

TENACIDADE À FRATURA NO SISTEMA NiCr/CERÂMICA FELDSPÁTICA  
UTILIZADOS EM TRABALHOS PROTÉTICOS ODONTOLÓGICOS

Flavia Miguez Fernandes

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. Luiz Carlos Pereira D.Sc.

---

Prof. Tsuneharu Ogasawara D.Sc.

---

Prof. Fernando Pereira Duda D.Sc.

---

Prof. Adalberto Bastos de Vasconcellos D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL

MARÇO DE 2007

FERNANDES, FLAVIA MIGUEZ

Tenacidade à fratura no sistema NiCr/  
Cerâmica feldspática utilizados em trabalhos  
protéticos odontológicos [Rio de Janeiro]  
2007

VII, 55 p. 29,7cm (COPPE/UFRJ, M.Sc.,  
Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2007)

Dissertação – Universidade Federal do  
Rio de Janeiro, COPPE

1.Tenacidade à fratura do sistema

NiCr/Cerâmica feldspática

I. COPPE/UFRJ II. Título (série)

## DEDICATÓRIA

A meu PAI e minha MÃE,

que me proporcionaram a vida, lutaram pela minha formação,  
incentivaram-me em todos os momentos, tornando possível  
mais esta vitória..

Dedico este trabalho com todo meu amor.

## AGRADECIMENTOS

A meu marido Marcelo, pelo amor e carinho com que sempre esteve ao meu lado, me tornando forte e confiante. A você, meu amor, meu muito obrigada.

Ao professor e orientador Luiz Carlos Pereira, pelo carinho, dedicação e incomparável senso de profissionalismo; trinômio indispensável no apoio e orientação de seus alunos.

Ao professor Tsuneharu Ogasawara por tão gentilmente me ceder o Laboratório de Cerâmicas Dentais, onde pude confeccionar minhas amostras.

Ao Laércio Rosignoli Guzela, técnico do Laboratório TerMic, por sua incansável dedicação, competência e profissionalismo, tornando mais prazeroso e agradável nosso trabalho.

A amiga Andréa Barreira Motta, pela grande ajuda, companhia e amizade.

Ao amigo Vinícius Benfica, pela valiosa ajuda no Laboratório de Cerâmicas Dentais e pela sempre agradável companhia.

A todos os professores do curso, que com dedicação estão formando profissionais de outras áreas com brilhantismo.

As amigas do Laboratório TerMic, Adriana, Fabiana e Waléria pela amizade e pelo ambiente de trabalho alegre e agradável.

E a Deus Pai, criador de tudo o que existe, que soprou a vida em mim colocando uma sementinha no meu ventre e ainda colocou todas estas maravilhosas criaturas em meu caminho, reforçou a minha fé e me fez perseverar e acreditar que tudo o que se concretiza hoje, seria possível de ser conquistado. A ti Pai do Céu, que é só amor, ofereço este meu trabalho, que hoje realizo.

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

TENACIDADE À FRATURA NO SISTEMA Ni Cr/CERÂMICA FELDSPÁTICA  
UTILIZADOS EM TRABALHOS PROTÉTICOS ODONTOLÓGICOS

Flavia Miguez Fernandes

Março/2007

Orientador: Luiz Carlos Pereira

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Os trabalhos protéticos em metal-cerâmica são muito utilizados em Odontologia, porém o maior índice de insucesso destes trabalhos é por fratura, no entanto existem ainda muitas dúvidas a serem esclarecidas a respeito de como ocorrem essas fraturas e porque.

No presente estudo foram utilizados dois métodos para calcular a tenacidade à fratura ( $K_{IC}$ ) do sistema metal-cerâmica (NiCr/Cerâmica feldspática): o método por indentação Vickers e o método por flexão em quatro pontos.

O método por indentação Vickers foi feito no sistema metal-cerâmica, na cerâmica opaca e na cerâmica de corpo, já o método por flexão em quatro pontos foi feito no sistema metal-cerâmico com o entalhe junto ao metal, buscando a interface do material, e na cerâmica de corpo.

Foram feitas análises em microscopia óptica e eletrônica de varredura (MEV) dos corpos de prova e a partir dos dados obtidos pode-se fazer uma análise do comportamento de fratura do material.

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

FRACTURE TOUGHNESS IN THE NiCr/FELDSPATHIC CERAMIC SYSTEM USED IN  
DENTAL PROSTHODONTICS

Flavia Miguez Fernandes

March/2007

Advisor: Luiz Carlos Pereira

Department of Metallurgical and Materials Engineering

The dental prosthodontics in metal-ceramic is much utilized, but the greatest flaw incidence is for fracture. However a lot of doubt about the fractures exists and need to be explained about how and where they occur.

In the present study two methods were utilized for calculating the fracture toughness ( $K_{IC}$ ) in the metal-ceramic system (NiCr/feldspathic ceramic): the Vickers indent fracture and the four-point bending.

The method of Vickers indentation was done in opaque ceramic and body ceramic in the metal-ceramic system. The method of four-point bending was done with a notch near the metal in the metal-ceramic system and in the body ceramic.

Analysis was done in the proof bodies with Optical Microscopy and Scanning Electron Microscopy (SEM) and based on these results fracture's behaviors of materials were analyzed.

## SUMÁRIO

	Folha de Rosto.....	i
	Ficha Catalográfica.....	ii
	Dedicatória.....	iii
	Agradecimentos.....	iv
	Resumo.....	v
	Abstract.....	vi
1	Introdução.....	1
2	Revisão de Literatura.....	2
2.1	Características gerais das restaurações metalocerâmicas.....	2
2.2	Mecânica da fratura.....	8
3	Objetivos.....	18
4	Materiais e Métodos.....	19
4.1	Confecção do bloco metálico.....	19
4.2	Tratamento da superfície metálica.....	19
4.3	Aplicação do sistema cerâmico sobre o metal.....	20
4.4	Confecção do corpo de prova de cerâmica pura.....	22
4.5	Confecção dos corpos de prova para indentação.....	23
4.6	Obtenção da ponta do entalhe final do sistema metal-cerâmico.....	23
4.7	Obtenção do entalhe no corpo de prova de cerâmica pura.....	24
4.8	Confecção dos corpos de prova para flexão em 4 pontos.....	25
4.9	Obtenção dos corpos de prova para indentação.....	26
4.10	Ensaio de tenacidade à fratura em flexão em 4 pontos.....	26
4.11	Indentações no micro durômetro.....	27
4.12	Medidas do tamanho da trinca.....	28
4.13	Análise fractográfica e EDS.....	29
4.14	Análise do caminho da trinca e do raio de curvatura (ponta da trinca).....	29
4.15	Análise da união metal-cerâmica.....	29
4.16	Análise do comportamento das trincas feitas por indentação Vickers através de sua microestrutura.....	30
4.17	Análise estatística.....	30
5	Resultados.....	31
5.1	Valores de $K_{IC}$ por dobramento em 4 pontos.....	31
5.2	Valores de $K_{IC}$ por Identação Vickers.....	32
5.3	Cálculo do raio de curvatura da ponta da trinca.....	33
5.4	Medidas da espessura da camada de opaco.....	33
5.5	Fração volumétrica de poros das cerâmicas opacas e de corpo.....	34
5.6	Análise fractográfica e EDS do sistema metal-cerâmica.....	34
5.7	Análise do caminho da trinca do sistema metal-cerâmica.....	35
5.8	Análise da união metal-cerâmica.....	36
5.9	Análise microestrutural do caminho da trinca.....	37
6	Discussão.....	41
6.1	Caracterização do sistema metal-cerâmica.....	41
6.2	Tenacidade à fratura.....	43
7	Conclusões.....	50
8	Referências bibliográficas.....	51

# 1 – INTRODUÇÃO

Com as exigências estéticas do mundo atual houve um grande avanço das cerâmicas utilizadas como material restaurador na odontologia, tanto em restaurações em cerâmica pura (All-Ceram) quanto associadas aos metais (Metalocerâmicas).

As próteses metalocerâmicas se caracterizam por possuírem uma infra-estrutura metálica com um recobrimento cerâmico. Estas próteses são largamente utilizadas há mais de 40 anos, configurando assim a sua aceitação pelos dentistas e pelos pacientes como um sistema restaurador confiável. Porém, é reconhecido que nesse sistema de prótese existe uma área de fragilidade, que se acredita ser a união entre esses dois materiais distintos, onde temos a formação de uma camada de óxidos caracterizando a interface do sistema.

Mais recentemente surgiram as restaurações cerâmicas livres de metal a exemplo do sistema In-Ceram (VITA - Alemanha), que é constituído de uma infra-estrutura de cerâmica reforçada com alumina ou zircônia, recoberta com cerâmica feldspática. Alguns autores (STRUB e BESCHNIDT, 1998) obtiveram resultados semelhantes, quanto à resistência à fratura, comparando o sistema In-Ceram com o metalocerâmico.

O grande índice de insucesso em próteses cerâmicas se deve à fratura. Segundo GOODACRE *et al.* (2003), o maior índice de insucesso em coroas unitárias metalocerâmicas é a falha na interface metal/cerâmica. Já em cerâmicas livres de metal foi à fratura completa ou catastrófica. Porém em restaurações metalocerâmicas, além de serem utilizadas em próteses extensas, o que não é possível em próteses de cerâmica pura (All-Ceram), permitem ainda que sejam feitos reparos após a fratura da cerâmica, aumentando a sobrevida destas restaurações. ÖZCAN e NIEDERMEIER (2002), obtiveram 89% de sucesso em reparos cerâmicos com acompanhamento por 3 anos.

Apesar do índice elevado de perdas de próteses devido à falha deste sistema, este não é muito estudado. Assim, este trabalho tem como objetivo determinar o valor crítico da intensidade de tensões ( $K_{IC}$ ) nos sistemas metalocerâmicos (NiCr/cerâmica feldspática) e avaliar as superfícies de fratura com o auxílio do MEV (microscópio eletrônico de varredura), tentando compreender melhor como ocorrem os mecanismos de fratura deste sistema. Acreditamos com isso esclarecer alguns questionamentos dos profissionais da área, assim como ajudar em trabalhos futuros.

## 2 - REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 - CARACTERÍSTICAS GERAIS DAS RESTAURAÇÕES METALOCERÂMICAS

Próteses fixas em metalocerâmica são constituídas por uma subestrutura ou infra-estrutura em metal recoberta com cerâmica, que é dividida em cerâmica opaca, responsável por mascarar a cor metálica da infra-estrutura e participar da união entre o metal e a cerâmica, e cerâmica de corpo, responsável por simular a anatomia dentária. Essas próteses podem se apresentar na forma de coroas unitárias bem como de próteses extensas repondo vários dentes perdidos (figura 1).

Por apresentarem uma estrutura esteticamente comparável ao dente natural e boas propriedades mecânicas são amplamente usadas em odontologia. Porém um dos seus mais comuns insucessos é a fratura da cerâmica de recobrimento com exposição ou não da infra-estrutura.

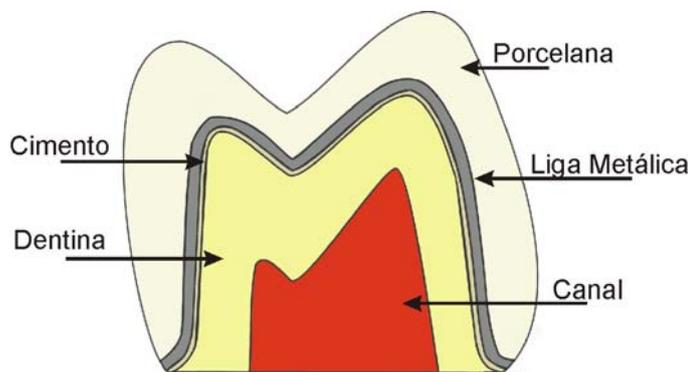


Figura 1- Desenho esquemático de uma coroa metalocerâmica cimentada em um dente preparado (corte longitudinal, no centro do dente).

GOODACRE *et al.* (2003) numa revisão de pesquisas de 50 anos quantificaram os insucessos mais comuns em próteses fixas e constatou que em coroas unitárias

metalocerâmicas, a ocorrência de fratura da cerâmica e os problemas endodônticos são os insucessos mais comuns totalizando um índice de 3% para cada um desses grupos. No que se refere às coroas totalmente cerâmicas (livres de metal) o maior índice de insucesso é a fratura alcançando valores de 7%. Já em próteses parciais fixas metalocerâmicas o índice de fratura é de 2%. PALMQVIST e SWARTZ (1993) verificaram que a falha na cobertura cerâmica de próteses metalocerâmicas alcançava o índice de 6% e os trabalhos de COORNAERT *et al.*, (1984) obtiveram um índice de 5% para este tipo de falha.

OZCAN (2003) também avaliou o índice de falhas de trabalhos protéticos em metalocerâmica, através de uma revisão de literatura, e destacou os fatores mais comuns que levam a perda das próteses, tais como: ranhuras ou riscos na superfície da cerâmica atuam como concentrador de tensões na superfície da restauração; erros na técnica de aplicação da cerâmica, com presença de bolhas internas ou quando a camada da cerâmica é muito fina ou muito grossa; confecção de preparos inadequados no dente não permitindo que uma adequada espessura seja alcançada; falha do profissional no ajuste oclusal da prótese (não distribuindo as cargas de forma equilibrada no dente e restauração). Por último é destacado o fato de que alguns pacientes apresentam hábitos parafuncionais (pacientes que façam bruxismo, apertamento dentário ou qualquer outro hábito que produza tensões exacerbadas no dente e restauração).

A cerâmica de recobrimento utilizada tanto em próteses metalocerâmicas quanto em próteses livres de metal, quando não é submetida ao polimento ou “glazeamento” (vidrado) apresenta resistência mecânica significativamente menor, pois as irregularidades superficiais são concentradores de tensões reduzindo assim sua resistência à fratura (RUSSEL *et al.*, 1996).

As cerâmicas dentais antigas tinham um coeficiente de expansão térmica muito menor que os metais, o que dificultava a confecção de próteses em metalocerâmica. Porém em 1962 WEINSTEIN *et al.* introduziram a leucita ( $\text{KAlSi}_2\text{O}_6$ ) à matriz cerâmica, tornando o coeficiente de expansão da cerâmica para valores mais próximos ao do metal (MACKERT *et al.*, 1986) e (CATTELL *et al.*, 2005). A leucita tem um coeficiente de expansão térmica maior que o da matriz cerâmica, com isso ela promove uma tensão compressiva sobre a matriz aumentando assim a resistência à propagação das microtrincas. (DENRY *et al.*, 1998). Nas próteses metalocerâmicas também podem ocorrer tensões residuais compressivas na cerâmica devido à diferença entre os coeficientes de expansão térmica do metal e da cerâmica: como o do metal é ligeiramente maior, ao resfriar-se após a etapa de sinterização da cerâmica, contrai mais.

Como estão unidos esta contração do metal irá exercer uma força compressiva sobre a cerâmica (WATAHA e MESSER, 2004). Considerando-se as componentes de tensão que atuam no sólido, as tensões compressivas apresentam valores negativos. Quando ocorrem componentes de tensões trativas nessa região resultam em valores positivos, por exemplo aquelas resultantes da aplicação de carga sobre a prótese em sua função mastigatória, a tensão local resultante será a soma algébrica dessas tensões, no que resulta componentes de tensões trativas menores (ou nulas) resultando numa maior resistência à propagação de trincas.

O que promove a força de união entre o metal e a cerâmica é a camada de óxidos formada entre eles, nos processos de sinterização empregados na confecção da prótese se esta for muito fina não teremos uma perfeita distribuição do material ocasionando um contato direto da cerâmica com o metal, promovendo uma adesão pobre, o mesmo ocorre se tivermos uma camada muito grossa se tornando uma área de baixa resistência mecânica. (MARCKET *et al.* 1988)

Um dos metais mais usados para a confecção de restaurações metalocerâmicas é o NiCr devido ao seu baixo custo, fácil fabricação e boas propriedades mecânicas. Entre essas qualidades, o NiCr também apresenta uma fluidez muito boa quando em fusão, propriedade muito útil na reprodução de detalhes em prótese dentais. Segundo O'CONNOR *et al.* (1996) que testaram várias ligas para confecção de próteses metalocerâmica, com ligas de NiCr foram obtidas os melhores resultados quanto à fluidez em fusão, principalmente nas formulações que continham o berílio, copiando com nitidez detalhes do modelo testado.

Os principais óxidos formados nas ligas de NiCr são NiO, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e um traço de MoO<sub>3</sub>. Uma excessiva quantidade de Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> poderá alterar o coeficiente de expansão térmica da porcelana resultando em uma união fraca entre porcelana e metal. Porém a adição de Al às ligas de NiCr forma Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, que impede a formação de Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> diminuindo a espessura desta camada e melhorando assim a união metal-cerâmica. O terceiro mais importante elemento nesta liga é o Mo, que produz o MoO<sub>3</sub>, porém a sua volatilização a temperaturas superiores a 700°C leva à formação de vazios e defeitos causando um enfraquecimento na união metal-cerâmica. O Ti não influencia esta força de união, já o Be melhora. Contudo este elemento não deve ser utilizado, pois é tóxico principalmente para o técnico de prótese dentária (HUANG *et al.* 2005).

JOHNSON *et al.* (2005) mostraram que a preparação da superfície metálica para receber a cerâmica promove um profundo efeito sobre a camada de óxidos. Foram analisadas duas ligas de NiCr e duas de PdAg, através de um espectroscópio de raios x de fluorescência após 4 estágios de preparação, que foram: 1- remoção do revestimento

e jateamento com partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $50\mu\text{m}$ ); 2- acabamento e jateamento (partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ); 3- queima para oxidação; 4- ciclo de queima para aplicação de porcelana opaca à  $930^\circ\text{C}$  por 3min à vácuo. Na análise volumétrica tanto o NiCr quanto o PdAg apresentaram volume de óxido por átomo de metal entre 1 e 2, sugerindo que um filme protetor não poroso e aderido é formado na superfície das ligas. Nas etapas 3 e 4 o cromo aparece na superfície na forma de Cr,  $\text{CrO}_2$  e  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , o manganês na forma de Mn, MnO e  $\text{MnO}_2$  e o níquel na forma de Ni e NiO. O Al encontrado na superfície do metal é proveniente do jateamento com  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , utilizado na preparação do metal. A presença do  $\text{Al}_2\text{O}_3$  promove aumento da adesão e da superfície de contato. Os resultados mostram que a oxidação é essencial para trazer a superfície elementos diretamente envolvidos na união das restaurações metalocerâmicas.

O jateamento da superfície metálica com óxido de alumínio mostrou ser de grande importância para a melhora da união metal-cerâmica. Segundo HOFSTEDE *et al.* (2000) um aumento da resistência à fratura foi observado no sistema metal-cerâmico com jateamento de óxido de alumínio, quando comparado com o grupo sem jateamento. Ao avaliar as interfaces dos sistemas que não sofreram jateamento foram encontrados de 12 a  $20\mu\text{m}$  de afastamento entre o metal e a cerâmica, enquanto que nos grupos com o jateamento não houve afastamento. Foi constatado também que após o teste de cisalhamento as fraturas das amostras foram adesivas (na interface) e coesivas (no interior da cerâmica) nos grupos com o jateamento e apenas adesivas nos grupos sem o jateamento. Outra constatação foi que as porosidades encontradas na camada de cerâmica podem ser pelo aprisionamento de contaminações da superfície metálica e também pela liberação de  $\text{O}_2$  na dissociação de óxidos.

O'BRIEN *et al.* (1994) e HEGEDUS *et al.* (2002) relataram também que a camada de opaco apresenta uma porosidade maior do que a camada de cerâmica de revestimento (corpo) devido à difusão de óxidos da superfície metálica.

DEKON *et al.* (1999) estudaram através de testes de cisalhamento a influência da oxidação prévia na resistência de união entre uma liga de NiCr com uma cerâmica feldspática de recobrimento. A oxidação prévia consiste em levar ao forno a infraestrutura metálica antes desta receber as camadas de cerâmica, a fim de aumentar a camada de óxidos e constataram que é prejudicial à resistência mecânica na união metal-cerâmica, devido à excessiva espessura da camada de óxido que por se tornar muito grande acaba diminuindo a resistência de união deste sistema permitindo a fratura através dela.

MELO *et al.* (2005) também fizeram testes de cisalhamento avaliando a interface de ligas de NiCr e CrCo com recobrimento de cerâmica feldspática. Na avaliação em

microscópio eletrônico de varredura foi verificado que todos os grupos apresentaram remanescentes de porcelana no metal, caracterizando fraturas adesivas e coesivas, concluindo que uma fase amorfa é sempre formada entre o metal e a cerâmica configurando uma zona de interação.

Visando a obtenção de próteses que apresentassem a mesma resistência à fratura das restaurações metalocerâmicas, foram desenvolvidas, mais recentemente, as cerâmicas livres de metal. Estes novos sistemas, totalmente cerâmicos, vêm melhorando o seu desempenho, a exemplo do In-Ceram (VITA-Zahnfabrik, Alemanha). Neste caso o casquete metálico é substituído por um casquete cerâmico reforçado com alumina ou zircônia e recoberto com cerâmica de recobrimento. STRUB e BESCHNIDT (1998) testaram cinco tipos de coroas cerâmicas unitárias livres de metal e obtiveram resultados semelhantes às coroas metalocerâmicas quanto à resistência à fratura.

SEGAL (2001), fez 546 coroas totais unitárias em In-Ceram alumina, tanto em dentes posteriores quanto em dentes anteriores e acompanhou os pacientes durante 6 anos. Foi obtido 99,1% de sucesso, com falha de apenas 5 coroas, sendo 2 por fraturas totais e 3 por fraturas da cerâmica de recobrimento não havendo à fratura da infraestrutura.

CASTELLANI *et al.* (1994), compararam três tipos de cerâmicas livres de metal para confecção de coroas totais unitárias entre elas o In-Ceram Alumina (VITA-Zahnfabrik, Alemanha) com a metalocerâmica, com o cuidado de manter sempre a mesma espessura nos corpos de prova. Concluíram que o In-Ceram e a metalocerâmica apresentaram resultados estatisticamente semelhantes quanto à resistência à fratura, porém melhores que os outros dois sistemas analisados (Hi-Ceram, VITA e Dicor, Dentsplay). Acrescentaram ainda que nestas coroas em cerâmica livre de metal a fratura era total enquanto que na metalocerâmica a fratura ocorria na cerâmica expondo o metal.

Muitos trabalhos vêm sendo desenvolvidos para aferir a resistência mecânica destes sistemas cerâmicos livres de metal como RIZKALLA e JONES (2004) que avaliaram 7 tipos diferentes de sistemas cerâmicos quanto à resistência mecânica incluindo à resistência á fratura em flexão obtendo melhores resultados no sistema In-Ceram alumina (VITA Zahnfabrik). ZENG, ODEN e ROWCEIFFE (1998) fizeram testes de flexão em três pontos com barras de In-Ceram e concluíram que, ao contrário das próteses metalocerâmicas, as fraturas foram todas catastróficas, não havendo delaminação na interface entre a cerâmica de recobrimento e a cerâmica reforçada com alumina ( $Al_2O_3$ ), responsável pela confecção dos casquetes destes trabalhos. LAWN *et al.* (2004) observaram que a iniciação da fratura em coroas totalmente cerâmicas ocorre

na interface dente–restauração, isto é, na área de cimentação, enquanto que em coroas metalocerâmicas ocorrem na interface entre o metal e a cerâmica.

JAGER *et al.* (2005) avaliaram casquetes de metal, In-Ceram alumina e In-Ceram zircônia recobertos com cerâmica de revestimento através da análise em elemento finito e encontraram na interface entre o casquete e a cerâmica de revestimento dos sistemas totalmente cerâmicos tensões maiores, que no sistema metal-cerâmico, indicando que o aumento da resistência mecânica do casquete cerâmico não melhora a resistência mecânica da interface dos sistemas cerâmicos.

DIAS *et al.* (2005) avaliaram a resistência à fratura da interface de dois sistemas totalmente cerâmicos (IPS Empress 2 / Empress 2 cerâmico – IVOCLAR e In-Ceram alumina / Vitadur alfa – VITA Zahnfabrik) através de cisalhamento. As superfícies de fratura foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura e verificou-se, que no sistema IPS Empress 2 houve adesão entre infra-estrutura e cerâmica de revestimento, conferindo a este melhor resultado mecânico que no sistema In-Ceram, onde ocorreu o descolamento completo da cerâmica de revestimento da infra-estrutura. O In-Ceram é um composto majoritariamente de alumina apresentando uma maior resistência mecânica e microdureza superficial do que o IPS Empress 2, no entanto devido a sua diferença microestrutural entre infra-estrutura e cerâmica de revestimento resultou em uma adesão mais fraca.

Porém estes sistemas totalmente cerâmicos não são indicados para suportar próteses fixas com mais de três elementos, pois há concentração de tensões nos conectores destas próteses não permitindo a confecção de próteses extensas (GUAZZATO *et al.*, 2002), confirmando com isso a permanência na odontologia das próteses metalocerâmicas por longo tempo.

Uma grande vantagem de restaurações metalocerâmicas comparadas às cerâmicas livres de metal é a possibilidade do reparo, já que as fraturas em próteses totalmente cerâmicas ocorrem na maioria das vezes de forma catastrófica, não havendo possibilidade de reparo. LEIBROCK *et al.* (1999) avaliaram vários reparos para próteses metalocerâmicas fazendo testes de termociclagem e ciclagem de carga com 50N correspondendo a 2 anos de uso, onde constatou ser uma alternativa clínica de sucesso. ÖZCAN e NIEDERMEIER (2002) obtiveram 89% de sucesso com reparo cerâmico para metalocerâmicas acompanhando os pacientes por até 3 anos.

Através destes dados, observa-se que os grandes índices de perda de próteses fixas se devem à fratura da cerâmica de revestimento. Entretanto, este mecanismo de falha não se encontra totalmente esclarecido, fazendo com que seja de interesse nas áreas odontológicas, relativas às restaurações dentárias, avaliar detalhadamente estas

interfaces, observando-se como ocorre este tipo de fratura e, principalmente, calculando o valor da tenacidade à fratura ( $K_{IC}$ ) destes sistemas, que caracteriza a resistência do material a propagação das trincas (quanto maior o valor de  $K_{IC}$ , maior será essa resistência). Estes dados são fundamentais para estudos complementares relativos às análises de tensões dessas restaurações, utilizando-se as técnicas de análises por elementos finitos, avaliando assim se os sistemas metalocerâmica e cerâmica livre de metal suportarão as cargas recebidas ou se haverá a falha da prótese por fratura.

## 2.2 - MECÂNICA DA FRATURA LINEAR ELÁSTICA

### 2.2.1 - CONCENTRADORES DE TENSÕES

Sobre um sólido que contém um defeito submetido a uma condição de carregamento, as tensões resultantes podem ser concentradas e amplificadas na extremidade deste defeito. A magnitude desta tensão máxima ( $\sigma_m$ ) pode ser calculada a partir da tensão nominal ( $\sigma_o$ ) conhecendo-se os valores do comprimento do defeito ( $a$ ) e o raio de curvatura da sua extremidade ( $\rho$ ). A razão entre  $\sigma_m/\sigma_o$  é definida como o fator de concentração de tensões ( $K_t$ ) e corresponde a medida do grau de amplificação das tensões na extremidade do defeito (EWALDS e WANHILL, 1986).

$$\sigma_m = \sigma_o \left[ 1 + 2(a/\rho)^{1/2} \right] \quad \text{Eq.(1)}$$

Assim:

$$K_t = \sigma_m / \sigma_o = 1 + 2(a/\rho)^{1/2} \quad \text{Eq. (2)}$$

Considerando-se que o tamanho do defeito é relativamente grande em relação ao raio de curvatura ( $a \gg \rho$ ):

$$\sigma_m = 2\sigma_o (a/\rho)^{1/2} \quad \text{Eq. (3)}$$

Assim,

$$K_t = 2(a/\rho)^{1/2} \quad \text{Eq. (4)}$$

Quanto maior o comprimento do defeito ( $\uparrow a$ ) ou menor a curvatura da sua extremidade ( $\downarrow \rho$ ), maior é o fator de concentração de tensões ( $K_t$ ). No caso de materiais frágeis, o critério de fratura corresponde à tensão máxima local alcançar o valor da tensão de fratura microscópica ou teórica do material.

Griffith desenvolveu um critério para a propagação de trincas em materiais frágeis utilizando o balanço das energias de um sistema que consiste em um sólido contendo uma trinca passante (de dimensões muito reduzidas em comparação a este sólido) submetido a cargas, e que as tensões que atuam sobre a trinca são perpendiculares ao seu plano. De acordo com essa teoria, durante a propagação de um defeito, os materiais frágeis liberam parte da energia armazenada, proveniente da sua deformação elástica, para o crescimento dessa trinca. À medida que a trinca cresce, novas superfícies são criadas dando origem a um aumento da energia superficial do material. Desse balanço de energia do sistema foi possível encontrar uma equação para a tensão crítica, ou seja, a tensão que causará a propagação instável dessa trinca (EWALDS e WANHILL, 1986).

$$\sigma_c = \left(2E\gamma_s / \pi a_c\right)^{1/2} \quad \text{Eq. (5)}$$

Onde:

$E$  = módulo de elasticidade;

$\gamma_s$  = energia de superfície específica;

$a_{cr}$  = comprimento crítico do defeito.

Na década de 50, foi proposto o acréscimo de uma nova parcela, relativa à energia de deformação plástica localizada na ponta do defeito ( $\gamma_p$ ), a ser adicionada ao termo  $\gamma_s$ . A soma dessas parcelas de energia foi denominada “taxa” crítica de liberação de energia ( $G_c$ ) (EWALDS e WANHILL, 1986):

$$G_c = 2(\gamma_s + \gamma_p) \quad \text{Eq. (6)}$$

Substituindo os valores da equação (6) na equação (5) e rearranjando os termos:

$$\sigma_c^2 \pi a = G_c E \quad \text{Eq. (7)}$$

Este fato foi importante porque incluí um termo relativo à deformação plástica (comum no caso dos materiais metálicos ensaiados em temperatura ambiente) e ao se reorganizar os termos da equação, separando os que são dependentes dos fatores geométricos e de cargas (tensões) do sistema – lado esquerdo da Equação (7) – daqueles relacionados com as propriedades do material.

Quando se trata de trincas pontiagudas ( $\rho$  tendendo a zero) uma outra abordagem é proposta na literatura para o problema das tensões que levam à fratura dos materiais. Neste caso será necessário estabelecer qual o modo de carregamento imposto ao componente (Modo I, II ou III) e a descrição do campo de tensões à frente deste defeito.

O campo de tensões na vizinhança de um defeito passante, contido em um painel de pequena espessura (tensão plana), sendo este defeito de tamanho muito reduzido em relação às dimensões do painel, e submetido a uma tensão nominal  $\sigma_0$  são descritos de acordo com as seguintes equações:

$$\begin{aligned}\sigma_x &= \frac{\sigma\sqrt{\pi a}}{\sqrt{2\pi r}} \cos\frac{\theta}{2} \left(1 - \operatorname{sen}\frac{\theta}{2} \operatorname{sen}\frac{3\theta}{2}\right) \\ \sigma_y &= \frac{\sigma\sqrt{\pi a}}{\sqrt{2\pi a}} \cos\frac{\theta}{2} \left(1 + \operatorname{sen}\frac{\theta}{2} \operatorname{sen}\frac{3\theta}{2}\right) \\ \tau_{xy} &= \frac{\sigma\sqrt{\pi a}}{2\sqrt{2\pi r}} \operatorname{sen}\frac{\theta}{2} \cos\frac{\theta}{2} \cos\frac{3\theta}{2}\end{aligned}\tag{Eq. (8)}$$

No caso acima (Modo I) o termo  $\sigma\sqrt{\pi a}$ , que é uma função da tensão aplicada remotamente e do tamanho do defeito, representa a magnitude das tensões elásticas à frente da trinca e foi denominada “fator de intensidade de tensões” e está associada a cada modo de carregamento particular. Assim foi definida a relação abaixo, tal que:

$$K_I = \sigma\sqrt{\pi a}\tag{Eq.(9)}$$

Substituindo este termo na Equação (8), obtém-se:

$$\begin{aligned}
\sigma_x &= \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left(1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2}\right) \\
\sigma_y &= \frac{K_I}{\sqrt{2\pi a}} \cos \frac{\theta}{2} \left(1 + \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2}\right) \\
\tau_{xy} &= \frac{K_I}{2\sqrt{2\pi r}} \sin \frac{\theta}{2} \cos \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2}
\end{aligned}
\tag{Eq. (10)}$$

Estas equações mostram também que as tensões à frente da trinca contêm um termo relativo ao seu posicionamento ( $f(\theta)$ ) tal que para  $\theta = 0$  não há componente de tensão de cisalhamento, as tensões  $\sigma_{xx}$  e  $\sigma_{yy}$  são iguais e os valores das tensões crescem ao se aproximar da ponta da trinca nesse plano ( $\sigma \rightarrow \infty$  quando  $r \rightarrow 0$ ). A validade dessas equações requer que sejam atendidas algumas condições tais como: trinca pontiaguda ( $\rho \rightarrow 0$ ) e o painel com dimensões infinitas em relação ao defeito. Nos casos reais da engenharia, esta condição de trinca pontiaguda pode ser satisfeita considerando-a uma trinca de fadiga. Nas situações em que  $\rho > 0$  as equações acima podem ser modificadas com a introdução de um termo que depende da distância  $r$  à frente da trinca e do valor de  $\rho$  (EWALDS e WANHILL, 1986), ou de uma abordagem que envolve o campo de tensões locais e o tamanho da zona plástica associada ao raio  $\rho$  da ponta da trinca (RITCHIE *et al.*, 1976). Quanto se trata de sólidos com dimensões “finitas” (em relação ao tamanho da trinca) são introduzidos termos de correção no parâmetro  $K$ .

A equação geral de carregamento que contém uma trinca pontiaguda será:

$$K_I = C\sigma\sqrt{\pi a} \cdot f\left(\frac{a}{W}\right)
\tag{Eq. (11)}$$

Onde  $C$  e  $f(a/W)$  são determinadas, em geral, por métodos numéricos de análises de tensões utilizando-se as técnicas de Métodos de Elementos Finitos (EWALDS e WANHILL, 1986). Os termos  $C$  e  $f(a/W)$ , também estão presentes na literatura de forma agrupada, sendo representado pelo parâmetro  $Y$  denominado “fator de forma” do sólido em particular, tal que a Equação (11) poderá ser reescrita:

$$K_I = Y\sigma\sqrt{\pi a}
\tag{Eq. (12)}$$

Este parâmetro  $Y$  será uma função das dimensões dos componentes (ou corpo de prova) do tamanho e posicionamento da trinca / entalhe nesse componente e do modo de

carregamento (Modos I, II ou III). Estão disponíveis na literatura para diversas configurações de componentes de uso em engenharia e corpos de prova (ANDERSON, 1995).

### 2.2.2 - RELAÇÃO ENTRE K E G

Considerando-se uma configuração de um painel de dimensões “infinita” em relação ao tamanho da trinca (central e passante) submetido a cargas de tração perpendiculares ao plano da trinca, valor de  $Y = 1$ , tal que:

$$K_I = \sigma \sqrt{\pi a} \quad \text{Eq. (13)}$$

Esta configuração de chapa com este tipo de defeito é a mesma do modelo de Griffith. Considerando-se a equação de Griffith com as modificações propostas por Irwin e Orowan (EWALDS e WANHILL, 1986) e combinando-se adequadamente as Equações (7) e (13), obtém-se:

$$K^2 = EG \quad \text{Eq. (14)}$$

Na condição de fratura,  $\sigma = \sigma_c$  (tensão crítica) e assim:

$$K_c^2 = EG_c \quad \text{Eq. (15)}$$

Portanto, quando um componente que contém um defeito de tamanho “a” é submetido a um carregamento até a fratura,  $K \rightarrow K_c$ , isso corresponde a  $G \rightarrow G_c$ . A partir desta igualdade, obter o valor de  $K_c$  corresponde à determinação do valor de  $G_c$  do material, e, portanto, representa a sua tenacidade à fratura, não sendo necessário o conhecimento prévio dos valores de  $\gamma_s$  e  $\gamma_p$  do material. Dessa forma, a avaliação da tenacidade à fratura dos materiais poderá ser feita através das medidas de  $K_c$ . A vantagem disto reside no fato de que na literatura estão disponíveis expressões de  $K$  para diversas configurações de corpos de prova e valores de  $Y$  associados a estes corpos de prova. Assim, o valor de  $K_c$  será aquele associado à carga de fratura ( $P_Q$ ) obtida naquele ensaio.

Entretanto, algumas condições deverão ser obedecidas para validar a igualdade da Equação (12), que configura a Mecânica da Fratura Linear Elástica. Caso o material não apresenta plasticidade à frente do defeito, ou seja não há *zona plástica* na região adjacente à ponta do defeito (como no caso dos materiais cerâmicos em temperatura ambiente) a parcela de energia  $\gamma_p = 0$  (Equação (6)). Uma zona plástica restrita também pode ser verificada quando se trata de materiais metálicos de alta resistência e alguns polímeros especiais em temperaturas intermediárias; ou quando as condições geométricas da amostra ou componente que contém um defeito configuram um estado de triaxialidade de tensões a sua frente ( $\sigma_{zz} = \nu (\sigma_{xx} + \sigma_{yy})$ ) o que restringirá o tamanho da zona plástica, mesmo à temperatura ambiente. A condição de restrição plástica dependente da geometria e tamanho do corpo de prova não se aplica no caso de materiais cerâmicos, permanecendo apenas a restrição quanto ao tamanho mínimo da trinca, apresentada abaixo:

$$a \geq 2,5(K_Q / \sigma_y)^2 \quad \text{Eq. (16)}$$

Onde  $K_Q$  é o valor de  $K$  calculado a partir da carga de fratura ( $P_Q$ ) e  $\sigma_y$  é o limite de escoamento do material nas condições de ensaio. Caso seja satisfeita a Equação (16),  $K_Q = K_{IC}$ , sendo denominado de *Tenacidade à Fratura* do material, portanto, será o valor da tenacidade à fratura que independe das dimensões e geometria do corpo de prova.

O estado de deformação plana ( $\sigma_{zz}$ ) exige modificações nas equações do  $K$  e assim, a equação (15) deverá ser corrigida por um fator  $(1 - \nu^2)$ , tal que:

$$K^2 (1 - \nu^2) = E G_c \quad \text{Eq. (17)}$$

### 2.2.3 – Ensaio de tenacidade à fratura em cerâmicos e junções metal – cerâmica

Existem alguns métodos para o cálculo da tenacidade à fratura dos materiais cerâmicos, sendo os mais usados os ensaios de flexão (3 ou de 4 pontos) e o método por indentação. Uma vantagem do teste de flexão a 4 pontos sobre o de 3 pontos é que o momento de flexão ( $M$ ) é constante entre os pontos de apoio internos, resultando em uma distribuição de tensões constante entre estes pontos. Outra vantagem do

carregamento a 4 pontos é que, para corpos de prova de mesmo tamanho, o volume sob tensão é maior quando comparado com o ensaio de 3 pontos.

O método da indentação, realizado através do teste de dureza Vickers, também é bastante utilizado para calcular o  $K_{IC}$  dos materiais cerâmicos (pouca ou nenhuma zona plástica à frente da indentação). Uma das equações utilizada para o cálculo da tenacidade a partir dos ensaios de dureza é aquela proposta por ANSTIS *et al* (1981).

$$K_{IC} = 0,016(E/H)^{0,5}(P/c^{1,5}) \quad \text{Eq. (18)}$$

onde:

P- carga da indentação.

c - tamanho da trinca mediana.

E- módulo de elasticidade.

H - dureza do material,  $H = 0,5P/a^2$ , onde a é a metade da diagonal da indentação (Vickers).

A superfície de análise deverá ser polida e paralela à base. O equipamento a ser utilizando é um microdurômetro, e para as cargas de ensaios valores entre 9,8N e 19,6N. Para as indentações serem aceitas estas devem produzir trincas que saiam do centro da indentação Vickers, e apresentarem apenas 4 trincas radiais com  $c/a > 2.3$  e sem nenhuma ramificação ou lasca, conforme desenho esquemático abaixo:

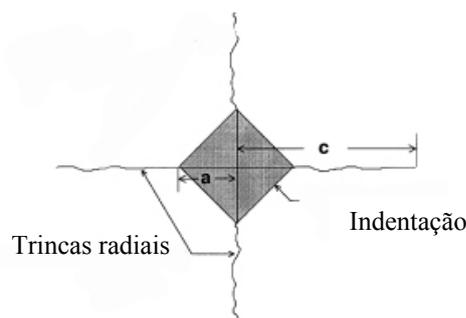


Figura 2 - Desenho esquemático da indentação Vickers (SCHERRER, 1998).

RIZKALLA e JONES (2004) calcularam a tenacidade à fratura ( $K_{IC}$ ) de várias de cerâmica dentais utilizando o teste de dureza Vickers e obtiveram valores de  $K_{IC}$  que vão de  $0,94\text{MPam}^{1/2}$  a  $1,64\text{MPam}^{1/2}$ . As cerâmicas opacas apresentaram valores significativamente maiores de  $K_{IC}$  do que as cerâmicas incisais e de corpo testadas, tendo a cerâmica Vita Opaque® (VITA-Zahnfabrik) com o maior resultado.

SCHERRER *et al* (1998) apontaram as vantagens e desvantagens dos métodos de dureza Vickers e flexão de 4 pontos utilizados para calcular a tenacidade a fratura ( $K_{IC}$ ) dos materiais cerâmicos. Como desvantagem, o teste de flexão de quatro pontos exige que a preparação dos corpos de prova seja bem mais elaborados, e do teste de dureza Vickers verifica-se um grande descarte de indentações, e a superfície deve estar sem poros, bolhas ou ranhuras, porém precisa-se de poucas amostras para fazer os testes.

FISCHER e MART (2002), comparando o método de indentação com o teste de flexão em quatro pontos, afirmaram não ser o método de indentação um método adequado para determinar  $K_{IC}$ , e sim um método preliminar para uma estimativa da tenacidade.

As análises dos campos de tensões à frente de trincas e/ou entalhes quando localizadas na interface de materiais com características elásticas muito diferentes, como é o caso das junções metal / cerâmica, mesmo quando satisfazem as condições da Mecânica da Fratura Linear Elástica, apresentam uma configuração complexa, que depende das constantes elásticas destes materiais: módulo de elasticidade  $E$ , razão de Poisson  $\nu$  e do módulo de cisalhamento  $\mu$ . Assim, para junções constituídas de materiais isotrópicos, homogêneos, o fator de intensidade de tensões é expresso numa forma complexa, apresentada a seguir (McNANEY *et al*, (1996):

$$K = K_I + iK_{II} \quad \text{Eq. (19)}$$

onde  $i = \sqrt{-1}$ , e os índices I e II corresponde aos modos de carregamento resultantes na interface da trinca.

Os efeitos sobre este campo de tensões devido às diferenças nas propriedades elásticas dos materiais na interface podem ser avaliados por meio dos parâmetros de Dandurs (McNANEY, (1996)):

$$\alpha = \frac{E_1' - E_2'}{E_1' + E_2'} \quad \text{Eq. (20)}$$

e

$$\beta = \frac{1}{2} \frac{\mu_1(1-2\nu_2) - \mu_2(1-2\nu_1)}{\mu_1(1-\nu_2) + \mu_2(1-\nu_1)} \quad \text{Eq. (21)}$$

onde  $E'$  corresponde ao módulo de elasticidade nas seguintes condições:  $E' = E$  em tensão plana e  $E' = E/(1-\nu^2)$  sob condições de deformação plana;  $\nu_i$  e  $\mu_i$  estão definidos acima, e o índice  $i = 1,2$  refere-se aos materiais acima e abaixo da trinca.

Considerando-se as relações entre  $K$  e  $G$ , e das análises numéricas (por Métodos de Elementos Finitos) do campo de tensões locais na interface, um número significativo de pesquisas vêm sendo realizadas visando desenvolver geometrias de corpos de prova e entalhes de modo a se obter, em laboratório, medidas de carga de fratura que fosse representativa do evento de iniciação e propagação da trinca, possibilitando assim a determinação experimental dos valores de  $K_c$  (ou  $G_c$ ) nas interfaces destes sistemas metal – cerâmica (HUTCHINSON *et al* (1987), EVANS e DALGLEISH, (1993), DALGLEISH *et al* (1988), CHARALAMBIDES *et al* (1989)).

O método de ensaio que apresenta maior divulgação na literatura é aquele proposto por CHARALAMBIDES *et al.*, (1989), que desenvolveram um corpo de prova para medir a resistência à fratura em sistemas com dois materiais distintos. Este ensaio consiste em um teste de carregamento em quatro pontos, com a presença de uma trinca de fadiga na interface entre os dois materiais, como apresentado esquematicamente na Figura 3.

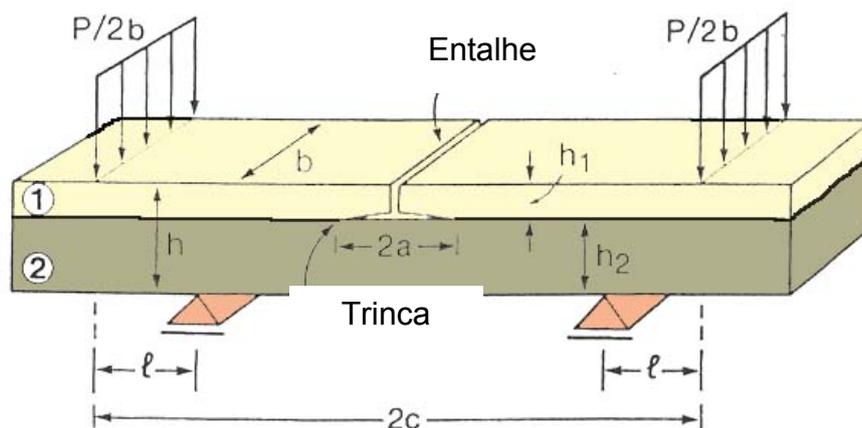


Figura 3: Corpo de prova proposto por CHARALAMBIDES *et al* (1989). P: carga, b: largura, h: altura, a: tamanho da trinca, l: distância entre o apoio e a carga, c: distância entre as cargas.

Vários autores utilizaram este corpo de prova (YAMADA, 2004; SUANSUWAN e SWAIN, 2003), bem como a equação proposta naquele artigo original para calcular a energia liberada no processo de fratura (G):

$$G = \frac{\eta [P^2 l^2 (1 - \nu_2^2)]}{E_2 b^2 h^3} \quad \text{Eq. (22)}$$

. Onde  $E$  é o módulo de elasticidade,  $\nu$  é a razão de Poisson,  $P$  é a carga,  $l$  é a distância entre o apoio e o ponto de aplicação de carga,  $b$  e  $h$  são respectivamente a largura e a espessura,  $\eta$  é parâmetro que depende de fatores geométricos do corpo de prova e do modo de carregamento, bem como espessuras relativas das camadas de cerâmica e do metal, ( $h_1$  e  $h_2$  no corpo de prova da Figura 3).

SUANSUWAN e SWAIN (1999) desenvolveram um trabalho onde obtiveram valores de  $G_C = 40,3 \pm 4,8 \text{ J/m}^2$  para a junção metal - cerâmica constituída de uma liga Ni-Cr com uma cerâmica dental. Usando a equação que relaciona  $K$  e  $G$  ( $K_{IC}^2 = EG_{IC}$ ) obtêm-se o valor de  $K_{IC}$  da ordem de  $3,0 \text{ MPam}^{1/2}$ .

### 3 - OBJETIVOS

Este trabalho tem como objetivos:

- Estudar métodos alternativos de ensaios para determinação da tenacidade à fratura de materiais utilizados em restaurações odontológicas.
- Determinar valores de tenacidade à fratura ( $K_{IC}$ ) do sistema metalocerâmico (NiCr/cerâmica feldspática).
- Avaliar os micro-mecanismos de fratura deste sistema (NiCr/cerâmica feldspática) através de análises em microscópio óptico e eletrônico de varredura (MEV).

## 4- MATERIAIS E MÉTODOS

Tendo em vista as dificuldades de confecção do corpo de prova para as medidas de tenacidade à fratura na interface metal-cerâmica, proposto por CHARALAMBIDES *et al* (1989) e a quantidade de material necessária para a sua confecção, está sendo proposto neste trabalho um corpo de prova alternativo para determinação da tenacidade à fratura na interface, do sistema de restauração utilizado na odontologia, metal-cerâmica. Trata-se de um corpo de prova para o ensaio em dobramento em quatro pontos com entalhe localizado na interface. A seguir são apresentadas as etapas que levam à confecção deste corpo de prova.

### 4.1- CONFECÇÃO DO BLOCO METÁLICO

A partir da técnica de cera perdida foram confeccionados blocos metálicos nas dimensões 10,5 mm x 6,0mm x 6,5mm. A liga utilizada foi de NiCr (liga WIRONIA-BEGO Bremer Goldschlägerei Wilh. Herbst GmbH & Co. KG, Alemanha), cuja composição química fornecida pelo fabricante está apresentada na tabela 1 Após a desmoldagem foi submetido às operações de limpeza usual da prática protética recomendada para este tipo de liga.

Ni	59,6%
Cr	24,0%
Mo	9,8%

Tabela 1- Composição química da liga WIRONIA-BEGO

### 4.2- TRATAMENTO DA SUPERFÍCIE METÁLICA

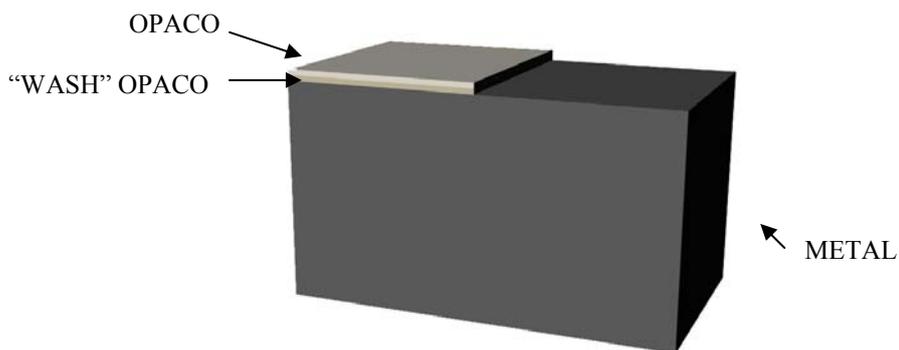
A face do bloco metálico, que irá receber a cerâmica de recobrimento, foi submetida aos processos de lixamento com lixa d'água ref nº 400 (3M), seguida de jateamento com óxido de alumínio com granulometria média de 125µm a uma pressão de 3 bar e em seguida colocada em ultra-som com acetona por 10min. Esta seqüência de processo está de acordo com as recomendações do fabricante da liga metálica para este uso.

### 4.3- APLICAÇÃO DO SISTEMA CERÂMICO SOBRE O METAL

O sistema cerâmico utilizado neste trabalho foi VMK95-VITA, que é indicado para confecção de trabalhos protéticos de uso odontológico em metal-cerâmica. Esta cerâmica consiste em uma cerâmica feldspática com leucita e seu sistema é dividido em 3 camadas. A primeira camada de cerâmica é denominada pelo fabricante de “Wash” opaco e é responsável por extinguir com os resíduos orgânicos, produzir óxidos de união e fazer a união entre o metal e demais camadas de cerâmica. A segunda camada é denominada de opaco e faz a união entre o “Wash” opaco e a cerâmica de recobrimento mascarando a cor do metal. Essas duas primeiras camadas formam o que nos referimos de forma geral como o opaco. Por último temos a camada de cerâmica de corpo responsável pelo recobrimento externo que da forma a anatomia dentária.

A primeira camada de cerâmica denominada de “Wash” opaco (em pó) (sistema VMK95-VITA, Alemanha), foi aplicada somente na metade da face metálica que sofreu o tratamento de superfície (figura 4 a). Em seguida o conjunto foi submetido ao processo de sinterização de acordo com o ciclo térmico apresentado na figura 4 b. Uma segunda camada de opaco (em pó) foi aplicada e seguiu o ciclo térmico apresentado na figura 4 c.

O equipamento utilizado para a sinterização foi o VACUMAT-VITA.



(a)

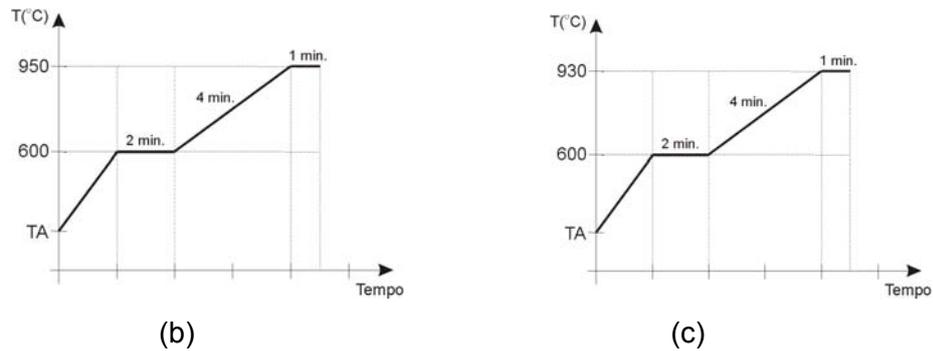


Figura 4- (a) Esquema de deposição das camadas de opaco (b) Ciclo térmico do “wash” opaco (c) Ciclo trémico do opaco, sendo TA temperatura ambiente.

As camadas de cerâmica de corpo (VMK95-VITA Alemanha) foram aplicadas sobre as camadas de opaco de maneira incremental, sendo estendidas por toda extensão desta face metálica. Para criar o vazio correspondente ao pré-entalhe, foi colocado na metade da superfície metálica que não recebeu o opaco uma fita de poliéster previamente recoberta com vaselina. A retirada desta fita quando a camada de cerâmica colocada perdia o brilho foi capaz de manter a separação entre o metal e a cerâmica (figura 5 a). O conjunto foi submetido ao ciclo de sinterização apresentado na figura 5 b.

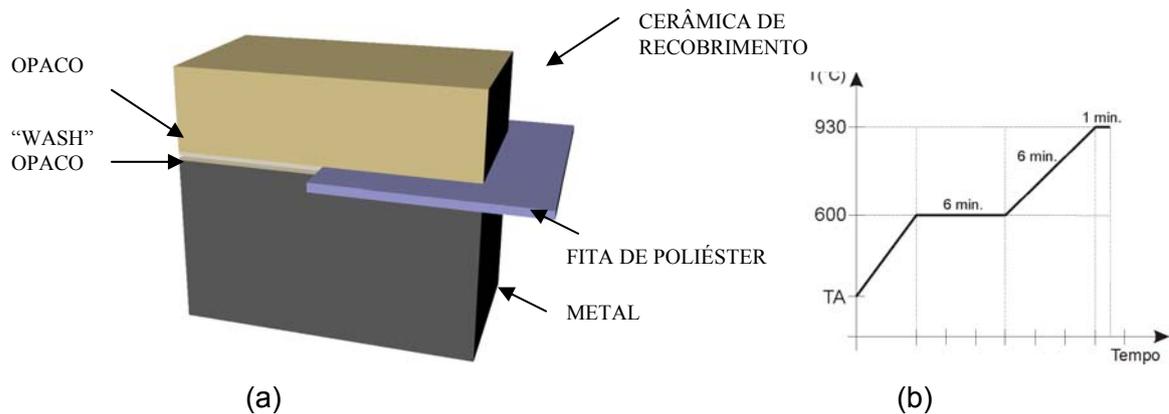


Figura 5- (a) Esquema de colocação da cerâmica com criação do pré entalhe (b) Ciclo de sinterização da cerâmica de recobrimento, sendo TA temperatura ambiente.

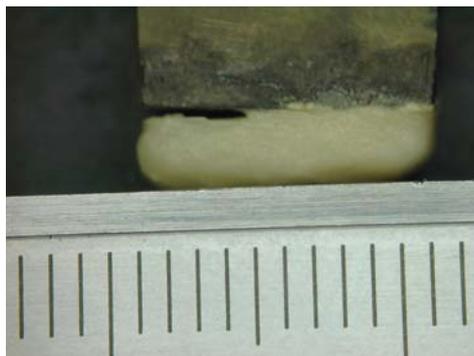


Figura 6- Foto do corpo de prova com pré-entalhe pronto antes do afinamento do mesmo.

#### 4.4- CONFEÇÃO DO CORPO DE PROVA DE CERÂMICA PURA

Sobre superfície metálica em liga de NiCr (WIRONIA-BEGO Bremer Goldschlägerei Wilh. Herbst GmbH & Co. KG. Alemanha) que não foi submetido ao tratamento prévio descrito no item 4.2, foi depositada uma camada de cerâmica de corpo. Este conjunto foi submetido à sinterização de acordo com as condições descritas no item 4.3 (figura 5b). Após a sinterização, a camada de cerâmica se desprende da superfície metálica com facilidade. Sobre este substrato cerâmico novas camadas são aplicadas umas sobre as outras, formando-se assim um bloco cerâmico (figura 7).



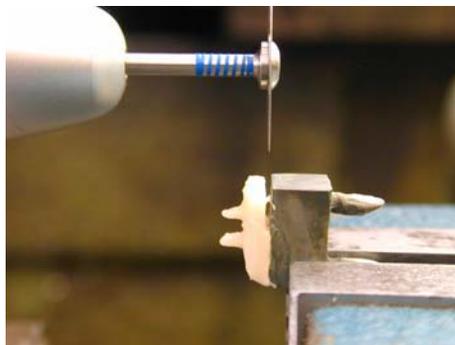
Figura 7- Foto do corpo de prova de cerâmica pura antes da abertura da trinca.

#### 4.5- CONFEÇÃO DOS CORPOS DE PROVA PARA INDENTAÇÃO

Blocos de metal-cerâmica (liga NiCr- WIRONIA-BEGO / cerâmica de recobrimento- VMK95-VITA), foram obtidos utilizando a mesma metodologia descrita nos itens 4.1, 4.2 e 4.3, exceto quanto à realização do pré-entalhe com fita de poliéster, pois estes não apresentam entalhe na interface.

#### 4.6- OBTENÇÃO DA PONTA DO ENTALHE FINAL DO SISTEMA METAL-CERÂMICO

Após a confecção do bloco metal-cerâmico com pré-entalhe foi realizada a operação de afinamento da ponta da trinca de modo a criar uma trinca mais pontiaguda. Por isso foi fixado um disco diamantado (KOMET-BRASSELER ref.911 HEF 104180) de 0,10mm de espessura a um micro motor (BELTEC, LB-100) e este conjunto fixado a uma plaina. Por meio de movimentos uniformes de vai-e-vem obteve-se um entalhe uniforme de pequena espessura na interface do sistema metal-cerâmico.



(a)



(b)

Figura 8- (a) Foto do corpo de prova preso na plaina onde sofre o afinamento do pré-entalhe (b) Foto do corpo de prova com o afinamento do pré-entalhe pronto.



Figura 9- Foto da plaina com o micro motor adaptado para fazer o afinamento do pré-entalhe.

#### **4.7- OBTENÇÃO DO ENTALHE NO CORPO DE PROVA DE CERÂMICA PURA**

O entalhe do bloco foi realizado com disco diamantado (KOMET-BRASSELER, ref.911 HEF 104180) seguindo a metodologia descrita no item 4.6. Na figura 10 está apresentado o bloco cerâmico sinterizado e após a realização do entalhe.



Figura 10- Corpo de prova de cerâmica pura com o entalhe pronto.

#### 4.8- CONFEÇÃO DOS CORPOS DE PROVA PARA FLEXÃO EM QUATRO PONTOS

Utilizando-se borracha de silicone (EPOXTEC-borracha azul, RJ, Brasil) foi confeccionado um molde com as dimensões do corpo de prova final (60 x 10,5 x 6,5mm) com um rasgo perpendicular à maior dimensão na sua mediatriz.

Neste molde é introduzido o bloco metal-cerâmico, com uma lamina posicionada no seu entalhe, que por sua vez utiliza o rasgo do molde como centralizador do entalhe. Para possibilitar a retirada da lâmina após a confecção do corpo de prova, a mesma recebia uma fina camada de vaselina.

Após o posicionamento do conjunto o molde foi preenchido com resina epóxi (nº 331, EPOXTEC, RJ, Brasil). O tempo de cura da resina foi de aproximadamente 12 horas. Após este tempo, o corpo de prova podia ser desmoldado e retirada a lâmina do entalhe.

A metodologia empregada para obter o corpo de prova de dobramento em quatro pontos a partir do bloco cerâmico com entalhe foi à mesma descrita acima.

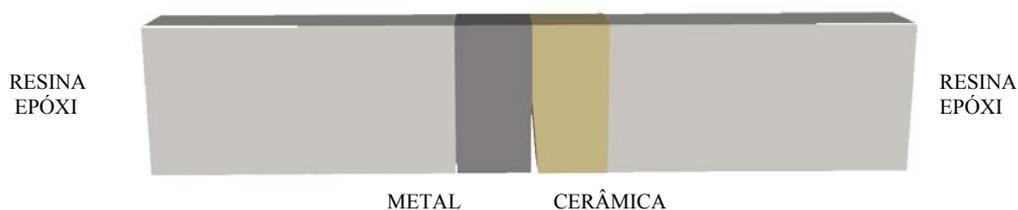
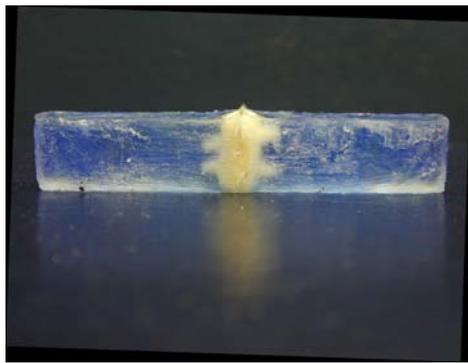


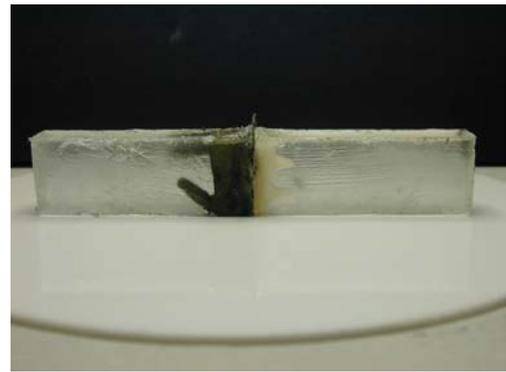
Figura 11- Desenho esquemático do corpo de prova metal-cerâmico pronto



Figura 12- Desenho esquemático do corpo de prova de cerâmica pura pronto



(a)



(b)

Figura 13- (a) foto do corpo de prova de cerâmica pura pronto (b) foto do corpo de prova de metal-cerâmica pronto.

#### **4.9- OBTENÇÃO DOS CORPOS DE PROVA PARA IDENTIFICAÇÃO**

Após a obtenção do bloco de metal-cerâmica o mesmo foi embutido em resina epóxi (EPOXTEC, nº331,RJ,Brasil) obtendo-se uma amostra com dimensões tais que permita o fácil manuseio e preparação de superfície polida para os ensaios de indentação.

As amostras foram submetidas ao polimento com lixa d'água até a rugosidade correspondente ao nº600 (3M). Na superfície polida foi depositada uma fina camada de ouro (metalizador EMITECH K550) de modo a permitir uma melhor visualização e permitir as medidas das indentações produzidas por micro durômetro (LEITZ-germany).

#### **4.10- ENSAIO DE TENACIDADE À FRATURA EM FLEXÃO PELA APLICAÇÃO DA CARGA POR MEIO DE 4 PONTOS**

Os ensaios utilizando os corpos de prova da figura 13 foram realizados de acordo com a norma ASTM E-399. Tendo em vista as dimensões dos corpos de prova a distancia entre apoios foi de 20mm na face superior (sem entalhe) e 40mm na face inferior (com entalhe). Os ensaios foram realizados numa máquina universal (EMIC modelo DL-1000) na temperatura ambiente e deslocando de 0,05mm/min. Na figura 14 é apresentado o corpo de prova sob condições de ensaio. Durante o ensaio foram obtidos os registros dos valores relativos ao deslocamento do travessão e da carga aplicada. Os ensaios foram interrompidos quando do evento da fratura, que corresponde a uma queda

brusca e significativa no registro de carga. Os valores de carga máxima ( $P_f$ ) foram utilizados para os cálculos da tenacidade à fratura de cada ensaio.

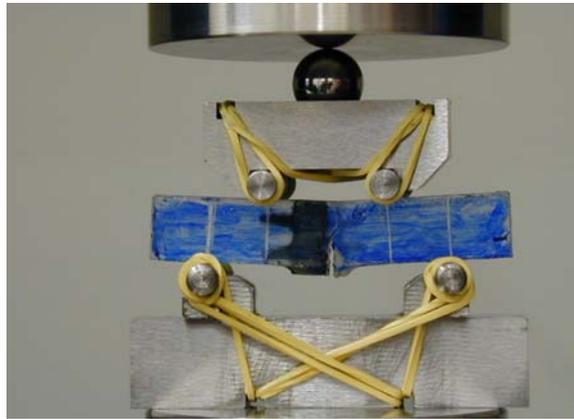


Figura 14- Foto do corpo de prova de metal-cerâmica sob teste de flexão por quatro pontos.

#### 4.11- INDENTAÇÕES NO MICRO DURÔMETRO

Foram feitas indentações com cargas de 1,96N, 9,8N e 19,6N tanto nas cerâmicas de corpo quanto no opaco. Para obtenção dos valores de dureza foi utilizada a equação 14 com cargas 1,96N. Já para obtenção dos valores de tenacidade à fratura foram utilizadas as cargas de 9,8N e 19,6N, através da equação 2 descrita no item 2. O tempo de aplicação das cargas foi de 30seg.

Uma câmera fotográfica digital (NIKON, Coolpix-950) foi acoplada à ocular do micro durômetro obtendo-se assim o registro fotográfico das indentações logo após a retirada do indentador. Com isso, foi possível certificar as indentações válidas para as medidas de tenacidade à fratura: 4 trincas radiais partindo do centro da indentação e sem nenhuma ramificação ou lasca. As medidas foram realizadas fazendo-se uso do programa (Image-pro Plus 4.5, Media Cybernetics, USA). As medidas do parâmetro ( $a$ ) foram realizadas considerando-se como origem o centro da indentação e o final a ponta de cada trinca.

$$H=0,5 P/a^2$$

Eq. 23

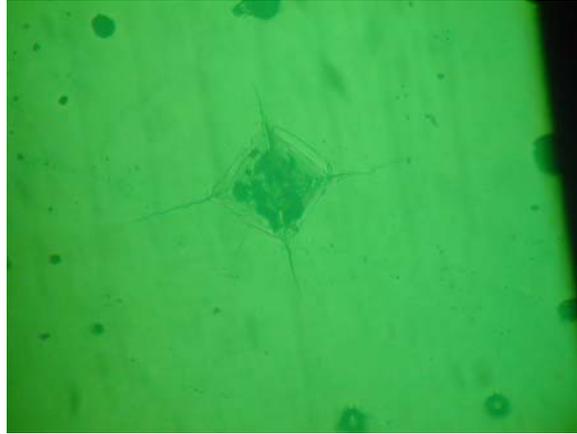


Figura 15- Foto de uma indentação Vickers feita na cerâmica de corpo.

#### 4.12- MEDIDAS DO TAMANHO DA TRINCA

Após os ensaios de dobramento foram analisadas as superfícies de fratura do corpo de prova, quanto ao caminho da trinca a partir do entalhe. Utilizando-se um projetor de perfil, foram realizadas medidas do comprimento do entalhe. Foram feitas 5 medidas, igualmente espaçadas, na dimensão correspondente à espessura do corpo de prova. A média dessas medidas corresponde do valor do comprimento do entalhe no corpo de prova (a).

Para os cálculos dos valores de tenacidade à fratura a partir dos ensaios de dobramento em 4 pontos foi utilizada a equação 24 apresentada abaixo:

$$K_{IC} = \sigma \cdot \sqrt{a} \cdot Y = \frac{P_f}{B \cdot W^{1,5}} (L - L_1) \frac{3\sqrt{\alpha}}{2(1 - \alpha)^{1,5}} \cdot Y' \quad \text{Eq. 24}$$

$$\text{com: } Y' = 1,9887 - 1,326\alpha - (3,49 - 0,68\alpha + 1,35\alpha^2)\alpha(1 - \alpha)(1 + \alpha)^{-2}$$

$$\alpha = \frac{a}{W}$$

Onde:

$\sigma$  -Tensão de fratura (Pa)

$P_f$ -Carga de fratura (N)

L-Distância entre apoios- face inferior com entalhe (m)

$L_1$ -Distância entre apoios- face superior sem entalhe (m)

B-Espessura do corpo de prova (m)

W-Altura do corpo de prova (m)

a-Valor médio do comprimento do entalhe (m)

#### **4.13- ANÁLISE FRACTOGRÁFICA E EDS**

A partir dos corpos de prova fraturados por dobramento em 4 pontos, foram metalizadas com ouro (metalizador EMITECH K550) as faces fraturadas e analisadas em microscópio eletrônico de varredura (MEV) (JEOL, modelo JSM 6460 LV) em alto vácuo com elétrons secundários.

#### **4.14- ANÁLISE DO CAMINHO DA TRINCA E DO RAIOS DE CURVATURA (PONTA DA TRINCA)**

Após as análises fractográficas foram reconstituídos os blocos (união das superfícies de fratura) embutindo em resina epóxi (EPOXTEC, nº 331, RJ, Brasil) e realizado o polimento seguido de metalização em ouro (metalizador EMITECH K550) da superfície a ser analisada (perpendicular à fratura). Isso possibilitou uma análise do caminho das trincas no processo de fratura. Estas análises foram realizadas em microscópio eletrônico de varredura (JEOL, modelo JSM 6460 LV) em alto vácuo com elétrons secundários.

Estas amostras possibilitaram também a medida do raio de curvatura da ponta da trinca ( $\rho$ ). Para estas medidas foi utilizado o programa Image-pro Plus 4.5 (Media Cybernetics, USA).

#### **4.15- ANÁLISE DA UNIÃO METAL-CERÂMICA**

As amostras descritas no item 4.9 também foram utilizadas para a realização de análises em microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia ótica, visando às

medidas da espessura das camadas de cerâmica (opaco e de corpo) e camada de óxidos. Também foram realizadas análises quantitativas da porosidade na região da interface e no material cerâmico. Para estas medidas foi utilizado o programa Image-pro Plus 4.5 (Media Cybernetics, USA).

#### **4.16- ANÁLISE DO COMPORTAMENTO DAS TRINCAS FEITAS POR INDENTAÇÃO VICKERS ATRAVÉS DE SUA MICROESTRUTURA**

As amostras descritas no item 4.9 sem o recobrimento de ouro foram imersas em uma solução com 95ml de água e 5ml ácido fluorídrico por 5 segundos para análise microestrutural em microscópio eletrônico de varredura (MEV) antes e depois de serem feitas as identações Vickers no microdurômetro.

#### **4.17- ANÁLISE ESTATÍSTICA**

Os resultados de tenacidade à fratura foram submetidos a testes de significância comparando-se os grupos dois a dois da seguinte forma:

Os grupos de metal-cerâmica e de cerâmica pura submetidos à flexão de quatro pontos; os grupos de cerâmica pura por flexão de quatro pontos e de cerâmica de recobrimento por indentação e os grupos de cerâmica de recobrimento e de cerâmica opaca por indentação.

Constatou-se que todos os grupos apresentaram diferenças estatísticas entre eles com um grau de certeza de mais de 95%.

## 5-RESULTADOS

### 5.1-VALORES DE $K_{IC}$ OBTIDOS EM DOBRAMENTO POR MEIO DE 4 PONTOS

Todos os corpos de prova submetidos ao teste de flexão por meio de quatro pontos fraturaram de forma frágil. Os gráficos da figura 8 apresentam curvas típicas obtidas nos ensaios.

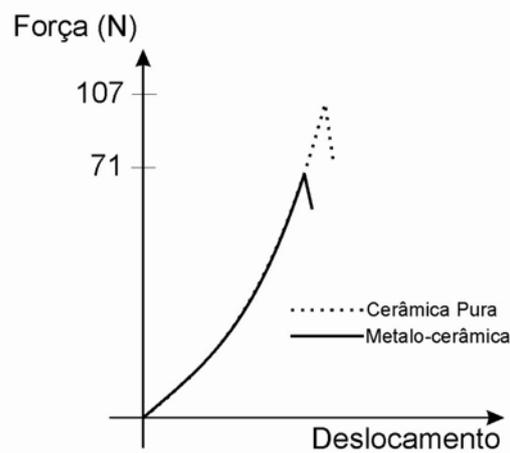


Figura 16- Curvas típicas obtidas nos ensaios de flexão por meio de 4 pontos nos corpos de prova de metal-cerâmica e cerâmica pura.

A partir da equação 15 foram obtidos os valores de  $K_{IC}$ , que estão listados na tabela 2.

Corpos de Prova	Metal-cerâmica ( $\text{MPa m}^{1/2}$ )	Cerâmica pura ( $\text{MPa m}^{1/2}$ )
1	0,40	0,62
2	0,49	0,70
3	0,38	0,70
4	0,56	
5	0,38	
	$\bar{X} = 0,44$	$\bar{X} = 0,67$

Tabela 2- Valores de  $K_{IC}$  obtidos através de dobramento por meio de 4 pontos para os corpos de prova de metal-cerâmica e cerâmica pura.

## 5.2- VALORES DE $K_{IC}$ POR INDENTAÇÃO VICKERS

A partir das medições das indentações (item 4.11) e utilizando-se a equação 1 foi obtido os valores de  $K_{IC}$  da cerâmica de corpo e opaca, que estão apresentadas na tabela 3.

Corpos de Prova	Cer. de corpo (MPa m <sup>1/2</sup> )	Cerâmica opaca (MPa m <sup>1/2</sup> )
1	0,82	1,60
2	0,87	1,66
3	0,91	2,10
4	1,03	2,69
5	1,04	2,90
6	1,05	
7	1,11	
8	1,16	
9	1,26	
10	1,28	
11	1,38	
12	1,42	
13	1,42	
14	1,54	
15	1,59	
16	1,94	
17	2,17	
	$\bar{X} = 1,29$	$\bar{X} = 2,19$

Tabela 3- Valores de  $K_{IC}$  da cerâmica de recobrimento e opaco obtidas através da indentação.

### 5.3- CÁLCULO DO RAIOS DE CURVATURA DA PONTA DA TRINCA

O raio de curvatura da ponta da trinca ( $\rho$ ) dos corpos de prova em metal-cerâmica foram calculados e estão listados na tabela 4.

Corpos de prova	Raio da ponta da trinca ( $\rho$ )
1	67.92 $\mu\text{m}$
2	54.23 $\mu\text{m}$
3	54.47 $\mu\text{m}$
4	69.88 $\mu\text{m}$
5	57.55 $\mu\text{m}$

Tabela 4- Raios de curvatura das pontas das trincas ( $\rho$ ) dos corpos de prova de metal-cerâmica.

### 5.4- MEDIDAS DA ESPESSURA DA CAMADA DE OPACO

Foram feitas medições da espessura da camada de opaco em 5 pontos em cada corpo de prova e depois feito uma média dos valores, que estão na tabela 5.

Corpos de prova	Espessura da camada de opaco
1	166.50 $\mu\text{m}$
2	153.29 $\mu\text{m}$
3	135.03 $\mu\text{m}$
4	151.61 $\mu\text{m}$
5	173.95 $\mu\text{m}$

Tabela 5- Valores médios da espessura das camadas de opaco.

## 5.5- FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE POROS DAS CERÂMICAS OPACAS E DE CORPO

Foram quantificados os poros da cerâmica (cerâmica de recobrimento e opaco) e calculada suas respectivas frações volumétricas ( $f_v$ ). Os valores estão na tabela 6.

Corpos de prova	( $f_v$ ) de poros no opaco	( $f_v$ ) de poros na c. de corpo
1	21.30%	1.78%
2	25.69%	2.78%
3	25.14%	2.16%
4	20.75%	1.14%
5	23.46%	2.13%

Tabela 6- Frações volumétricas ( $f_v$ ) das cerâmicas de recobrimento e opaca.

## 5.6- ANÁLISE FRACTOGRÁFICA E EDS DO SISTEMA METAL-CERÂMICA

O estudo das fractografias e EDS dos corpos de prova fraturados nos mostra que as fraturas ocorreram inteiramente na cerâmica não havendo nenhuma exposição do metal na superfície fraturada.

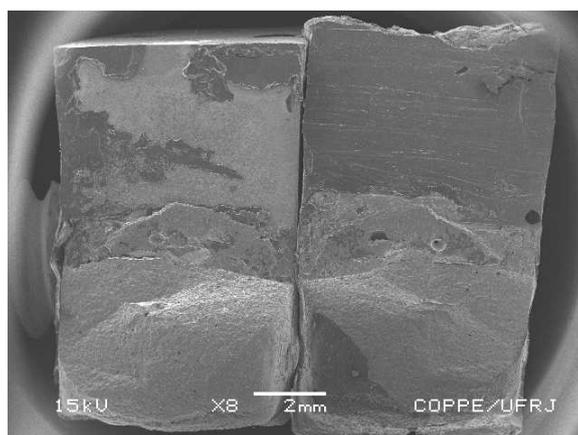
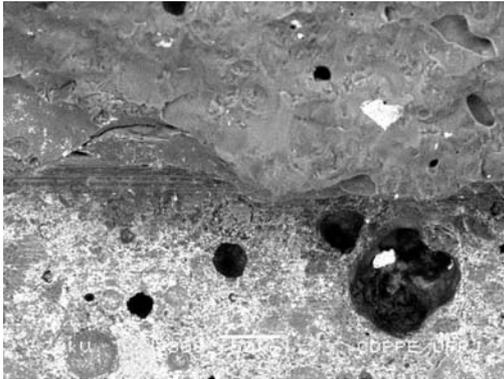
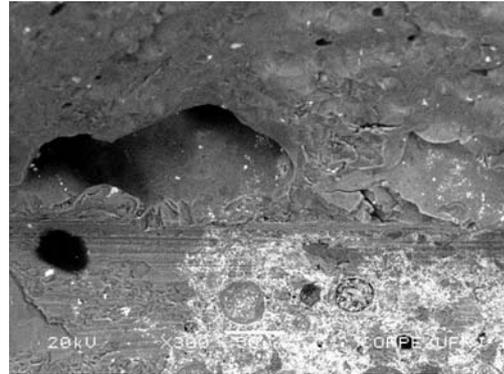


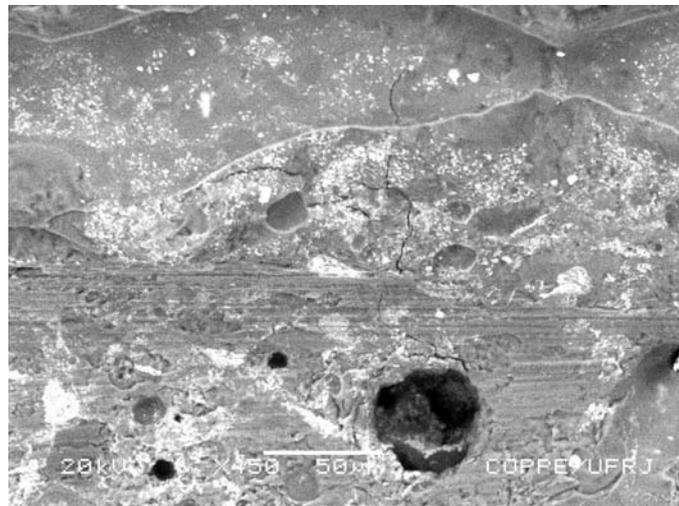
Figura 16- Foto do corpo de prova depois de fraturado, mostrando que a fratura está toda compreendida na cerâmica.



(a)



(b)



(c)

Figura 17- (a) e (b) fractografias dos corpos de prova em metal-cerâmica, (c) fractografia dos corpos de prova em cerâmica pura.

### 5.7-ANÁLISE DO CAMINHO DA TRINCA DO SISTEMA METAL-CERÂMICA

Ao avaliarmos o caminho que a trinca percorreu durante a fratura no teste de flexão de quatro pontos percebemos que só há participação da cerâmica de recobrimento na fratura não havendo participação da cerâmica opaca no processo, conforme indicado na figura 18.

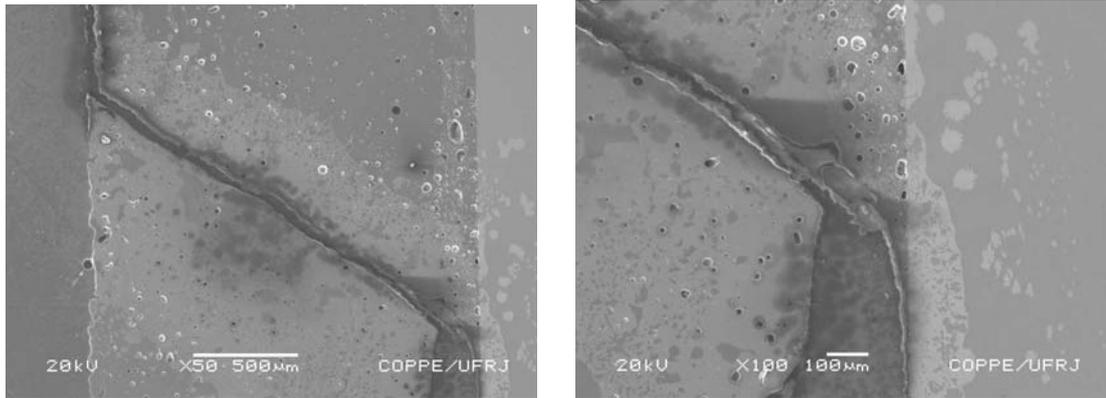


Figura 18- Foto do caminho da trinca em metal-cerâmica (a) foto em menor aumento (lado direito metal e lado esquerdo cerâmica) (b) foto em maior aumento (lado direito metal e lado esquerdo cerâmica).

### 5.8- ANÁLISE DA UNIÃO METAL-CERÂMICA

Foi analisada a interação dos componentes químicos da liga metálica com os componentes cerâmicos na zona de interface deste sistema.

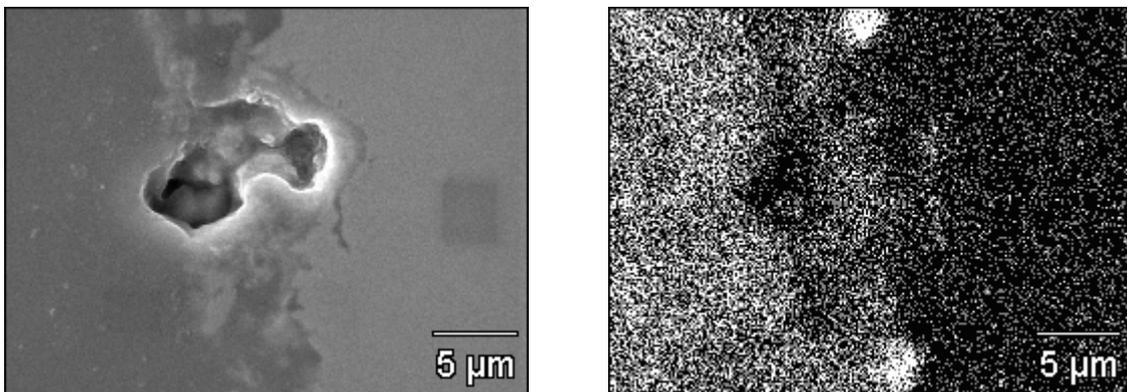


Figura 19- Foto da união entre o metal e a cerâmica e o mapa de distribuição do Al na união entre metal e cerâmica mostrando grande concentração deste na interface (do lado direito encontramos o metal e do lado esquerdo a cerâmica)

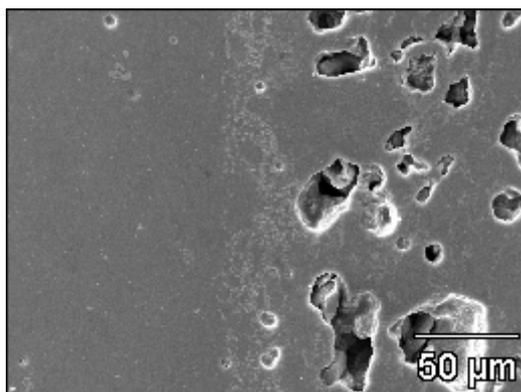
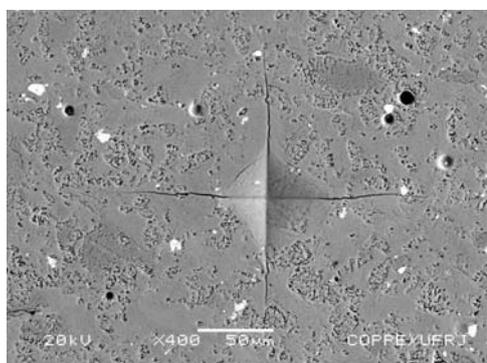


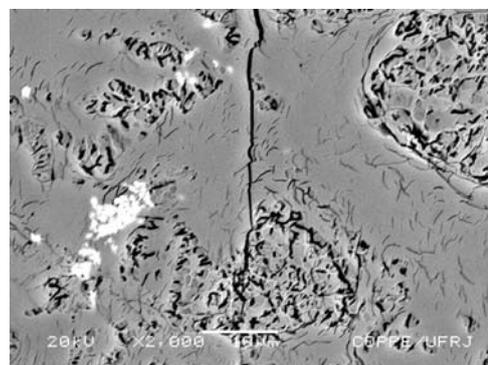
Figura 20- Foto mostrando a união entre metal e cerâmica sem a presença de descontinuidade (“gaps”).

### 5.9- ANÁLISE MICROESTRUTURAL DO CAMINHO DA TRINCA

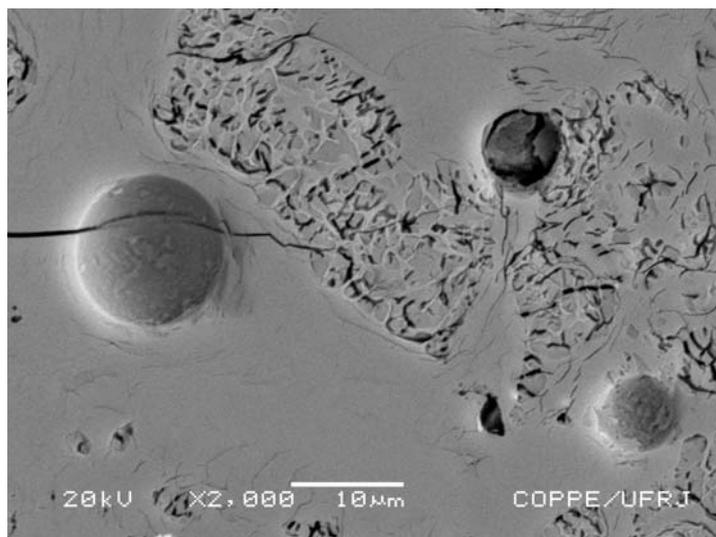
Foram avaliados em (MEV) o comportamento do caminho da trinca após a indentação Vickers de acordo com a microestrutura do material e esta demonstrada nas figuras 21 e 22.



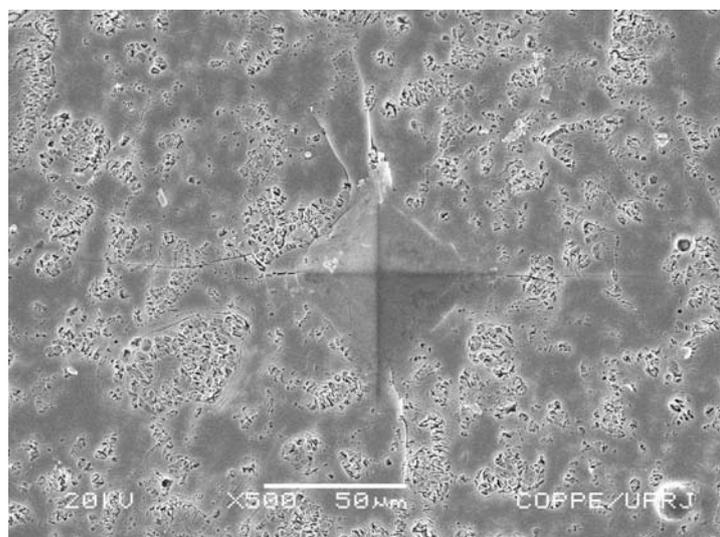
(a)



(b)

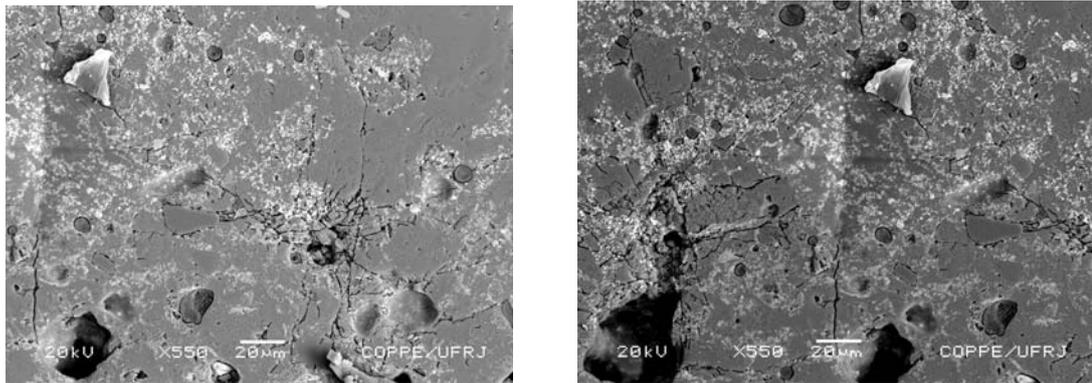


(c)



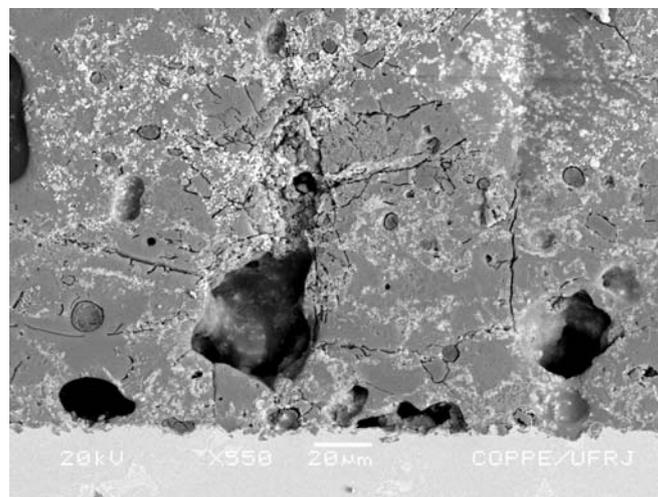
(d)

Figura 21- Análise do caminho da trinca na cerâmica de corpo após a indentação (a) e (d) visão geral da indentação e a sua microestrutura (b) e (c) visão da trinca diminuindo quando encontra o cristal de leucita.



(a)

(b)



(c)

Figura 22- Análise do caminho da trinca na cerâmica opaca após a indentação Vickers (a) visão da ponta da trinca causada pela indentação encontrando as microtrincas pré-existentes no material (b) visão geral da indentação (c) visão da indentação encontrando as microtrincas perto do metal.

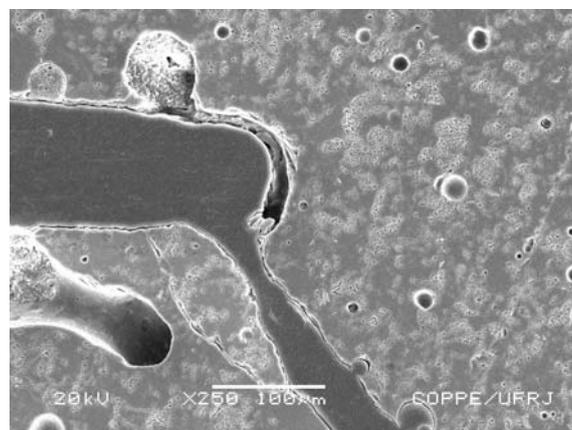
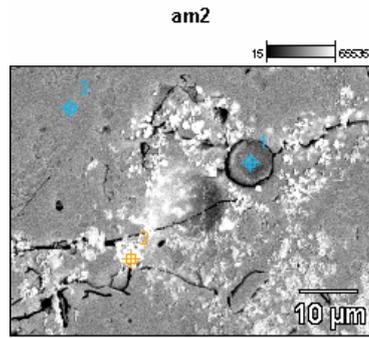
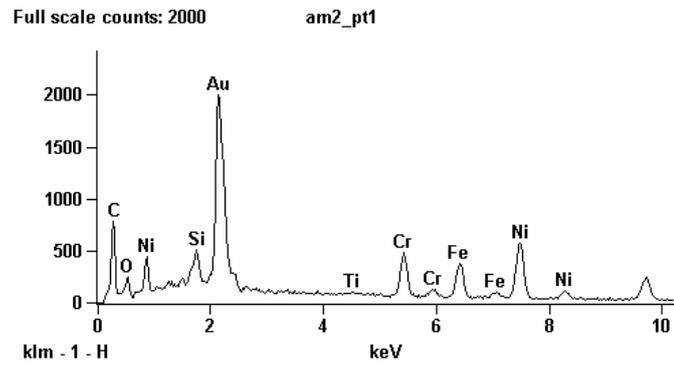


Figura 23- Foto da ponta da trinca no corpo de prova em cerâmica pura.



(a)



(b)

Figura 24- (a) micrografia da cerâmica opaca (b) EDS de um poro assinalado com o numero 1 mostrando a presença de Ni e Cr em seu interior.

## 6-DISCUSSÃO

### 6.1- CARACTERÍSTICAS DO SISTEMA METAL-CERÂMICO

Na odontologia são largamente utilizados trabalhos protéticos em metal-cerâmica, pois este sistema se presta tanto para confecção de coroas unitárias quanto de próteses extensas, com resultados estéticos satisfatórios, boa resistência mecânica, bom custo e boa aceitação tanto pelos pacientes quanto pelos dentistas. Embora tenha havido avanços no desenvolvimento de materiais restauradores totalmente cerâmicos, estes ainda apresentam algumas limitações, as quais vem sendo preenchidas satisfatoriamente pelas próteses em metalocerâmicas.

A liga escolhida neste trabalho é a de NiCr e o sistema cerâmico o VMK 95 (VITA) por serem amplamente utilizados em odontologia e apresentarem uma boa quantidade de trabalhos publicados relativos à suas propriedades físicas e mecânicas. Entretanto, verifica-se que há lacunas a serem preenchidas, principalmente quanto à tenacidade à fratura desse sistema, configurando-se assim um tema de grande interesse odontológico.

O sistema estudado é caracterizado por uma cerâmica que se une a uma liga metálica através de uma camada de óxidos formada previamente na superfície do metal. Segundo MARCKET *et al* (1988) a eficiência da união entre o metal e a cerâmica é fortemente dependente das características dessa camada de óxidos. A primeira camada de cerâmica aplicada é o opaco, que ficará em contato com os óxidos da superfície metálica, seguindo-se da cerâmica de corpo que se constitui na maior porção da prótese.

A liga metálica antes de receber a camada cerâmica é submetida a um tratamento de superfície, que é primordial para que ocorra uma forte união entre o metal e a cerâmica. JOHNSON *et al* (2005) ressaltou ser o Al o responsável pela melhora da união entre metal e opaco, que aparece em grande parte devido ao tratamento de superfície com jateamento de óxido de alumínio. O Al forma  $Al_2O_3$  diminuindo a formação de  $Cr_2O_3$ , este por sua vez altera o coeficiente de expansão térmica da cerâmica se estiver em grande quantidade na superfície metálica, produzindo uma ligação fraca entre metal e cerâmica. Foi constatado neste trabalho com auxílio do microscópio eletrônico de varredura (MEV) que o Al parece realmente ser de grande importância para uma união entre metal e cerâmica como mostra a figura 19.

No processo de preparação dos corpos de prova foi observado que quando o jateamento com óxido de alumínio na superfície metálica apresentava alguma falha, a cerâmica se desprendia facilmente da superfície metálica após a sinterização.

As análises em (MEV) da região da interface metal/cerâmica (figura 20) são similares às aquelas encontradas na literatura (HEGEDUS *et al*, 2002) e (PASK e TOMSIA, 1988). Verifica-se que não há áreas de descontinuidade entre metal e cerâmica (“gaps”).

O opaco, que é a primeira camada de cerâmica aplicada sobre o metal, apresenta muitas áreas de porosidade. Segundo O'BRIEN *et al* (1994) esta porosidade se deve à difusão de óxidos da superfície metálica em direção a cerâmica. As análises em EDS nessa região de porosidade do opaco indicaram a presença de Ni e Cr (figura 23), e portanto estão de acordo com os dados da literatura.

A camada de opaco apresenta uma fração volumétrica de poros em torno de 23,26%, enquanto que na camada de cerâmica de recobrimento é de 1,99%.

A análise por MEV da microestrutura da cerâmica de corpo e opaca (figura 21 e 22) é representativa da cerâmica feldspática contendo leucita estando de acordo com as microestruturas apresentadas na literatura (MACKERT *et al*, 1986) e (CATTELL *et al*, 2005).

A cerâmica de recobrimento (corpo e opaca) apresenta um coeficiente de expansão térmica menor que os metais e ligas metálicas comumente empregadas na confecção de próteses (metal-cerâmica). Porém com a introdução da leucita ( $\text{KAlSi}_2\text{O}_6$ ), nesta matriz cerâmica que se caracteriza por apresentar coeficiente de expansão térmica maior, é possível realizar ajustes de composição que levem a uma aproximação do coeficiente de expansão térmica da cerâmica de recobrimento aquele do metal da infraestrutura (MACKERT *et al*, 1986).

Os cristais de leucita como apresentam coeficiente de expansão térmica maior que o da matriz, quando ocorre o resfriamento do material, depois da sinterização, temos diferentes contrações entre a leucita e a matriz, produzindo também inúmeras micro trincas tanto no opaco quanto na cerâmica de recobrimento, por isso a microestrutura da cerâmica de recobrimento se apresenta toda trincada.

As diferenças de expansão térmica entre o metal e a cerâmica produzem tensões residuais compressivas na cerâmica (WATAHA e MESSER, 2004).

As tensões compressivas são componentes vetoriais de valores negativos e as tensões trativas positivas. A tensão resultante da aplicação das cargas mastigatórias será a soma algébrica dessas tensões, podendo ter como resultado final componentes trativas menores ou nulas sobre o material, promovendo assim uma maior resistência à propagação de trincas.

## 6.2- TENACIDADE À FRATURA

É significativo o número de técnicas de ensaios citadas na literatura visando a avaliação da resistência mecânica das junções metal-cerâmica utilizadas em restaurações na odontologia. Uma revisão sobre o tema é apresentada por Hammad *et al* (1996). Nestes testes, as características principais de destaque referem-se às geometrias das amostras e o modo de carregamento dos ensaios, de modo a simular as condições de tensões predominantes nessas interfaces quando em uso como restaurações. Trata-se, portanto, de ensaios que procuram avaliar o desempenho dos sistemas metal-cerâmica a partir da determinação da tensão crítica de fratura na interface. Assim, são ensaios que permitem comparações entre sistemas constituídos de diferentes tipos de metais (ou ligas metálicas) e cerâmicas, formados a partir de tratamentos térmicos específicos utilizados para constituir a junção entre os pares. Ou seja: elevado valor da tensão de fratura significa melhor resistência da junção, portanto, uma melhor qualidade do sistema metal-cerâmica. Se por um lado estes ensaios são valiosos quanto à classificação e comparações entre os diversos sistemas metal-cerâmica disponíveis no mercado para uso odontológico, os seus resultados são limitados no que se refere às informações mais fundamentais quanto à resistência mecânica e de tenacidade associados às diferentes classes de materiais que se formam durante a junção entre o metal e a cerâmica: cerâmica de corpo, opaco, camada de óxidos e o metal. Além disso, os resultados da tensão de fratura desses ensaios não permitem uma avaliação quanto aos defeitos / trincas que possam surgir durante o uso das restaurações (crescimento de trincas devido às condições de cargas cíclicas aplicadas nas restaurações e/ou das condições ambientais que envolvem a restauração), ou seja, o tamanho de trinca crítica para fratura. Para responder a essas questões se faz necessária a aplicação dos conceitos de tenacidade à fratura e a realização dos seus ensaios.

Nos ensaios de tenacidade à fratura um dos aspectos de destaque refere-se à localização da trinca no corpo de prova, seu comprimento e agudeza da sua ponta. Estes cuidados estão relacionados à garantia de que a ponta da trinca esteja localizada na região de interesse, que o campo de tensões à frente da trinca seja representativo da condição de maior severidade quanto a essas tensões, e que o modo de abertura da trinca seja o mais desfavorável à resistência do material (Modo I). Todos estes aspectos estão assegurados nas normas que regem os ensaios de tenacidade à fratura. Entretanto, quando se trata da avaliação da tenacidade à fratura de interfaces, como é o caso da junção metal-cerâmica, surgem diversas dificuldades para garantir essas condições nos ensaios: como garantir a localização da trinca pontiaguda na região da

interface? Qual a relação dimensional entre a trinca pontiaguda (preferencialmente de fadiga) e a região de interface? A zona de processo envolvida pela ponta da trinca será capaz de envolver a camada de óxido e/ou a camada cerâmica aderida a essa camada de óxido?

Algumas técnicas de ensaios têm sido sugeridas na literatura visando à avaliação da tenacidade em interfaces metal-cerâmica (CHARALAMBIDES *et al.*, 1989). Nestes ensaios a trinca de fadiga estará localizada na camada de união (óxidos/cerâmico), ou a uma distância ( $h$ ) dessa união – seja no metal ou na cerâmica. Os aspectos de realce nessa abordagem dizem respeito aos campos de tensões à frente da trinca ( $K_I$  e  $K_{II}$ ) – que são dependentes das propriedades elásticas do metal ( $E_m$ ,  $\nu_m$ ) e da cerâmica ( $E_c$  e  $\nu_c$ ), e como isso pode afetar o caminho da trinca: se a trinca permanece na interface ou afasta-se da interface em direção à cerâmica ou para o metal (DALGLEISH e EVANS, 1988) e (EVANS e DALGLEISH, 1993).

Além das dificuldades inerentes à confecção dos corpos de prova para os ensaios referidos no parágrafo anterior, no presente trabalho o interesse principal refere-se à iniciação de fratura e a associação deste evento com as características microestruturais dos materiais. Portanto, foi feita a opção pelos ensaios de tenacidade à fratura utilizando-se os métodos da indentação e do entalhe pontiagudo na região da junção metal - cerâmica.

## MÉTODO DA INDENTAÇÃO

As técnicas da indentação apresentam algumas particularidades que as tornam atrativas quanto à determinação da tenacidade à fratura do sistema metal-cerâmico: a reduzida dimensão do indentador permite uma avaliação da tenacidade de camadas de pequenas espessuras (como é o caso da camada de óxido); devido à elevada dureza e agudeza da ponta do indentador, as tensões locais à sua frente alcançam valores significativamente altos permitindo o ensaio de materiais de dureza muito elevada, como é o caso dos materiais cerâmicos; a zona de processo associada à pré-trinca durante este ensaio é muito reduzida, o que permite a avaliação da tenacidade em regiões selecionadas da amostra, mesmo que seja de pequena espessura; as análises por microscopia ótica e/ou eletrônica permitem quantificar com precisão o comprimento da trinca no ensaio, bem como o seu caminho percorrido no material, e com isso são realçadas as características microestruturais do material (porosidade, fases, trincas pré-existentes, etc) e como estas microestruturas poderão afetar os valores de tenacidade à fratura. Por outro lado, devido a essa reduzida dimensão do indentador, o campo de

tensões à sua frente não será capaz de englobar (conter simultaneamente / de uma só vez) todo o conjunto de materiais que constituem a interface metal-cerâmica: metal / óxido / opaco / cerâmica de corpo.

Na literatura há um número significativo de resultados de tenacidade à fratura obtidos a partir de ensaios de indentação relativos às camadas que constituem a junção metal-cerâmica de vários sistemas utilizados na fabricação de próteses metalocerâmicas (RISKALLA e JONES, 2004). Estes resultados serão utilizados como valores de referência a serem comparados com os valores encontrados no presente estudo.

A Tabela 3 apresenta os valores de tenacidade à fratura obtidos pelo método da indentação do opaco e da cerâmica de corpo: 2,19MPa m<sup>1/2</sup> e 1,29MPa m<sup>1/2</sup>, respectivamente, considerando-se a média de 5 e 17 ensaios. Estes valores podem ser comparados com os resultados de RISKALLA e JONES (2004) para os mesmos materiais. Estes autores obtiveram valores de  $K_{IC}$ , que variaram de 0,94MPa m<sup>1/2</sup> a 1,64MPa m<sup>1/2</sup> com os maiores valores associados às cerâmicas opacas quando comparadas com os valores das cerâmicas de corpo e incisais estudadas.

As análises em MEV das indentações (Figuras 21 e 22) revelaram na microestrutura desta cerâmica a existência de trincas, que se formaram devido à contração da leucita durante o resfriamento após a sinterização. É verificado então um mecanismo de tenacificação do material cerâmico pelo trincamento prévio, descrito por BENNISON (1998), já que quando a trinca produzida pelo indentador avança encontra uma região pré-trincada (“roseta” de trincas) à sua frente fazendo com que a sua ponta se bifurque (mecanismo de perda de energia) e assim, cesse o seu avanço. No caso do opaco há uma maior quantidade de áreas pré-trincadas (“rosetas”) e assim uma maior probabilidade de regiões propícias à parada das trincas que emergem da indentação. Na cerâmica de corpo essas regiões pré-trincadas se encontram mais espaçadas permitindo que a trinca produzida pelo indentador caminhe mais livremente pelo material resultando em valores mais baixos de tenacidade à fratura quando comparados com os valores obtidos para o opaco, já que no método de medida de tenacidade à fratura por indentação os valores são calculados a partir dos comprimentos das trincas produzidas na indentação: quanto maior a trinca menor a tenacidade à fratura.

Outro mecanismo de tenacificação da cerâmica feldspática com cristais de leucita é dado pelas tensões residuais compressivas. Ao redor de cada cristal de leucita (durante o resfriamento) o vidro trinca-se porque não suporta a tensão trativa na interface, mas mesmo assim continua sendo puxado em direção ao mesmo cristal de leucita (ou seja está sob compressão). Quando uma tensão trativa externa tenta abrir essas trincas, terá primeiro que superar a tensão compressiva existente para depois evoluir trativamente,

não tendo força suficiente para levar a cerâmica até seu limite elástico as trincas não caminham.

#### MÉTODO DE DOBRAMENTO EM 4 PONTOS COM ENTALHE PONTIAGUDO

Neste ensaio, o aspecto de destaque refere-se à zona de processo associada ao entalhe pontiagudo localizado na junção metal-cerâmica (Figura18). Observa-se que o plano do entalhe – alinhado com a extremidade do entalhe - se localizou preferencialmente na região do opaco. As análises dos campos de tensões associados à ponta de entalhes podem ser feitas utilizando-se o fator de concentração de tensões ( $K_t$ ) bem como pelo fator de intensidade de tensões ( $K$ ). No caso de uma abordagem através do ( $K_t$ ), a tensão máxima em tração localiza-se no plano da trinca / entalhe na região adjacente à sua extremidade. Este valor máximo é dado pela Equação 1 onde “a” é o tamanho e  $\rho$  é o raio da ponta da trinca / entalhe. Observa-se que para um determinado tamanho de trinca, a tensão cresce com a diminuição do raio da ponta da trinca.

Quanto ao parâmetro  $K$ , que também descreve o campo de tensões em torno de trincas / entalhes, a Equação 8 considera que o raio da ponta da trinca aproxima-se de zero (trinca de fadiga). Os valores das tensões são crescentes ao se aproximar da extremidade da trinca. Nestas equações os valores das tensões também dependem do ângulo em relação ao plano da trinca.

Em qualquer dos dois casos ( $K_t$  ou  $K$ ), as tensões de tração são máximas na região adjacente à ponta da trinca, e os seus valores caem ao se distanciar da extremidade. No caso de uma trinca extremamente pontiaguda, como aquela associada ao ensaio de indentação, as tensões na extremidade são muito elevadas ( $\rho \rightarrow 0$ ) mas caem bruscamente com a distância em relação a ponta. Quando se trata de entalhe (ensaio de dobramento) as tensões na sua extremidade são menores ( $\rho$  entre 54 e 69  $\mu\text{m}$  no presente trabalho) quando comparadas àquelas associadas à trinca de indentação ( $\rho \rightarrow 0$ ), mas a diminuição dos seus valores com o afastamento da ponta da trinca é mais suave. Esta região onde as tensões são modificadas devido à presença de trincas / entalhe é referida como zona de processo, pois nela se desenvolvem os micromecanismos de fratura.

Os modelos de fratura microscópicos (RITCHIE *et al*, 1973) estabelecem como critério de fratura frágil (sem deformação plástica - característica dos materiais cerâmicos na temperatura ambiente) o que se segue: (i) haverá fratura quando a tensão local máxima for igual ou superior ao valor da tensão microscópica de fratura ( $\sigma_f^*$ ) do material;

(ii) que a extensão (comprimento), à frente da ponta da trinca, sobre a qual esta tensão máxima atende a condição (i) seja suficiente para conter elementos da microestrutura que atuem como núcleos de iniciação e propagação da trinca (poros, inclusões, microtrincas, contornos de grão, etc.) – conceito de distância característica ( $l^*$ ). Ou seja, para que ocorra fratura as duas condições devem ser satisfeitas simultaneamente: a tensão máxima ( $\sigma_m$ ) deverá ser maior ou igual à tensão crítica de fratura do material ( $\sigma_f^*$ ) sobre uma extensão à frente da ponta da trinca maior ou igual ao valor da distância característica ( $l^*$ ).

No caso dos ensaios utilizando corpos de prova sob dobramento por meio de 4 pontos, utilizados neste trabalho para avaliar a tenacidade à fratura da junção metal – cerâmica, as tensões locais máximas (que dependem do raio  $\rho$  da ponta do entalhe – valor médio de 60,8  $\mu\text{m}$  – Tabela 4) são menores quando comparadas com as tensões do ensaio de indentação ( $\rho \rightarrow 0$ ). Porém, na região do material à frente do entalhe, onde as tensões de tração ainda mantêm valores elevados (maior que  $\sigma_f^*$ ), sendo mais extensa, poderá conter um número significativo de defeitos, facilitando assim a iniciação de fratura de modo instável (fratura frágil) - esta região onde as tensões são superiores à  $\sigma_f^*$  alcançaram com maior facilidade o valor da distância característica  $l^*$ .

Na Figura 18 verifica-se que a ponta do entalhe (valores de  $\rho$  entre 54 e 69  $\mu\text{m}$ ) está contida na região do opaco (com espessura da ordem de 150  $\mu\text{m}$ ). Este material se caracteriza por uma grande incidência de poros (valores da Tabela 6) e áreas com microtrincas associadas à fase feldspática – Figura 22. Portanto, haverá um maior número de defeitos contidos na zona de processo. Isto poderia explicar os valores mais baixos da tenacidade à fratura obtidos nos ensaios de dobramento para a junção metal – cerâmica (valor médio de  $K_{IC} = 0,44 \text{ MPa m}^{1/2}$ ), tendo em vista que a área que se encontra sob o campo de tensões associadas à pontado entalhe é aquela correspondente ao material opaco. Observe-se que esta região do material, quando avaliado pelo ensaio de indentação, apresentou valor médio de  $K_{IC} = 2,19 \text{ MPa m}^{1/2}$ . Estes resultados indicam o efeito das diferentes *zonas de processo* associadas à trinca / entalhe inerentes a cada tipo de ensaio (indentação / dobramento).

As análises fractográficas (Figura 17) destes corpos de prova revelaram a presença de trincas na região à frente da ponta do entalhe, que podem atuar como núcleos para o processo de fratura.

Quanto à propagação da trinca essa não se fez na região do opaco: a trinca se propaga em direção à cerâmica de recobrimento. Este caminho de desvio na propagação da trinca poderá ser explicado pelo complexo campo de tensões associado às

características elásticas bem distintos associado ao metal e a cerâmica que constituem a junção em estudo. (HUTCHINSON *et al.*, 1987) e (EVANS e DALGLEISH, 1993)

Quando são analisados os corpos de prova de metal-cerâmica e de cerâmica pura para flexão em quatro pontos a zona de processo contém microestruturas bastante distintas, já que na cerâmica pura temos um único material enquanto no metal-cerâmico temos uma união de opaco + cerâmica de recobrimento + camada de óxidos + metal, sendo assim encontramos vários materiais distintos influenciando na zona de processo deste corpo de prova.

SUANSUWAN e SWAIN (1999) obtiveram valores de  $G_C$  (taxa de liberação de energia de deformação crítica) da interface de um sistema metal-cerâmica utilizando uma liga de NiCr através de metodologia desenvolvida por CHARALAMBIDES *et al* (1989). Utilizando-se a equação 17 obteve-se o valor de  $K_{IC}$  de  $3,0 \text{ MPa m}^{1/2}$ . Comparando-se com os valores médios de  $K_{IC}$  de  $1,29 \text{ MPa m}^{1/2}$  para cerâmica de corpo (dentina) e de  $2,19 \text{ MPa m}^{1/2}$  para cerâmica opaca, obtidos no presente trabalho pelo método da indentação e de  $0,67 \text{ MPa m}^{1/2}$  para a cerâmica de corpo (dentina) utilizando-se o método de flexão em quatro pontos, de modo que a tenacidade à fratura da união metal-cerâmica (camada de óxidos) apresenta valor de  $K_{IC}$  maior quando comparado com os materiais que constituem a junção metal-cerâmica isoladamente: opaco e cerâmica de corpo. Este fato é reforçado pelas observações dos ensaios de dobramento em 4 pontos: em nenhum ensaio ocorreu a separação entre metal e cerâmica, sugerindo que o mecanismo de iniciação da trinca neste sistema ocorra na cerâmica de recobrimento nas áreas de trincas ou defeitos pré-existentes.

Em testes de cisalhamento com sistemas metal-cerâmico (MELO *et al*, 2005) constataram que as fraturas eram todas adesivas (na interface) e coesivas (interior da cerâmica), caracterizando também uma forte união entre metal e cerâmica.

Durante o processo de confecção dos corpos de prova foi notado que além do tratamento de superfície ser primordial para a união metal-cerâmica, um outro fator importante para a resistência mecânica desta união é a quantidade de cerâmica de corpo aplicada na superfície metálica, já que durante o processo de sinterização haverá a contração desta cerâmica, onde quanto maior a quantidade aplicada maior será a contração havendo o desprendimento da camada de cerâmica expondo o metal.

Alguns autores GOODACRE *et al* (2003), PALMQVIST e SWARTZ (1993) e COORNAERT *et al* (1984), relatam casos de perda de trabalhos protéticos de metal-cerâmica a partir do acompanhamento destes trabalhos na cavidade oral por fratura da cerâmica de cobertura que foram em torno de 3 a 6% com a exposição ou não do metal da infra-estrutura. OZCAN (2003) também avaliou o índice de falhas de trabalhos

protéticos em metalocerâmica, através de uma revisão de literatura, e destacou os fatores mais comuns que levam a perda destes trabalhos, tais como: ranhuras ou riscos na superfície da cerâmica (por serem concentradores de tensões na superfície da restauração); erros na técnica de aplicação da cerâmica, deixando bolhas internas (concentradores de tensão no interior da cerâmica de recobrimento) ou fazendo a camada de cerâmica muito fina ou muito grossa; confecção de preparos inadequados no dente não permitindo que a espessura adequada seja respeitada; falha do profissional no ajuste oclusal do trabalho (não distribuindo as tensões de forma equilibrada no dente e restauração) e por último pacientes que tenham hábitos parafuncionais (pacientes que façam bruxismo, apertamento dentário ou qualquer outro hábito que produza tensões exacerbadas no dente e restauração). Com isso concluímos que se respeitarmos as técnicas de confecção dos preparos protéticos assim como as técnicas laboratoriais e ajustes oclusais, teremos uma grande longevidade de nossos trabalhos em metal-cerâmica como também de outros sistemas cerâmicos utilizados em odontologia.

## 7-CONCLUSÕES

A partir dos dados analisados, as conclusões são:

1-A união entre metal-cerâmica (NiCr/Cerâmica feldspática) mostrou ser bem efetiva, apresentando boa resposta quando submetida ao teste de flexão em quatro pontos, tendo em vista que não houve em nenhum dos corpos de prova o “descolamento” entre o metal e a cerâmica.

2-As fraturas no sistema metal-cerâmica ocorreram todas na cerâmica de recobrimento, não havendo em nenhum corpo de prova o caminho da trinca pela interface.

3-A cerâmica opaca do sistema estudado apresentou valores de tenacidade à fratura ( $K_{IC}$ ) estatisticamente maior que a cerâmica de corpo do mesmo sistema (VMK 95-VITA) quando comparados através do método de indentação.

4-As microtrincas juntamente com as tensões compressivas residuais presentes na cerâmica feldspática com leucita no sistema metal-cerâmico é um mecanismo tenacificador do material.

## 8-REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS:

Annual Book of ASTM Standards, 1970 .part 31 "Tentative method of test for plane-strain fracture toughness of metallic materials" método E-399, pp.911-27.

ANSTIS, G.R., CHANTIKUL, P., LAWN, B.R., *et al.*, 1981, "A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I Direct crack measurements", **J. Am. Ceram. Soc.**, v. 64, pp. 533-38.

CASTELLANI, D., BACCETTI, T., GIOVANNONI, A., *et al.*, 1994, "Resistance to fracture of metal ceramic and all-ceramic crowns", **Int. J. Prosthodont.**, v. 7, n. 2, pp. 149-54.

CATTELL, M. J., CHADWICK, T. C., KNOWLES, J. C., *et al.*, 2005, "The crystallization of an aluminosilicate glass in the  $K_2O-Al_2O_3-SiO_2$  system" **Dent. Mater.**, v. 20, pp. 1-12.

CHARALAMBIDES, P. G., LUND, J., EVANS, A. G., *et al.*, 1989, "A test specimen for determining the fracture resistance of bimaterial interfaces", **J. Applied Mechanics, Transaction of ASME**, v.56, (Mar), pp.77-82.

COORNAERT, J., ADRIANS, P., DE BOEVER, J., 1984, "Long-term clinical study of porcelain-fused-to-gold restorations", **J. Prosthet. Dent.**, v. 51, n. 3 (Mar.), pp. 338-42.

DALGLEISH, B. J., LU, M. C., EVANS, A. G., 1988, "The strength of ceramics bonded with metals", **Acta Metall.**, v.36, n.8, pp. 2029-2035.

DE JAGER, N., DE KLER, M., VAN DER ZEL, J. M., 2006, "The influence of different core material on the FEA- determined stress distribution in dental crowns", **Dent. Mater.**, v. 22, pp. 234-42.

DEKON, S. F. C., VIEIRA, L. F., BONFANTE, G., 1999, "Avaliação da resistência de união metalocerâmica em função de diferentes tempos de oxidação prévia", **Rev. Odontol. Univ. São Paulo**, v. 13, n. 1(jan. /mar.), pp. 57-60.

DENRY, I. L., HOLLOWEY, J. A., ROSENTIEL, S. F., 1998, "Effect of ion exchange on the microstructure, strength and thermal expansion behavior of a leucite-reinforced porcelain", **J. Dent. Res.**, v. 77, n. 4 (Apr.), pp. 583-8.

DIAS, A. H. M., MYASHITA, E., NONO, M. C. A., *et al.*, 2005, "Avaliação mecânica e microstrutural da interface ceramo-cerâmica", **Cienc. Odontol. Bras.**, v. 8, n. 2 (abr/jun), pp. 31-8.

DIETER, G. E., 1988, **Mechanical metallurgy**. London, SI Metric Edition, McGraw-Hill Book Company.

EVANS, A. G., DALGLEISH, B. J., 1993, "The fracture resistance of metal – ceramic interfaces", **Mat. Sci. Eng.** v. A162, pp. 1-13

EWALDS, H. L., WANHILL, R. J. H., 1986, **Fracture Mechanics**. 3 ed. London, Delftse V. M.

FISCHER, H., MART, R., 2002, "Fracture toughness of dental ceramics: Comparison of bending and indentation method", **Dent. Mater.**, v. 18, pp. 12-19.

GOODACRE, J. C., BERNAL, G., RUNGCHARASSAQENG, K., *et al.*, 2003, "Clinical complications in fixed prosthodontics", **J. Prosthet. Dent.**, v. 90, n. 1 (Jul), pp. 31-41.

GUAZZATO, M., ALBAKRY, M., SWAIN, M. V., *et al.*, 2002, "Mechanical properties of In-Ceram alumina and In-Ceram zirconia", **Int. J. Prosthodont**, v. 15, n. 4 (jul. /ago.), pp. 339-46.

HAMMAD, I. A., TALIC, Y. F., 1996, "Designs of bond strength tests for metal-ceramic complexes: Review of the literature", **J. Prosthet. Dent.**, v. 75, n. 6, pp. 602-8.

HEGEDUS, C., DARÓCZI, L., KÖKÉNYESI, V., *et al.*, 2002, "Comparative microstructural study of the diffusion zone between NiCr alloy and different dental ceramics", **J. Dent. Res.**, v. 81, n. 5, pp. 334-7.

HOFSTEDE, T. M., ERCOLI, C., GRASER, G. N., *et al.*, 2000, "Influence of metal surface finishing on porcelain porosity and beam failure loads at the metal-ceramic interface", **J. Prosthet Dent.**, v. 84, n. 3 (sep.), pp. 309-17.

HUANG, H. H., LIN, M. C., LEE, T. H., *et al.*, 2005, "Effect of chemical composition of Ni-Cr dental casting alloys on the bonding characterization between porcelain and metal", **J. Oral Rehabil.**, v. 32, n. 3 (Mar.), pp. 206-12.

HUTCHINSON, J. W., MEAR, M. E., RICE, J. R., 1987, "Crack paralleling an interface between dissimilar materials", **J. of Appl. Mech.**, Trans. of the ASME, v.54, pp. 828 - 832

JOHNSON, T., VAN NOORT, R., STOKES, C. W., 2005, "Surface analysis of porcelain fused to metal systems", **Dental materials**, v. 22, pp. 330-37.

LAWN, B. R., BENG, Y. D., THOMPSON, V. P., 2004, "Materials design in the performance of all-ceramic crowns", **Biomaterials**, v. 25, pp. 2885-92.

LEIBROCK, A., DEGENHART, M., BEHR, M., *et al.*, 1999, "In vitro study of the effect of thermo and load-cycling on the bond strength of porcelain repair systems", **J.Oral Rehabil.**, v. 26, pp. 130-7.

MACKERT, Jr., J. R., BUTTS, M. B., FAIRHURST, C. W., 1986, "The effect of the leucite transformation on dental porcelain expansion", **Dent. Mater.**, v. 2, pp. 32-6.

MACKERT, Jr., J. R., RINGLE, R. D., PARRY, E. E., *et al.*, 1988, "The relationship between oxide adherence and porcelain-metal bonding", **J. Dent. Res.**, v.67, n.2 (fev), pp.474-478.

McNANEY, J. M., CANNON, R. M., RITCHIE, R. O., 1996, "Fracture and fatigue-crack growth along aluminum-alumina interfaces", **Acta Mater.**, v.44, n.12, pp.4713-4728.

MELO, R. M., TRAVASSOS, A. C., NEISSER, M. P., 2005, "Shear bond strengths of a ceramic system to alternative metal alloys", **J. Prost. Dent.**, v. 93, n. 1, pp. 64-9.

O'BRIEN, W. J., BOENKE, K. M., GROH, C. L., 1994, "Evaluation of some properties of an opaque porcelain fired simultaneously with the body porcelain", **J. Prost. Dent.**, v.72, n.4, pp.414-9.

O'CONNOR, R. P., MACKERT, J. R., MYERS, M. L., *et al.*, 1996, "Castability, opaque masking, and porcelain bonding of 17 porcelain-fused-to-metal alloys" **J. Prost. Dent.**, v. 75, n. 4 (abr), pp. 367-74.

ÖZCAN, M., NIEDERMEIER, W., 2002, "Clinical study on the reasons for and location of failures of metal-ceramic restorations and survival of repairs" **Int. J. Prosthodont.**, v. 15, n. 3, pp. 299-302.

ÖZCAN, M., 2003, "Fracture reasons in ceramic-fused-to-metal restorations", **J. Oral Rehabil.**, v. 30, pp. 265-9.

PALMQVIST, S., SWARTZ, B., 1993, "Artificial crowns and fixed partial dentures 18 to 23 years after placement", **Int. J. Prosthodont**, v. 6, n. 3 (mai/jun), pp. 279-85.

PASK, J. A., TOMSIA, A. P., 1988, "Oxidation and ceramic coatings on 80Ni20Cr alloys", **J. Dent. Res.**, v. 67, n. 9, pp. 1164-71.

RITCHIE, R. O., KNOTT, J. F., RICE, J. R., 1973, **J. Mech. Phys. Solids**, v.21, n.6, pp. 395-410.

RITCHIE, R. O., FRANCIS, B., SERVER, W. L., 1976, "Evaluation of toughness in AISI 4340 steel austenitized at low and high temperatures" **Met. Transa.**, v.7A, pp.831-38.

RIZCALLA, A.S., JONES, D.W., 2004, "Indentação fracture toughness and dynamic elastic moduli for commercial feldspathic dental porcelain materials", **Dental materials**, v. 20, pp. 198-206.

RIZKALLA, A.S., JONES, D.W., 2004, "Mechanical properties of commercial high strength ceramic core materials", **Dental materials**, v. 20, pp. 207-12.

SCHERRER, S.S., DENRY, I.L., WISKOTT, H.W.A., 1998, "Comparison of three fracture toughness testing techniques using a dental glass and a dental ceramic", **Dental Materials**, v. 14, pp. 246-55.

SEGAL, B.S., 2001, "Retrospective assessment of 546 all-ceramic anterior and posterior crowns in a general practice", **J. Prost. Dent.**, v. 85, n. 6, pp. 544-50.

STRUB, J.R., BESCHNIDT, S.M., 1998, "Fracture strength of 5 different all-ceramic crown systems.", **Int. J. Prosthodont**, v. 11, n. 6 (nov/dez), pp. 602-9.

SUANSUWAN, N., SWAIN, M.V., 2003, "Adhesion of porcelain to titanium and a titanium alloy", **J. Dent.**, v. 31, pp. 509-18.

SUANSUWAN, N., SWAIN, M.V., 1999, "New approach for evaluating metal-porcelain interfacial bonding", **Int. J. Prosthodont**, v. 12, pp. 547-52.

WATAHA, J.C., MESSER, R.L., 2004, "Casting alloys", **Dent. Clin. N. Am.**, v. 48, n. 2(abr) , pp. 499-512.

WILLIAMSON, R.T., KOVARIK, R. E., MITCHELL, R. E., 1996, "Effects of grinding, polishing, and overglazing on the flexure strength of a high-leucita feldspathic porcelain", **Int. J. Prosthodont**, v. 9, n. 1(jan/fev), pp. 30-7.

YAMADA, K., *et al.*, 2004, "The effect of goldbonder™ on the adhesion between porcelain and pure titanium", **J. Oral Rehabil.**, v. 31, pp. 775-84.

ZENG, K., ODÉN, A., ROWCLIFFE, D., 1998, "Evaluation of mechanical properties of dental ceramic core materials in combination with porcelains", **Int. J. Prosthodont**, v. 11, n. 2 (mar/abr), pp.183-9.

