

RESISTÊNCIA À FRATURA DE SUBESTRUTURAS
PARA PRÓTESES PARCIAIS FIXAS POSTERIORES
DE ZIRCÔNIA DENSA SOB TESTES DE FADIGA CÍCLICA

Carolina Filgueiras de Souza

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DA COORDENAÇÃO DOS PROGRAMAS DE PÓS-GRADUAÇÃO DE ENGENHARIA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS.

Aprovada por:

Prof. Flavio Teixeira da Silva, D. Sc.

Prof. Carlos Eduardo Sabrosa, D. Sc. D.

Prof. Tsuneharu Ogasawara, D. Sc.

Prof. João Galan Júnior, D. Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL

FEVEREIRO DE 2007

SOUZA, CAROLINA FILGUEIRAS DE

Resistência à Fratura de Subestruturas
para Próteses Parciais Fixas Posteriores
de Zircônia Densa sob Testes de Fadiga
Cíclica [Rio de Janeiro] 2007

XI, 64 p. 29,7 cm (COPPE/UFRJ, M. Sc.,
Engenharia Metalúrgica e de Materiais,
2007)

Dissertação – Universidade Federal do
Rio de Janeiro, COPPE

1. Resistência à Fratura de Subestruturas
para Próteses Parciais Fixas de Zircônia
sob Testes de Fadiga Cíclica

I. COPPE/UFRJ II. Título (Série)

Dedico este trabalho
aos meus pais (Jozimar e Margarida)
e irmãos (Vitor e Nathália) pelo apoio e incentivo.

AGRADECIMENTOS

Ao professor e amigo Carlos Eduardo Sabrosa, responsável por todo o meu conhecimento em Prótese Dentária.

Ao professor Tsuneharu Ogasawara pela paciência e dedicação com a qual transmitiu os conceitos de processamento cerâmico, tornando-os bastante acessíveis.

Ao professor Flávio Teixeira da Silva pela didática e orientação na busca de novos conhecimentos na área de materiais cerâmicos, pelo constante suporte, e revisões que foram de extrema importância na conclusão deste trabalho.

Ao professor Luis Henrique de Almeida pela excelente didática que tornou possível a análise dos materiais dentários com a ótica dos engenheiros, transmitindo conhecimentos da maior importância para a conclusão deste trabalho.

Ao professor Luis Marcelo Tavares por toda a paciência em transmitir à nós dentistas, pouco do seu vasto conhecimento em Estatística.

Ao professor Russell Giordano por disponibilizar instalações, materiais e recursos dos laboratórios de Biomateriais da Faculdade de Odontologia da Universidade de Boston (MA).

Ao professor Richard Pober pelo projeto, desenvolvimento e assistência com a máquina de fadiga cíclica também no laboratório de Biomateriais.

O intercâmbio científico promovido pelo professor Carlos Eduardo Sabrosa com o Departamento de Ciências Restauradoras e Biomateriais da Universidade de Boston e o projeto PRONEX de Cerâmicas Dentais (Processo E-26/171204/2003) foram de vital importância para a realização desse estudo.

Aos colegas dentistas e engenheiros sempre dispostos a ajudar durante todo o programa de mestrado.

Ao meu pai Jozimar, pelo total apoio e compreensão que tornaram possível a conclusão dessa tese.

À minha mãe Margarida, pelo carinho de sempre nos momentos mais difíceis.

Resumo da Dissertação apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Mestre em Ciências (M. Sc)

RESISTÊNCIA À FRATURA DE SUBESTRUTURAS PARA PRÓTESES PARCIAIS
FIXAS POSTERIORES DE ZIRCÔNIA Densa SOB TESTES DE FADIGA CÍCLICA

Carolina Filgueiras de Souza

Fevereiro/2007

Orientadores: Flavio Teixeira da Silva
Carlos Eduardo Sabrosa

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

O objetivo desse estudo foi avaliar, in vitro, o comportamento à fadiga cíclica de subestruturas para próteses parciais fixas posteriores de zircônia densa (VITA In-Ceram[®], YZ cubes for CEREC[®]) em meio aquoso. Um total de 60 subestruturas para próteses parciais fixas de três elementos (de segundo pré-molar a segundo molar mandibular) foram usinadas em blocos de zircônia pré-sinterizados usando o sistema CEREC[®] inLab CAD-CAM. Todas as subestruturas foram cimentadas em modelos de resina epóxica utilizando um cimento resinoso (RelyXTM Unicem) e foram submetidas a 5000, 15000, 260000, 500000 e 1000000 de ciclos com uma carga de 450N. Após completados os ciclos, as subestruturas foram submetidas ao teste de resistência à flexão em uma máquina de teste universal Instron com célula de carga de 10 kN e velocidade da ponte de 0,5 mm/min para a determinação de sua resistência residual. Pelo menos um espécime fraturado de cada grupo foi analisado por microscopia eletrônica de varredura para verificar o modo de fratura. Nenhuma subestrutura fraturou por fadiga. Decidiu-se verificar se os ciclos de fadiga teriam algum reflexo na resistência residual da prótese, com testes de resistência à flexão. O teste de Kruskal-Wallis mostrou que com 95% de certeza ($H=11.570$) a resistência residual diminui com o aumento do número de ciclos. Apesar do reduzido número de subestruturas, da possível influência da usinagem e da variabilidade dos resultados, observou-se uma relação inversa da resistência mecânica das próteses com o número de ciclos de fadiga. Em vista dos resultados obtidos, pode-se afirmar que subestruturas YZ obtidas pelo método CAD-CAM apresentarão uma elevada vida em fadiga, sobretudo quando submetidas a cargas de mastigação inferiores a 450 N, comumente encontradas.

Abstract of Dissertation presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M.Sc.)

FRACTURE RESISTANCE OF DENSE ZIRCONIA SUBSTRUCTURES FOR
POSTERIOR FIXED PARTIAL DENTURES UNDER CYCLIC FATIGUE TESTS

Carolina Figueiras de Souza

February/2007

Advisors: Flavio Teixeira da Silva
Carlos Eduardo Sabrosa

Department: Metallurgical and Materials Engineering

The aim of this study was to evaluate *in vitro*, the cyclic fatigue behavior of substructures for posterior fixed partial dentures (FPDS) made from yttria stabilized zirconia (VITA In-Ceram[®], YZ cubes for CEREC[®]). Tests were conducted in water to simulate oral conditions. A total of 60 3-unit posterior substructures were milled from presintered zirconia blocks, by using the CEREC[®] inLab CAD-CAM system. All substructures were luted to epoxy resin dies with RelyX[™] Unicem composite resin cement and subjected to 5,000; 15,000; 260,000; 500,000 and 1,000,000 cycles with 450 N load in water. After completion of the cycles, all specimens were loaded until catastrophic failure with an Instron universal testing machine with a 10 kN cell and 0.5 mm/min crosshead speed to measure fracture strength. At least 1 broken specimen of each group was analyzed with scanning electron microscopy (SEM) for mode of failure. No prostheses fractured during fatigue cycling, so all specimens were tested on the universal testing machine. The Kruskal-Wallis statistical analysis indicated a statistically significant decrease in strength with increasing numbers of cycles ($H=11.570$). Despite of restricted number of specimens tested for each group, and of both machining effects and the variability of the results, an inverse correlation between mechanical strength and cyclic fatigue life was observed. It can be concluded, under the conditions of this study, that YZ frameworks obtained by this CAD/CAM method demonstrated survived as many as 1,000,000 load cycles.

ÍNDICE

Índice de Figuras	viii
Índice de Tabelas	x
Índice de Símbolos e Abreviaturas	xi
1 Introdução	1
2 Revisão da Literatura	7
2.1 Histórico	7
2.2 Mecanismo de tenacificação por transformação da zircônia	8
2.3 Influência dos tratamentos de superfície e térmicos em cerâmicas de zircônia	15
2.4 Tenacidade à fratura da zircônia	22
2.5 Considerações sobre o mecanismo de fadiga em materiais cerâmicos	25
3 Procedimento Experimental	29
3.1 Metodologia Adotada	31
3.1.1 Fabricação dos modelos	31
3.1.2 Fabricação das subestruturas	33
3.1.3 Testes de fadiga cíclica	38
4 Resultados e Discussão	41
4.1 Caracterização microestrutural das próteses parciais fixas de zircônia após a usinagem e após a sinterização	41
4.2 Resultados mecânicos e Análise estatística	43
5 Conclusões	55
6 Trabalhos Futuros	56
Referências Bibliográficas	57
Apêndices	62

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 – Região selecionada do diagrama de fases para o sistema zircônia- ítria	9
Figura 2 - Essência da tenacificação por transformação	11
Figura 3 - Transformação induzida por tensão de partículas de ZrO ₂ no campo de tensão elástica da trinca	12
Figura 4 - Desenvolvimento de microtrincas na transformação martensítica	13
Figura 5 - Retenção da fase tetragonal. Tamanho crítico de grão por conteúdo de Ítria na zircônia tetragonal	14
Figura 6 - Tenacidade à fratura x conteúdo de ítria	15
Figura 7 - Diagrama de um corte através de uma superfície livre de zircônia	16
Figura 8 - Subestrutura da prótese parcial fixa após a usinagem e após a sinterização vistas por microscópio estereoscópico	18
Figura 9 - Envelhecimento da 3Y-TZP	22
Figura 10 - Manequim usado para fazer os preparos para a prótese parcial fixa dos elementos # 34-x-36	31
Figura 11 - Molde mostrando o pino de estabilização Vista oclusal do modelo mestre de gesso e do modelo em resina epóxica	32
Figura 12 - Vista lateral interna do modelo, mostrando como será feita a condução elétrica	33
Figura 13 - Máquina do sistema CEREC® 3/InLab e modelo digital	34
Figura 14 - Desenho da prótese	35
Figura 15 - Subestrutura logo após a usinagem	35
Figura 16 - Forno VITA Zyrcomat e subestruturas antes de serem sinterizadas	36
Figura 17 - Esquema de cimentação adesiva com RelyX Unicem Aplicap	37
Figura 18 - Aparato usado para manter a mesma carga na cimentação adesiva	38

Figura 19 - Máquina de testes de fadiga cíclica	39
Figura 20 - Preparo dos modelos para o teste de fadiga cíclica	39
Figura 21 - Modelo preparado para o teste no Instron	40
Figura 22 - Microestrutura dos blocos YZ após a usinagem e após a sinterização	41
Figura 23 - Marcas de usinagem na região próxima ao conector da subestrutura de YZ	42
Figura 24 - Marcas de usinagem na região plana da subestrutura de YZ	42
Figura 25 - Subestruturas de zircônia mostrando a contração das próteses após a sinterização	43
Figura 26 - Gráfico da fadiga em função da resistência à flexão x número de ciclos	44
Figura 27 - Distribuição de Weibull das próteses fraturadas previamente submetidas aos ciclos de fadiga	46
Figura 28 - Gráfico da probabilidade cumulativa de falha (Pf) x resistência residual	47
Figura 29 - Gráfico do parâmetro de Weibull – α (N) pelo número de ciclos	48
Figura 30 - Foto ampliada (5x) de uma prótese de três elementos	50
Figura 31 - Cálculo do fator de concentração de tensão na região do conector	51
Figura 32 - Localização da fratura na prótese parcial fixa	53
Figura 33 - Subestrutura de YZ mostrando a região fraturada	54

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 - Características de algumas cerâmicas para aplicações biomédicas	2
Tabela 2 - Resultados dos testes (média e desvio padrão)	44
Tabela 3 - Valores de α e β	47
Tabela 4 - Tensão máxima no conector para diferentes forças aplicadas nos testes de resistência à flexão das próteses	52

ÍNDICE DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

CAD/CAM	Desenho auxiliado por computador/Usinagem auxiliada por computador
COPPE	Coordenação dos Programas de Pós-graduação de Engenharia
GPa	Gigapascal
K_{Ic}	Fator de Intensidade de Tensão
LTD	Degradação em baixa temperatura
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
MPa	Megapascal
PEMM	Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais
PSZ	Zircônia Parcialmente Estabilizada
TZP	Zircônia Tetragonal Policristalina
UERJ	Universidade Estadual do Rio de Janeiro
UFRJ	Universidade Federal do Rio de Janeiro
Y-TZP	Zircônia Tetragonal Policristalina estabilizada com Ítria

1 Introdução

No passado, as restaurações totalmente metálicas e as de recobrimento plástico (metalo-plásticas) foram, paulatinamente, dando lugar à prótese convencional (metalo-cerâmica), no que se refere a coroas e próteses parciais fixas.

Isto se deve basicamente ao amplo espectro de aplicações clínicas, aos processos protéticos convencionais, bem como a eficácia comprovada a longo prazo.

No trabalho clínico prático, contudo, estes tipos de próteses também apresentam carências ou pontos fracos típicos, atribuídos a: problemas estéticos e perioprotéticos como borda metálica visível; restauração com efeito estético limitado pela desfavorável condução de luz; retração da gengiva e fatores causadores das patologias do periodonto. Além desses fatores, podem ser citadas a corrosão e intolerância aos metais provocadas por multiplicidade desnecessária e seleções equivocadas de ligas, a qualidade insuficiente das ligas, os defeitos de manipulação protética e de soldaduras e a má higiene bucal.

Nos últimos anos têm-se observado uma grande mudança na valorização subjetiva dos pacientes em relação a estas carências potenciais. Isso se deve fundamentalmente às maiores exigências estéticas e de compatibilidade impostas aos materiais utilizados. As carências descritas nas próteses metálicas e metalo-cerâmicas poderiam ser reparadas com as restaurações livres de metal, fabricadas exclusivamente com materiais cerâmicos, obtendo-se melhoria do ponto de vista estético e alta biocompatibilidade. Por este motivo, há algum tempo novas tecnologias dentais têm experimentado um contínuo desenvolvimento. Apesar disso, nenhuma delas chegou a se impor realmente, por problemas principalmente das próteses cerâmicas livres de metal – a falta de resistência mecânica – continuou sem solução. Elas apresentam relativa baixa tenacidade à fratura em comparação com as ligas metálicas.

A adição de óxidos “estabilizadores”, como CaO, MgO, CeO₂, Y₂O₃, à zircônia pura permitia tornar esta cerâmica mais estável, conhecida como Zircônia Parcialmente Estabilizada (PSZ), cuja microestrutura à temperatura ambiente é constituída [1] de uma matriz de zircônia cúbica como fase majoritária, com precipitados de zircônia monoclinica e tetragonal como fase minoritária. Esses precipitados parecem existir nos contornos de grãos ou nos grãos da matriz cúbica. Garvie e Nicholson [2] mostraram que a resistência mecânica da PSZ era melhorada com uma distribuição fina e homogênea da fase monoclinica dentro da matriz cúbica.

Várias soluções sólidas (ZrO₂-MgO, ZrO₂-CaO, ZrO₂-Y₂O₃) foram testadas para aplicações biomédicas nas primeiras etapas de desenvolvimento (tabela 1). No entanto, a que se mostrou mais promissora foi a zircônia parcialmente estabilizada com 3 mol% Y₂O₃ denominada 3Y-TZP, caracterizada por microestruturas de granulação fina conhecidas como Zircônia Tetragonal Policristalina (TZP) [3].

Tabela 1 Características de algumas cerâmicas para aplicações biomédicas.

Propriedades	Unidade	Alumina	Mg-PSZ	TZP
Composição química		99,9% Al ₂ O ₃	ZrO ₂	ZrO ₂
		+MgO	+8 ÷ 10 mol% MgO	+3 mol% Y ₂ O ₃
Massa específica	g cm ⁻³	≥3.97	5.74-6	>6
Porosidade	%	<0.1	-	<0.1
Resistência à flexão	MPa	>500	450-700	900-1200
Resistência à compressão	MPa	4100	2000	2000
Módulo de Young	GPa	380	200	210
Tenacidade à fratura K _{IC}	MPa m ^{1/2}	4	7-15	7-10
Coeficiente de expansão				
térmica	K ⁻¹	8 x 10 ⁻⁶	7-10 x 10 ⁻⁶	11 x 10 ⁻⁶
Condutividade térmica	W mK ⁻¹	30	2	2
Dureza	HV 0.1	2200	1200	1200

No mundo dos materiais cerâmicos, a zircônia dopada com ítria, principalmente 3Y-TZP, é considerada forte candidata para aplicações estruturais devido à sua

excelente resistência mecânica e tenacidade à fratura, em combinação com alta resistência ao desgaste e inércia química. É sabidamente conhecido que as cerâmicas de zircônia podem exibir valores de tenacidade à fratura (K_{IC}); 6,0 MPa m^{1/2} para zircônia-ítria e valores superiores a 15,0 MPa m^{1/2} para zircônia-céria. As excelentes propriedades mecânicas combinadas com biocompatibilidade, tornam esse material promissor para aplicações biomédicas.

Não existem dúvidas de que cerâmicas de zircônia têm propriedades mecânicas superiores a de outros biomateriais cerâmicos [4], como pôde ser visto na tabela 1. A microestrutura do 3Y-TZP é constituída de aproximadamente 2 - 3% mols de Y₂O₃ e formada, em sua maior parte por partículas micrométricas de ZrO₂ e Y₂O₃ [3] que, sinterizada, forma uma estrutura tetragonal metaestável à temperatura ambiente (Y-TZP), completamente constituída por grãos tetragonais com tamanhos da ordem de centenas de nanômetros.

A dopagem da zircônia com ítria resulta em material cerâmico de elevada tenacidade, com dureza aceitável. A dopagem com céria alcança semelhante tenacidade, porém com menor dureza.

A zircônia é utilizada em odontologia como agente opacificador, como reforço mecânico em porcelanas feldspáticas, material para fabricação de implantes dentários e núcleos intrarradiculares, subestruturas para prótese sobre implantes, para a confecção de “brackets” ortodônticos e como elemento principal na confecção de subestruturas de próteses odontológicas, quando submetida à grandes solicitações mecânicas.

A demanda por restaurações cerâmicas estéticas e duráveis apresenta-se em contínuo crescimento. Soluções que possibilitem o seu uso em regiões posteriores com ausência de dentes é a grande meta. Neste caso, cerâmicas de zircônia densa parcialmente estabilizada por ítria ou céria seriam uma excelente opção, principalmente devido à sua elevada resistência mecânica e elevada tenacidade à fratura.

Os blocos cerâmicos de Y-TZP da VITA para o sistema CEREC[®], denominados VITA In-Ceram[®] YZ CUBES for CEREC[®] (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany), compostos por aproximadamente 100% de zircônia, cuja densidade é 60% da densidade teórica, são usinados com tamanho maior para compensar a contração de cerca de 20% que ocorre durante o ciclo de densificação a aproximadamente 1400°C por 6 horas, a fim de produzir uma subestrutura densa [5].

Atualmente, a zircônia parcialmente estabilizada com ítria tem se tornado disponível para a odontologia através da técnica CAD/CAM (computer assisted design/computer assisted machining). Cerâmicas de Y-TZP são usadas, entre outras aplicações, para confecção de subestruturas para próteses fixas e têm mostrado excelente desempenho, elevada resistência mecânica, especialmente quando comparadas às outras cerâmicas. Uma vez que Y-TZP tem propriedades mecânicas atrativas, sobressai o interesse na fabricação de próteses livres de metal para repor ausência de dentes. Restaurações dentais usando blocos de cerâmicas pré-fabricados Y-TZP são usinadas de duas formas:

a) usinando restaurações maiores no bloco de cerâmica verde de zircônia que depois serão sinterizadas e contraídas à dimensão final desejada ou;

b) usinando as restaurações diretamente com as dimensões finais em blocos densos pré-fabricados de zircônia.

Para melhorar a aparência estética, aplicam-se cerâmicas apropriadas para a cerâmica Y-TZP usada nas subestruturas usinadas.

O sistema In-Ceram[®] dispõe de blocos cerâmicos de quatro tipos, designados para regiões específicas da boca, de acordo com translucidez e resistência mecânica. In-Ceram[®] Espinélio é o mais transluzente e com resistência moderada (350 MPa), sendo indicado para coroas unitárias anteriores. In-Ceram[®] Alumina que possui resistência pouco mais elevada (500 MPa) e moderada translucidez, sendo indicado para próteses parciais fixas anteriores, além de coroas unitárias anteriores/posteriores. In-Ceram[®] Zircônia, que possui alta resistência (700 MPa) e baixa translucidez, é

indicado para próteses parciais fixas de três elementos posteriores e coroas unitárias posteriores. In-Ceram[®] Zircônia (YZ) possui a maior resistência de todos os sistemas supracitados (1 GPa). Por ser o menos transluzente, é indicado para coroas unitárias posteriores e próteses parciais fixas de três ou quatro elementos posteriores.

A zircônia possui uma série de vantagens sobre as outras cerâmicas, devido principalmente ao seu mecanismo de tenacificação por transformação, o qual pode conferir às peças propriedades mecânicas bastante interessantes, como elevada resistência mecânica e tenacidade.

No que concerne ao comportamento na vida em fadiga das cerâmicas de zircônia, deve-se levar em consideração a natureza das solicitações mecânicas, isto é, se é estática ou cíclica. Na fadiga estática, a falha do material ocorrerá pela propagação lenta de trincas, para um nível de tensão inferior a K_{IC} . Na fadiga cíclica, a causa da falha prematura está relacionada ao ciclo de aplicação da tensão. A resposta desse fenômeno pode estar relacionada ao início da propagação de trincas, devido a defeitos na peça oriundos da etapa de processamento.

Quando se trata de materiais frágeis, a exemplo das cerâmicas, testes para medir propriedades mecânicas normalmente apresentam resultados com variabilidade considerável, principalmente devido a sua resistência ser influenciada pela presença de falhas internas ou superficiais, que podem ser incorporadas durante o processamento. Enquanto os metais apresentam uma distribuição normal dos valores de resistência à flexão, as cerâmicas possuem uma distribuição assimétrica da considerada propriedade, cuja curva começa em valores baixos, cresce gradualmente até o valor máximo e decresce abruptamente. Conseqüência prática deste comportamento é que existe a probabilidade de uma peça cerâmica falhar sob uma tensão relativamente baixa, mesmo que a média dos valores de resistência mecânica para este material seja elevada. Do ponto de vista da engenharia de materiais, é importante determinar a probabilidade de ocorrência de falhas catastróficas.

O crescimento da trinca subcrítica de cerâmicas dentais tem sido relatado por diversos autores ultimamente. Porém, estudos de fadiga de cerâmicas, incluindo fatores simultâneos como umidade, carga cíclica e desenho real da subestrutura, são bastante escassos na literatura. Por causa da escassez de dados na literatura sobre vida em fadiga de cerâmicas, as vantagens dessas restaurações, em especial as de zircônia, têm sido pouco exploradas até a data de hoje, graças à sua elevada vida útil o que dificulta a obtenção de dados in-vivo.

O objetivo da presente dissertação foi avaliar o comportamento da vida em fadiga cíclica, em meio aquoso, de subestruturas para próteses parciais fixas de três elementos posteriores, feitos de blocos de zircônia estabilizada com ítria (VITA In-Ceram® YZ CUBES for CEREC®), pela técnica CAD/CAM CEREC® InLab.

2 Revisão da Literatura

2.1 Histórico

O desenvolvimento dos sistemas CAD/CAM para a odontologia começou em 1970, com Francois Duret, na França, Col. Bruce Altschuler, nos Estados Unidos, e Mörmann e Brandestini na Suíça. O trabalho do professor Mörmann levou ao desenvolvimento do sistema CEREC® I CAD/CAM (Sirona, Bensheim, Alemanha). O CEREC® foi o primeiro sistema introduzido no mercado de trabalho, sendo utilizado por mais de 15 anos em consultórios dentários [6].

Nos últimos cinco a sete anos, houve rápida expansão no desenvolvimento dos sistemas para laboratórios dentais. Nesses incluem Sirona inLab (Sirona Dental Systems GmbH, Bensheim, Alemanha), Hint-Els Dentacad (Hint-Els Dentacad Systeme - Hint-ELs® GmbH, Griesheim, Alemanha), DCS (Popp dental - Popp Dental Laboratory, Inc., Greendale, WI, Estados Unidos), Nobelbiocare Procera (Nobel Biocare, Göteborg, Suécia), 3M/ESPE LAVA (3M/ESPE, St. Paul, Estados Unidos), Kavo Everest (Kavo Dental GmbH, Biberach, Alemanha), GC-Nikon GN1, Kanri Dental Cadin, Cynovad Pro50 (Cynovad, Saint-Laurent, Queb), Cynovad Waxpro (Cynovad, Saint-Laurent, Queb), Dentsply/Degussa CERCON® (DENTSPLY Ceramco, York, PA, Estados Unidos) [6].

A Sirona, que foi parte da Siemens, usou muito de clínica dentária baseado na tecnologia do CEREC® para desenvolver o inLab, um laboratório dental baseado num sistema projetado para fabricar restaurações livres de metal, como inlays, onlays e coroas para próteses fixas múltiplas. Hoje em dia há mais de 16.000 sistemas Sirona CAD/CAM em uso [6].

Entre os mais de 10 diferentes tipos de materiais para os sistemas CAD/CAM, incluem os blocos porosos (aproximadamente 80% de densidade teórica) de In-Ceram® Alumina, Espinélio e Zircônia. Uma recente adição à essa lista de materiais da

Vita são os chamados blocos de YZ, que têm na sua composição, aproximadamente, 100% de zircônia. Têm densidade de apenas 60% da densidade teórica e são usinados com um tamanho maior para compensar a contração de aproximadamente 20%, que ocorre durante o ciclo térmico de seis horas para produzir a subestrutura completamente densa [6].

Cada bloco de YZ tem um código de barras que identifica sua densidade. O sistema de usinagem automaticamente calcula e superdimensiona as dimensões da subestrutura para compensar essa contração na etapa de densificação. Portanto, a homogeneidade do bloco e a medida da densidade são importantes para o sucesso da restauração, pois, se os valores estiverem incorretos ou se os blocos não forem homogêneos, a contração não será exata e a restauração não irá se adaptar adequadamente ao dente [6].

2.2 Mecanismo de tenacificação por transformação da zircônia

A zircônia pura apresenta três fases alotrópicas: monoclinica, tetragonal e cúbica. A fase monoclinica é estável até 1170°C, a partir da qual se transforma em tetragonal, que é estável até 2370°C e, a partir dessa temperatura, a fase estável é a cúbica, que existe até 2680°C, seu ponto de fusão [7].

O domínio de estabilidade de cada fase alotrópica da zircônia depende do tipo e quantidade de componentes estabilizadores da partícula fase da zircônia, como CaO, MgO, Y₂O₃, ou CeO₂. Essas fases são metaestáveis à temperatura ambiente devido a presença desses dopantes. Se pequenas adições forem realizadas, por exemplo, de 3-5% em peso, uma zircônia parcialmente estabilizada é produzida. Neste caso, a fase tetragonal da zircônia é metaestável. No entanto, sob tensão pode se transformar em monoclinica com um associado aumento de volume de 3% [6].

Garvie *et al.* [8], foram os primeiros a mostrar como usar o potencial da zircônia com o intuito de aumentar a resistência mecânica e dureza das cerâmicas,

mediante transformação tetragonal-monoclínica das partículas tetragonais metaestáveis finamente dispersas, quando a constrição exercida nelas pela matriz cúbica fosse aliviada, com o avanço da propagação de uma trinca. O aumento de volume e o cisalhamento promovido pela transformação martensítica tendem a contrapor a abertura da trinca e, por esta razão agem para aumentar a resistência da cerâmica à propagação da trinca. Esse aumento na resistência ocorre porque a energia associada à propagação da trinca se dissipa na transformação tetragonal-monoclínica com a expansão do volume. A figura 1 ilustra o diagrama de fases $ZrO_2 - Y_2O_3$ na região da temperatura de sinterização.

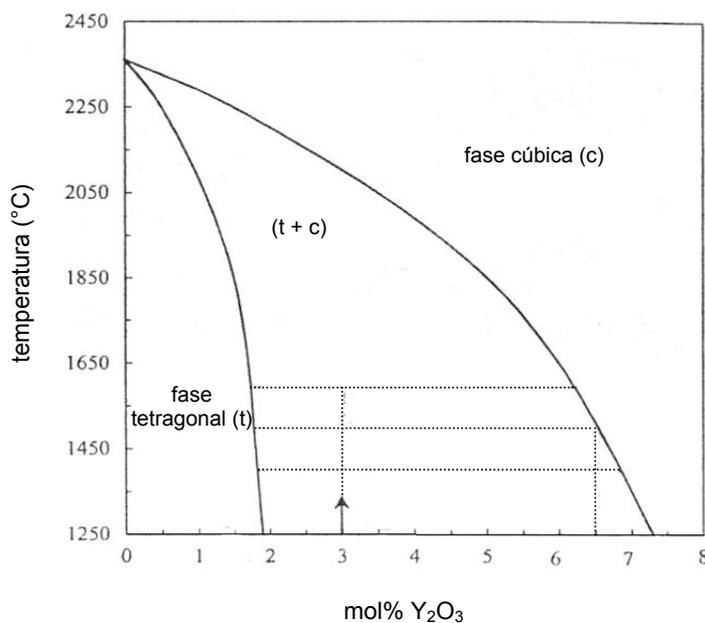


Figura 1 - Região selecionada do diagrama de fases para o sistema zircônia-ítria.

Trabalhos experimentais antigos relatavam que cerâmicas de 3Y-TZP eram constituídas por 100% de fase monoclínica. Hoje em dia é comum pensar que a 3Y-TZP é completamente tetragonal depois da sinterização, o que quer dizer que todos os grãos devem se transformar, depois de envelhecidos, a uma estrutura monoclínica, depois do envelhecimento a longo prazo [9]. Porém, uma lida criteriosa no diagrama de fases da $Y_2O_3-ZrO_2$ (figura 1) [10] mostra que a 3Y-TZP na temperatura de

sinterização (normalmente de 1400°C a 1550°C) deve apresentar duas fases: cúbica e tetragonal. Isso foi experimentalmente demonstrado por Ruiz e Readey [11] e, mais recentemente, por Matsui *et. al.* [12] mostrando que 3Y-TZP aquecidas numa temperatura de 1450-1600°C (como exemplo, as temperaturas usadas para o processamento da maior parte das zircônias), exibiam uma microestrutura com duas fases, cúbica e tetragonal.

O mecanismo de tenacificação por transformação é o resultado direto da transformação de fase ocorrida na ponta da trinca. Existem algumas exigências essenciais para que a tenacificação por transformação seja efetiva [8-13]. Primeiramente, exige-se uma fase metaestável, cuja transformação para um estado mais estável possa ser induzida por um campo de tensões gerado na ponta da trinca. Depois, a transformação tem que ser virtualmente instantânea e não deve depender do tempo. Terceiro, deve ser associado com uma mudança na forma e/ou volume. Esse último aspecto permite que essa transformação seja induzida por tensão. Fornece também a origem da tenacidade porque o trabalho, feito pela interação da tensão causada na ponta da trinca e a deslocação da transformação que é deixada para trás, dissipa parcela da energia que estaria normalmente disponível para a propagação da trinca [14].

A essência da tenacificação por transformação pode ser ilustrada na figura 2:

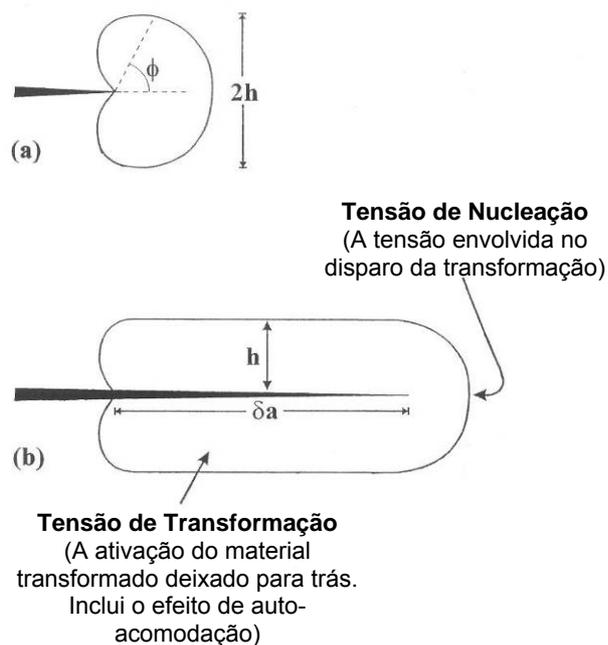


Figura 2 - (a) Forma da região transformada na extremidade de uma trinca estacionária. Entre $\theta = \pm 60^\circ$, a transformação reduz a resistência. Isso é compensado pelo aumento na resistência através da transformação na região entre $\pi = 60$ e 300° . (b) A transformação ativada de metade da altura h , depois da trinca ter se movido para a frente com uma distância δa .

Sob uma força aplicada, a transformação induzida por tensão acontece na extremidade da trinca e produz uma zona de transformação de altura $2h$. Na maioria dos modelos mecânicos de tenacificação por transformação, essa zona inicial na extremidade da trinca estacionada [figura 2 (a)] não tem efeito real na tenacificação do material. Por outro lado, se a trinca cresce, uma ativação do material transformado é deixado para trás [figura 2 (b)]. É esse deslocamento remanescente do material transformado que leva a um aumento da tenacidade. Note-se que o deslocamento responsável pelo disparo da transformação tetragonal-monoclínica é o que determina a altura $2h$ da zona transformada. No entanto, se o cristal induzido por tensão estiver rigidamente constrito na matriz, irá inevitavelmente gerar uma tensão interna associada à transformação martensítica, a qual influencia a região tensionada [14].

Essa variação dimensional tende a remover a energia da trinca podendo, inclusive, interromper a sua propagação na linha de fratura. Esse mecanismo é

denominado “tenacificação por transformação”. A mudança de volume também cria uma força compressiva em volta da partícula, que produz uma inibição adicional para o crescimento da trinca. A habilidade de barrar a propagação de trincas na estrutura da zircônia mimetiza o efeito presente nos dentes naturais, em que as trincas são bloqueadas na interface esmalte-dentina [6].

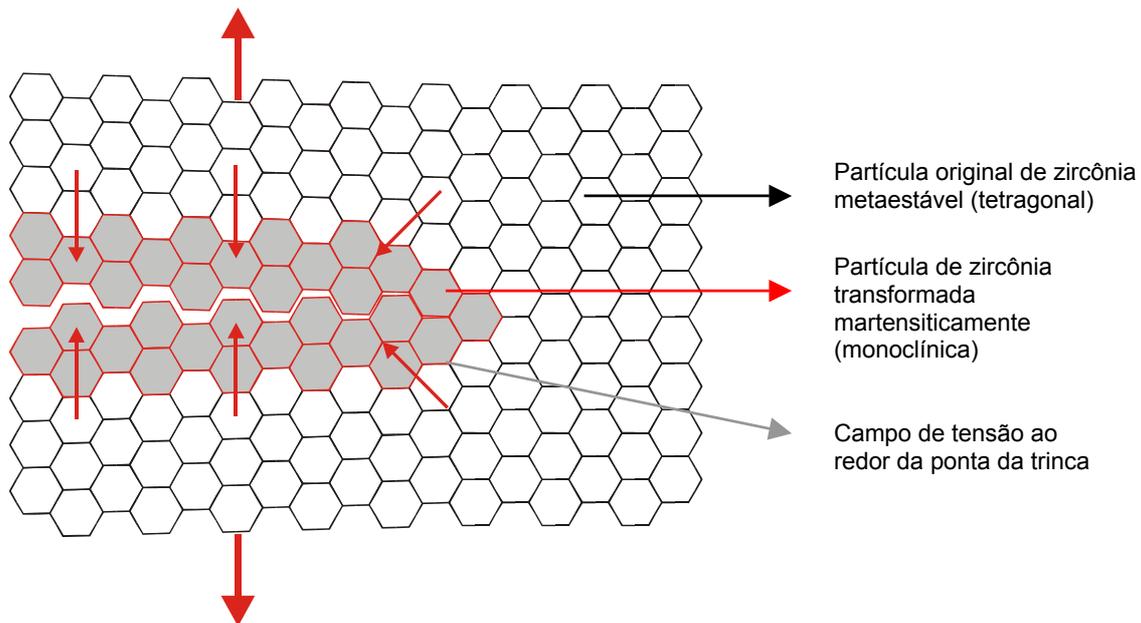


Figura 3 - Transformação induzida por tensão de partículas de ZrO_2 no campo de tensão elástica da trinca.

A adição de dopantes à zircônia (Y_2O_3 ou Ce_2O_3) viabilizou a estabilização da fase tetragonal metaestável à temperatura ambiente, dando origem a uma nova classe de material cerâmico de maior tenacidade à fratura, oriunda desse mecanismo de tenacificação por transformação. Esse aumento de tenacidade é acompanhado do aumento de volume da célula unitária da zircônia (3-5%), a qual tende a promover uma tensão compressiva no interior da peça, tal qual tenderá a se contrapor à abertura e propagação da trinca. Além desse mecanismo, o aumento de volume da célula unitária da zircônia poderá ser suficiente para exceder o limite elástico do material e, em consequência, dar origem a microtrincas.

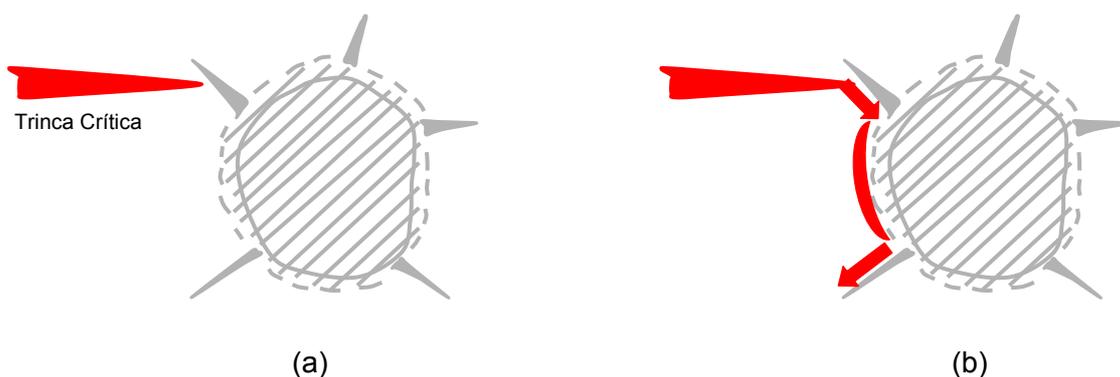


Figura 4 - Transformação martensítica que ocorre na ZrO₂ (tetragonal para monoclinica a 900-1100°C) com sua expansão de volume de 3-5%, desenvolvendo microtrincas ao redor das partículas de ZrO₂. (a) A propagação da trinca dentro da partícula é desviada e torna-se bifurcada (b) aumentando a resistência à fratura do material.

Além disso, a tenacificação por transformação não é o único mecanismo que atua nas cerâmicas à base de zircônia. Tenacificação por microtrincas e deflexão da trinca podem também contribuir, em grau diferente, para a tenacificação da cerâmica [5].

No resfriamento do ZrO₂ de 1200°C à temperatura ambiente a transformação tetragonal-monoclinica deve ocorrer. Porém se a ZrO₂ for de granulometria muito fina, ou uma pressão compressiva for exercida nela pela matriz, a partícula de zircônia pode se manter metaestável à temperatura ambiente [7].

A transformação tetragonal-monoclinica ocorre por um processo sem difusão, próximo a velocidades sônicas, similar à formação de martensita em aços temperáveis. Essa transformação também é dependente do tamanho dos grãos. No caso de partículas muito finas, a temperatura de transformação é mais baixa, por isso, essa transformação pode também ser induzida por uma tensão aplicada externamente, como exemplo, em tratamentos mecânicos superficiais como usinagem ou jateamento. Neste caso, o aumento de volume devido à transformação tetragonal-monoclinica eleva a tenacidade à fratura do material. Este fenômeno ocorre devido às grandes tensões trativas que são geradas ao redor de uma trinca, principalmente na

ponta da mesma, promovendo um relaxamento da contração elástica imposta pelas partículas de zircônia.

A fração da fase tetragonal retida à temperatura ambiente é dependente do tamanho de grãos, do conteúdo de ítria, e do grau de contração exercida nelas pela matriz. E as propriedades mecânicas de cerâmicas de TZP (figuras 5 e 6) dependem diretamente de tais fatores [3].

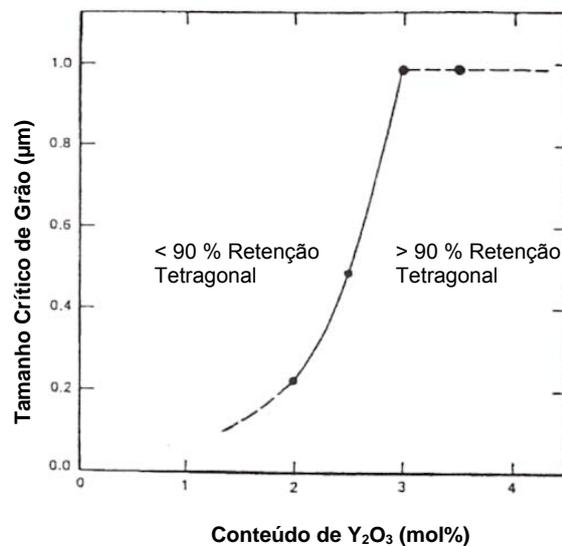


Figura 5 - Retenção da fase tetragonal. Tamanho crítico de grão por conteúdo de Ítria na zircônia tetragonal.

Grãos maiores que 1 micrômetro possuem uma taxa alta de transformação espontânea, os menores que 1 micrômetro possuem uma baixa taxa de transformação tetragonal-monoclínica, já nos grãos com menos de 0.2 micrômetros a transformação não é possível.

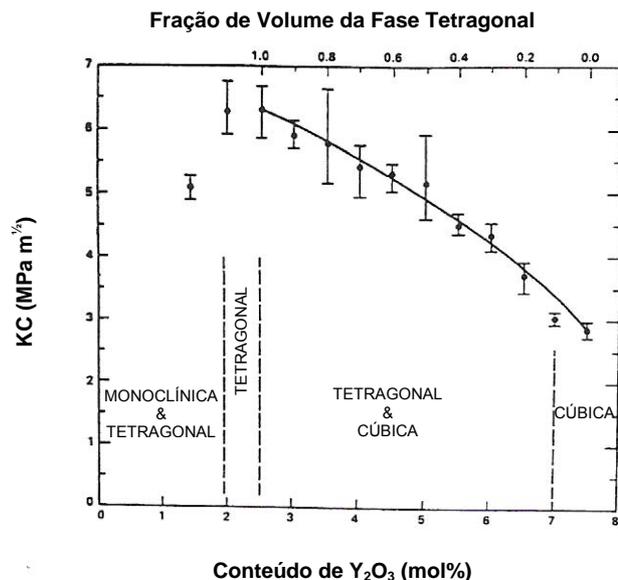


Figura 6 - Tenacidade à fratura x conteúdo de ítria.

2.3 Influência dos tratamentos de superfície e térmicos em cerâmicas de zircônia

A fabricação de restaurações cerâmicas livres de metal passam necessariamente por um número de etapas de tratamentos mecânicos superficiais como usinagem, jateamento, polimento e tratamentos térmicos subsequentes. A influência desses passos na resistência mecânica da Y-TZP ainda não está muito bem compreendida [15].

Como sabemos, as subestruturas podem ser usinadas partindo-se de blocos parcialmente ou totalmente sinterizados. A superfície final pós-sinterização das subestruturas usinadas a partir de blocos parcialmente sinterizados é aparentemente livre de fase monoclinica. Ajustes por desgaste ou jateamento depois da sinterização não são recomendados. Já nas subestruturas usinadas a partir de blocos completamente sinterizados uma quantidade significativa de fase monoclinica oriunda da transformação tetragonal-monoclinica é encontrada. Além de tensões compressivas, temos um aumento da resistência mecânica porém menor susceptibilidade à degradação em baixa temperatura.

Uma característica interessante das cerâmicas de zircônia tenacificadas por transformação é a formação de camadas compressivas na superfície [16]. Grãos tetragonais da superfície não confinados pela matriz podem se transformar espontaneamente para a fase monoclinica devido aos processos abrasivos, os quais induzem tensões compressivas em uma profundidade de alguns micrômetros abaixo da superfície [3].

As camadas compressivas desenvolvidas na superfície das cerâmicas de zircônia tenacificadas por transformação são agora um fenômeno bem conhecido [16-17-18]. Essas tensões desenvolvem-se como resultado da transformação espontânea tetragonal-monoclinica das partículas de zircônia na superfície ou perto dela, devido à falta de uma constrição hidrostática perto da superfície livre (figura 7).

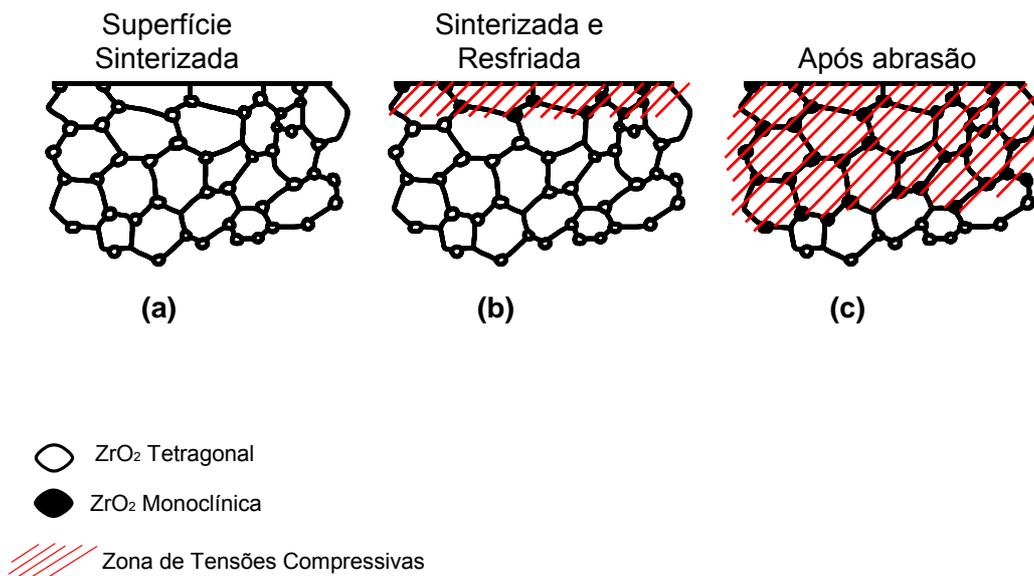


Figura 7 - (a) Diagrama de um corte através de uma superfície livre à temperatura de sinterização. (b) No resfriamento, partículas de ZrO₂ próximas à superfície livre geram através da limitação de movimento uma tensão compressiva na matriz. (c) Devido aos tratamentos superficiais, preferencialmente usinagem e jateamento.

De acordo com Stevens [7], o tratamento da superfície tem sido visto como o método mais efetivo de induzir partículas tetragonais metaestáveis à transformação,

desde que tensões compressivas possam ser geradas numa espessura da ordem de 10-100 μm abaixo da superfície tratada.

O desenvolvimento de uma camada compressiva na superfície da cerâmica durante a usinagem ou jateamento é talvez o fenômeno mais significativo associado com tenacificação por transformação de cerâmicas. Qualquer pequeno desgaste menor que o tamanho crítico da trinca, introduzido na superfície é imediatamente colocado em compressão, e a remoção total por desgaste da trinca na superfície possivelmente tem a função de uma trinca crítica. Caso uma carga compressiva elevada seja aplicada à superfície externa de um componente cerâmico, a população de trincas da superfície é que mais provavelmente irá dar origem a uma trinca crítica [7].

De acordo com Luthardt *et.al.* [19], a usinagem de cerâmicas estabilizadas por ítria densamente sinterizadas causa danos na microestrutura do material. Portanto, métodos alternativos para a fabricação de coroas e próteses parciais fixas de zircônia estabilizada por ítria parcialmente sinterizadas fabricadas pelo sistema CAD/CAM devem ser analisadas com cuidado, tendo em vista a obtenção de peças de elevada resistência mecânica e elevada confiabilidade.

O desgaste com brocas depois da sinterização não é recomendado. Porém, se forem necessários, os ajustes devem ser feitos aplicando-se pouca pressão e sob irrigação de água. Áreas sujeitas às tensões trativas nas situações clínicas não devem ser desgastadas.

A usinagem de cerâmicos pode atuar de duas formas diferentes:

a) por um lado as tensões residuais compressivas introduzidas na superfície podem aumentar consideravelmente a resistência média flexural de cerâmicas tenacificadas por zircônia;

b) por outro lado a usinagem manual provoca defeitos na superfície que atuam como concentrador de tensões e podem se tornar um determinador de resistência se o tamanho do defeito for muito grande (no sentido da superfície para o interior do

material) e exceder a profundidade da camada compressiva superficial induzida pela usinagem [20].

Kosmač *et.al.* [21], mostraram que o conteúdo de zircônia monoclinica em Y-TZP jateada diminuiu para menos de 2% depois de recozida à 900°C por 1 hora. O recozimento causou a transformação reversa e em consequência promoveu uma redução de sua resistência flexural.

Tratamento térmico a 1000°C por 15 minutos depois do desgaste, causa a transformação reversa.

A figura 8 ilustra o acabamento de uma prótese de zircônia obtida por CAD/CAM.

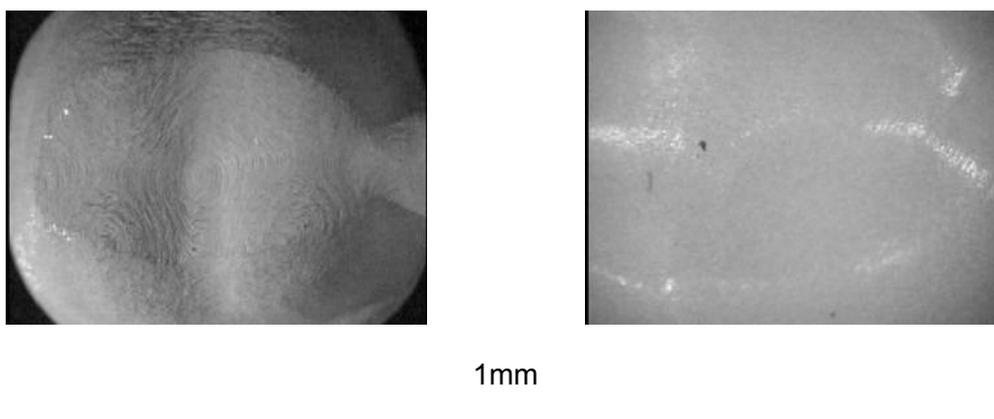


Figura 8 - Subestrutura da prótese parcial fixa após a usinagem e após a sinterização vistas por microscópio estereoscópico.

No desgaste da ZrO_2 tem sido recomendado criar uma região de tensões compressivas na superfície, o que aumenta a resistência flexural das cerâmicas de zircônia [22]. Swain e Hannink [23] mostraram que a usinagem manual é mais agressiva do que a usinagem em máquina na indução da transformação tetragonal-monoclinica. Os autores demonstraram que no caso da usinagem em máquina, o desenvolvimento local de temperaturas pode vir a ultrapassar a temperatura de transformação tetragonal-monoclinica, causando a transformação reversa

monoclínica-tetragonal, atuando como um concentrador de tensões e diminuindo a resistência flexural da cerâmica.

Como o mecanismo de tenacificação da zircônia é principalmente relacionado com a transformação tetragonal-monoclínica, uma ótima resistência flexural é antecipada quando uma grande quantidade de fase monoclínica é detectada na superfície da cerâmica [24]. Por outro lado, a redução da resistência está relacionada com a quantidade de estrutura transformada. A resistência flexural diminui significativamente quando a maior parte da estrutura está transformada [25-26].

Guazzato *et. al.* [24] sugerem que jateamento e desgaste podem ser recomendados para aumentar a resistência mecânica de cerâmicas dentais de Y-TZP. Já o polimento final pode vir a remover a camada compressiva e por esta razão diminuir a sua resistência flexural.

A degradação da resistência mecânica da zircônia em ambientes úmidos foi estudada desde as primeiras fases do desenvolvimento da zircônia para aplicações biomédicas. Porém, alguns autores não encontraram resultados significantes. Em alguns estudos a quantidade de ítria era insuficiente e em outros o conteúdo de fase monoclínica no início do teste era muito alta [3].

O envelhecimento ocorre pela transformação lenta de grãos tetragonais metaestáveis em qualquer superfície em contato com água [27], ou fluidos corporais, pela nucleação e mecanismos de crescimento [28], e a nucleação parece originar-se nos grãos menos estáveis que a média.

A estabilidade dessa estrutura tetragonal durante o tempo de vida dos componentes de TZP é o ponto chave para chegar às performances esperadas [3]. A degradação de propriedades mecânicas na zircônia, conhecida como “envelhecimento”, acontece através da transformação espontânea progressiva da fase tetragonal metaestável para a fase monoclínica. Esse comportamento é bem conhecido na temperatura acima de 200°C na presença de vapor d’água [25-29].

Os passos principais do envelhecimento da TZP foram resumidos por Swab [30] da seguinte forma:

- a) a temperatura mais crítica está na faixa de 200-300°C;
- b) os efeitos do envelhecimento são a redução na resistência mecânica, dureza e densidade, e um aumento do conteúdo de fase monoclinica;
- c) degradação das propriedades mecânicas acontece através da transição tetragonal-monoclinica, tomando lugar com micro e macro trincas no material;
- d) transição tetragonal-monoclinica começa na superfície e progride até o interior do material;
- e) redução no tamanho de grão e/ou aumento na concentração do óxido estabilizador reduz a taxa de transformação;
- f) transformação tetragonal-monoclinica é aumentada em água ou em vapor.

Vários estudos [15-31] desse fenômeno têm mostrado que a degradação acontece através da transformação tetragonal-monoclinica que se inicia na superfície e se propaga pelo restante do corpo, acompanhada da formação de micro e macro trincas (figura 9). A degradação é fortemente influenciada:

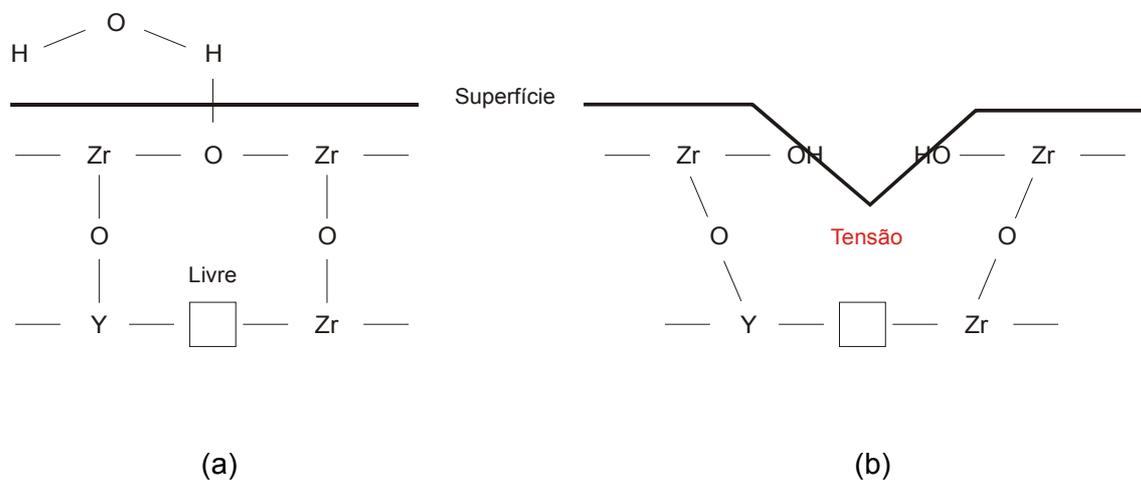
- a) pelo conteúdo de ítria;
- b) pelo tamanho de grão;
- c) pela temperatura e;
- d) pela pressão parcial de vapor d'água.

A quantidade de fase cúbica depende da temperatura de sinterização. E quanto maior a quantidade de fase cúbica maior o aceleração do envelhecimento. A fase cúbica não é desejável. Chevalier, Deville *et.al.* [9], pesquisaram o possível papel danoso do aparecimento da fase cúbica na sinterização de cerâmicas de 3Y-TZP. O tamanho de grão era bem pequeno e homogêneo para os espécimes sinterizados a 1450°C por 2 horas. Tornou-se maior para os espécimes sinterizados a 1450°C por 5 horas ou 1550°C por 2 horas, porém continuou unimodal. A microestrutura tornou-se claramente bimodal quando sinterizada a 1550°C por 5 horas, com o aparecimento de

grãos maiores que 2 μm . A análise em microscópio eletrônico de transmissão revelou que esses grãos eram cúbicos por natureza. Em um espécime sinterizado a 1550°C por 5 horas foi visto (no interior dos grãos cúbicos e na região tetragonal na periferia desses grãos cúbicos) que os grãos cúbicos exibiam um grande conteúdo de ítria enquanto grãos tetragonais estavam quase sem ítria. A temperatura e duração da sinterização influenciam no tamanho de grão.

A degradação em baixa temperatura (LTD) da 3Y-TZP inicia-se na superfície da zircônia policristalina e progride em direção ao interior do material. A transformação de um grão provoca o aumento no volume causando tensões nos grãos vizinhos e provocando o aparecimento de microtrincas. A penetração de água provoca uma degradação superficial transformando os grãos vizinhos.

Defeitos preexistentes na superfície mais a ação da água induzem a transformação tetragonal-monoclínica.



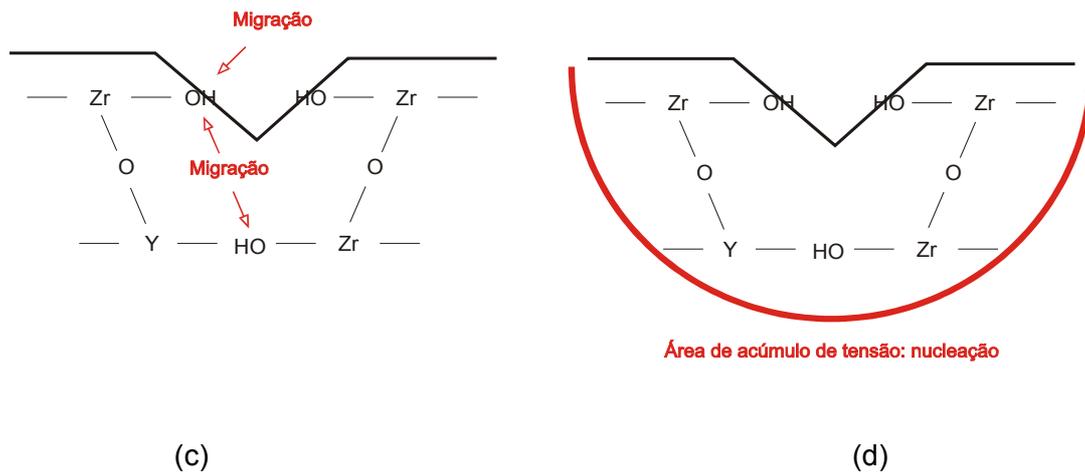


Figura 9 - Envelhecimento da 3Y-TZP. (a) Adsorção química de H₂O na superfície. (b) Formação de ligações Zr-OH na superfície e criação de pontos de tensão. (c) Acúmulo de tensão pela migração de OH na superfície e no interior (no arranjo da geometria do átomos). (d) Nucleação da fase monoclinica nos grãos tetragonais produzindo micro e macro trincas.

Qualquer fator que prejudique a estabilidade da Y-TZP, como o tamanho de grão, a quantidade de estabilizador, e a presença de tensões residuais, promove a LTD.

Quanto menor a quantidade de estabilizador, maior a porcentagem de mols de fase monoclinica e maior a susceptibilidade à degradação em baixa temperatura [25].

A aspereza aumenta a resistência à LTD, já o polimento e o recozimento (através de relaxamento de tensão) diminuem a resistência à LTD.

2.4 Tenacidade à fratura da zircônia

A medida da capacidade de um material cerâmico resistir à fratura frágil quando uma trinca estiver presente é especificada como tenacidade à fratura. A tenacidade à fratura em deformação plana (K_{IC}) é definida pela equação (1)

$$K_{IC} = Y \cdot \sigma \cdot (\pi \cdot a)^{1/2} \quad (1)$$

onde Y é uma função adimensional que depende da geometria das trincas, σ a tensão aplicada, a o comprimento da trinca superficial ou metade de uma trinca interna. A

propagação da trinca só irá ocorrer para valor de tensão superior à tensão crítica (σ_c) e o comprimento da trinca maior que o comprimento crítico (a_c).

A comparação entre os dados de K_{IC} disponíveis na literatura é de difícil realização, principalmente devido aos diferentes métodos de medição, bem como as variadas características dos materiais de partida. Dentre esses métodos, pode-se citar a fratura por indentação (IF) e a resistência por indentação (IS). O cálculo da tenacidade pelo método de fratura por indentação (equação 2), pode ser realizada a partir do conhecimento dos seguintes parâmetros: módulo de elasticidade (E), dureza Vickers (H), carga aplicada (P) e comprimento da trinca (c).

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

Studart *et.al.* [32] mediram a tenacidade à fratura em barras de zircônia usando a técnica de indentação e obtiveram um valor de tenacidade à fratura em deformação plana (K_{IC}) de 5.6 MPa m^{1/2}, que é igual aos dados reportados na literatura para espécimes de Y-TZP com tamanho de grão similar [33-34-35].

Nos materiais cerâmicos a fratura se inicia em um único local denominado origem da trinca, o qual está associado a uma descontinuidade ou a um defeito proveniente de um processamento mecânico, térmico ou químico, que atuará como um agente concentrador de tensão. Sob uma tensão crítica, a trinca se iniciará a partir desses defeitos e ao propagar-se, deixará marcas características na superfície de fratura. Neste caso, a fractografia, que é o estudo topográfico da fratura, poderá ser utilizado na análise de falhas de materiais cerâmicos. Duas importantes observações podem ser extraídas de estudos de fractografia: identificação da origem da falha e o cálculo da tensão trativa nesse ponto.

Giordano [6] comparou a resistência à flexão de subestruturas para próteses parciais fixas de três elementos fabricadas por CAD/CAM de In-Ceram[®] Alumina, In-Ceram[®] Zircônia e Zircônia YZ com subestruturas fabricadas de Empress 2 e Procera

Alumina. Essas próteses foram cimentadas em modelos padrões de acrílico usando um cimento resinoso. Eles sofriram a pressão de uma carga na região do pântico até fraturar. A média de sucesso das próteses parciais fixas anteriores e coroas anteriores/posteriores de In-Ceram[®] Alumina variou de 95-98% após sete anos, mas quando usada em uma área não recomendada, a média de sucesso caiu para 80% para próteses fixas de três unidades. A média de sucesso para In-Ceram[®] Zircônia foi de 97% após sete anos. Próteses fixas de 100% de zircônia (YZ) deverão ter uma resistência mecânica superior ao In-Ceram[®] Zircônia [6].

Materiais feitos de 100% de zircônia como DCS zirkon, Lava, CERCON ou YZ podem ser vantajosos para o uso em casos unitários e próteses múltiplas em áreas que sofrem alta pressão. Esses materiais de zircônia também possuem maior grau de translucidez quando comparado com o In-Ceram[®] Zircônia [6].

Sundh, Molin *et. al.* [36] observaram que apesar do efeito da degradação da Y-TZP em baixa temperatura ser significativo apenas depois de alguns anos [37], os espécimes submetidos ao tratamento térmico (aplicação de cerâmica) exibiram uma significativa redução em sua resistência à fratura quando comparados aos espécimes que só passaram pela usinagem. Em outras palavras, o tratamento térmico influencia as propriedades mecânicas. Uma possível explicação para essa diminuição na resistência à fratura é a formação de uma camada compressiva na superfície, como efeito do processo de usinagem [16-38] e o subsequente aquecimento térmico/aplicação de porcelana eliminando a tensão compressiva residual. Outras possíveis explicações para a diminuição da resistência à fratura são a transformação da fase tetragonal metaestável para a fase monoclinica e/ou alteração de tamanho de grão durante o tratamento térmico e/ou aplicação de porcelana [3].

Em todos os corpos de prova do estudo supracitado, as fraturas estavam localizadas no ponto da carga e através de um dos conectores. Esse padrão de fratura é similar a alguns estudos prévios *in vitro*, de próteses parciais fixas de três elementos livres de metal utilizando cerâmicas de zircônia parcialmente estabilizada [39-40].

Nesse estudo de Y-TZP não houve diferença significativa entre os espécimes que tiveram aplicação de cerâmica e aqueles que foram tratados termicamente sem a aplicação da cerâmica.

2.5 Considerações sobre o mecanismo de fadiga em materiais cerâmicos

Em materiais frágeis como monólitos ou compósitos cerâmicos, o mecanismo de propagação de trincas por fadiga é bastante distinto daquele dos metais [41]. A resistência à propagação de trincas em materiais cerâmicos resulta da competição de dois mecanismos: Intrínseco, que acontece na frente da trinca, relacionado ao crescimento e propagação da trinca e Extrínseco, que acontece atrás da trinca e está relacionado ao retardo de seu crescimento [42]. Portanto, o comportamento sob fadiga desses materiais é função da competição entre parâmetros intrínsecos relacionados aos mecanismos de degradação microestrutural e extrínsecos relacionados ao mecanismo de bloqueio do avanço das trincas.

O mecanismo de tenacificação nos metais é basicamente intrínseco, isto é, relacionado à atividade de discordâncias móveis e à plasticidade na ponta da trinca; em contraposição, os materiais cerâmicos são tenacificados extrinsecamente, isto é, por tenacificação por transformação e fechamento de trincas. Levando-se em consideração esses mecanismos, os materiais cerâmicos atuais atingem tenacidades à fratura significativamente mais elevadas. É interessante observar que apesar de vidros e cerâmicos de baixa tenacidade serem basicamente imunes à fadiga cíclica, os cerâmicos de maior tenacidade à fratura não o são.

A introdução do conceito de bloqueio de trincas e de absorção de energia na sua propagação, evidenciaram a influência da microestrutura na propagação cíclica de trincas. Excetuando as trincas oriundas da transformação tetragonal-monoclínica da zircônia, as trincas por fadiga em cerâmicos não são nucleadas naturalmente, isto é, a sua nucleação está invariavelmente associada a defeitos oriundos do processamento.

Quanto aos testes de fadiga em materiais cerâmicos, eles podem ser realizados sob distintas condições de carregamento: estático e cíclico.

Na fadiga estática, a fratura dos materiais cerâmicos ocorre pela propagação lenta de trincas, para um nível de tensão inferior a K_{IC} . Este termo pode levar a alguma interpretação equivocada do fenômeno da fadiga, já que neste caso a fratura ocorrerá na ausência de tensões cíclicas. Foi observado, no entanto, que este tipo de fadiga é especialmente sensível às condições ambientais, principalmente à umidade. Em relação a esse mecanismo, o que ocorre na realidade é um processo de corrosão sob tensão na ponta das trincas favorecendo à sua propagação. Segundo Studart, Filser *et al.* [32], testes de fadiga indicaram que a sobrevivência de espécimes de Y-TZP em água é significativamente menor do que as obtidas a seco.

Na fadiga cíclica, a falha prematura ou dano a um componente acontece devido à aplicação de uma carga cíclica repetitiva, ou seja, através de um fenômeno mecânico. O fenômeno da fadiga cíclica pode ser considerado como o acúmulo de defeitos distribuídos ou como a propagação de uma única trinca dominante. No primeiro caso, a falha se processa através o crescimento e coalescência de microtrincas e no segundo a falha ocorre através do aumento do comprimento da trinca até atingir um valor crítico.

Por muitos anos a propagação de trincas por fadiga cíclica em cerâmicos foi atribuída ao mecanismo de corrosão sob tensão. A primeira comprovação efetiva do efeito da fadiga cíclica em cerâmicos foi reportada por Dauskardt, Yu *et al.* [43]. A partir dessa constatação, outros estudos, como o de Liu e Chen [35] seguiram-se indicando que todos os cerâmicos tenazes exibiam degradação mecânica sob carga cíclica.

Em resumo, Ritchie *et al.* [41], indicam que as principais características da fadiga cíclica em materiais cerâmicos seriam as seguintes:

a) ao contrário dos materiais dúcteis [44], as trincas por fadiga em cerâmicos não parecem se iniciar naturalmente; a nucleação das trincas está intimamente associada aos defeitos oriundos da etapa de processamento;

b) mais uma vez, ao contrário da fadiga em metais onde o desenvolvimento de estrias é a característica do modo de fratura por fadiga, a morfologia da superfície de fratura de cerâmicos sob fadiga cíclica é similar àquela do carregamento estático, embora uma maior quantidade de estrias estejam presentes [35-45-46-47];

c) microestrutura tem um efeito significativo na taxa de crescimento das trincas por fadiga, principalmente no caso de zircônias parcialmente estabilizadas, devido ao mecanismo de tenacificação por transformação;

d) a susceptibilidade das taxas de crescimento das trincas é extremamente elevada com o aumento da tensão aplicada.

De acordo com Studart, Filser *et al.* [32], a redução da resistência mecânica através da fadiga é causada pela propagação de trincas naturais inicialmente presentes na microestrutura dos componentes.

A fadiga em materiais cerâmicos é um fenômeno muito complicado que envolve pelo menos três fatores [48]:

a) fator microestrutural, incluindo tamanho de grão, forma do grão e tenacificação por transformação, etc.;

b) fator do meio ambiente, especialmente para cerâmicas oxidadas em presença de outro corrosivo;

c) fator mecânico, referente às condições de carga (estática ou cíclica).

Em estudo para testes de fadiga cíclica, estática e dinâmica realizado por Qiao *et al.* [48], tanto para cerâmicas de $Y_2O_3-ZrO_2$, e Si_3N_4 , quanto para uma cerâmica vítrea usinável, o tempo de fadiga sob carga cíclica foi o menor, associado ao baixo valor de n (exponencial de fadiga). A carga cíclica diminuiu mais drasticamente o tempo sob fadiga de cerâmicas tenacificadas por transformação (Y-TZP), enquanto nenhuma

diferença excepcional foi observada entre fadiga cíclica e estática para cerâmicas vítreas.

A estimativa do tempo de vida para componentes cerâmicos depende de uma determinação precisa dos parâmetros de fadiga (valor de n). Valores altos de n sugerem que os materiais não são susceptíveis à fadiga, apresentando uma elevada vida útil. Neste caso, a falha dependente do tempo de fadiga pode ser ignorada.

Um valor típico de n pode variar de 8 a 120 para cerâmicas e de 2 a 5 para metais e polímeros. Além disso, vários experimentos indicaram que o valor de n era muito sensível às condições ambientais e de aplicação de carga [49-50]. Fadiga dinâmica, estática e cíclica freqüentemente dão valores muito diferentes de n para um mesmo material [48].

Sob cargas cíclicas, o fator mecânico é o principal fator comparado com os efeitos do ambiente. A tenacificação por transformação de fase e efeitos de tenacificação localizados nos contornos de grão podem não aumentar significativamente o valor de n sob cargas cíclicas, apesar deles aumentarem a resistência mecânica e a dureza de 2 a 5 vezes [48].

Devido às complicações intrínsecas na fadiga de cerâmicas, especialmente a dificuldade de descrever quantitativamente os fatores mencionados até agora e de suas interações, não se pode dizer que a teoria de fadiga para cerâmicas esteja bem esclarecida.

3 Procedimento Experimental

O presente trabalho foi realizado com o objetivo de avaliar *in vitro*, a resistência à fratura de subestruturas para próteses parciais fixas posteriores de três elementos, utilizando blocos de zircônia densa (VITA In-Ceram® Zirconia YZ CUBES for CEREC®) sob testes de fadiga cíclica. Os blocos de zircônia medindo 14 x 15 x 40 mm, são pré-sinterizados e estabilizados por ítria, escaneados (por um scanner óptico) através de um modelo de gesso e processados no CEREC 3/InLab, um sistema da Sirona Co. Eles são usinados automaticamente (com um tamanho 20% maior) e depois sinterizados a altas temperaturas.

Não podemos esquecer que a técnica de preparo do dente tem uma importância fundamental no desenvolvimento do tratamento clínico. A configuração do preparo depende da resistência da cerâmica de revestimento. Pretendemos conseguir que a restauração apoie-se na zona marginal e incisiva/oclusal com uma distribuição uniforme da carga. Dado a existência de defeitos oriundos do processamento, bem como a falta de ductilidade do material, as tolerâncias contra defeitos e erros de preparação são significativamente mais baixas que nas próteses metálicas. Chanfros planos, preparações tangenciais e biseladas estão contra-indicadas.

Quanto à adaptação marginal, a técnica acredita em uma contração de sinterização isotrópica e homogênea. O “gap” marginal usualmente é de 80 µm.

A cimentação de coroas e próteses parciais fixas de In-Ceram pode ser efetuada de maneira convencional com cimentos de fosfato de zinco, ionômero de vidro ou cimentos adesivos.

Nesta pesquisa foi escolhido usar um cimento resinoso com sistema de auto-mistura para evitar erros de manipulação, como pode acontecer, por exemplo, com o cimento de fosfato de zinco. Desta forma evitamos a inclusão de mais uma variável externa ao trabalho.

As subestruturas de zircônia foram cimentadas com cimento resinoso RelyX™ UNICEM Aplicap (3M ESPE) em modelos fabricados com resina epóxica (3M Scotch-Weld Epoxy Adhesive DP100). O RelyX™ Unicem é um cimento auto-adesivo, de tripla presa e resinoso, indicado para restaurações indiretas de cerâmica, metal ou resina. Sua maior vantagem clínica está na facilidade de uso. Por ser auto-adesivo, elimina o trabalhoso pré-tratamento do dente. As etapas de condicionamento ácido, aplicação do primer e do adesivo foram completamente eliminadas, tornando o ato de cimentação mais simples e rápido.

O preparo da superfície da subestrutura para a cimentação adesiva deve ser realizada por meio de jateamento com óxido de alumínio (grânulo máximo de 50 µm) a uma pressão de ≤ 2,5 bar.

Se houver contaminação com saliva, por exemplo, antes da cimentação, a restauração jateada deverá ser limpa com o uso de ultra-som em solvente orgânico. O ataque com ácido fluorídrico é contra-indicado, pois provoca desintegrações no conjunto.

Foram realizados testes de vida em fadiga cíclica a úmido com diferentes ciclos (5000, 15000, 260000, 500000 e 1000000) e com uma carga fixa de 450 N.

A força mastigatória média mais alta possível de ser mantida é de aproximadamente 756 N. Entretanto, as forças de mordida podem variar significativamente de uma área para outra da boca (de acordo com o grupo de dentes) e entre os indivíduos. Nos molares a força de mordida pode variar de 400 a 890 N, nos pré-molares de 222 a 445 N, nos caninos de 133 a 334 N e nos incisivos de 89 a 111 N.

Após completados os ciclos, os espécimes não fraturados foram submetidos ao teste de resistência à flexão residual numa máquina Instron (Instron 4002, Instron Corporation, Canton, MA, USA) com célula de carga de 10 kN e velocidade da ponte de 0,5 mm/min para a determinação de sua resistência residual.

Os espécimes fraturados foram analisados utilizando-se um microscópio eletrônico de varredura para determinar a origem e a natureza da fratura. A confiabilidade dos resultados mecânicos foi realizada pela estatística de Weibull e Kruskal-Wallis.

3.1 Metodologia Adotada

3.1.1 Fabricação dos modelos

Foram feitos preparos em um segundo pré-molar e segundo molar (simulando a perda do primeiro molar) para confecção de uma prótese parcial fixa posterior de três elementos em um manequim de prótese dentária da Prodens (Carapiá Ind. Com. Prod. Odontológicos Ltda, São Gonçalo, RJ), ilustrado na figura 10.

Os preparos seguiram os requisitos mecânicos, biológicos e estéticos citados na literatura odontológica para a confecção de uma prótese parcial fixa livre de metal. O desenho cervical final do limite do preparo foi em ombro com ângulo interno arredondado deixando um espaço para a subestrutura de aproximadamente 1 mm. A subestrutura depois de sinterizada deve ter espessura mínima de 0,5 mm.



Figura 10 - Manequim usado para fazer os preparos para a prótese parcial fixa dos elementos # 34-x-36.

Após a moldagem da região no manequim com silicone de adição (lote 7312, Putty Express STD 3M ESPE e lote 021102, base leve Aquasil Ultra XLV Fast Set) um modelo mestre de gesso Tipo IV de baixa expansão (lote 018503008, SILKY-ROCK, Whip Mix Corporation) foi confeccionado. O gesso foi manipulado na proporção de 70 gramas de pó para 16 ml de água, espatulados manualmente por 15 segundos e depois à vácuo por 20 segundos, de acordo com as recomendações do fabricante. O modelo mestre foi removido do molde após a completa cristalização do gesso (aproximadamente 24 horas). O modelo mestre foi perfurado para que fosse possível a introdução de um pino de estabilização que existia em cada estação de teste na máquina de teste de fadiga cíclica. Foram então realizadas moldagens do modelo mestre com o pino de estabilização inserido, com o mesmo silicone de adição usado anteriormente. O material de moldagem foi removido após 6 minutos de acordo com recomendações do fabricante. O pino de estabilização foi então removido do orifício do modelo mestre e levado ao orifício situado nos moldes (figura 11a), que foram vazados com resina epóxica, como pode ser visto na figura 11b.



Figura 11 - (a) Molde mostrando o pino de estabilização e (b) vista oclusal do modelo mestre de gesso e do modelo em resina epóxica.

Foi necessário lubrificar com vaselina pastosa os pinos de estabilização inseridos nos moldes de silicone para que após sua completa polimerização, não distorcesse o modelo de trabalho na sua remoção, impossibilitando a cimentação da prótese. A inserção da resina epóxica nos moldes foi feita lentamente e em camadas.

Sobretudo na primeira, foi extremamente importante o auxílio de um vibrador de gesso e um pincel fino, para que não houvesse a formação de bolhas. Os modelos só foram retirados dos moldes após quatro horas, tempo total de polimerização da resina epóxica estipulada pelo fabricante.

Assim que foram removidos dos moldes de silicone, os modelos foram então lixados na base e nas laterais para aplainar as superfícies, usando a polidora Ecomet 3. Estava previsto a realização de testes de fadiga cíclica em água com a utilização de um dispositivo condutor de eletricidade que informasse o número de ciclos suportados por cada subestrutura até a fratura. Logo, os modelos deveriam ser preparados para receberem tal dispositivo. As bases dos modelos tiveram suas superfícies aplainadas para que houvesse um assentamento total quando fossem submetidos às cargas. Na superfície lateral interna, abaixo de cada retentor da prótese foi feito um orifício para permitir a inserção e colagem com resina epóxica (3M Scotch-Weld Epoxy Adhesive DP100) de um fio condutor que seria conectado à máquina de testes de fadiga cíclica. Este dispositivo interligava os modelos e a máquina de realização dos testes para que fosse realizada a contagem de ciclos. Inseridos os fios, os modelos eram então pintados com uma caneta condutora (Conductive Pen – Chemtronics), fechando o circuito, como pode ser visto na figura 12.



Figura 12 - Vista lateral interna do modelo, mostrando como será feita a condução elétrica.

3.1.2 Fabricação das subestruturas

Usando a tecnologia CAD/CAM, o modelo mestre em gesso foi escaneado à laser e seu modelo digital visualizado na tela do computador, com o auxílio de um programa específico do CEREC® 3/InLab (figura 13).

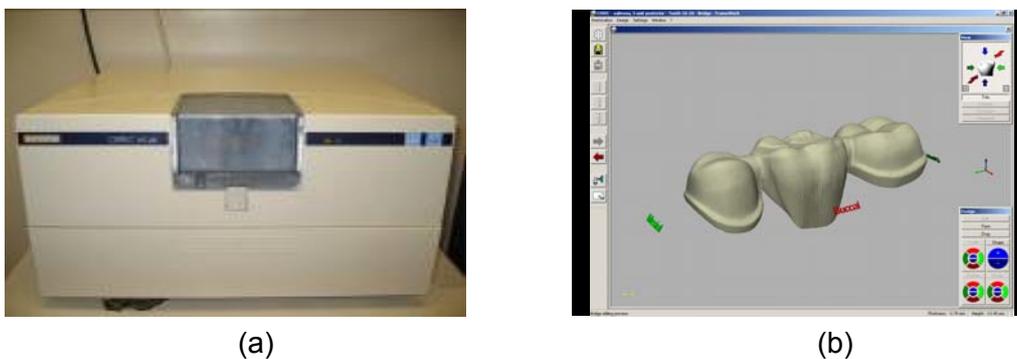


Figura 13 - (a) Máquina do sistema CEREC® 3/InLab e (b) modelo digital.

O escaneamento óptico leva aproximadamente 20 minutos para próteses fixas. Este programa nos permite visualizar, planejar e fazer correções na margem dos preparos para termos o limite entre dente e prótese e, se houver necessidade, alterar o projeto da subestrutura como a dimensão do conector, o espaço que será ocupado pelo cimento, tamanho do pântico, etc.. Com esta tecnologia todas as subestruturas são confeccionadas com as mesmas dimensões e contornos. Cada bloco de YZ tem um código de barras que identifica sua densidade e o sistema de usinagem automaticamente calcula e superdimensiona a subestrutura, para compensar a contração na etapa de densificação.

Neste trabalho em particular, a anatomia oclusal do pântico foi desenhada com três pequenas elevações (formando uma pirâmide invertida) para que uma bilha ficasse sempre encaixada na mesma posição (figura 14). Era importante pois essa bilha foi usada durante todo o trabalho, isto é, na fase de cimentação, nos testes de fadiga cíclica e nos testes de resistência residual. Esta porém, foi a única adaptação para a realização do trabalho que difere de um desenho de uma subestrutura para

prótese parcial fixa convencional. Depois de desenhada a subestrutura, os blocos cerâmicos foram então usinados.

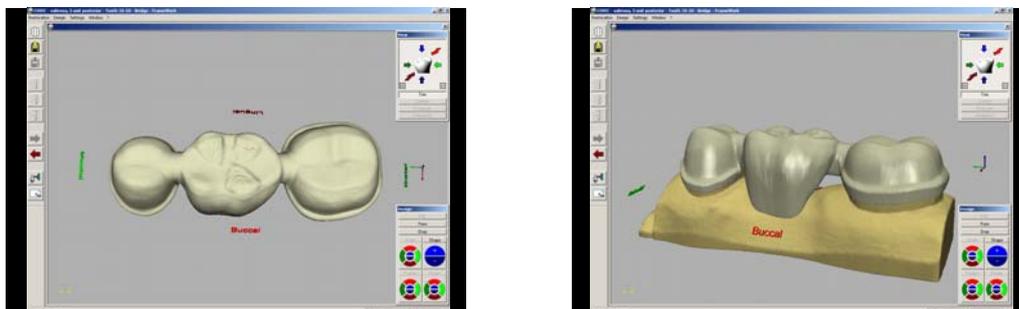


Figura 14 - Desenho da prótese.

Foram confeccionadas 60 subestruturas, de segundo pré-molar a segundo molar inferiores, usinadas à partir dos blocos de zircônia da VITA (lotes 7681 e 7921).

O sistema CEREC® 3/InLab utiliza duas brocas diamantadas para a usinagem, uma com formato cilíndrico e a outra com formato cônico. As duas interagem simultaneamente por aproximadamente 1 hora e 20 minutos sob irrigação abundante de água durante a usinagem das subestruturas de YZ. Terminada a usinagem, basta remover a prótese associada ao restante do bloco cerâmico com uma chave própria do sistema, e com um disco abrasivo em um micromotor pode-se então romper o pequeno contato entre a subestrutura confeccionada e a porção do bloco que não sofreu desgaste (figura 15). A subestrutura pode então ser levada ao forno VITA ZYrcomat® para a sinterização.



Figura 15 - Subestrutura logo após a usinagem.

As subestruturas usinadas são levadas a um forno de alta temperatura, o VITA ZYrcomat[®], para sinterizações em atmosfera oxidante (figura 16 a e b), sobre esferas de zircônia (figura 16 c) para evitar deformação.

O ciclo térmico tem os seguintes valores: o tempo de aquecimento = 1 hora, temperatura de sinterização = 1530°C, o tempo de residência na temperatura de sinterização de 2 horas, e resfriamento até 400°C no interior do forno, perfazendo um tempo total de 6 a 8 horas. O botão para abrir o compartimento só pode ser usado quando a temperatura estiver abaixo de 400°C, no período de resfriamento.

A contração de sinterização começa a aproximadamente 950°C.



(a)



(b)



(c)

Figura 16 - (a e b) Forno VITA Zyrcomat e (c) subestruturas antes de serem sinterizadas.

Depois de sinterizadas foram cimentadas nos modelos de resina epóxica com o cimento resinoso RelyX[™] UNICEM Aplicap (lotes 150072, 150357, 139915, 139194, 139232 e 139627).

A figura 17 mostra como deve ser realizada a cimentação com este material. Com o auxílio de uma pistola pressionada de 2 a 4 segundos o material foi misturado. A cápsula é então levada à uma máquina própria do sistema (3M ESPE RotoMix™) para uma manipulação vigorosa de 15 segundos, quando então as coroas puderam ser preenchidas com o material. A subestrutura foi posteriormente inserida nos preparos do modelo.



(a)



(b)



(c)



(d)



(d)



(e)

Figura 17 - Sequência de cimentação adesiva com RelyX Unicem Aplicap.

Normalmente espera-se de 2 a 3 minutos ou fotopolimeriza-se por 2 segundos. Na cimentação regular remove-se o excesso, espera-se 5 minutos ou polimeriza-se por 20 segundos por superfície.

Esse cimento é dual, ou seja, tem presa química e física (fotopolimerização). Neste trabalho foi utilizada a fotopolimerização em função da maior rapidez da técnica. É importante salientar que no ato da cimentação foram posicionadas bilhas sobre os elementos pânticos, com uma carga constante sobre as mesmas de 25 N.



Figura 18 - Aparato usado para manter a mesma carga na cimentação adesiva.

Após a completa polimerização do cimento resinoso, os modelos foram removidos das estações de cimentação e preparados para realização dos testes.

3.1.3 Testes de fadiga cíclica

Os testes de fadiga cíclica foram realizados em uma máquina projetada pelo Dr. Richard Pober da Boston University, capaz de testar nove espécimes por vez (figura 19). A máquina consiste de um sistema de minirodas que impulsionam barras em movimentos oscilatórios verticais sem nenhum impacto. Sobre as barras foram acoplados pesos que determinam a carga de teste. A carga adotada foi de 450 N.

Na base da máquina temos as estações de trabalho que são numeradas de 1 a 9, da esquerda para a direita.



Figura 19 - Máquina de testes de fadiga cíclica.

Os modelos foram então posicionados sobre blocos de alumínio que eram estabilizados pelos pinos que saíam da base da máquina e passavam pela perfuração no modelo, sem tocar na prótese fixa.

Tanto os blocos de alumínio na máquina, quanto os modelos nos blocos de alumínio, foram fixados com fita dupla face.

Posteriormente foi colocada fita silver tape em volta desses blocos, com altura suficiente para cobrir o modelo (figura 20) e foi adicionado água, para que a realização dos testes fosse feita em um ambiente simulando a cavidade bucal.



Figura 20 - Preparo dos modelos para o teste de fadiga cíclica.

Após completados os ciclos, os espécimes foram submetidos à teste de resistência flexural residual em uma máquina universal de ensaios Instron com célula de carga de 10 kN. A resistência flexural foi determinada por uma carga centralizada no pântico da prótese fixa através de uma bilha de 0,85 mm de diâmetro. A velocidade da ponte foi de 0,5 mm/min (figura 21).

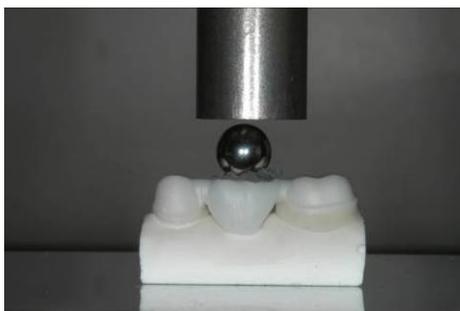
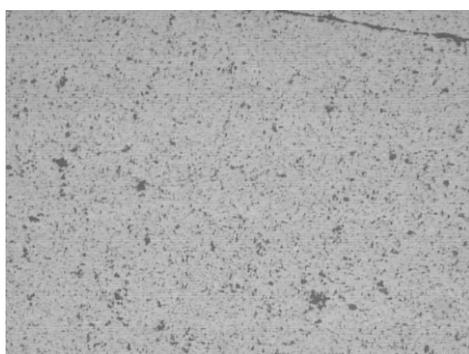


Figura 21 - Modelo preparado para o teste no Instron.

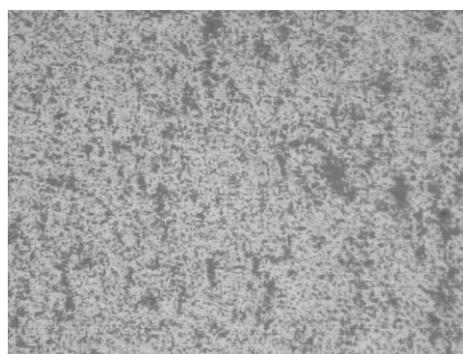
Pelo menos um espécime fraturado de cada grupo que foi testado quanto à resistência flexural no Instron, foi analisado no MEV para verificar o modo de fratura e fractografia.

4 Resultados e Discussão

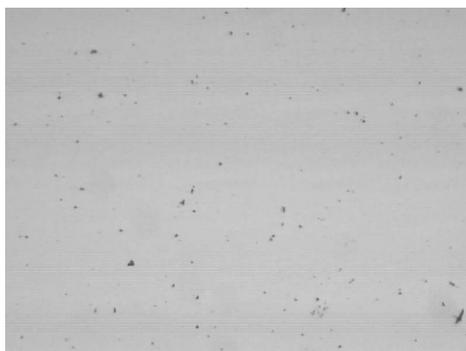
Inicialmente realizou-se uma avaliação por microscopia ótica da morfologia dos blocos de YZ a serem usinados para verificar se os mesmos eram ou não homogêneos em termos de sua distribuição de poros. Observou-se que o processamento dos blocos deu origem a uma maior porosidade no centro do que na superfície, como pode-se observar na figura 22. No entanto, após a sinterização não se evidenciou gradiente de porosidade, apenas a existência de poros isolados.



a) Não sinterizado (borda - 100 x)



b) Não sinterizado (centro - 100 x)



c) Sinterizado - 100 x

Figura 22 - Microestrutura dos blocos YZ após a usinagem (a e b) e após a sinterização (c).

4.1 Caracterização microestrutural das próteses parciais fixas de zircônia após a usinagem e após a sinterização

As subestruturas ilustradas na figuras 23 e 24 evidenciam as marcas de usinagem deixadas pelas brocas diamantadas usadas no processo de fabricação.

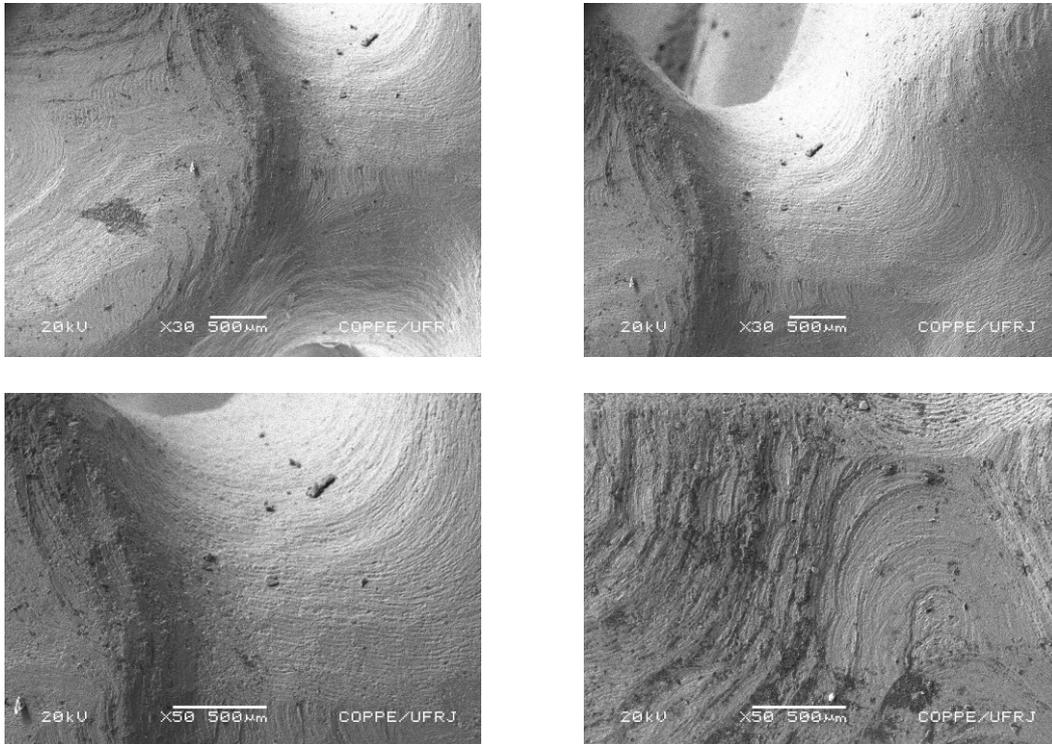


Figura 23 - Marcas de usinagem na região próxima ao conector da subestrutura de YZ.

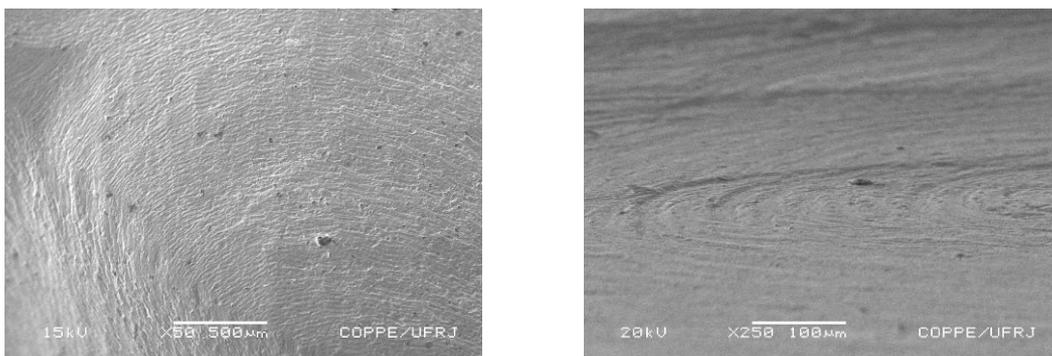


Figura 24 - Marcas de usinagem na região plana da subestrutura de YZ.

Como as trincas superficiais, a rugosidade presente na subestrutura após a usinagem também é um concentrador de tensões.

Sabe-se que a máquina é programada para realizar um número limitado de usinagens com as brocas. Quando as brocas estão desgastadas, o equipamento avisa que existe a necessidade da troca ou quando a mesma é fraturada. Mesmo assim, deve-se levar em conta que a cada usinagem elas vão perdendo seu corte e dessa forma, pode-se observar grandes alterações na superfície (figuras 23 e 24). Após a sinterização, as próteses apresentam uma redução de volume de cerca de 20%, como pode ser visto na figura 25.



Figura 25 - Subestruturas de zircônia mostrando a contração das próteses após a sinterização.

4.2 Resultados mecânicos e Análise estatística

As próteses de zircônia usinadas em tornos computadorizados foram submetidas aos testes de fadiga no equipamento mostrado na figura 19. A carga cíclica de fadiga foi fixada em 450 N e frequência de 1 Hz, variando-se o número de ciclos de fadiga (5.000, 15.000, 260.000, 500.000 e 1.000.000 ciclos).

Observou-se que nenhuma prótese fraturou por fadiga, indicando que nas condições do teste simulativo da mastigação não atingiu-se o limite de fadiga ("fatigue threshold limit"), sinalizando para uma vida útil sob fadiga muito elevada. Neste caso somente cargas mais elevadas viabilizariam a fratura por fadiga das próteses de YZ.

A partir desses resultados, decidiu-se verificar se os ciclos de fadiga teriam algum reflexo na resistência residual da prótese. Testes de resistência à flexão em função do número de ciclos foram realizados numa máquina Instron.

Em anexo estão apresentados os valores brutos usados para os cálculos necessários à determinação desses parâmetros.

A figura 26 ilustra os valores médios desses resultados.

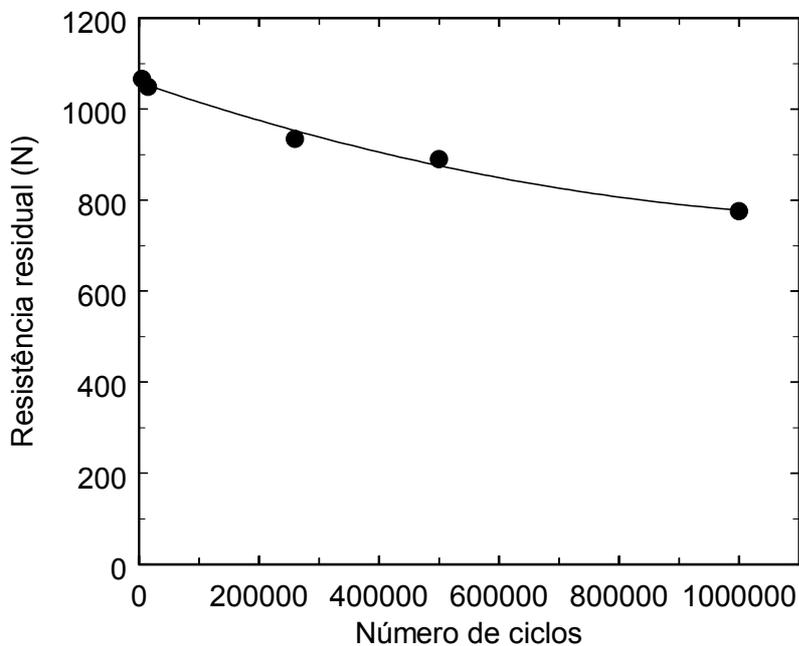


Figura 26 - Gráfico da fadiga em função da resistência à flexão x número de ciclos.

A tabela 2 ilustra a média e o desvio padrão dos resultados dos testes.

Tabela 2 - Resultados dos testes (média e desvio padrão)

	Número de Ciclos					
	Usinado	5.000	15.000	260.000	500.000	1.000.000
Média (kN)	1,135	0,995	0,951	0,790	0,807	0,742
Desvio padrão	0,131	0,137	0,200	0,281	0,174	0,086

Como pode-se verificar a partir da figura 26, existe indicação de que a resistência à flexão decai ligeiramente com o aumento do número de ciclos.

Os resultados de resistência residual foram analisados à luz da estatística de Weibull. A distribuição de Weibull é descrita pela expressão [51]:

$$Pf = 1 - \exp\left[-\left(\frac{F}{\alpha}\right)^\beta\right] \quad (3)$$

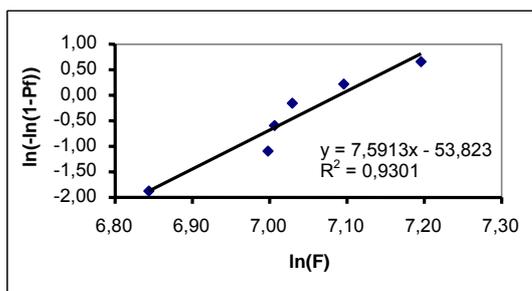
sendo Pf a probabilidade de falha, F a carga aplicada e α e β parâmetros do modelo.

Na sua forma linearizada a equação 3 pode ser reescrita como:

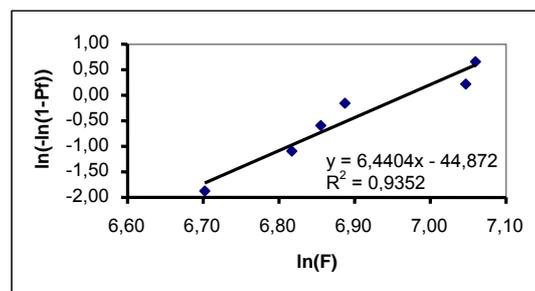
$$\ln[-\ln(1 - Pf)] = \beta \ln(F) - \beta \ln \alpha \quad (4)$$

Cada condição de ciclos de fadiga foi lançada no gráfico de Weibull para verificar o grau de confiabilidade dos resultados mecânicos à luz do processamento de usinagem e do número de ciclos de fadiga. A figura 27 apresenta os gráficos de Weibull dos resultados de resistência residual das próteses submetidas aos diferentes ciclos de fadiga.

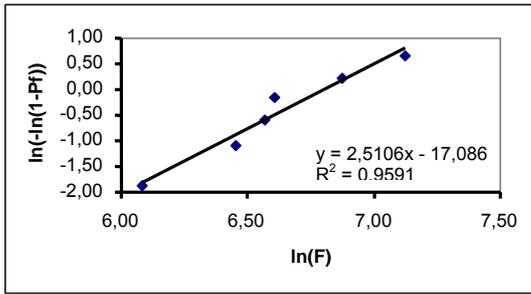
O parâmetro β representa o módulo de Weibull e o parâmetro α a carga correspondente a 63% da probabilidade cumulativa de falha (resistência residual característica).



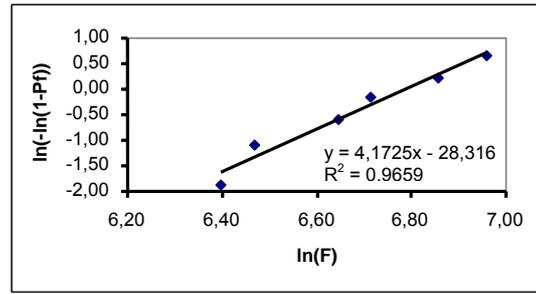
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 27 - Distribuição de Weibull das próteses fraturadas previamente submetidas aos ciclos de fadiga. (a) 5.000 ciclos, (b) 15.000 ciclos, (c) 260.000 ciclos, (d) 500.000 ciclos.

O R^2 é o coeficiente de correlação e mostra a qualidade do ajuste da equação aos resultados experimentais. Em todos os ajustes à distribuição de Weibull o valor de R^2 foi bem próximo de 1, o que indica que os resultados são adequadamente descritos pela equação.

Foram lançadas em gráfico a probabilidade cumulativa de falha (Pf) x resistência residual (figura 28).

Pode-se observar que as curvas apresentam uma porção média retilínea, cuja inclinação corresponde ao módulo de Weibull (β). Quanto maior o ângulo, maior o β , ou seja, menor a variação dos resultados. Além disso, verifica-se uma tendência de redução da resistência residual característica com o aumento do número de ciclos.

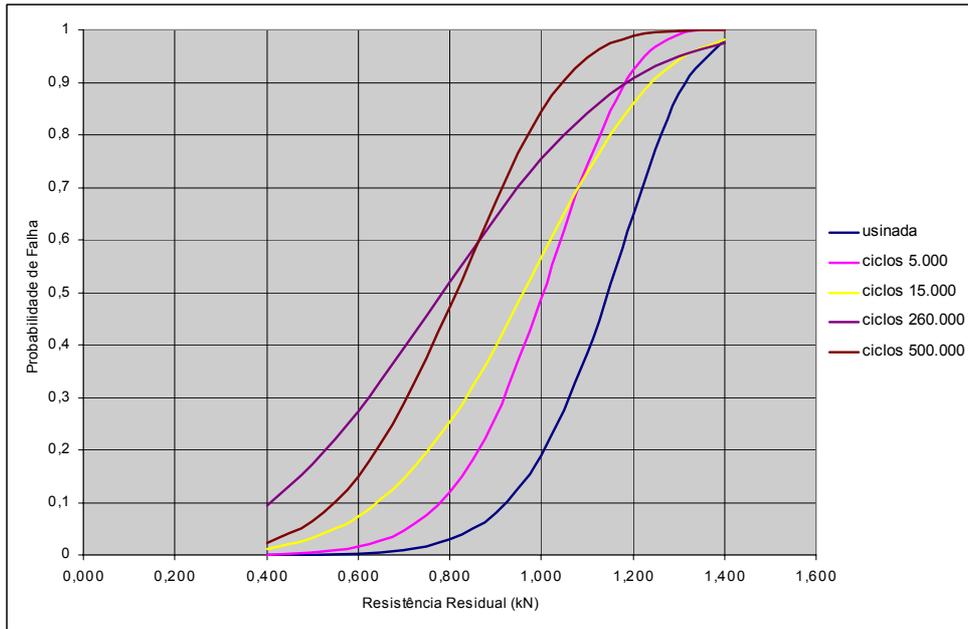


Figura 28 - Gráfico da probabilidade cumulativa de falha (Pf) x resistência residual.

A tabela 3 apresenta os valores de α e β para os diferentes ciclos de fadiga.

Tabela 3 - Valores de α e β .

Número de ciclos	α (N)	β
0	1186,72	7,59
5.000	1066,41	6,44
15.000	1048,85	4,04
260.000	934,50	2,50
500.000	890,13	4,17
1.000.000	775,73	9,46

Sintetizando os dados, temos a figura 29:

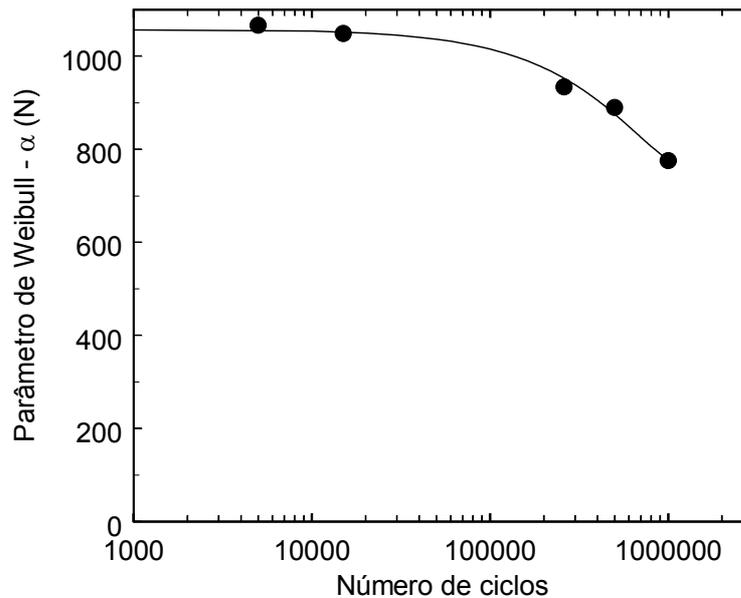


Figura 29 - Gráfico do parâmetro de Weibull - α (N) pelo número de ciclos.

Considerando-se que, segundo Weibull, o valor da resistência mais representativo corresponde à probabilidade cumulativa de falha de 63%, verificou-se que existe indicações que a resistência residual da prótese decresce com o aumento do número de ciclos, o que já era esperado pelos resultados.

Apesar do reduzido número de próteses, da possível influência da usinagem, e da variabilidade dos resultados, observou-se uma relação inversa da resistência mecânica das próteses com o número de ciclos de fadiga.

Tendo em vista que os dados foram adequadamente descritos e seguem a distribuição de Weibull e não a distribuição normal, o teste estatístico não-paramétrico de Kruskal-Wallis foi utilizado nas comparações.

A partir do teste de Kruskal-Wallis mostrou-se que com 95% de certeza a resistência residual diminui com o aumento do número de ciclos.

Entretanto, (figura 29) esse efeito só se tornou significativo após 15.000 ciclos.

Como todas as análises levaram em consideração a influência da carga cíclica sobre a resistência residual das próteses, optou-se por uma nova avaliação levando-se em conta não mais a carga aplicada no pântico, mas sim a tensão calculada a partir da região de concentração trativa no conector. Para realização dessa análise foram

necessárias as seguintes suposições (I) o conector foi considerado sendo de seção circular e (II) a prótese foi considerada simétrica em relação ao pântico.

Como a iniciação da trinca ocorre preferencialmente na região do conector partindo da superfície gengival, e as maiores tensões trativas estão localizadas exatamente nesta região, o presente desenvolvimento teve por finalidade a estimação das máximas tensões trativas no conector, utilizando-se um modelo baseado em princípios de resistência dos materiais, considerando que numa viga prismática submetida a esforços de flexão, a tensão trativa pode ser representada pela seguinte expressão:

$$\sigma_T = \frac{M_f \cdot y}{I} \quad (5)$$

onde M_f é o momento fletor, y a distância entre a linha neutra e um ponto qualquer da seção transversal da viga e I o valor do momento de inércia dessa seção.

O momento fletor M_f é calculado pelo produto da força cortante (Q) pelo braço de alavanca (x), que é a distância entre o apoio e a seção em estudo:

$$M_f = Q \cdot x \quad (6)$$

A figura 30 ilustra a prótese ampliada e as dimensões da mesma. A região pontilhada corresponde à propagação da trinca que se inicia na região trativa do conector.

Considerando o caso específico de uma prótese de três elementos (figura 30) :

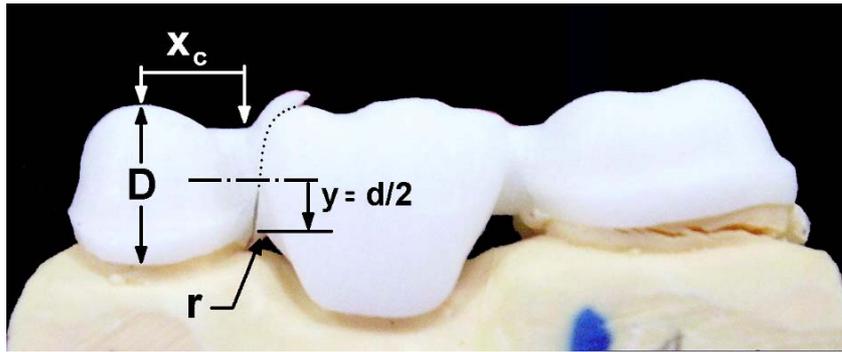


Figura 30 - Foto ampliada (5x) de uma prótese de três elementos. Linha tracejada corresponde à propagação da fratura a partir da região trativa do conector.

Para calcular a tensão máxima no conector devemos determinar I , y , Q e x para a prótese em questão.

Considerando-se que o conector tenha uma seção circular, o momento de inércia da sua seção transversal pode ser obtido pela equação:

$$I = \frac{\pi \cdot d^4}{64} \quad (7)$$

Sendo d o diâmetro do conector, σ_T será máxima quando $y = d / 2$. Substituindo os valores de y e de I na equação (5), e levando-se em consideração o fator de concentração de tensões K obtido a partir das curvas da figura 31, obtém-se a expressão da tensão trativa máxima.

$$\sigma_{T_{\max}} = \frac{K \cdot 32 \cdot M_f}{\pi \cdot d^3} \quad (8)$$

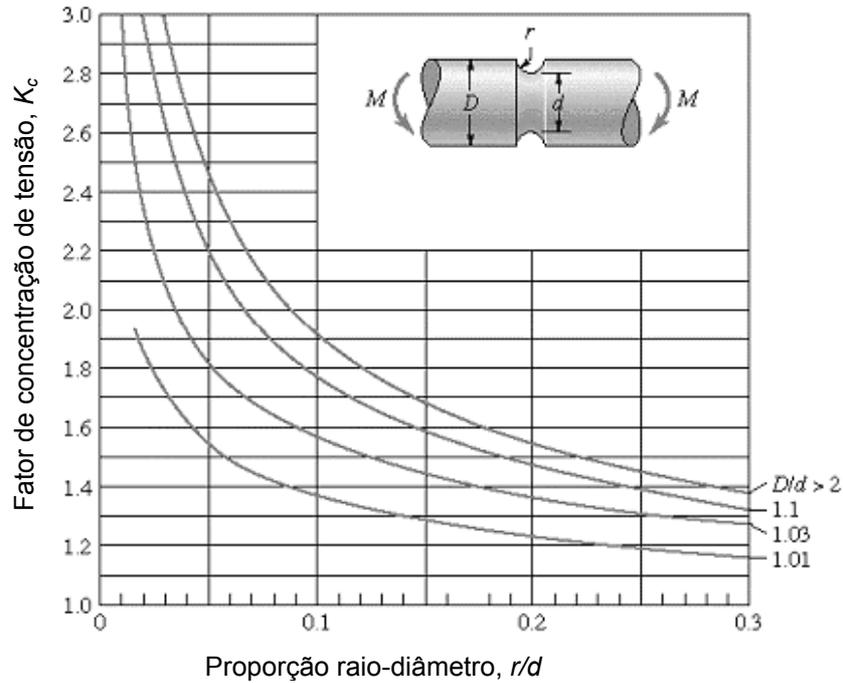


Figura 31 - Cálculo do fator de concentração de tensão na região do conector.

Nos testes realizados, foi aplicada uma força F (N) no centro do pântico como mostra a figura 21. Supondo a prótese simétrica em relação ao pântico, as reações nos apoios serão iguais, correspondendo à metade da força aplicada. Logo, a força cortante no conector será $Q = F / 2$.

Finalmente, x é determinado pela distância entre o apoio e o local da iniciação da fratura, aproximadamente no centro do conector ($x = x_c$). Substituindo $Q = F/2$ e $x = x_c$ na equação (6) e M_f na equação (8), obtêm a expressão da tensão trativa máxima em função das dimensões da prótese e da força aplicada.

$$\sigma_{\max} = \frac{K \cdot 16 \cdot F \cdot x_c}{\pi \cdot d^3} \quad (9)$$

Pode-se observar que o parâmetro mais influente na tensão é o diâmetro do conector. Raios de curvatura muito pequenos também devem ser evitados, devido ao aumento do fator de concentração de tensão K . Pelo mesmo motivo, a presença de defeitos, tais como trincas ou poros, também causam perda de resistência mecânica.

Por último, a expressão 9 também indica que a tensão pode aumentar com o incremento de x_c . No entanto, na prática, este parâmetro não pode ser significativamente alterado.

A partir das dimensões da prótese de YZ temos:

Distância entre o centro do dente apoiado e o meio do conector adjacente: $x = 0.003$ m

Diâmetro do conector: $d = 0.0034$ m

Fator de Concentração de tensão: $K = 1.6$

Momento de Inércia da seção transversal do conector:

$$I = \frac{\pi \cdot d^4}{64} \quad I = 6.5564 \times 10^{-12} \text{ m}^4$$

Raio de Curvatura: $r = 0,58 \times 10^{-3}$ m

Substituindo esses valores na equação (9), com F variando de 200 a 1400 N, a tensão máxima no conector em MPa, está apresentada na tabela 4.

Tabela 4 - Tensão máxima no conector para diferentes forças aplicadas nos testes de resistência à flexão das próteses.

Força (N)	M_f (N.m)	Tensão Máxima no Conector (MPa)
200	0,30	124,50
400	0,60	249,00
600	0,90	373,00
800	1,20	498,00
1000	1,50	622,00
1200	1,80	747,00
1400	2,10	871,00

Observar que para uma carga de 450 N a tensão máxima no conector será de aproximadamente 300 MPa.

Podemos portanto concluir que para a carga de mastigação adotada (450 N) não deverá ocorrer fratura por fadiga, principalmente levando-se em consideração a homogeneidade das próteses, oriunda do seu processamento.

Após a fratura, conseguimos observar que a superfície da prótese é mais rugosa quando comparada com a superfície interna da fratura.

Estudos de fractografia no MEV evidenciaram que a fratura efetivamente se inicia na região gengival do conector. É interessante observar que no interior da fratura observa-se uma superfície bastante lisa indicativa de uma fratura frágil.

Assim como visto em outros estudos, as fraturas localizam-se no ponto da carga e avançam através de um dos conectores, tendo seu início na parte inferior, onde tem-se tensões trativas. Esse é um padrão de fratura.



Figura 32 - Localização da fratura na prótese parcial fixa (no ponto da carga e através de um dos conectores).

Outro aspecto importante é a correlação entre a região onde se inicia a propagação da trinca e as marcas de usinagem. Apesar de não se ter dados conclusivos, é de se esperar que a superfície rugosa da usinagem possa ter tido alguma influência nas propriedades mecânicas das próteses.

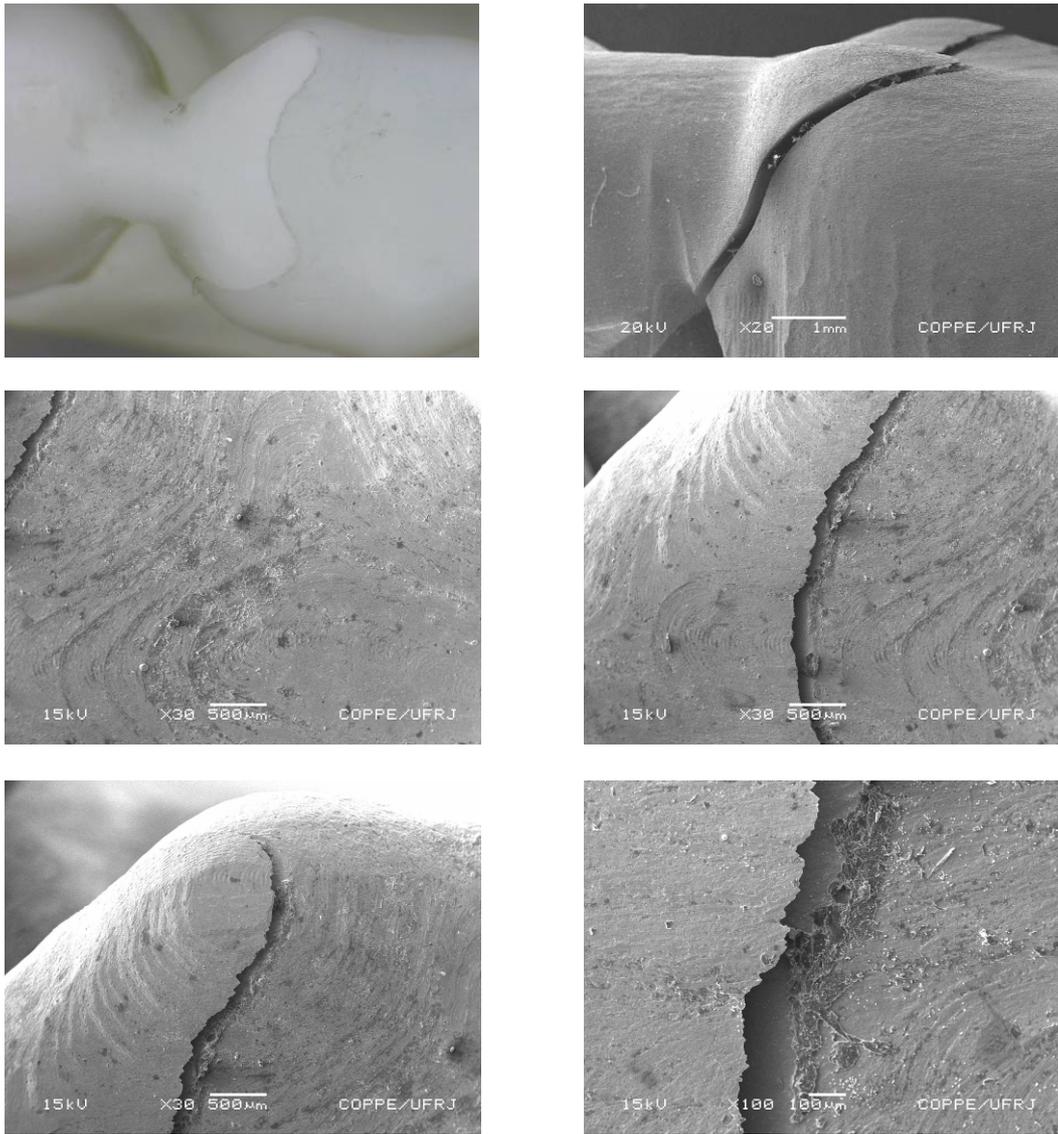


Figura 33 - Subestrutura de YZ mostrando a região fraturada.

5 Conclusões

1 – Foi observado por microscopia ótica uma distribuição heterogênea de porosidade nos blocos YZ a serem usinados. Esse gradiente de porosidade, no entanto, desapareceu durante a etapa de sinterização.

2 – A usinagem das próteses pelo processo CAD-CAM pode ter dado origem a marcas de usinagem de diferentes profundidades, as quais podem ter tido influência relevante na nucleação e propagação das trincas.

3 – Nenhuma prótese YZ foi fraturada por fadiga, nas condições simulativas da mastigação em presença de umidade, indicando que essa prótese apresentaria uma elevada vida sob fadiga.

4 – As próteses YZ após os diferentes ciclos de vida de fadiga, não fraturadas e submetidas ao teste de resistência a flexão, evidenciaram uma queda na resistência com o aumento do número de ciclos de fadiga.

5 – O modelo simplificado para o cálculo da tensão no conector a partir da carga aplicada no pântico, viabilizou de uma forma indireta a confirmação de que a força de 400 N aplicada no pântico geraria uma tensão trativa no conector de aproximadamente 300 MPa, a qual seria insuficiente para promover a ruptura do material.

6 – Em vista dos resultados obtidos, pode-se afirmar que próteses YZ obtidas por CAD-CAM apresentarão uma elevada vida em fadiga, sobretudo nas condições de cargas de mastigação inferiores a 400 N, comumente encontradas.

6 Trabalhos Futuros

Com base nos resultados obtidos neste estudo sugere-se que novos ciclos de fadiga sejam testados para observar fratura de amostras em carga cíclica.

Seria interessante analisar clinicamente essas subestruturas e observar o seu sucesso clínico comparado ao comportamento de outros materiais, tanto metálicos quanto cerâmicos.

Referências Bibliográficas

- [1] SUBBARAO, E.C., “Zirconia—an overview”. In: Heuer, A.H., Hobbs, L.W. (eds), *Advances in ceramics*, v. 3, Science and Technology of Zirconia, Amsterdam: Elsevier, pp. 1-24, 1981.
- [2] GARVIE, R.C., NICHOLSON, P.S., “Structure and thermodynamical properties of partially stabilized zirconia in the CaO–ZrO₂ system”, *Journal of American Ceramic Society*, v. 55, pp. 152-7, 1972.
- [3] PICONI, C., MACCAURO, G., “Zirconia as a ceramic biomaterial, a review”, *Biomaterials*, v. 20, n. 1, pp. 1-25, Jan. 1999.
- [4] CLARKE, I.C., WILLMANN, G., “Structural ceramics in orthopaedics”. In: Cameron H.U. (ed), *Bone implant interface*, St. Louis, MO: Mosby-Year Book Publications, 1994.
- [5] GUAZZATO, M., ALBAKRY, M., RINGER, S.P., et al., “Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials, Part II. Zirconia-based dental ceramics”, *Dental Materials*, v. 20, n. 5, pp. 449-456, Jun. 2004.
- [6] GIORDANO, R., “CAD/CAM: An Overview of Machines and Materials”, *Journal of Dental Technology*, pp. 20-30, Sep. 2003.
- [7] STEVENS, R., “Introduction to Zirconia – Zirconia and Zirconia Ceramics”. In: *Magnesium Elektron Publication*, n. 113, pp. 1-51, Jul. 1986.
- [8] GARVIE, R.C., HANNINK, R.H., PASCOE, R.T., “Ceramic steel?”, *Nature*, v. 258, pp. 703-704, Dec. 1975.
- [9] CHEVALIER, J., DEVILLE, S., MÜNCH, E., et al., “Critical effect of cubic phase on aging in 3 mol% yttria-stabilized zirconia ceramics for hip replacement prosthesis”, *Biomaterials*, v. 25, n. 24, pp. 5539-5545, Nov. 2004.
- [10] SCOTT, H.G., “Phase relationships in the zirconia-yttria system”, *Journal of Material Science*, v. 10, pp. 1527-35, 1975.
- [11] RUIZ, L., READEY, M.J., “Effect of heat treatment on grain size, phase assemblage, and mechanical properties of 3 mol % Y-TZP”, *Journal of the American Ceramic Society*, v. 79, pp. 2331-40, 1996.

- [12] MATSUI, K., HORIKOSHI, H., OHMACHI, Y., "Cubic formation and grain-growth mechanisms in tetragonal zirconia polycrystal", *Journal of the American Ceramic Society*, v. 86, pp. 1401-8, 2003.
- [13] GREEN, D.J., HANNINK, R.H.J., SWAIN, M.V., "Transformation toughening of ceramics". Boca Raton (FL): CRC Press Inc, 1989.
- [14] KELLY, P.M., FRANCIS ROSE, L.R., "The martensitic transformation in ceramics — its role in transformation toughening", *Progress in Materials Science*, v.47, n. 5, pp. 463-557, 2002.
- [15] MATSUI, M., SOMA, T., ODA, I., *Journal of the American Ceramic Society*, v. 69, n. 3, pp.198-202, 1986.
- [16] REED, J.L., LEJUS, A.M., "Affect of grinding and polishing on near-surface phase transformations in zirconia", *Materials Research Bulletin*, v. 12, n. 10, pp. 949-54, Oct. 1977.
- [17] LANGE, F.F., EVANS, A.G., "Erosive Damage Depth in Ceramics: A Study on Metastable Zirconia", *Journal of the American Ceramic Society*, v. 62, n. 1-2, pp. 62-65, 1979.
- [18] GREEN, D.J., LANGE, F.F., JAMES, M.R., "Residual Surface Stresses in Al₂O₃-ZrO₂ Composites", ref. 2, pp.240-250.
- [19] LUTHARD, R.G., HOLZHÜTER, M.S., RUDOLPH, H., et al., "CAD/CAM-machining effects on Y-TZP zirconia", *Dental Materials*, v. 20, n. 7, pp. 655-662, Sep. 2004.
- [20] KOSMAČ, T., OBLACK, C., JEVNIKAR, P., et al., "The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic", *Dental Materials*, v. 15, n.6, pp. 426-33, Nov. 1999.
- [21] KOSMAČ, T., OBLACK, C., JEVNIKAR, P., et al., "Strength and reliability of surface treated Y-TZP dental ceramics", *Journal of Biomedical Materials Research (Applied Biomaterials)*, v. 53, pp. 304-13, 2000.
- [22] ARDLIN, B.I., "Transformation-toughened zirconia for dental inlays, crowns and bridges: chemical stability and effect of low-temperature aging on flexural strength and surface structure", *Dental Materials*, v. 18, n. 8, pp.590-95, Dec. 2002.
- [23] SWAIN, M.V., HANNINK, R.H.J., "Metastability of the martensitic transformation in a 12 mol% ceria-zirconia alloy: grinding studies", *Journal of the American Ceramic Society*, v. 72, pp. 1358-64, 1989.

[24] GUAZZATO, M., QUACH, L., ALBAKRY, M., et al., "Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of Y-TZP dental ceramic", *Journal of Dentistry*, v. 33, n. 1, pp. 9-18, Jan. 2005.

[25] SATO, T., SHIMADA, M., "Transformation of yttria-doped tetragonal ZrO₂ polycrystals by annealing in water", *Journal of the American Ceramic Society*, v. 68, n. 6, pp. 356-9, 1985.

[26] SHIMIZU, K., OKA, M., KUMAR, P., et al., "Time-dependent changes in the mechanical properties of zirconia ceramic", *Journal of Biomedical Materials Research*, v. 27, pp. 729-34, 1993.

[27] YOSHIMURA, M., NOMA, T., KAWABATA, K., et. al., "Role of H₂O on the degradation process of Y-TZP", *Journal of Materials Science Letters*, v. 6, pp. 465-7, 1987.

[28] CHEVALIER, J., CALÈS, B., DROUIN, J.M., "Low temperature aging of Y-TZP ceramics", *Journal of the American Ceramic Society*, v. 82, pp. 2150-4, 1999.

[29] SATO, T., SHIMADA, M., "Control of tetragonal-to-monoclinic phase transformation of yttria partially stabilized zirconia in hot water", *Journal of Material Science*, v. 20, pp. 3899-992, 1985.

[30] SWAB, J.J., "Low temperature degradation of Y-TZP materials", *Journal of Material Science*, v. 26, pp. 6706-14, 1991.

[31] KOBAYASHI, K., KUWAJIMA, H., MASAK, T., "Phase change and mechanical properties of ZrO₂-Y₂O₃ solid electrolyte after ageing", *Solid State Ionics*. 3-4, pp. 489-493, Aug. 1981.

[32] STUDART, A.R., FILSER, F., KOCHER, P., et al., "Fatigue of zirconia under cyclic loading in water and its implications for the design of dental bridges", *Dental Materials*, v. 23, n. 1, pp. 106-114, Jan. 2007.

[33] CHEVALIER, J., OLAGNON, C., FANTOZZI, G., "Subcritical crack propagation in 3Y-TZP ceramics: static and cyclic fatigue", *Journal of the American Ceramic Society*, v. 82, pp. 3129-38, 1999.

[34] LIU, S.Y., CHEN, I.W., "Fatigue of Ytria-Stabilized Zirconia II – Crack propagation, fatigue striations and short crack behavior", *Journal of the American Ceramic Society*, v. 74, pp. 1206-1216, 1991.

- [35] LIU, S.Y., CHEN, I.W., "Fatigue of Ytria-Stabilized Zirconia I – Fatigue damage, fracture origins, and lifetime prediction", *Journal of the American Ceramic Society*, v. 74, pp. 1197-205, 1991.
- [36] SUNDH, A., MOLIN, M., SJÖGREN, G., "Fracture resistance of yttrium oxide partially-stabilized zirconia all-ceramic bridges after veneering and mechanical fatigue testing", *Dental Materials*, v. 21, n. 5, pp. 476-482, Mai. 2005.
- [37] DE AZA, A.H., CHEVALIER, J., FANTOZZI, G., et al., "Crack growth resistance of alumina, zirconia and zirconia toughened alumina ceramics for joint prostheses", *Biomaterials*, v. 23, n. 3, pp. 937-45, Feb. 2002.
- [38] KOSMAC, T., OBLAK, C., JEVNIKAR, P., et al., "The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic", *Dental Materials*, v. 15, n. 6, pp. 426-33, Nov. 1999.
- [39] TINSCHERT, J., NATT, G., MAUTSCH, W., et al., "Fracture resistance of lithium disilicate-, alumina-, and zirconia-based three-unit fixed partial dentures: a laboratory study", *International Journal of Prosthodont*, v. 14, pp. 231-8, 2001.
- [40] FILSER, F., KOCHER, P., WEIBEL, F., et. al., "Reliability and strength of all-ceramic dental restorations fabricated by direct ceramic machining (DCM)", *International J Comput Dent*, v. 4, pp. 89-106, 2001.
- [41] RITCHIE, R.O., GILBERT, C.J., MCNANEY, J.M., "Mechanics and mechanisms of fatigue damage and crack growth in advanced materials", *International Journal of Solids and Structures*, v. 37, n. 1-2, pp. 311-329, Jan. 2000.
- [42] RITCHIE, R.O., "Mechanisms of fatigue crack propagation in metals, ceramics and composites: Role of crack tip shielding", *Materials Science and Engineering*, v. 103, n. 1, pp. 15-28, Aug. 1988.
- [43] DAUSKARDT, R.H., YU, W., RITCHIE, R.O., "Fatigue crack propagation in transformation-toughened zirconia ceramic", *Journal of the American Ceramic Society*, v.70, n. 10, pp. C248-C252, 1987.
- [44] STEFFEN, A.A., DAUSKARDT, R.H., RITCHIE, R.O., "Cyclic fatigue life and crack-growth behavior of microstructurally small cracks in magnesia-partially-stabilized zirconia ceramics", *Journal of the American Ceramic Society*, v. 74, n.6, pp. 1259-1268, 1991.
- [45] DAUSKARDT, R.H., JAMES, M.R., PORTER, J.R., et. al., "Cyclic fatigue-crack growth in a SiC-whisker-reinforced alumina ceramic composite: Long- and small-crack behavior", *Journal of the American Ceramic Society*, v.75, n. 4, pp. 759-771, 1992.

- [46] GILBERT, C.J., RITCHIE, R.O., "Mechanisms of cyclic fatigue-crack propagation in a fine-grained alumina ceramic: The role of crack closure", *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, v. 20, n.10, pp. 1453-1466, 1997.
- [47] LATHABAI, S., RÖDEL, J., LAWN, B.R., "Cyclic fatigue from frictional degradation at bridging grains in alumina", *Journal of the American Ceramic Society*, v. 74, n. 6, pp.1340-1348.
- [48] QIAO, G.J., HONGJIE, W., ZHIHAO, J., "Comparison between fatigue behavior of some ceramics: a new concept of intrinsic stress-corrosion exponent n_0 ", *International Journal of Fatigue*, v. 24, n. 5, pp. 499-508, May. 2002.
- [49] QIAO, G.J., WANG, Y.L., JIN, Z.H., et. al., "Mechanical and environmental factors in the static and cyclic fatigue of a machinable glass-ceramic", *International Journal of Fatigue*, v. 18, n. 8, pp. 523-7, Nov. 1996.
- [50] WANG, J., JIN, Z.H., LING, W., et. al., "Dynamic fatigue and computer simulation of the behavior of $Y_2O_3-ZrO_2$ ceramics", *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, v. 17, n.1, pp. 105-11, 1994.
- [51] WEIBULL, W., *Journal of Applied Mechanics*, v. 18, pp.293, 1951

Apêndices

Valores das subestruturas de YZ no teste de resistência residual.

Somente usadas

N	F	Pf	ln(F)	ln(-ln(1-Pf))
1	938	0,14	6,84	-1,87
2	1095	0,29	7,00	-1,09
3	1103	0,43	7,01	-0,58
4	1130	0,57	7,03	-0,17
5	1207	0,71	7,10	0,23
6	1334	0,86	7,20	0,67

alfa 1186,72
beta 7,59

5.000 ciclos

N	F	Pf	ln(F)	ln(-ln(1-Pf))
1	814	0,14	6,70	-1,87
2	913	0,29	6,82	-1,09
3	948	0,43	6,85	-0,58
4	980	0,57	6,89	-0,17
5	1150	0,71	7,05	0,23
6	1163	0,86	7,06	0,67

alfa 1066,41
beta 6,44

15.000 ciclos

N	F	Pf	ln(F)	ln(-ln(1-Pf))
1	782	0,17	6,66	-1,70
2	854	0,33	6,75	-0,90
3	874	0,50	6,77	-0,37
4	955	0,67	6,86	0,09
5	1292	0,83	7,16	0,58

alfa 1048,85
beta 4,04

260.000 ciclos

N	F	Pf	ln(F)	ln(-ln(1-Pf))
1	438	0,14	6,08	-1,87
2	634	0,29	6,45	-1,09
3	710	0,43	6,57	-0,58
4	742	0,57	6,61	-0,17
5	969	0,71	6,88	0,23
6	1244	0,86	7,13	0,67

alfa 934,49
beta 2,50

500.000 ciclos

N	F	Pf	ln(F)	ln(-ln(1-Pf))
1	601	0,14	6,40	-1,87
2	645	0,29	6,47	-1,09
3	770	0,43	6,65	-0,58
4	824	0,57	6,71	-0,17
5	951	0,71	6,86	0,23
6	1051	0,86	6,96	0,67

alfa 890,13
beta 4,17

1.000.000 ciclos

N	F
1	680
2	803

Teste Estatístico de Kruskal-Wallis

	i=1		i=2		i=3		i=4		i=5		i=6	
j	usados		5.000 ciclos		15.000ciclos		260.000 ciclos		500.000 ciclos		1.000.000 ciclos	
1	938	16	814	11	782	9	438	1	601	2	680	5
2	1095	23	913	15	854	13	634	3	645	4	803	10
3	1103	24	948	17	874	14	710	6	770	8		
4	1130	25	980	21	955	19	742	7	824	12		
5	1207	28	1150	26	1292	30	969	20	951	18		
6	1334	31	1163	27			1244	29	1051	22		
Ri.	6807	147	5968	117	4757	85	4737	66	4842	66	1483	15

$$S^2 = \frac{1}{N-1} \left[\sum_{i=1}^K \sum_{j=1}^{n_i} R_{ij}^2 - \frac{N(N+1)^2}{4} \right]$$

$$S^2 = 82,66666667$$

$$H = \frac{1}{S^2} \left[\sum_{i=1}^K \frac{R_i^2}{n_i} - \frac{N(N+1)^2}{4} \right]$$

$$H = 11,57056452$$

$$\text{Se: } H > \chi^2_{\alpha, K-1}$$

Sendo K=6 e $\alpha=0.05$; $11.570 > 11.070$; a hipótese nula é rejeitada.

Dessa forma, concluímos que os tratamentos diferem.