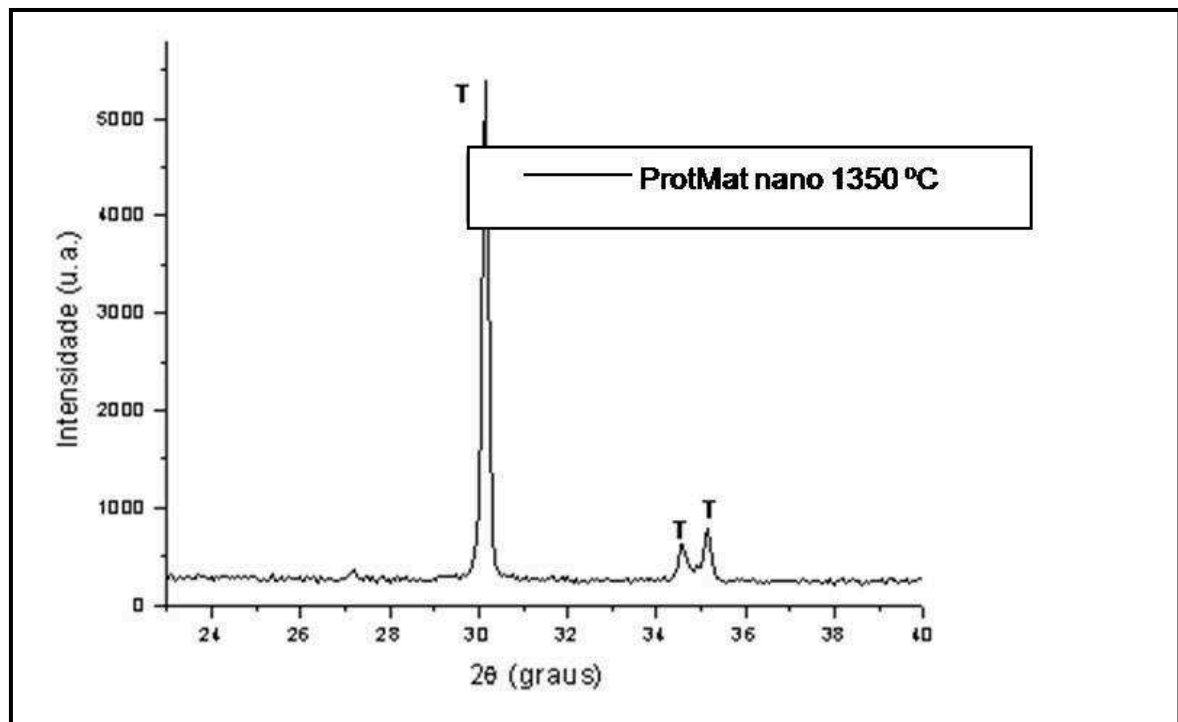


Figura 19 - Difratoograma de raios-X da zircônia nanoparticulada ProtMat após sinterização

A análise da microestrutura sob MEV permitiu a obtenção do tamanho médio dos grãos após sinterização, conforme apresentado na tabela 2.

Tabela 2 - Tamanho médio dos grãos após sinterização (μm) e dados do fabricante (nm)

	PROTMAT nano	PROTMAT micro	IVOCLAR	VITA
TAMANHO DO GRÃO	0,26 $\mu\text{m} \pm 0,05$	0,84 $\mu\text{m} \pm 0,09$	0,82 $\mu\text{m} \pm 0,08$	0,83 $\mu\text{m} \pm 0,09$
DADOS DO FABRICANTE	150nm	400-500nm	500nm	500nm

5.2 ENSAIOS MECÂNICOS

A média dos resultados obtidos nos ensaios de dureza, tenacidade à fratura, resistência à fratura por flexão em quatro pontos e resistência ao cisalhamento são apresentados na tabela 3. A figura 20 ilustra uma indentação Vickers.

Os dados numéricos correspondentes aos resultados de cada CP estão listados nos Apêndices A, B e C.

Tabela 3 - Microdureza Vickers (HV), tenacidade à fratura ($\text{MPa m}^{-1/2}$), resistência à fratura por flexão (MPa) e resistência ao cisalhamento (kgf) dos materiais cerâmicos após sinterização

Zircônia	PROTMAT nano	PROTMAT micro	IVOCLAR micro	VITA micro
Propriedade				
Dureza Vickers Região de zircônia	1390 \pm 35	1394 \pm 29	1303 \pm 23	1297 \pm 46
Microdureza Vickers da Noritake	581 \pm 22	545 \pm 44	531 \pm 70	477 \pm 93
Tenacidade à fratura ($\text{MPa m}^{-1/2}$)	11,2 \pm 0,2	8,9 \pm 0,3	9,1 \pm 0,4	8,8 \pm 0,2
Flexão (MPa)	1020 \pm 45	855 \pm 40	870 \pm 60	862 \pm 30
Cisalhamento (kgf)	57,00 \pm 8.0	55,02 \pm 13	48,39 \pm 5.1	41,54 \pm 9.5

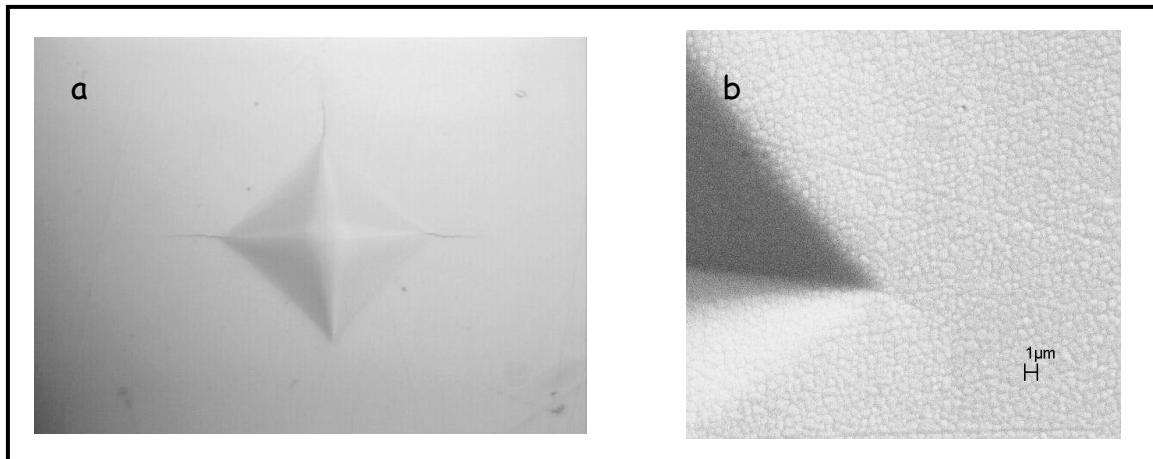


Figura 20 – Indentação Vickers realizada na superfície do CP após sinterização marca da indentação de dureza Vickers; (b) ampliação junto ao vértice da marca com formação de trinca

5.3 ANÁLISE ESTATÍSTICA

A análise estatística ANOVA para comparação entre grupos de materiais mostrou que não houve diferença significativa entre os materiais nos ensaios de dureza e cisalhamento, o que ocorreu nos resultados de tenacidade à fratura e flexão. Para comparação de médias entre os grupos, o teste de Tukey revelou que o grupo da ProtMat nanoparticulada apresentou maior resistência à flexão e maior tenacidade à fratura quando comparado com os demais.

Análise Estatística: $F= 1,34$
(DUREZA) $P= 0,38$
Nível de significância=5%
Graus de liberdade: 4

Análise Estatística: $F= 47,27$
(TENACIDADE) $P= 0,000$
Nível de significância=5%
Graus de liberdade: 8

Análise Estatística: $F= 9,57$
(FLEXÃO) $P= 0,005$
Nível de significância=5%
Graus de liberdade: 8

Análise Estatística: $F= 2,61$
(CISALHAMENTO) $P= 0,087$
Nível de significância=5%
Graus de liberdade: 16

5.4 AVALIAÇÃO MICROSCÓPICA DO TIPO DE FRATURA

De uma maneira geral, o tipo de fratura foi predominantemente coesiva da porcelana, tendo ocorrido também, em número reduzido fraturas mistas conforme ilustrado na figura 21.

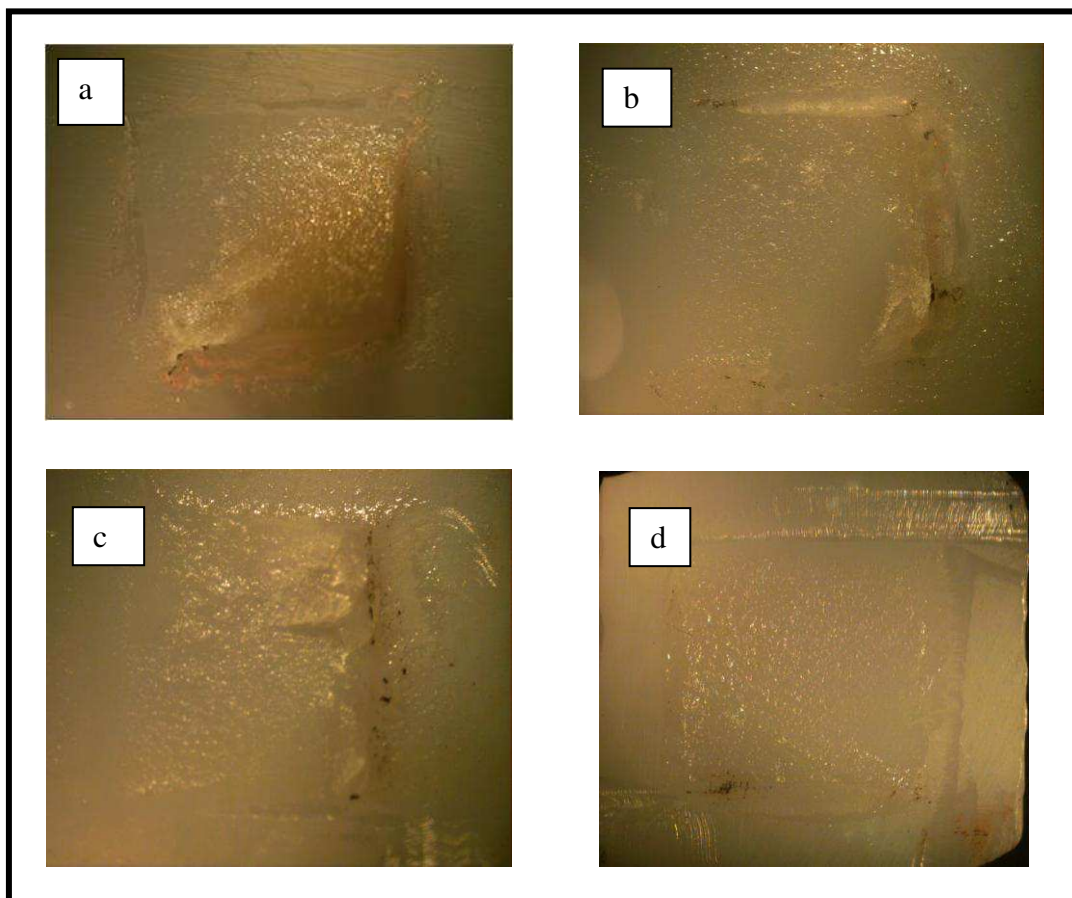


Figura 21 – Corpos-de-prova fraturados a) Vita, b) Ivoclar, c) Protmat nano e d) micro (após o ensaio de cisalhamento)

6 DISCUSSÃO

Em um estudo comparativo observamos que diferentes variáveis podem ser usadas na metodologia a fim de alcançar o objetivo proposto. Devido à falta de padronização dos ensaios e seleção de variáveis diferentes torna-se difícil realizar a comparação entre os resultados das pesquisas.

6.1 DA METODOLOGIA

6.1.1 Seleção, confecção, sinterização e caracterização das amostras

O desenvolvimento de materiais de alta resistência mecânica para ser utilizado como infra-estrutura em restaurações estéticas indiretas resultou em materiais cerâmicos com elevado percentual cristalino, como zircônia e alumina. Estes materiais são usados em casquetes de restaurações indiretas em cerâmica pura. A utilização da alumina pura tem sido questionada devido à baixa tenacidade medida pela propagação de trincas entre os cristais, reduzindo assim a resistência à fadiga (Zhang et al., 2004; Moraes et al., 2004). Em contra partida o dióxido de zircônio (ZrO_2), uma cerâmica de alta resistência, por apresentar menor tamanho de cristais, possui maior tenacidade à fratura. O ZrO_2 dificulta a propagação de trincas e aumenta a longevidade da restauração indireta quando em contato com o dente antagonista após cimentação (Zhang et al., 2004; Zhang & Lawn, 2005).

Na literatura existem diversos trabalhos que avaliam as propriedades mecânicas de zircônias e de porcelanas de recobrimento isoladamente (Zeng et al., 1996; Cottom & Mayo, 1996; Neiva et al., 1998; Guazzato et al., 2004; Moraes et al.,

2004; Casellas et al., 2005; Santos et al., 2006; Santos & Elias, 2007). O mesmo não se pode considerar em relação ao conjunto zircônia revestida com cerâmica, situação que verdadeiramente retrata a clínica restauradora. As restaurações são recobertas com porcelanas de diferentes coeficientes de expansão térmica, sendo que a cocção da porcelana ocorre a 935⁰C por 60s e, apesar do processo ser dependente do tempo, as reações químicas que podem ocorrer entre os dois materiais cerâmicos alteram as propriedades mecânicas, razão pela qual a interface zircônia/porcelana deve ser minuciosamente estudada. Tal afirmativa justifica a condição escolhida para a realização deste experimento, que também foi descrito por Sundh et al. (2005) e Boudrias (2005). Yilmaz & Dincer (1999) e Fernandes (2006) usaram modelo similar, embora tenha estudado a adesão entre porcelana e metal. Santos & Elias (2007) consideram que os blocos das diferentes marcas avaliadas possuem coeficiente de expansão térmica semelhantes, o que possibilita que o material de recobrimento seja o mesmo para todos os grupos.

Para a confecção das amostras foram utilizados blocos de zircônia de quatro diferentes marcas comerciais. Também Moraes et al. (2004) e Santos & Elias (2007) optaram pela confecção da zircônia em blocos. Já Curtis et al. (2006), Kosmac et al. (1999) e Zeng et al. (1996) utilizaram discos cerâmicos. Também é citada na literatura a utilização de casquetes simulando a prótese dentária (Neiva et al., 1998; Sundh et al., 2005; Boudrias, 2005) mas tal metodologia aumenta os custos da parte experimental e não oferece resultados mais confiáveis quando comparados aos demais.

As dimensões das amostras foi de 15mmx15mmx2mm, similar ao que foi descrito por Zeng et al. (1996). Curtis et al. (2006) sugeriram 1,5mm de espessura. Ambas as espessuras podem ser consideradas, uma vez que Denry & Kelly (2008)

afirmaram que a medida mínima requerida para a confecção de um casquete com este material é de 0,5mm, espessura descrita por Sundh et al. (2005) e Boudrias (2005). Este último autor pondera que o aumento da espessura do casquete de 0,5mm para 1,5mm aumenta a opacidade do mesmo em 65 a 85% podendo comprometer a estética.

Segundo a norma JIS R 1601, o CP para o ensaio de flexão deve ter a forma de barra ou fio, razão pela qual foi utilizada a forma por diversos autores (Zeng et al., 1996; Manhart et al., 2000; Tinschert et al., 2000; Moraes et al., 2004; Santos & Elias, 2007) e também neste experimento. Apenas os CP para o ensaio de flexão é que foram confeccionados em forma de barra.

As zircônias usadas neste experimento (3YTZP) são usadas na preparação de restaurações dentais por usinagem leve que segundo Denry & Kelly (2008) levam a um estado final mais consistente uma vez que a restauração usinada é mantida intacta após sinterização.

Existem diferentes marcas comerciais de zircônia, bem como de porcelanas avaliadas cientificamente. Dentre os materiais mais testados destaca-se a alumina (Procera Allceram, In-Ceram e IPS Empress), escolhida por Andersson & Odén (1993), Zeng et al. (1996), Neiva et al. (1998) e Ödman & Andersson (2001), a cerâmica pura (3 M, ESPE), avaliada por Curtis et al. (2006) e a porcelana (Vita e Eris) sobre zircônia (Denzir) usada por Sundh et al. (2005).

Neste trabalho o CP consistiu em zircônia de diferentes marcas sob porcelana da marca Noritake, já consagrada na literatura (Fernandes, 2006). Quanto às marcas da zircônia optamos por usar a Vita e Ivoclar, também bastante inseridas no mercado mundial, comparando com a Protmat, uma mais recente produção do mercado nacional (Santos et al., 2005a; Santos et al., 2005b; Santos & Elias, 2007).

E, uma vez que a tendência da zircônia nanoparticulada é se comportar de forma diferente da microparticulada, optamos por incluir os dois tipos nos grupos experimentais, o que também já foi citado por Cottom & Mayo (1996) e Moraes et al. (2004).

A aplicação da porcelana sobre a zircônia foi realizada de duas formas. Para o ensaio de cisalhamento, a porcelana foi aplicada de forma quadrangular com auxílio de matriz para criar uma área de interface com ângulo de noventa graus entre a zircônia e a porcelana, viabilizando a ação do cutelo de forma perpendicular. Para os demais ensaios os blocos e as barras receberam aplicação da porcelana em toda superfície.

Esta metodologia oferece a possibilidade do CP de dimensões semelhantes e uma padronização rigorosa da área de contato da porcelana de recobrimento, uma vez que é utilizada uma matriz para a confecção dos mesmos (Fernandes, 2006).

Tinschert et al. (2000) e Moraes et al. (2004) usaram trinta CP para cada grupo, entretanto, só fizeram um tipo de ensaio que foi o de flexão e entre materiais muito distintos. Zeng et al. (1996), Manhart et al. (2000), Neiva et al. (1998) propuseram dez CP para cada grupo, número também selecionado neste experimento. Akbar et al. (2006) consideraram oito um número suficiente enquanto Sundh et al. (2005) confeccionaram cinco CP. Cottom & Mayo (1996) consideraram dois CP de cada grupo suficiente para uma avaliação confiável, uma vez que o material tende a se comportar de forma homogênea.

A temperatura de sinterização das zircônias microparticuladas é de 1530°C e das nanoparticuladas é de 1350°C, conforme procedimento sugerido pelos fabricantes, e esta é a média descrita por grande parte dos trabalhos publicados (Kosmac et al., 1999; Daguano et al., 2006; Santos et al., 2006). Sundh et al. (2005)

testaram uma temperatura inicial de 1500°C e depois aquecimento de 1400°C a 1500°C sob pressão para aumentar a densidade das partículas do material. Cottom & Mayo (1996) citaram 1250°C a 1450°C para microparticuladas e 1050°C para nanoparticuladas, não obtendo bom comportamento dessas últimas provavelmente devido a isto. Os autores sugeriram que deveriam ter elevado a temperatura, uma vez que só alcançaram 90,4% a 98,7% de transformação de fase e associam inclusive que a maior resistência à fratura apresentada pela zircônia nanoparticulada se deve provavelmente a não completa transformação de fase em função da temperatura inadequada. Kosmac et al. (1999) esclareceram que a fase monoclinica é estável até 1170°C, a partir da qual ocorre a transformação para fase tetragonal, que por sua vez é estável até 2370°C, ponto em que começa uma nova mudança para a fase cúbica (até 2680°C).

Após sinterização, as amostras foram caracterizadas quanto à densidade relativa, identificação da fase cristalina, microestrutura por microscopia eletrônica de varredura e os CP a ensaios mecânicos para determinar a dureza, tenacidade à fratura e limite de resistência à fratura.

Nesse trabalho as amostras foram submetidas à difração de raios-X, como também descrito por inúmeros autores, dentre eles: Guazzato et al. (2004), Moraes et al. (2004), Curtis et al. (2006), Santos et al. (2006), Daguano et al. (2006), Diego et al. (2007), Santos & Elias (2007) e Denry & Kelly (2008). Tal procedimento é realizado a fim de determinar a quantidade relativa de sinterização que ocorreu nas amostras, ou seja, identificação do percentual de transição entre as fases monoclinica e tetragonal presentes nas amostras sinterizadas. A angulação da varredura do feixe, passo angular e velocidade de contagem realizada neste experimento seguiram o mesmo padrão descrito por Santos & Elias (2007) e Denry

& Kelly (2008). Kosmac et al. (1999) repetiram o procedimento antes e após tratamento de superfície para confirmar que tal tratamento pode induzir a mudança de fase.

A fim de avaliar a densidade relativa do material após sinterização, para o cálculo da massa específica das amostras sinterizadas, ou seja, comparar as massas dos corpos verdes com os corpos sinterizados, foi executado utilizando o princípio de Arquimedes, descrito também por Cottom & Mayo (1996), Kosmac et al. (1999), Eichler et al. (2004), Moraes et al. (2004), Santos et al. (2005b), Santos et al. (2006), Daguano et al. (2006) e Santos & Elias (2007).

A retração e perda de massa foram mensuradas com o uso do paquímetro digital e balança analítica, conforme também realizado por Santos et al. (2005b) e Santos & Elias (2007).

A fim de avaliar a fração de cada fase, a porosidade, o tamanho e a forma dos grãos, as amostras foram levadas ao MEV para avaliação após a etapa da sinterização. O mesmo foi descrito por Kosmac et al. (1999), Guazzato et al. (2004), Eichler et al. (2004), Moraes et al. (2004), Casellas et al. (2005), Santos et al. (2006) e Diego et al. (2007).

6.1.2 Ensaios Mecânicos

O ensaio de microdureza foi realizado para avaliar a resistência mecânica do conjunto zircônia porcelana. O modelo de ensaio escolhido para este experimento foi o de indentação Vickers, já amplamente descrito na literatura (Cottom & Mayo, 1996;

Kosmac et al., 1999, Guazzato et al., 2004; Casellas et al., 2005; Santos et al., 2006; Curtis et al., 2006; Santos & Elias, 2007).

A metodologia utilizada para a determinação dos valores de tenacidade à fratura por indentação Vickers dos CP segue a norma ASTM C1327-99, a qual é específica para materiais cerâmicos (Elias & Lopes, 2007), também embasado pelo trabalho de Guazzato et al. (2004), Casellas et al. (2005), Daguano et al. (2006), Santos et al. (2006) e Santos & Elias (2007).

O modelo do ensaio de cisalhamento seguiu as normas para materiais cerâmicos e foi realizado em máquina de ensaio universal. Fernandes (2006) usou modelo similar ao descrito e em condições bem parecidas, diferindo apenas na carga da célula e na velocidade do ensaio. Para evitar deslizamento do CP no momento da ação do cutelo, o que poderia gerar resultados não precisos, os CP foram embutidos em resina acrílica para a realização deste ensaio.

Embora o objetivo tenha sido avaliar a resistência da zircônia com porcelana aplicada, alguns fatores são passíveis de interferir nestes resultados como ressaltado por Zeng et al. (1996) ao dizerem que para qualquer método de avaliação, os valores para ruptura do material são diretamente relacionados ao acabamento de superfície do mesmo. Neiva et al. (1998) acrescentam que a precisão de adaptação, bem como a linha de cimentação também interfere nestes valores. A camada de cimento de um trabalho protético faz com que a tensão não fique concentrada apenas na cerâmica mas seja transferida por toda a unidade dente/cimento/restauração e, uma vez que o condicionamento da coroa promove mudanças estruturais, isto vai permitir que o cimento resinoso penetre em reentrâncias e minimize a formação de folgas (*gaps*). Moraes et al. (2004) também discutiram que a presença de porosidade no material pode reduzir a tenacidade à

fratura por diminuir a área de resistência e pelo efeito da concentração do estresse nos poros.

Existem vários métodos para determinar a resistência mecânica dos materiais cerâmicos. Considerando as dificuldades no preparo do CP, os testes mais comumente usados são os de flexão em quatro pontos, flexão em três pontos (Manhart et al., 2000; Guazzato et al., 2004), flexão em dois eixos (Zeng et al., 1996). Entre as normas técnicas que apresentam as condições para realização do ensaio de flexão, as principais são a JIS R 1601 e a ASTM E855 – *Standard Test Methods for Bend testing of Metallic Flat Materials for Spring Applications Involving Static Loading*. No ensaio de quatro pontos a carga é aplicada em dois pontos equidistantes do centro do CP biapoiado. No de três pontos a carga é aplicada no centro do CP biapoiado. E a outra condição é o ensaio em cantiléver, em que o CP é fixo em uma extremidade e a carga é aplicada na extremidade livre ou próximo a esta (Elias & Lopes, 2007).

O modelo utilizado foi o ensaio de flexão em quatro pontos, também descrito por Tinschert et al. (2000), Chong et al. (2002), Moraes et al. (2004) e Santos & Elias (2007), com distância entre os apoios de 30mm. Tinschert et al. (2000) discutem que as principais variáveis em torno dos testes de flexão são o número de CP, condições do ambiente, tipo e duração da carga aplicada. Sendo assim, no modelo de ensaio sobre três pontos, apenas uma pequena parte da superfície ou volume do CP fica sujeito à tensão máxima o que, conseqüentemente, leva a resultados 30 a 40% maiores quando comparados ao teste de flexão em quatro pontos, além de gerar uma variação de força mais heterogênea.

A análise das fraturas foi realizada sob microscópio óptico, assim como relatou Neiva et al. (1998) e, embora estes autores tenham avaliado a espessura da linha de

cimento após fratura dos CP, descreveram esta metodologia como confiável para tal análise. Moraes et al. (2004) também lançaram mão da microscopia óptica para avaliar qualidade de polimento. Poderiam ter sido analisadas sob MEV, o que exigiria mais tempo e custo sem necessariamente oferecer informações mais relevantes.

6.2 DOS RESULTADOS

6.2.1 Seleção, confecção, sinterização e caracterização das amostras

A caracterização dos blocos após sinterização mostrou que não houve diferença de densidade entre as diferentes marcas de zircônia, apresentando todas elas resultado superior a 99%, o que favorece as propriedades mecânicas aumentando a confiabilidade e resultando em produtos de melhor comportamento estrutural (Daguano et al., 2006). Considerações semelhantes foram feitas por Kosmac et al. (1999), Moraes et al. (2004) e Santos et al. (2006). Santos et al. (2005b) ressaltaram que o nível de densificação alcançado é função inversa do tamanho médio das partículas, ou seja, pós muito finos exibem níveis de densidade maiores em temperaturas mais baixas, o que pode ser justificado pela grande área superficial com conseqüente excesso de energia de superfície presente.

Os valores de retração e perda de massa não apresentaram diferença significativa entre as marcas comerciais, informação que é relevante no planejamento e uso dos sistemas CAD/CAM, uma vez que não há necessidade de modificação na programação nem do sistema de escaneamento do modelo protético nem do forno de sinterização da prótese (Santos & Elias, 2007). Os resultados da

retração e perda de massa apresentados podem ser extrapolados para a clínica no sentido do desenvolvimento de matrizes para a confecção de peças cerâmicas com geometrias próximas à conformação de uso. Ao se escolher o padrão de sinterização das zircônias, deve-se levar em consideração o percentual de retração no volume do corpo para se desenhar uma matriz de tamanho e forma compatíveis, o que reduziria a necessidade de usinagem para acabamento das cerâmicas, uma das etapas mais elaboradas na confecção desses materiais. Segundo Santos et al. (2005b) as diferenças de retração entre os materiais são explicadas em função da diferença de tamanho de suas partículas.

A análise dos difratogramas das amostras antes e após a sinterização mostram a posição dos picos nos mesmos ângulos, o que representa que a fração de ZrO_2 monoclinica presente no material de partida foi completamente transformada em ZrO_2 tetragonal após sinterização e polimento, em todas as amostras de zircônia observadas. O mesmo foi observado por Santos & Elias (2007) que repetiram a difração após a realização de ensaios mecânicos, encontrando novamente a fase monoclinica, comprovando que as tensões criadas durante os ensaios foram suficientes para induzir a transformação de fase, o que também justificaria a excelente tenacidade à fratura dos materiais descritos. Isto porque um grão tetragonal, ao sofrer esforço causado pelo crescimento de uma trinca, transforma-se em fase monoclinica, gerando expansão volumétrica e fazendo com que as trincas fiquem sob compressão (Chevalier, 2006; Santos & Elias, 2007). O mesmo comportamento foi observado por Kosmac et al. (1999) ao comparar a zircônia antes e após usinagem e jateamento na superfície da mesma e por Moraes et al. (2004) ao acrescentar diferentes quantidades de zircônia ao compósito de zircônia com alumina. Estes últimos autores relataram que a presença da fase tetragonal tem dois

efeitos benéficos. Um é que não ocorre a formação de microtrincas no material devido à expansão volumétrica sob a transformação de fase martensítica, quando partículas de zircônia tetragonal se transformam em monoclinica. E o outro é que a microtrinca que ocorre ao redor das partículas de zircônia transformadas causam dispersão de energia e resistência do material, mecanismo que opera na mesma direção da transformação de fase e é mais importante em compósitos com alto teor de zircônia.

A partir das fotomicrografias obtidas foi possível observar a microestrutura e tamanho dos grãos após a sinterização, o que identificou partículas de tamanhos similares entre as zircônias microparticuladas, diferindo apenas da nanoparticulada que apresentou, conforme o esperado, partículas menores. Tais resultados corroboram os de Moraes et al. (2004), Casellas et al. (2005) e Santos et al. (2005a). Guazzato et al. (2004) encontraram dois tipos de grãos: grandes e facetados com tamanho médio de $2\mu\text{m}$ e finos e esféricos com tamanho médio menor que $1\mu\text{m}$. Santos et al. (2006) também descreveram tamanho médio inferior a $1\mu\text{m}$, mesmo com adição de diferentes percentuais de alumina na zircônia.

Quanto menor o tamanho médio dos grãos, maior o número de grãos por unidade de área e, segundo Diego et al. (2007), esta característica torna possível uma melhor acomodação e contato entre as partículas, facilitando o processo de sinterização. Com isto, afirmaram Daguano et al. (2006), ocorre um leve aumento nos valores de dureza e tenacidade à fratura dos materiais pois é maior o número de contornos a serem ultrapassados por uma trinca durante a sua propagação. Dessa forma, o material com microestrutura mais refinada apresenta maior tenacidade uma vez que exige maior caminho e energia para a trinca crescer (Daguano et al., 2006; Santos & Elias, 2007).

6.2.2 Ensaio Mecânicos

Baseado na afirmativa anterior, podemos justificar o resultado superior de tenacidade à fratura apresentado pela zircônia nanoparticulada ProtMat às demais zircônias em virtude do menor tamanho médio dos grãos apresentado pela mesma. Santos et al. (2005b) verificaram um leve aumento da tenacidade em função da temperatura e apresentaram valores maiores para a zircônia ultrafina justificando que isto se deveu as características da partícula, porém, observações microestruturais deveriam ser realizadas.

Dentre as zircônias microparticuladas podemos dizer que as diferentes marcas apresentaram valores de dureza Vickers semelhantes. Tais valores foram bem próximos aos descritos em outros trabalhos (Santos et al., 2005b; Santos & Elias, 2007).

As marcas da indentação Vickers apresentaram trincas em seus vértices, o que é um comportamento típico dos materiais cerâmicos. A propagação das trincas de forma irregular indica que a mesma apresentou crescimento através dos contornos dos grãos. Verificou-se que, mesmo com indentação sendo realizada exatamente na interface zircônia/porcelana, a trinca não cresceu nem na junção nem para o lado da zircônia, o que indica uma boa adesão do recobrimento. Se a adesão não estivesse boa, a trinca se propagaria exatamente na interface, região na qual há uma descontinuidade do campo de tensão gerado em resposta a aplicação de carga e deformação plástica no CP. Santos & Elias (2007) acrescentaram que esse comportamento é bem similar independente da zircônia utilizada.

Nos CP da ProtMat, observa-se que as indentações no lado Noritake sofreram maior tensão, gerando indentações estouradas, o que não significa que a zircônia seja pior ou melhor, mas que a tensão foi distribuída de forma heterogênea.

Comparando trabalhos que avaliaram a resistência à flexão em quatro pontos, Tinschert et al. (2000) registraram a resistência à flexão da zircônia parcialmente estabilizada por ítrio em 913MPa, valores significativamente mais altos quando comparada ao Empress e ao Inceram Alumina. Estes números são similares aos registrados neste experimento em relação às zircônias microparticuladas, que não exibiram diferença entre as marcas comerciais. Apenas a zircônia nanoparticulada apresentou valores mais altos de resistência à flexão, resultado favorável a mesma e já esperado.

No ensaio de cisalhamento utilizado nesse estudo observou-se que a fratura ocorreu na interface porcelana zircônia. Os valores da resistência ao cisalhamento entre os grupos avaliados foram semelhantes, mostrando que não houve diferença no comportamento entre todos os materiais testados. A fratura mais comumente observada foi do tipo coesiva da porcelana, sendo que essa fratura aconteceu na região mais próxima à aplicação da força, comportamento similar ao observado no estudo de Della Bona et al. (2003) e Souza et al. (2008).

Guazzato et al. (2004) relataram que o padrão de propagação das trincas foi transgranular para os CP de zircônia enquanto para os de alumina foi intergranular.

Conforme discutido, apesar de nossos resultados serem muito favoráveis em relação à resistência das zircônias parcialmente estabilizadas por ítrio, é importante testá-las também em situações clínicas, ou seja, após o processamento ao qual elas são submetidas para gerar uma restauração cerâmica com precisão dimensional. Isto porque, como também descrito por Tinschert et al. (2000), a usinagem

promovida no material pode gerar danos à superfície do mesmo modificando seu comportamento frente à fratura e sua confiabilidade estrutural. O mesmo pode ocorrer também sob influência do tipo de condicionamento pois, segundo Neiva et al. (1998), o preparo ao qual os materiais devem ser submetidos para aumento da retenção e adesão gera alterações estruturais. O tipo de condicionamento depende do material, ou seja, quanto maior quantidade de alumina no mesmo, mais resistente ao ataque químico ele se apresenta e, conseqüentemente, exige um condicionamento mais elaborado.

Assim sendo, também embasados por Kosmac et al. (1999) salientamos que em condições clínicas, as restaurações dentárias ficam expostas à tensão e interações químicas que são mais complexas e deletérias do que os ensaios mecânicos realizados no presente trabalho, o que exige que o cirurgião-dentista tenha bom senso no momento de extrapolar os resultados dos trabalhos experimentais para a clínica.

7 CONCLUSÕES

Os blocos de zircônia preparados com partículas micrométricas e revestidos com porcelana apresentaram dureza Vickers ($\sim 1300\text{HV}$), tenacidade à fratura ($\sim 9\text{MPam}^{-1/2}$), resistência à flexão ($\sim 850\text{MPa}$) e limite de resistência ao cisalhamento ($\sim 60\text{kgf}$), os quais são similares entre eles e adequados ao emprego em próteses dentárias.

As propriedades mecânicas dos corpos-de-prova preparados com partículas nanométricas foram superiores à resistência dos corpos-de-prova preparados com partículas micrométricas.

REFERÊNCIAS

1. Boudrias P. The Yttrium Tetragonal Zirconia Polycrystals (Y-TZP) Infrastructure: The New Chapter in the Search for a metal Framework Replacement. *Journal Dentaire du Québec* 2005; 42: 172-176.
2. Anusavice KJ, Phillips. *Materiais dentários*. 11a ed. Rio de Janeiro: Elsevier; 2005. p. 764.
3. Neiva G, Yaman P, Dennisson JB, Razzooq ME, Lang BR. Resistance to fracture of three all-ceramic systems. *J Esthet Dent* 1998; 10: 60-66.
4. Ödman P, Andersson B. Procera AllCeram crowns followed for 5 to 10,5 years: a prospective clinical study. *Int J Prosthodont* 2001; 14: 504-509.
5. 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 Mat* 2004; 20: 449-456.
6. Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials* 1999; 20: 1-25.
7. Eichler J, Eisele U, Rödel J. Mechanical Properties of Monoclinic Zircônia. *J Am Ceram* 2004; 87: 1401-1403.
8. Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mat* 2008; 24: 299-307.
9. Diego AA, Santos C, Landim KT, Elias CN. Characterization of Ceramica Powders Used in the InCeram System to Fixed Dental Prosthesis. *Materials Research* 2007; 10: 47-51.
10. Moraes MCCSB, Elias CN, Barbosa C. Fracture mechanisms of alumina-zirconia composites. *Materials Res* 2004; 7: 643-649.
11. Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reability of Y-TZP zirconia ceramic. *Dent Mat* 1999; 15: 426-433.

12. Chevalier J. What future for zirconia as a biomaterial? *Biomater* 2006; 27: 535-543.
13. Andersson M, Odén A. A new all-ceramic crown. A dense-sintered, high-purity alumina coping with porcelain. *Acta Odontol Scand* 1993; 51: 59-64.
14. Akbar JH, Petrie CS, Walker MP, Williams K, Eick JD. Marginal Adaptation of Cerec 3 CAD/CAM Composite Crowns Using Two Different Finish Line Preparation Designs. *J Prosthet Dent* 2006; 15: 155-163.
15. Lopes HP, Siqueira Junior JF. *Endodontia: biologia e técnica*. 2a ed. Rio de Janeiro: Medsi; 2004. p. 368.
16. Elias CN, Lopes HP. *Materiais dentários: ensaios mecânicos*. São Paulo: Santos; 2007. p. 266.
17. Zeng K, Odén A, Rowcliffe D. Flexure Tests on Dental Ceramics. *Int J Prosthodont* 1996; 9(5): 434-439.
18. Cottom BA, Mayo MJ. Fracture toughness of nanocrystalline ZrO₂-3mol%Y₂O₃ determined by Vickers indentation. *Scripta Mater* 1996; 34: 809-814.
19. Yilmaz H, Dincer C. Comparison of the bond compatibility of titanium and a NiCr alloy to dental porcelain. *J Dent Res* 1999; 27: 215-222.
20. Tinschert J, Zvez D, Marx R, Anusavice JK. Structural reliability of alumina-, feldspar-, mica-, and zirconia-based ceramics. *J Dent* 2000; 28: 529-536.
21. Manhart J, Kunzelmann KH, Chen HY, Hickel R. Mechanical properties and wear behavior of light-cured packable composite resins. *Dent Mater* 2000; 16: 33-40.
22. Chong KH, Chai J, Takahashi Y, Wozniak W. Flexural strength of In-Ceram alumina and In-Ceram zirconia core materials. *Int J Prosthodont* 2002; 15: 183-188.
23. Della Bona A, Anusavice KJ, Mecholsky JJ Jr. Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. *Dent Mater* 2003; 19: 693-699.
24. Zhang Y, Pajare A, Lawn BR. Fatigue and damage tolerance of Y-TZP ceramics in layered biomechanical systems. *J Biomed Mater Res Appl Biomater* 2004; 71: 166-171.

25. Sundh A, Molin M, Sjögren G. Fracture resistance of yttrium oxide partially-stabilized zirconia all-ceramic bridges after veneering and mechanical fatigue testing. *Dent Mat* 2005; 21: 476-482.
26. Casellas D, Nagl MM, Llanes L, Anglada M. Microstructural coarsening of zirconio-toughened alumina composites. *J Am Ceram Soc* 2005; 88: 1958-1963.
27. Zhang Y, Lawn BR. Fatigue sensitivity of Y-TZP to microscale sharp-contact flaws. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2005; 15: 388-392.
28. Santos C, Teixeira LHP, Daguano JKMF, Strecker K, Elias CN. Effect of isothermal sintering time on the properties of the ceramic composite $ZrO_2-Al_2O_3$. In: 5^o International Latin-American Conference on Powder Technology; 2005a; Costa do Sauípe. Anais. Costa do Sauípe: Metallum Eventos Técnicos e Científicos; 2005. p. 526-531.
29. Santos C, Teixeira LHP, Sudo DMB, Strecker K, Elias CN. Influência da temperatura de sinterização nas propriedades das cerâmicas biocompatíveis ZrO_2 e Al_2O_3 . In: 49^o Congresso Brasileiro de Cerâmica; 2005b; São Pedro. Anais. São Pedro: Associação Brasileira de Cerâmicas; 2005. p. 1-11.
30. Curtis AR, Wright AJ, Fleming GJP. The influence of surface modification techniques on the performance of a Y-TZP dental ceramic. *J Dent* 2006; 34: 195-206.
31. Daguano JKMF, Teixeira LHP, Santos C, Koizumi MHO, Elias CN. Compósito $ZrO_2-Al_2O_3$ para Aplicação como Implante Odontológico. *Revista Matéria* 2006; 11: 455-462.
32. Santos C, Teixeira LHP, Strecker K, Elias CN. Effect of Al_2O_3 addition on the mechanical properties of biocompatible $ZrO_2-Al_2O_3$ composites. *Materials Science Forum* 2006; 530: 575-580.
33. Fernandes JA. Avaliação da resistência às forças de cisalhamento de porcelanas aplicadas sobre liga de níquel-cromo e cobalto-cromo. *RGO* 2006; 54: 345-350.
34. Santos C, Elias CN. Comparação das propriedades mecânicas e biocompatibilidade de blocos de zircônia nacionais e importados para uso em próteses Implantossuportadas. *Rev Bras Implant* 2007: 13-16.

35. Souza RC, Santos C, Barboza MJR, Baptista CARP, Strecker K, Elias CN. Performance of 3Y-TZP Bioceramics under Cyclic Fatigue Loading. *Materials Res* 2008; 11: 1-4.
36. American Society for Testing and Materials. C-1327-99- Standard test method *for Vickers indentation hardness of advanced ceramics*. West Conshohocken: ASTM; 1999. p. 1-8.
37. American Society for Testing and Materials. C-1424-99-Standard test method *for determination of fracture toughness of advanced ceramics at ambient temperature*. West Conshohocken: ASTM; 1999. p. 1-32.
38. Anstis GR, Chantikul P, Lawn BR, Marshall DB. A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I- Direct crack measurements. *J Am Ceram Soc* 1981; 64: 533-538.
39. Japanese Industrial Standard. JIS R 1601 - Testing Method for Flexural Strength (Modulus of Rupture) of High Performance Ceramics. Japanese Standards Association: JIS; 1981. p. 1-24.
40. American Society for Testing and Materials. C-1327-99 - Standard test method for Vickers Indentation Hardness of advanced ceramics. West Conshohocken: ASTM; 1999. p. 3.

APÊNDICES

APÊNDICE A – Resultados da microdureza por indentação Vickers para cada corpo-de-prova

1362.5	546.7	1398.3	526.7	1230.5	441.4
1304.6	578.9	1355.4	463.4	1269.5	441.4
1307.4	545	1377.5	573.3	1271.9	488.4
1312.3	598	1382.2	596.1	1261.8	344.2
1281.5	353.6	1361.4	577	1322.8	630.4
1283.7	531.6	1398.4	598	1298.2	545.7
1305.5	526.7	1428.7	488.4	1361.1	555.4
1290.7	543.3	1398.4	546.7	1332.9	548.4
1286	555.4	1387.6	548.4	1260.2	345.8
1298.2	544.8	1454.3	538.9	1367.3	435.6
1303.24	531.02	1394.22	545.69	1297.62	477.67
23.46	70.23	29.63	44.08	46.43	93.52
ZrO2	Noritak	ZrO2	Noritak	ZrO2	Noritak
IVOCLAR		PROTMAT		VITA	

Carga de indentação utilizada: 2000gF (Região da ZrO2)
300gF (Região do Recobrimento Noritak)

Data da realização das Medidas: 15 e 22/05/2009

Local: Laboratório de metalografia da USP/EEL

Equipamento: Microdurômetro Micromet 2400 Buehler 50gF a 2000gF

Unidade: HV

VALORES DE MICRODUREZA - INDENTAÇÃO VICKERS

APÊNDICE B – Resultados da tenacidade à fratura pelo método de indentação Vickers para cada corpo-de-prova

8.77	8.31	8.92	8.6	8.9	7.6
10	8.35	8.23	8.36	9.9	8.6
7.5	7.85	8.1	8.3	9.7	8.6
8.3	8.05	8.5	8.26	8.9	8.37
8.17	8.06	8.46	8.19	8.1	8.1
7.45	7.69	9.83	8.42	7.7	8.16
8.07	8.14	8.6	8.5	7.6	7.9
7.85	7.9	8.75	8.81	8.9	8.1
10.2	8.504	8.01	8.35	8.12	8
8.14	8.15	8.33	7.56		
8.45	8.10	8.57	8.34	8.65	8.16
0.95	0.25	0.52	0.33	0.82	0.33
Antis	Evans	Antis	Evans	Antis	Evans
IVOCLAR		PROTMAT		VITA	

Modelos de distribuição de tensão - Antis relação c/a<2.5 Evans c/a>3

Carga de indentação utilizada 2000gF (Região da ZrO2) No ZrO2 a relação c/a é <2.5 (Utiliza-se os resultados de Antis)
 Não medido na Região do Recobrimento Noritak

Data da realização das Medidas 15 e 22/05/2009

Local: Laboratório de metalografia da USP/EEL

Equipamento: Microdurômetro Micromet 2400 Buehler 50gF a 2000gF

Unidade MPa.m^{1/2}

VALORES DE TENACIDADE A FRATURA - METODO DE INDENTAÇÃO VICKERS

ANEXO

ANEXO A - Equação proposta para trinca “half-penny”:

$$K_{IC} = 0,067H\sqrt{a}\left(\frac{E}{H}\right)^{0,4}\left(\frac{c}{a}-1\right)^{-3/2} \quad \text{para} \quad \left(\frac{c}{a}\right) < 2,5$$

Onde:

K_{IC} = tenacidade à fratura do material (MPa.m^{1/2});

E = módulo de elasticidade do material, calculado pela regra das misturas (GPa);

H = dureza do material (GPa);

a = semi-diagonal da impressão Vickers (m);

l = comprimento da trinca (m);

$c = l + a$ (m);

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial desta obra, por meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Marcelo Garbossa

Taubaté, outubro de 2009.