RESISTÊNCIA À FRATURA DE SUBESTRUTURAS DE PRÓTESES PARCIAIS FIXAS POSTERIORES DE IN-CERAM[®] ZIRCÔNIA CAD/CAM SOB TESTES DE FADIGA CÍCLICA

Rafael Ferrone Andreiuolo

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

Aprovada por:

Prof. Flavio Teixeira da Silva, D. Sc.

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

Prof. Eduardo Moreira da Silva, D. Sc.

Prof. Tsuneharu Ogasawara, D. Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL

MARÇO DE 2007

ANDREIUOLO, RAFAEL FERRONE

Resistência à Fratura de Subestruturas de Próteses Parciais Fixas Posteriores de In-Ceram[®] Zircônia CAD/CAM sob Testes de Fadiga Cíclica [Rio de Janeiro] 2007.

XIII, 71 p. 29,7 cm (COPPE/UFRJ, M.Sc., Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2007.) Dissertação – Universidade Federal do

Rio de Janeiro, COPPE

- 1. In-Ceram[®] Zircônia
- 2. CAD/CAM
- 3. Fadiga Cíclica
 - I. COPPE/UFRJ II. Título (Série)

Dedico este trabalho aos meus pais (Hermenegildo e Marisa), meu irmão Rodrigo, e minha noiva Luciana, por serem meu porto seguro.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus acima de tudo.

Aos meus pais e meu irmão, por fazerem de mim a pessoa que sou.

À minha noiva Luciana Pedrosa e sua mãe Lúcia, pelo constante apoio.

Ao professor, orientador, chefe, e acima de tudo amigo Carlos Eduardo Sabrosa por tornar um sonho possível, e orquestrá-lo para que tudo saísse bem.

Ao professor Flávio Teixeira da Silva pela dedicada e incansável orientação, muitas vezes executando tarefas que nem eram de sua alçada, e por acreditar em mim.

Ao professor Tsuneharu Ogasawara pelos ensinamentos e ajuda para a realização deste trabalho através do PRONEX.

Aos professores Richard Pober e Russell Giordano por disponibilizarem toda a estrutura da Boston University necessária para a realização deste trabalho, e pelos ensinamentos.

Ao técnico Ron L'Herault do Laboratório de Biomateriais da Boston University, pela ajuda e prontidão durante a parte experimental em Boston.

Aos amigos Kelly e Patrick McLean por me hospedarem por dois meses em sua residência em Boston.

Ao professor Bernardo Fragoso, pelo incentivo em fazer este curso.

À equipe de professores e amigos da Veiga de Almeida Carlos Eugênio Villaboim, Carolina Filgueiras, Frederico Emygdio Vasconcellos, e Liliana Sabrosa, pela amizade e por darem significado ao termo "trabalho em equipe".

Aos amigos e familiares que fazem parte da minha vida.

A todos os técnicos e funcionários do PEMM/UFRJ.

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

RESISTÊNCIA À FRATURA DE SUBESTRUTURAS DE PRÓTESES PARCIAIS FIXAS POSTERIORES DE IN-CERAM[®] ZIRCÔNIA CAD/CAM SOB TESTES DE FADIGA CÍCLICA

Rafael Ferrone Andreiuolo

Março/2007

Orientadores: Flavio Teixeira da Silva Carlos Eduardo Sabrosa

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

O objetivo deste trabalho foi testar o In-Ceram Zircônia disponível na forma de blocos de BZ para o sistema CEREC sob condições semelhantes às preconizadas como sua indicação, ou seja, em próteses parciais fixas posteriores de três elementos, em ambiente úmido, e sendo submetidas a um teste de fadiga cíclica que simulasse um ato contínuo de mastigação. Foram fabricadas trinta subestruturas cerâmicas de segundo pré-molar a segundo molar inferiores por meio de tecnologia CAD/CAM. As subestruturas foram cimentadas com cimento resinoso em modelos de resina epóxica e imersas em água para testes de fadiga cíclica sob diferentes ciclos (5.000, 15.000, 25.000, 50.000, e 85.000) e carga constante de 400 N. Após completados os ciclos, os espécimes não fraturados foram submetidos a teste de resistência residual de flexão em três pontos. Concluiu-se que há uma queda na resistência a fratura do material com o acréscimo do número de ciclos, que se torna mais pronunciada após 50.000 ciclos. O modo de fratura mais encontrado foi através do conector com menor razão altura:espessura. Uma dispersão grande foi observada nos resultados.

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

FRACTURE RESISTANCE OF IN-CERAM[®] ZIRCONIA CAD/CAM POSTERIOR FIXED PARTIAL DENTURES SUBSTRUCTURES UNDER CYCLIC FATIGUE

Rafael Ferrone Andreiuolo

March/2007

Advisors: Flavio Teixeira da Silva Carlos Eduardo Sabrosa

Department: Metallurgical and Materials Engineering

The aim of this thesis was to test In-Ceram Zirconia substructures processed through CAD/CAM technique in conditions similar to one of its clinical indication, that being, in posterior three unit fixed partial dentures under cyclic fatigue in water environment.

Thirty ceramic substructures were fabricated through CAD/CAM technique. The bridges extended from the second bicuspid to the second molar. The substructures were cemented with a resin cement to epoxy resin dies and submerged in water for testing under different number of cycles (5,000, 15,000, 25,000, 50,000, and 85,000) with a constant load of 400 N. The residual strength of the non-fractured specimens was tested after completion of the cycles through a three point bending test.

Within the limitations of this study, it was concluded that there is a decrease in strength as the number of mastication cycles increase, and that it is more pronounced after 50,000 cycles. The mode of fracture most frequently observed was through the conector with the smallest height:width ratio. A high dispersion of the results was observed.

ÍNDICE

Índice de Figuras	X
Índice de Tabelas	xii
Índice de Símbolos e Abreviaturas	xiii
1. Introdução	1
2. Objetivo	3
3. Revisão da Literatura	4
3.1 Porcelanas Odontológicas	4
3.2 Subestruturas Metálicas	5
3.3 Subestruturas de Porcelana Reforçadas	5
3.4 Subestruturas Infiltradas	6
3.5 Subestruturas Densas	8
3.6 A Zircônia como Biomaterial Odontológico	9
3.7 Os Mecanismos de Tenacificação da Zircônia	10
3.8 Influência de Tratamentos de Superfície	13
3.8.1 Usinagem	13
3.8.2 Jateamento	14
3.9 O Envelhecimento da Zircônia	15
3.10 Próteses Parciais Fixas (PPFs) Cerâmicas	18
3.11 Modo de Fratura das PPFs Totalmente Cerâmicas	19
3.12 Influência do Projeto do Conector	20
3.13 Influência do Recobrimento nas PPFs Cerâmicas	22
3.14 Mecanismos de Fadiga em Cerâmicos	24
	1

4. Materiais e Metodologia Adotada	27
4.1 Materiais	27
4.2 Metodologia	29
4.2.1 Fabricação dos Modelos	29
4.2.2 Fabricação das Subestruturas	30
4.2.3 Infiltração Vítrea	33
4.2.4 Cimentação das Subestruturas aos Modelos	34
4.2.5 Testes de Fadiga Cíclica	34
5. Apresentação dos Resultados	36
5.1 Microestrutura e Distribuição de Fases dos Blocos BZ Antes e Após a	36
Etapa de Infiltração	
5.2 Resultados dos Testes de Fadiga Cíclica das Subestruturas BZ Após	39
Infiltração	
5.3 Análise do Modo de Fratura das Subestruturas	45
5.4 Estimação da Concentração de Tensões no Conector	49
5.5 Análise por Difração de Raios-X	49
5.6 Fractografia das Subestruturas	
6. Discussão dos Resultados	
7. Conclusões	
Estudos Euturos	

9. Referências Bibliográficas

Figura 1: Mecanismo de Tenacificação por Transformação da Zircônia.	9
Figura 2: Influência de tratamentos de superfície na geração de tensões	11
residuais compressivas na superfície da zircônia.	
Figura 3: Modo de fratura mais comumente encontrado em uma PPF.	12
Figura 4: Diferença entre os mecanismos de tenacificação dos metais e dos	13
cerâmicos .	
Figura 5: Manequim usado para fazer os preparos para a prótese parcial fixa dos	
elementos # 34-x-36.	14
Figura 6: Molde de silicone de adição obtido a partir do modelo mestre em	15
gesso.	
Figura 7: Digitalização da subestrutura.	16
Figura 8: bloco de BZ após usinagem.	18
Figura 9: Subestruturas preparadas para infiltração vítrea.	22
Figura 10: Equipamento de teste de fadiga cíclica.	31
Figura 11: Subestrutura fixada na máquina para teste de fadiga cíclica.	32
Figura 12: Micrografias óticas de blocos BZ do lote 7708.	
	33
Figura 13: Microcopia eletrônica de varredura por elétrons retroespalhados.	34
Figura 14: Microcopia eletrônica de varredura por elétrons retroespalhados.	35
Figura 14-a: Microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia por dispersão	
de energia de um bloco BZ após infiltração de vidro.	
Figura 15: Carga aplicada x Número de ciclos das subestruturas fraturadas por	35
fadiga. (400 e 450N, 1Hz, a úmido).	

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 16: Distribuição de Weibull para o tempo de vida das subestruturas BZ.	36
Figura 17: Resistência residual x Número de ciclos das subestruturas que não	37
fraturaram por fadiga (400N, 1Hz, a úmido).	
Figura 18: Probabilidade de falha x resistência residual das subestruturas que	38
não fraturaram por fadiga.	
Figura 19: Subestrutura de três elementos.	38
Figura 20: Cálculo do fator de concentração de tensão na região do conector.	39
Figura 21: Difração de raios-X nas diferentes etapas de processamento das	39
subestruturas e após solicitações mecânicas e fratura.	
Figura 22: Microscopia eletrônica de varredura da região do conector de uma	41
subestrutura BZ fraturada por fadiga após 85000 ciclos.	

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1: Composição química dos blocos BZ e da frita de infiltração	27
Tabela 2: Propriedades físicas dos blocos BZ	28
Tabela 3: Média e desvio padrão das resistências residuais das próteses não	44
fraturadas por fadiga (400N, 1Hz, a úmido)	
Tabela 4: Análise do Modo de Fratura das Subestruturas	46
Tabela 5: dimensões da subestrutura em (m)	47
Tabela 6: Cálculo da tensão máxima no conector para diferentes cargas	49
aplicadas nos testes de resistência a flexão das subestruturas	

ÍNDICE DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

CAD/CAM	Desenho auxiliado por computador/Usinagem auxiliada por computador
COPPE	Coordenação dos Programas de Pós-graduação de Engenharia
GPa	Gigapascal
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
MPa	Megapascal
PEMM	Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais
ZPE	Zircônia Parcialmente Estabilizada
UFRJ	Universidade Federal do Rio de Janeiro

1. INTRODUÇÃO

Há décadas as restaurações metalocerâmicas tem sido a escolha ideal para fabricação de próteses parciais fixas (PPFs). Recentemente, novos sistemas cerâmicos foram desenvolvidos para desempenhar este papel devido à inerente desvantagem estética de uma subestrutura metálica. Entretanto, apesar do desenvolvimento de novos materiais e rotas de processamento, a cerâmica é um material frágil por natureza, e sua baixa resistência a fratura e baixa resistência flexural vem a tona quando se discute a possibilidade de confecção de PPFs com subestruturas totalmente cerâmicas (TINSCHERT *et al.*, 2001). Isto se torna ainda mais crítico nas regiões posteriores da boca, onde as forças mastigatórias são maiores, podendo atingir cerca de 500 N em um indivíduo normal (PALLIS *et al.*, 2004).

A necessidade de melhores propriedades mecânicas em regiões sujeitas a maiores cargas mastigatórias, levou à introdução da zircônia na odontologia. A zircônia é um polimorfo bem conhecido que existe sob três formas: monoclínica (m), tetragonal (t), e cúbica (c). O notável desempenho da zircônia, já explorado em diversas aplicações médicas e de engenharia, deve-se principalmente à transformação da fase tetragonal metaestável para a fase monoclínica (T \rightarrow M). Esta transformação martensítica pode ser induzida por fatores termomecânicos, resultando num aumento de volume de cerca de 4% da célula unitária. Esse aumento de volume gera estresses compressivos superficiais, ou na ponta de uma eventual trinca. Neste caso, para que a trinca se propague, ela deve superar esta tensão compressiva que foi formada ao seu redor. Este mecanismo de tenacificação explica a elevada resistência a fratura da zircônia, quando comparada a outras cerâmicas (PICONI & MACCAURO, 1999).

Além dessas tensões compressivas, a transformação T \rightarrow M ocorre às custas da energia da trinca, reduzindo a sua taxa de propagação. É interessante ressaltar que a tenacificação por transformação não é o único mecanismo de tenacificação atuando sobre as cerâmicas de zircônia. A tenacificação por microtrincas, a deflecção de trincas e a formação de tensões residuais compressivas na superfície, também contribuem, em algum grau, para a tenacificação do material (STEVENS, 1986).

Dentre os sistemas cerâmicos odontológicos que utilizam zircônia, o In-Ceram[®] Zircônia (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) é provavelmente o mais popular. Tratase da adição de 33% de zircônia parcialmente estabilizada por céria à alumina, numa tentativa de combinar a tenacificação por transformação observada na zircônia, com a elevada dureza e maior translucidez da alumina (GUAZZATO *et al.*, 2002).

O In-Ceram[®] Zircônia é disponível para uso por colagem em barbotina na forma de pó, ou na forma de blocos cerâmicos usináveis (blocos de BZ para o sistema CEREC). Os blocos de BZ apresentam densidade de cerca de 80% (GIORDANO, 2003). Eles são usinados para produzir uma estrutura que deve ser posteriormente infiltrada com vidro a fim de obter-se uma elevada densificação. Não existem estudos conclusivos quanto à superioridade de qualquer uma das duas formas, entretanto, presume-se que os blocos cerâmicos tenham melhores propriedades mecânicas, como resultado de seu distinto processamento (GUAZZATO *et al.*, 2004).

Apesar do elevado número de publicações relacionadas à resistência a flexão da alumina tenacificada por zircônia (APHOLT *et al.*, 2001; GIORDANO, 2003; GUAZZATO *et al.*, 2004; PALLIS *et al.*, 2004; TINSCHERT *et al.*, 2001a; TINSCHERT *et al.*, 2006b), pouco ainda se sabe sobre seu comportamento sob fadiga cíclica. Tal comportamento é de extrema relevância clínica uma vez que dita a longevidade, e por conseguinte, a previsibilidade do material em áreas sujeitas a elevado número de ciclos mastigatórios.

2. OBJETIVO

O objetivo deste trabalho foi avaliar a resistência a fadiga de subestruturas de PPFs de três elementos de In-Ceram[®] Zircônia confeccionadas por tecnologia CAD-CAM sob condições de carga cíclica em ambiente úmido, simulando um ato contínuo de mastigação.

Além disso, o trabalho teve como objetivos analisar a microestrutura do In-Ceram[®] Zircônia, o modo de fratura preponderante nas subestruturas confeccionadas, e estimar a carga aplicada sobre a região dos conectores.

Quarenta subestruturas de três elementos anatomicamente idênticas foram fabricadas, se estendendo do segundo pré-molar inferior esquerdo até o segundo molar inferior esquerdo. As subestruturas foram cimentadas em modelos de resina epóxica e posteriormente submetidas aos testes de fadiga cíclica sob diferente número de ciclos (5.000, 15.000, 25.000, 50.000, e 85.000) e carga de 400 e 450 N. As subestruturas não fraturadas por fadiga foram submetidas ao teste de resistência a flexão, visando determinar sua resistência mecânica residual. Partindo de uma simulação utilizando conceitos de resistência dos materiais, estimou-se a concentração de tensão trativa na região gengival do conector das próteses que não sofreram fratura por fadiga. Análises microscópicas dos blocos de BZ infiltrados e não-infiltrados foram realizadas visando identificar se a elevada dispersão dos resultados estaria relacionada à heterogeneidade dos blocos ou às condições de manipulação.

3. REVISÃO DA LITERATURA

3.1 Porcelanas Odontológicas

A preocupação do ser humano em repor dentes perdidos ou extensamente destruídos é milenar, e data dos etruscos A.C.. Diversos materiais já foram usados com tal propósito, indo desde dentes de madeira, marfim, e transplante de dentes de humanos, até materiais mais recentes, como polímeros e cerâmicos (RING 1993).

O crescente apelo estético dos dias atuais, levou as pessoas a procurarem por tratamentos restauradores de elevado padrão de estética. Neste contexto, as porcelanas guardam posição de destaque na odontologia moderna, pois sua cor, translucidez e vitalidade não podem ser superadas por nenhum outro material (McLEAN 2001). Contudo, os materiais cerâmicos ainda são vistos por alguns com certo ceticismo, porque suas propriedades mecânicas, em muitos aspectos, são inferiores às dos metais. O principal fator desfavorável das cerâmicas é a sua tendência à fratura frágil catastrófica, que ocorre com mínima absorção de energia (VAN NOORT 2003).

As porcelanas feldspáticas utilizadas na odontologia são quimicamente estáveis, e apresentam excelente estética que não se deteriora com o tempo. Sua condutividade térmica e coeficiente de expansão térmica são similares aos do esmalte e da dentina (McLEAN 2001).

Embora sua resistência à compressão seja alta (350-550 MPa), a baixa resistência à tração (<60 MPa) das porcelanas feldspáticas inviabilizou, por muitos anos, o uso de coroas totalmente cerâmicas. O alto índice de falhas era decorrente de fraturas originadas na superfície interna da coroa (VAN NOORT 2003).

Ficava claro então que a resposta seria conferir suporte de alta resistência à porcelana, o que poderia ser obtido pela utilização de uma subestrutura metálica, ou por meio de uma subestrutura cerâmica reforçada.

3.2 Subestruturas Metálicas

Em 1962, foi obtida a patente de uma restauração utilizando uma liga de ouro associada à porcelana. A restauração metalocerâmca tornou-se, portanto, uma possibilidade real (McLEAN 2001).

Na tentativa de reduzir o custo das coroas metalocerâmicas, surgiram novas opções de subestruturas metálicas como a liga de níquel-cromo em substituição ao ouro. As principais desvantagens dessas ligas são a possibilidade de formação excessiva de óxidos, a dificuldade de acabamento e polimento, e biocompatibilidade duvidosa. O berílio, um componente comum nessas ligas, utilizado para reduzir a formação de óxidos e melhorar a fusibilidade, é considerado um elemento cancerígeno. O níquel, por outro lado, pode provocar resposta alérgica em indivíduos sensíveis (TAI *et al.*, 1992).

Nos anos 1970, novas técnicas foram desenvolvidas para confeccionar coroas metalocerâmicas com porcelana de ombro (porcelana com resistência maior que a porcelana aplicada sobre o metal, utilizada sem suporte metálico na região mais visível da restauração dentária), melhorando a estética das restaurações metalocerâmicas, pois a subestrutura metálica não era aparente na região mais estética do elemento dentário. Entretanto, o principal objetivo de eliminar a subestrutura metálica e substituí-la por uma cerâmica de alta resistência ainda estava para ser alcançado (McLEAN, 2001).

3.3 Subestruturas de Porcelana Reforçadas

Esta classe de materiais consiste de uma matriz vítrea circunjacente a uma segunda fase de cristais individuais. As suas propriedades mecânicas dependem do tamanho e da densidade desses cristais e da interação entre os cristais e a matriz vítrea. Esses cristais tem o papel de retardar a propagação de trincas e, em consequência, elevar a sua tenacidade a fratura principalmente através do mecanismo de deflexão das trincas.

Nos anos 1960, McLEAN e HUGHES desenvolveram uma subestrutura que se baseava no reforço do vidro felspático com alumina. O material consistia de um vidro feldspático contendo 40-50% de alumina. As partículas de alumina, por serem mais resistentes que as do vidro, atuariam impedindo a propagação da trinca. Este sistema conseguiu elevar a resistência à flexão para cerca de 150 MPa (VAN NOORT, 2003).

Apesar de um considerável aumento na resistência à flexão dessas subestruturas, este sistema ainda não era indicado para uso na região posterior e pouco recomendável mesmo para dentes anteriores. Isto significava que subestruturas mais resistentes eram necessárias se a intenção fosse utilizá-las em dentes posteriores (VAN NOORT, 2003).

3.4 Subestruturas Infiltradas

A adição de cristais a uma matriz vítrea, como reportado no item anterior, limitava a quantidade de fase cristalina em cerca de 40-50 vol. %. Uma abordagem alternativa foi desenvolvida nos anos 1980, onde subestruturas cerâmicas de alta resistência mecânica eram infiltradas com vidro, aumentando assim o volume percentual de fase cristalina na subestrutura. Este sistema, denominado In-Ceram[®] (Vita Zahnfabrik) possibitou a obtenção de subestruturas com conteúdo de cerca de 85% de fase cristalina.

O sistema In-Ceram[®] é disponível atualmente tendo como base três materiais distintos, designados para regiões específicas da boca, de acordo com o grau de translucidez e resistência mecânica desejadas. O In-Ceram[®] Espinélio é o mais translúcido e com resistência moderada (350 MPa), sendo indicado para coroas unitárias anteriores. O In-Ceram[®] Alumina possui resistência intermediária (500 MPa) e boa translucidez, sendo indicado para próteses parciais fixas anteriores, além de coroas unitárias anteriores/posteriores (SEGUI & SORENSEN, 1995; WAGNER & CHU, 1996; APHOLT *et al.*, 2001; CHONG *et al.*, 2002; GUAZZATO *et al.*, 2002). Já o In-Ceram[®] Zircônia, possui alta resistência (700 MPa) e baixa translucidez, sendo indicado para próteses parciais fixas de três elementos posteriores e coroas unitárias posteriores (GIORDANO 2003).

Na técnica do In-Ceram[®] Alumina, um núcleo poroso de alumina parcialmente sinterizado é infiltrado com um vidro de lantânio de baixa viscosidade. Após a infiltração a contração da peça é de apenas 0,20%. Este foi o primeiro sistema restaurador indicado para a fabricação de PPFs anteriores de três elementos. A subestrutura obtida pode então ser recoberta por uma porcelana indicada pelo fabricante para obtenção de forma e estética desejadas (KELLY *et al.,* 1996; ROSENBLUM & SCHULMAN, 1997). Subestruturas de In-Ceram[®] Alumina também podem ser fabricadas a partir de blocos cerâmicos pré-sinterizados (VITA In-Ceram Alumina Blanks, Bad Sackingen, Alemanha), por meio da tecnologia CAD/CAM (TINSCHERT *et al.,* 2001b).

Os estudos clínicos disponíveis a respeito do desempenho clínico deste material em PPFs ainda são limitados. SORENSEN *et al.*, (1998) reportaram que após três anos, os índices de fratura foram de 0% para PPFs com pôntico situado na região anterior, 11% para pônticos em pré-molares, e 24% quando na região de molares. Quando analizadas PPFs de três elementos posteriores, uma taxa de sucesso de 90% foi obtida após cinco anos de serviço (VULT VON STEYERN *et al.*, 2001). no entanto, devido ao pequeno número de PPFs testadas, o uso do In-Ceram Alumina em PPFs deve ser criterioso, e limitado à região anterior da boca.

O In-Ceram[®] Zircônia (ZTA) foi desenvolvido para propiciar subestruturas resistentes às forças mastigatórias mais intensas. O ZTA é um compósito alumina-zircônia-vidro. A alumina tenacificada por zircônia (ZTA) é baseada na adição de 33 peso% de zircônia à alumina, sendo capaz de produzir subestruturas com resistência à flexão de cerca de 700 MPa. Este sistema é indicado para coroas posteriores e próteses parciais fixas de até três elementos anteriores e posteriores. A melhora nas propriedades mecânicas desse cerâmico se dá pelo mecanismo de tenacificação por transformação observado na zircônia (GARVIE *et al.*, 1975; MCLAREN & WHITE 1999; CHONG *et al.*, 2002).

Atualmente já existe uma rota alternativa à técnica da colagem por barbotina para a confecção das subestruturas, por meio da tecnologia CAD/CAM. Pós da mistura de cerâmicos são prensados isostaticamente e parcialmente sinterizados para produzir blocos cerâmicos os quais são usinados (CAM) e infiltrados com vidro de lantânio, resultando numa subestrutura de elevada resistência mecânica (GUAZZATO *et al.*, 2005).

3.5 Subestruturas Densas

Parecia óbvio que a evolução natural das subestruturas reforçadas fossem subestruturas densas. Nos nos 1990, com a utilização da tecnologia CAD-CAM na odontologia, os substratos de alumina pura fizeram sua primeira aparição através dos sistemas Procera (Nobel Biocare, Suécia) e Techceram (Techceram LTDA, Inglaterra). Atualmente a Vita também já disponibiliza blocos de alumina densa para o sistema CEREC.

Além disso já existem sistemas que viabilizam a confecção de subestruturas de zircônia densa, como o Procera (Nobel Biocare), o LAVA (3M/ESPE), o Cercon (Dentsply/Degussa), o DCS Preci-fit (Popp dental), e os blocos de YZ da Vita para o CEREC (Sirona). Estes sistemas seduzem pela sua superior resitência mecânica, quando comparados a sistemas compósitos que incorporam vidro (GIORDANO 2003).

3.6 A Zircônia como Biomaterial Odontológico

O interesse na utilização da zircônia como biomaterial odontológico partiu de sua boa estabilidade química e dimensional, resistência mecânica, dureza, e um módulo de Young da mesma ordem de grandeza do aço inoxidável. A zircônia apresenta três fases alotrópicas: monoclínica, tetragonal e cúbica. A fase monoclínica é estável até 1170°C, a partir da qual se transforma em tetragonal que é estável até 2370°C e a partir dessa temperatura a fase estável é a cúbica que existe até 2680°C, que é o ponto de fusão (PICONI & MACCAURO, 1999). A estabilização da fase tetragonal metaestável à temperatura ambiente (CHRISTIE *et al.*, 1989; PICONI & MACCAURO, 1999) é função da natureza e teor de dopantes, como CaO, MgO, Y₂O₃ ou CeO₂. No caso da ítria, quando adicionada à zircônia entre 8-12mol%, dá origem a uma fase cúbica totalmente estabilizada, resultando em propriedades mecânicas inferiores (SATO & SHIMADA, 1985b).

Segundo GARVIE *et al.*, (1975) e PICONI & MACCAURO, (1999) um melhor desempenho da zircônia pode ser obtido quando ela se encontra em uma forma multifásica, conhecida como zircônia parcialmente estabilizada. Ela é constituída de zircônia tetragonal como fase principal e monoclínica como fase secundária.

O processo de obtenção de zircônia parcialmente estabilizada com ítria é o mais utilizado e também o mais descrito na literatura. A dopagem da zircônia com ítria (3 mol%), resulta em um material cerâmico de elevada tenacidade e dureza aceitáveis, ao passo que a dopagem com céria também resulta em um material de elevada tenacidade porém de menor dureza.

A fração de fase tetragonal metaestável á temperatura ambiente depende do tamanho de grão e do teor do dopante. Um tamanho de grão crítico está associado ao teor do dopante. No caso da zircônia parcialmente estabilizada com ítria (3 mol%), para se obter uma estrutura tetragonal metaestável à temperatura ambiente, o tamanho de grão deverá ser inferior a 0.8 µm

(THEUNISSEN *et al.*, 1992). Grãos maiores que 0.8 μm tendem a tornar a transformação de fase espontânea, ao passo que, quando a estrutura for formada por grãos extremamente finos, a transformação tetragonal-monoclínica pode ser inibida (PICCONI & MACCAURO, 1999).

O In-Ceram[®] Zircônia utiliza a céria como agente estabilizador da zircônia. Segundo CHEVALIER *et al.*, (2004), o sistema céria-zircônia possui propriedades superiores a zircônia dopada com cálcia ou magnésia; ela não parece apresentar envelhecimento quando em meio úmido. O próprio fabricante do In-Ceram[®] Zircônia (Vita Zahnfabrik) não disponibiliza detalhes importantes do seu processamento.

3.7 Os Mecanismos de Tenacificação da Zircônia

Na zircônia parcialmente estabilizada, a fase tetragonal é estável à temperatura ambiente; no entanto, sob um estado de tensão, poderá ocorrer a transformação tetragonalmonoclínica acompanhada do aumento de volume da célula unitária (3-4%).

GARVIE *et al.*, (1975) já haviam descrito na época o processo de tenacificação por transformação referente à transformação de fase tetragonal-monoclínica. Eles observaram que precipitados tetragonais metaestáveis finamente dispersos poderiam se transformar em fase monoclínica, pelo avanço de uma trinca no material. Desta forma, a região tensionada sofreria expansão devido à transformação de fase, se opondo à propagação dessa trinca. Um aumento na resistência também é obtido, já que a energia associada à propagação da trinca é dissipada na transformação de fase T \rightarrow M e no sobrepujamento das forças compressivas geradas pela expansão volumétrica. Uma representação esquemática deste fenômeno é esta apresentada na figura 1.



Figura 1: Mecanismo de Tenacificação por Transformação da Zircônia.

Em resumo, a alteração dimensional consome energia da trinca, e pode impedir sua propagação, num mecanismo denominado "tenacificação por transformação". Aliado a isto, o aumento volumétrico gera tensões compressivas, que atuam como obstáculos a serem superados pelas forças trativas associadas a propagação da trinca (CHRISTEL *et al.*, 1989; PICONI & MACCAURO, 1999).

A habilidade de impedir a propagação de trincas pela adição de zircônia simula o efeito observado em dentes naturais. Os dentes humanos frequentemente apresentam microtrincas no esmalte que não se propagam através do dente como um todo. Estas trincas são bloqueadas pela peculiar interface da junção esmalte-dentina e pela microestrutura do esmalte (GIORDANO 2003).

Além da tenacificação por transformação, o aumento de volume da célula unitária da zircônia pode ser suficiente para exceder o limite elástico do material e, em consequência dar origem a microtrincas. Estas microtrincas são inofensivas ao material, e ainda ajudam a defletir eventuais trincas de maior volume. Quando uma trinca se depara com estas

microtrincas, ela muda de direção, e perde energia (STEVENS, 1986; PICONI & MACCAURO, 1999; GUAZZATO *et al.*, 2004). Desta forma, as microtrincas geradas pelo aumento de volume da célula de zircônia ajudam a tenacificar ainda mais o material.

No caso da fadiga de cerâmicos, o método mais efetivo para aumentar a sua vida em fadiga consiste na formação de um espectro favorável de tensão residual compressiva. A probabilidade de ocorrer falha por fadiga diminui neste ponto porque a tensão residual compressiva se opõe à tensão trativa associada a trinca (CALLISTER, 2000).

Uma característica interessante da transformação de fases nas cerâmicas de zircônia é a formação de camadas compressivas na superfície. Isto é resultado da espontânea transformação de fase tetragonal-monoclínica das partículas de zircônia na superfície, ou perto dela, devido à ausência de compressão hidrostática. Na superfície, grãos tetragonais podem se transformar em monoclínicos através de tratamentos de superfície, que podem induzir tensões compressivas numa profundidade de alguns micromêtros (figura 2) (STEVENS, 1986; GUAZZATO *et al.*, 2005).



Figura 2: Influência de tratamentos de superfície na geração de tensões residuais compressivas na superfície da zircônia.

3.8 Influência de Tratamentos de Superfície

Dentre os métodos capazes de introduzir tensões residuais compressivas na superficie estão a usinagem e o jateamento. A confecção de PPFs de In-Ceram[®] Zircônia via CAD/CAM envolve impreterivelmente estas etapas, em diferentes estágios de sua fabricação. Por exemplo, a usinagem é feita para dar forma à subestrutura antes da etapa de infiltração vítrea e para ajustar a adaptação da restauração ao dente antes da etapa de cimentação. Já o jateamento é feito para remover o excesso de vidro proveniente da infiltração, e também, para melhorar a adesão do agente cimentante à restauração.

A influência da usinagem e do jateamento na resistência a fratura do In-Ceram[®] Zircônia é motivo de discórdia entre vários autores.

3.8.1 Usinagem

Segundo GARVIE *et al.* (1975), o processo de usinagem gera dois efeitos antagônicos; por um lado, ela introduz defeitos superficiais ao material, mas pelo outro cria uma camada de tensões compressivas na sua superficie responsável pela melhoria de suas propriedades mecânicas. Este aumento de resistência atribuída ao volume de zircônia transformada e à profundidade da camada compressiva, é função da metaestabilidade da zircônia e da severidade da usinagem. No caso de uma usinagem agressiva, as trincas superficiais podem vir a atuar como concentradores de tensões, podendo causar diminuição na resistência mecânica da peça. O mecanismo proposto para explicar tal queda na resistência está relacionado a geração de rugosidade superficial e porosidade promovidos pela transformação tetragonal-monoclínica (DENRY & HOLLOWAY 2006).

ZACCHÉ (2004), evidenciou que o processo de usinagem de um ZTA sem resfriamento leva a uma certa perda de cristalinidade, devido às tensões residuais que deturparam a sua rede cristalina. Por outro lado, o jateamento tende a viabiliar o maior grau de conversão da zircônia monoclínica para tetragonal.

SWAIN & HANNINK (1989) mostraram que no caso da usinagem em máquina, o desenvolvimento local de temperaturas pode vir a causar a transformação reversa $M \rightarrow T$, removendo a fase monoclínica da superfície e diminuindo a resistência flexural da cerâmica. A utilização de jato de água durante a usinagem ameniza a transformação reversa, resultando na diminuição do tamanho crítico da trinca em cerca de 30% (KOSMAC *et al.*, 1999). Segundo ARDLIN (2002), o desgaste manual gera cinco vezes mais zircônia monoclínica do que a usinagem mecânica no mesmo material.

KOSMAC *et al.*, (1999) e LUTHARDT *et al.*, (2004) indicaram que a usinagem mecânica pelo processo CAD-CAM pode vir a introduzir defeitos superficiais de grande profundidade, os quais agem como concentradores de tensão. O uso de brocas antigas também produzem defeitos superficiais profundos e calor excessivo, o que pode determinar o fracasso das restaurações (ARDLIN 2002; KOSMAC *et al.*, 1999; LUTHARDT *et al.*, 2004). Já a orientação da usinagem parece ter um papel menor no comportamento do material (GUAZZATO *et al.*, 2005).

O saldo do efeito da usinagem na resistência do material dependerá do conteúdo de zircônia monoclínica transformada, da severidade da usinagem e das temperaturas locais geradas (GUAZZATO *et al.*, 2005).

3.8.2 Jateamento

A literatura a respeito do jateamento em próteses de zircônia é controversa. O jateamento da superfície interna de uma coroa ou PPF é geralmente realizado para melhorar a força de adesão do agente cimentante à prótese (KERN & WEGNER, 1998). Tal procedimento se mostrou efetivo na iniciação da transformação tetragonal \rightarrow monoclínica, e consequentemente, no aumento da resistência das cerâmicas a base de zircônia (KOSMAC *et al.*, 1999). Por outro lado, ZHANG *et al.*, (2004) observaram que o jateamento antes da

cimentação de restaurações de zircônia promove o crescimento de trincas pré-existentes, causando queda das propriedades mecânicas.

Resultados intrigantes foram obtidos por GUAZZATO *et al.*, (2005) onde o maior volume de zircônia monoclínica encontrado nas amostras jateadas em comparação às amostras usinadas e polidas, não resultou em melhores propriedades mecânicas. A justificativa pouco plausível dos autores foi a de que o calor gerado pela usinagem pode ter promovido escoamento do vidro de infiltração nos defeitos presentes, restaurando parcialmente os mesmos e aumentando a resistência das peças. No caso das amostras jateadas, este fenômeno não ocorreu, uma vez que o calor gerado pelo jateamento não é alto o suficiente para promover difusão do vidro. Já o polimento não removeu as imperfeições deixadas após usinagem a um nível que melhorasse as propriedades mecânicas das amostras.

As principais variáveis do processo de jateamento são a velocidade, forma e tamanho do jato e dureza das partículas. Fica implícito, portanto, que o jateamento deve ser suficientemente eficaz para garantir a presença de uma camada compressiva superficial, sem causar defeitos que se sobreponham aos efeitos benéficos. Estudos adicionais, no entanto, necessitam ser realizados para determinar as condições ideais de jateamento (KOSMAC *et al.*,1999; GUAZZATO *et al.*,2005).

3.9 O Envelhecimento da Zircônia

A estabilidade dimensional a longo prazo das cerâmicas depende do crescimento subcrítico de trincas e do mecanismo de corrosão sob tensão causado pela água. A saliva do meio bucal tende a reagir com o vidro do In-Ceram[®], resultando na deterioração da estrutura vítrea e no aumento da propagação de trincas. Subestruturas livres de vidro não exibem tal fenômeno, mas, também estão sujeitas a envelhecerem na presença de água.

O fenômeno de envelhecimento é conhecido dentro da comunidade cerâmica há mais de 20 anos, havendo sérias limitações ao uso da zircônia em temperaturas próximas a 250°C. O envelhecimento ocorre através de uma lenta transformação de fase tetragonal-monoclínica de grãos em qualquer superfície em contato com a água, ou fluido corporal. Como consequência ocorre rugosidade superfícial, microtrincas, e perda de resistência mecânica (ARDLIN, 2002; SATO & SHIMADA, 1985b; PAPANAGIOTOU *et al.*, 2006; STUDART *et al.*, 2006).

As principais características do envelhecimento de cerâmicas de zircônia são resumidamente descritas (SWAB, 1991):

1. A faixa de temperatura mais crítica está entre 200-300°C;

 Os efeitos do envelhecimento são redução de resistência a fratura, dureza, e densidade, e um aumento no conteúdo de fase monoclínica;

 A perda das propriedades mecânicas se dá em função da transformação T-M e da formação de micro e macrotrincas (SATO & SHIMADA, 1985a);

 A transformação de fase T-M se inicia na superfície e caminha em direção ao centro do material;

5. A redução do tamanho de grão ou aumento na concentração de dopante reduz a taxa de envelhecimento.

6. O envelhecimento é favorecido em presença de água ou vapor d'água;

É importante salientar que o fenômeno de envelhecimento é único para cada tipo de material cerâmico. Esta variação está relacionada a variações no equilíbrio de parâmetros microestruturais, como concentração de estabilizante, sua distribuição na peça, tamanho de grão, concentração de defeitos, e sua distribuição nas amostras testadas (ARDLIN, 2002; CHEVALIER, 2006).

Os modelos propostos para explicar esta transformação espontânea da fase tetragonal para monoclínica baseiam-se na formação de hidróxidos de zircônia na ponta da trinca (SATO & SHIMADA 1985 a,b). Em presença de água, ocorre a adsorção de H₂O na superfície do material. Com isso, são formadas ligações Zr-OH e Ce-OH ou Y-OH, dependendo do dopante. A migração dos radicais OH em direção ao interior da peça aumenta a dimensão de um defeito pré-existente. Este defeito superfícial em presença da água, desencadeia uma transformação de fase tetragonal-monoclínica, gerando defeitos superfíciais ainda mais danosos (PICONI & MACCAURO, 1999; SATO & SHIMADA, 1985b).

SATO & SHIMADA (1985b) correlacionaram a influência da quantidade de agente estabilizante sobre a taxa de envelhecimento, e observaram que quanto menor a quantidade de ítria, maior a susceptibilidade ao envelhecimento ou degradação a baixas temperaturas.

CHEVALIER *et al.*, (2006) chamaram a atenção para o fato de que à temperatura da sinterização parcial da zircônia estabilizada com ítria, há presença de fase não apenas tetragonal, como também cúbica. As fases tetragonal e cúbica interagem devido a maior solubilidade de ítria na zircônia cúbica. Neste caso, foi observado um gradiente de difusão de ítria da fase tetragonal para a cúbica. Numa correlação com os resultados de SATO & SHIMADA (1985b), observou-se que quanto menor o conteúdo de agente estabilizante, maior será a taxa de envelhecimento. Sendo assim, quanto maior a quantidade de fase cúbica, menor a quantidade de estabilizante nos grãos tetragonais adjacentes e, em conseqüência, maior o envelhecimento do material.

GARVIE *et al.*, (1975); SATO & SHIMADA (1985b); ARDLIN (2002); GUAZZATO *et al.*, (2004), já tinham evidenciado a decomposição da zircônia cúbica através de mecanismos de nucleação e crescimento. Essa transformação se inicia em grãos menos estáveis que a média, e se propaga para os grãos vizinhos devido às microtrincas e forças de tração induzidas

pela transformação. Desta forma, os grãos cúbicos podem atuar como nucleadores da transformação, e ajudar no danoso processo de envelhecimento.

Sendo assim, a relação processamento-microestrutura-envelhecimento dos blocos cerâmicos deve ser muito bem estudada, para que o processamento se dê numa faixa de temperatura suficientemente baixa para minimizar o teor de zircônia cúbica, porém alta o bastante para produzir blocos suficientemente densos.

3.10 Próteses Parciais Fixas (PPFs) Cerâmicas

As PPFs metalo-cerâmicas representam o "padrão ouro" a ser copiado pelas PPFs totalmente cerâmicas, por apresentarem índices de sucesso de 72-87% após 10 anos, 69-74% após 15 anos, e aproximadamente 53% de sucesso após 30 anos de serviço (CREUGERS *et al.*, 1994; SORENSEN *et al.*, 1998).

Entretanto, tais índices de sucesso são difíceis de serem obtidos com próteses cerâmicas, devido à baixa resistência a fratura inerente aos materiais cerâmicos quando comparados aos metais. O comportamento em fadiga desses materiais é ainda mais crítico, já que as cerâmicas exibem um decréscimo na resistência em função do tempo (RITCHIE, 1999). Este fenômeno é causado pelo conhecido crescimento subcrítico de trincas. Defeitos microscópicos distribuídos na peça cerâmica podem se propagar na forma de trincas mesmo em baixos níveis de tensão, reduzindo a vida em fadiga do material.

Desta forma, fatores como o modo de fratura das próteses cerâmicas e metalocerâmicas, desenho ideal das próteses, desenho ideal dos conectores, possíveis mecanismos de tenacificação, e o entendimento do mecanismo de fadiga em ambos os materiais, são de grande valia na obtenção de resultados longitudinais com PPFs cerâmicas que as capacite para executar o papel tão bem executado até hoje pelas PPFs metalo-cerâmicas.

3.11 Modo de Fratura das PPFs Totalmente Cerâmicas

As PPFs costumam se diferenciar das coroas unitárias quanto a origem da fratura. Em coroas unitárias, as fraturas se iniciam na superfície interna das coroas, caminhando-se a seguir para a superfície externa. Devido a este fato, recomenda-se que o ajuste interno dessas coroas seja cuidadoso, pois caso contrário, seria mais um motivo para a nucleação de trincas e a diminuição da resistência mecânica desse tipo de restauração (LUTHARDT *et al.*, 2004).

As PPFs geralmente falham em um de seus conectores, area essa sujeita às maiores concentrações de tensão (CAMPBELL & SOZIO, 1988). Esses autores observaram in vitro, que as PPFs de cerâmica desenvolvem trincas verticais na área do conector antes de falhar, enquanto as PPFs de metalo-cerâmica desenvolvem trincas no pôntico.

KELLY *et al.*, (1995) demonstraram, in vitro e in vivo, que o modo de fratura das PPFs cerâmicas é através dos conectores. Estes resultados foram suportados por diversos estudos clínicos que avaliaram o comportamento de PPFs totalmente cerâmicas (KAMPOSIORA *et al.*, 1996; POSPIECH *et al.*, 1996; SUNDH *et al.*, 2004). Portanto, a principal causa de fratura relatada para PPFs totalmente cerâmicas difere-se daquela relatada para PPFs de metalo-cerâmica. Para prevenir este tipo de fratura, os conectores das PPFs totalmente cerâmicas devem apresentar geometria adequada (altura e espessura suficientes).

Materiais frágeis como as cerâmicas dentais possuem elevada resistência à compressão e baixa resistência à tração (CALLISTER 2000). Quando forças oclusais são aplicadas diretamente ao longo eixo axial de um conector de uma prótese totalmente cerâmica, tensões compressivas se desenvolvem na face oclusal do conector na crista marginal e tensões trativas na superfície gengival do conector. Estas tensões trativas contribuem para a propagação das microfraturas localizadas na superfície gengival do conector em uma direção oclusal (OH et al., 2002).

Devido ao fato da cerâmica apresentar uma baixa resistência à tração, a superficie gengival é aquela onde a fratura normalmente se origina (OH *et al.*, 2002). As fraturas nos conectores comumente se assemelham entre si nos casos de PPFs livres de metal, apresentando-se como um tipo de fratura transversal, que parte da base do conector em direção à face oclusal do pôntico (figura 3) (TINSCHERT *et al.*, 2001a; FILSER *et al.*, 2001; SUNDH *et al.*, 2004).



Figura 3: Modo de fratura mais comumente encontrado em uma PPF. A fratura se estende parte gengival do conector até a face oclusal do pôntico.

3.12 Influência do Projeto do Conector

A distribuição de cargas em uma prótese dentária pode ser muito complexa, consistindo de forças trativas, compressivas, de cisalhamento, ou, uma combinação destas. Desta forma, a resistência a tração é considerada uma variável importante na vida em fadiga de uma prótese cerâmica (FISCHER *et al.*, 2003).

Em PPFs de três elementos, os conectores são considerados um fator de risco, por serem atribuídas a eles uma alta taxa de falhas (KELLY *et al.*,1995; SORENSEN *et al.*,1999).

A área do conector representa um risco à fratura particularmente alto na região dos dentes molares, devido à pouca altura disponível para seu desenho ideal (OH & ANUSAVICE, 2002). Devido à fragilidade da cerâmica, e ao fato da maioria dos insucessos em PPFs estarem associados aos conectores, as dimensões necessárias ao conector são maiores do que aquelas recomendadas para as PPFs de metalo-cerâmica, havendo uma espessura mínima recomendada para cada tipo de sistema restaurador utilizado.

Para garantir o sucesso a longo prazo em PPFs metalo-cerâmicas, as dimensões mínimas recomendadas para os conectores são 2.5 mm (altura ocluso/gengival) por 2.5 mm (largura buco/lingual), sua área sendo aproximadamente 6.25 mm² (FILSER *et al.* 2001). Estas dimensões são facilmente alcançadas em segmentos anteriores e posteriores, tornando-a indicada para este tipo de restauração. O mesmo não ocorre nas PPFs totalmente cerâmicas. No caso das próteses de In-Ceram Zircônia, uma proporção mínima de 3,0mm (altura ocluso/gengival) por 3,0mm (largura buco/lingual) é recomendável (FILSER *et al.*, 2001; RAIGRODSKI, 2002).

SORENSEN *et al.*, (1998); VULT VON STEYERN *et al.*, (2001); GUAZZATO *et al.*, (2004); WHITE *et al.*, (1996), defendem o não recobrimento na região de conectores das PPFs. O não recobrimento dos conectores possibilitaria uma maior espessura do material da subestrutura, proporcionando maior resistência à PPF. Além disso, se os conectores forem confeccionados somente com o substrato, as dimensões necessárias para o uso do material poderão ser alcançadas naqueles pacientes que possuam um pequeno espaço interoclusal disponível.

Além do material e da espessura dos conectores, o projeto dos conectores também pode afetar o desempenho destas restaurações. OH *et al.*, (2002) e FISCHER *et al.*, (2003), mostraram que alterações no projeto do conector da parte sujeita aos maiores níveis de tensão trativa, podem vir a otimizar a distribuição de tensões e, em conseqüência,, a vida em fadiga

21

dessa prótese. O raio de curvatura nesta região pode afetar fortemente a resistência mecânica da prótese. A explicação para este fato seria de que modificações no projeto do conector tenderiam a favorecer a dissipação de tensão, minimizando a concentração de tensão no conector.

OH *et al.*, (2002) investigaram a influência do projeto dos conectores em próteses parciais fixas de três elementos com conectores de dimensões semelhantes, porém com diferentes raios de curvatura em sua superfície gengival (0,45 mm e 0,25 mm). Eles confirmaram que as próteses sujeitas aos menores níveis de concentração de tensão na superfície gengival foram aquelas que exibiam um maior raio de curvatura nesta região. Este estudo suporta os resultados de outros autores (KELLY *et al.*,1995; KAMPOSIORA *et al.*,1996; POSPIECH *et al.*,1996), que evidenciaram maior concentração de tensões em conectores de altura reduzida e largura aumentada.

Quanto à região oclusal dos conectores, não há correlação estatisticamente significante entre raio de curvatura e resistência a fratura. Com isso, conclui-se que a resistência a fratura pode ser melhorada pela simples modificação no projeto da porção gingival do conector sem prejudicar a estética, já que a região oclusal do conector pode apresentar um desenho mais arrojado sem comprometimento biomecânico (OH & ANUSAVICE, 2002).

3.13 Influência do Recobrimento nas PPFs Cerâmicas

Diversos estudos conduzidos in vivo e in vitro utilizando coroas, PPFs livres de metal, e barras cerâmicas recobertas por porcelana indicaram que a resistência mecânica e o modo de fratura são ditados pelo material que está na superfície inferior, a qual está sujeita a tensões trativas (KELLY *et al.*, 1995; KELLY , 1999; CHONG *et al.*, 2002; ZENG *et al.*,1998; GUAZZATO *et al.*, 2004). GUAZZATO *et al.*, (2004), aferiram a resistência à flexão de barras de zircônia recoberta por porcelana feldspática, posicionando a zircônia na base. Eles chegaram a conclusão que o material que se encontra na base é o que dita a resistência mecânica da restauração. Foi observado que a resistência da prótese diminuiu acentuadamente quando ocorreu a inversão de posição, isto é, a porcelana na base e a zircônia no topo. OH & ANUSAVICE (2002), ao analisar diferentes tipos de porcelana de recobrimento em subestruturas do mesmo material, evidenciaram que não houve diferença estatisticamente significativa na resistência mecânica das amostras, reforçando a teoria de que o material da base é efetivamente àquele que dita a resistência da prótese, independentemente da porcelana de recobrimento.

Por outro lado, o recobrimento da subestrutura com a porcelana feldspática à temperaturas relativamente altas, pode vir a influenciar o desempenho do material. SUNDH *et al.*, (2004) avaliaram a resistência mecânica de subestruturas de zircônia após aquecimento à diferentes temperaturas e tempos. Foram testadas subestruturas revestidas com porcelana e subestruturas não revestidas. A resistência mecânica das subestruturas não revestidas foi significativamente mais elevada, sugerindo o oposto de alguns autores, que indicam a influência positiva do recobrimento de porcelana na resistência mecânica da prótese (KELLY *et al.*, 1995; KELLY , 1999; CHONG *et al.*, 2002; ZENG *et al.*,1998; GUAZZATO *et al.*, 2004). Segundo SUNDH *et al.*, (2004). Neste caso, o aquecimento da subestrutura durante a aplicação da porcelana de recobrimento afeta negativamente as propriedades mecânicas do material. Uma possível explicação para a queda na resistência mecânica seria a influência do ciclo térmico de aplicação da porcelana na transformação reversa M \rightarrow T ou a modificação do tamanho de grão durante a aplicação da porcelana.

Levando em consideração que a temperatura e a umidade ajudam a desencadear o fenômeno de envelhecimento, pode-se esperar que este também seja um mecanismo envolvido

23
na queda das propriedades mecânicas da zircônia pós aplicação cerâmica. Embora mais observado nas cerâmicas dopadas com ítria, estudos adicionais sobre a relação envelhecimento das cerâmicas dopadas com céria deverão ser realizados (CHEVALIER *et al.*, 2004).

3.14 Mecanismos de Fadiga em Cerâmicos

São três os fatores básicos necessários para causar falha por fadiga:

- (1) uma tensão de tração suficientemente alta;
- (2) uma variação na tensão aplicada suficientemente grande;
- (3) um número de ciclos considerável.

Além destas, algumas outras variáveis também são relevantes, como: concentradores de tensões, corrosão sob tensão, temperatura, microestrutura, e tensões residuais (DIETER, 1985).

O método básico para apresentação dos resultados de fadiga é através da curva S-N, onde é lançada em gráfico a tensão (S) contra o número de ciclos (N) necessários para a fratura. O número de ciclos de tensão que um material pode suportar antes de se romper aumenta com o decréscimo da tensão aplicada. Quando a curva S-N se torna horizontal sob uma determinada tensão limite, diz-se que atingiu-se o limite de resistência à fadiga, isto é, abaixo deste nível de tensão, o material poderá teoricamente suportar um número infinito de ciclos sem se romper (CALLISTER, 2000).

Os mecanismos associados com a propagação de trinca em fadiga de cerâmicos são bem distintos daqueles encontrados nos metais. Por exemplo, a taxa de crescimento de trincas nas cerâmicas, apresenta uma maior sensibilidade à intensidade de tensão (K) do que a maioria dos metais (RITCHIE, 1999).

Segundo RITCHIE (1999), a resistência à propagação de trincas em matériais cerâmicos resulta da competição de dois mecanismos: O intrínseco, relacionado à formação e propagação da trinca (relacionado aos mecanismos de degradação microestrutural), e o

extrínseco, relacionado ao retardo de seu crescimento (mecanismo de bloqueio do avanço das trincas).

A diferença de comportamento em fadiga entre materiais dúteis e frágeis está no mecanismo encontrado. O mecanismo predominante nos metais é basicamente intrínseco, onde há predomínio de movimentação de discordâncias e plasticidade na ponta da trinca. Neste caso, a tenacificação nos metais é alcançada quanto maior for a movimentação de discordâncias e a elasticidade nesta região. Em contrapartida, os materiais frágeis são tenacificados extrinsecamente, como, por exemplo, na tenacificação por transformação (figura 4) (RITCHIE, 1999).



Fig. 4: Diferença entre os mecanismos de tenacificação dos metais e dos cerâmicos.

É importante ressaltar que os mecanismos intrínsecos são propriedades inerentes dos materiais, sendo atuantes independentemente do tamanho da trinca ou da geometria do corpo de prova. Já os mecansimos extrínsecos, atuam na saia da trinca, e são criticamente dependentes de seu tamanho e da estrutura cristalina do material (RITCHIE *et al.*, 2000).

Pode-se dizer que a fadiga cíclica em materiais cerâmicos e em metais diferem-se nos seguintes aspectos (RITCHIE *et al.*, 2000):

• As trincas de fadiga em cerâmicas não se iniciam naturalmente; A iniciação da trinca está invariavelmente associada a um defeito pré-existente;

• As superfícies de fratura diferem, pois não são observadas estrias de fadiga nas cerâmicas; a morfologia da fratura em cerâmicas é quase idêntica àquela encontrada sob cargas monotônicas;

• Nos metais, o fator de intensidade de tensões é a principal variável que influencia o crescimento da trinca; nos materiais cerâmicos, a principal variável é a tensão máxima, pois o mecanismo de avanço da trinca é idêntico quando da aplicação de cargas cíclicas ou estáticas.

Por muitos anos, a propagação de trincas por fadiga cíclica em cerâmicos, foi atribuída ao mecanismo de corrosão sob tensão. A primeira comprovação efetiva do efeito da fadiga cíclica em cerâmicos foi reportada por DAUSKARDT & RITCHIE, (1987). A partir dessa constatação, outros estudos se seguiram indicando que todos cerâmicos tenazes exibiam degradação mecânica sob carga cíclica (TSAY & SHETTY, 1995; GRATHWOHL & LIU, 1991; LIU & CHEN, 1991; RITCHIE 1999).

A fadiga em materiais cerâmicos é um fenômeno muito complexo envolvendo pelo menos três principais fatores (RITCHIE, 1999; RITCHIE *et al.*, 2000):

- 1. Microestrutura, incluindo tamanho de grão, forma do grão e etc.;
- Meio ambiente, devido à corrosão das cerâmicas por água ou outro agente corrosivo;
- 3. Mecânico, referente à condições de carga (estática ou cíclica).

Fica claro, portanto, que a vida útil das estruturas cerâmicas é altamente dependente da carga aplicada e do tamanho da trinca pré-existente, considerando-se a marcante influência da intensidade de tensões na taxa de crescimento de trinca. Dentro deste contexto, os esforços em pesquisa se concentram no desenvolvimento de cerâmicas de elevada resistência capazes de

suportar altas cargas mastigatórias, e em rotas de processamento que introduzam o menor número de defeitos. Dentro deste contexto, a zircônia veio somar aos materiais que necessitam um bom desempenho em fadiga, devido principalmente a sua propriedade denominada tenacificação por transformação (DAUSKARDT *et al.* 1992; RITCHIE, 1999).

4. MATERIAIS E METODOLOGIA ADOTADA

4.1 Materiais

A tabela 1 apresenta a composição química dos blocos do ZTA utilizado nos blocos BZ e da frita de infiltração. A tabela 2 apresenta as principais propriedades físicas do ZTA. Os blocos utilizados pertenciam aos lotes 7630, 6998 e 7708, e o pó do vidro de infiltração ao lote 5590.

Óxidos	ZTA (BZ)	Frita de Infiltração	
	(% peso)	(% peso)	
Al ₂ O ₃	67	14-18	
ZrO ₂ (12mol% céria)	33	-	
SiO ₂	-	14-18	
B2O ₃	-	11-15	
TiO ₂	-	2-7	
La ₂ O ₃	-	25-30	
CeO ₂	-	6-10	
CaO	-	4-8	
ZrO ₂	-	1-4	
Y ₂ O ₃	-	2-6	

Tabela 1 : Composição química dos blocos BZ e da frita de infiltração.

Propriedades	Unidade	Valor
Resistência à Flexão	MPa	~600
Módulo de Young	GPa	258
Tenacidade a Fratura	MPa.m ^{1/2}	4,0
Coef. Dilatação Térmica	10^{-6} .K ⁻¹	7,8

Tabela 2: Propriedades físicas dos blocos BZ.

Os materias de moldagem e confecção dos modelos foram os seguintes:

1 - Silicone de adição marca ExpressTM Putty (3M ESPE, Alemanha). tempo de manipulação -

30 segundos, tempo total de trabalho - 90 segundos e tempo de polimerização - 5 minutos;

2 - Aquasil Ultra XLV Fast Set. Trata-se de um silicone de adição de consistência leve. O material é disponibilizado na forma de um cartucho especial, com pontas que dispensam a espatulação manual do material.

3 – Gesso tipo IV (Silky-Rock, Whip Mix Corporation) de baixa expansão (0,08% max.) e excelentes propriedades físicas (resistência a compressão de cerca de 53MPa). Relação recomendada água-gesso - 20ml/100g de gesso;

4 – Cimento resinoso Rely X Unicem Aplicap utilizado devido à simplicidade de manipulação,
e por esta ser reprodutível. Lotes 150072, 150357, 139915, 139194, 139232 e 139627;

5 – Resina Epóxica 3M Scotch-Weld Epoxy Adhesive DP100.

4.2 Metodologia

4.2.1 Fabricação dos Modelos

Foram feitos preparos em dois dentes adjacentes a um espaço edentado de um manequim odontológico (Prodens, Carapiá Ind. Com. Prod. Odontológicos Ltda, São Gonçalo, RJ), simulando a confecção de prótese parcial fixa posterior que se estenda do segundo prémolar até o primeiro molar (figura 5).



Figura 5: Manequim usado para fazer os preparos para a prótese parcial fixa dos elementos # 34-x-36.

Os preparos seguiram os requisitos mecânicos, biológicos e estéticos citados na literatura odontológica para a confecção de uma prótese parcial fixa livre de metal, ou seja, com uma convergência oclusal de cerca de 6-10°, e desgaste aproximado de 1,0-1,5 mm nas paredes axiais, e 2,0 mm nas faces oclusais dos dentes (SHILLINGBURG *et al.*, 2002).

Um modelo mestre de gesso Tipo IV de baixa expansão (SILKY-ROCK, Whip Mix Corporation) foi confeccionado a partir de uma moldagem da região de interesse do manequim com silicone de adição. O gesso foi vazado na proporção de 70 gramas de pó para 16ml de água, espatulado manualmente por 15 segundos e depois à vácuo por 20 segundos.

Foram então realizadas doze (12) moldagens do modelo mestre com silicone de adição (figura 6), sendo seguidas as recomendações do fabricante e o material de moldagem sendo

removido após 6 minutos, para que a polimerização do silicone fosse completa. As moldagens obtidas puderam, então, serem vazadas repetidamente em resina epóxica (3M Scotch-Weld Epoxy Adhesive DP100).



Figura 6: Molde de silicone de adição obtido a partir do modelo mestre em gesso.

É importante salientar a necessidade de deixar-se plana a base do molde para facilitar o seu assentamento sobre uma bancada no momento do preenchimento com resina. A inserção da resina epóxica nos moldes foi feita lentamente, sobre um vibrador e com o auxílio de um pincel fino, para que não houvesse a formação de bolhas nos modelos, sobretudo a primeira camada. Os modelos só foram ser retirados dos moldes após quatro horas, tempo total de polimerização da resina estipulada pelo fabricante.

Assim que removidos dos moldes de silicone os modelos eram então lixados, a fim de obter-se uma superfície plana visando minimizar qualquer trepidação quando da aplicação da carga.

4.2.2 Fabricação das Subestruturas

As subestruturas testadas neste trabalho foram usinadas a partir de blocos cerâmicos BZ (CEREC 3/InLab), através a tecnologia CAD/CAM. Neste processo, os preparos do modelo mestre em gesso foram escaneados a laser, e sua "réplica" digital visualizada na tela do computador com o auxílio de um programa específico do CEREC 3/InLab. O escaneamento levou cerca de 20 minutos.

Com esta tecnologia, todas as subestruturas puderam ser confeccionadas sob condições muito similares, o que seria impossível de se obter manualmente pela técnica da colagem de barbotina.

Extrema atenção teve que ser dada à região dos conectores, (região que une os retentores da prótese ao pôntico). Esta é sabidamente uma região submetida a grandes tensões e, portanto, deve ter suas dimensões devidamente projetadas. O conector mesial foi desenhado com dimensões de 4 mm de altura e 3,5 mm de largura, e o conector distal com 3,5 mm x 3,5 mm. O conector distal situa-se entre o pôntico e o segundo molar, e é o conector situado mais à direita na figura 7. Este conector apresentou menor altura em relação conector mesial, em função da reduzida altura do segundo molar. Este fato, e suas consequências,são de relevância prática, e serão discutidos adiante, uma vez que esta condição é a rotineiramente encontrada na clínica odontológica.



Figura 7: Digitalização da subestrutura. É possível notar a modificação feita na porção oclusal do pôntico para estabilização da bilha.

De particular importância foi o desenho da anatomia oclusal do pôntico. O pôntico deve receber carga através de uma bilha colocada sobre sua superfície oclusal

(figura 7). Logo, sua anatomia foi desenhada de forma que permitisse "equilibrar" a bilha. Esta, porém, foi a única adaptação para a realização do trabalho que difere do desenho de uma prótese normal.

Após o escaneamento das subestruturas, os blocos cerâmicos foram então usinados. O sistema CEREC 3/InLab utiliza duas brocas para usinagem, uma de formato cilíndrico, e uma cônica. As duas interagiam por 55 minutos sob irrigação abundante até que fossem obtidas as subestruturas a partir dos blocos de BZ.

É importante que alguém envolvido na pesquisa vistorie o andamento da operação de tempos em tempos, pois freqüentemente a etapa de usinagem foi interrompida pela quebra ou desgaste excessivo de alguma broca. Neste caso, o processo era automaticamente interrompido e o programa advertia para a necessidade da troca, especificando a broca a ser trocada. Após concluída a troca, a usinagem prosseguia do ponto onde parou. O programa também advertia para a necessidade de troca de água no reservatório após serem confeccionadas algumas próteses (cerca de três). Junto com a água, deve ser colocado um aditivo próprio do sistema.

Terminada a usinagem da subestrutura (figura 8), bastava separá-la da parte não usinada do bloco por meio de um disco, e levá-la ao forno para infiltração vítrea.



Figura 8: bloco de BZ após usinagem.

4.2.3 Infiltração Vítrea

Sob cada subestrutura usinada posicionada de forma invertida, adicionou-se uma lama certa proporção da frita de infiltração (40% em peso da subestrutura) sobre uma lâmina de platina, sendo que a porção cervical do pôntico foi pincelada com essa lama, como pode ser visto na figura 9.

O forno utilizado na etapa de infiltração vítrea foi o InCeramat II da Vita. O ciclo de infiltração vítrea para subestruturas de PPFs de três elementos dura 6 horas e 30 minutos. A temperatuta é elevada de 200°C a 1100°C em 30 minutos, onde permanence por mais 6 horas até infusão completa do vidro.

Os blocos, que apresentam densidade inicial de cerca de 80 %, devem ser infiltrados com vidro para aumentar sua densificação. Cumpre salientar, no entanto, que sendo o processo de infiltração manual, existe grande possibilidade de se observar uma razoável dispersão nos resultados de porosidade e em conseqüência o seu reflexo nas propriedades mecânicas das próteses.

Após a infiltração, as subestruturas foram jateadas com pó de óxido de alumínio de 25 µm de diâmetro e sob pressão de 3 bar, até que todo o excesso de vidro fosse removido.



Figura 9: Subestruturas preparadas para infiltração vítrea.

4.2.4 Cimentação das Subestruturas aos Modelos

As subestruturas jateadas foram posteriormente cimentadas aos modelos de resina epóxica utilizando o cimento resinoso RelyX Unicem Aplicap (3M ESPE). A escolha deste cimento se baseou no fato de sua manipulação ser mecânica, e portanto reprodutível.

Com o auxílio de uma pistola própria do cimento, a base e o catalisador eram misturados. As cápsulas eram então manipuladas vigorosamente por 10 segundos no aparelho Rotomix (3M ESPE), indicado pelo fabricante. A partir daí, essas cápsulas eram colocadas em uma pistola própria do sistema para aplicação do cimento na parte interna das subestruturas. As subestruturas eram posteriormente inseridas nos modelos e fotopolimerizadas por 2 minutos.

É importante salientar que no ato da cimentação foram posicionadas bilhas sobre os elementos pônticos, com uma carga sobre as mesmas de 25 N, para assegurar o total assentamento das próteses.

4.2.5 Testes de Fadiga Cíclica

Os testes de fadiga cíclica eram realizados em uma máquina capaz de executar 9 experimentos por vez. A máquina de fadiga cíclica projetada e construída pelo Prof. Richard Pober do Departamento de Biomateriais da Universidade de Boston, consistia de duas unidades principais (figura 10). A unidade (a) libera ar aplicando uma determinada pressão sobre o punção através de um solenóide (b). A força aplicada é calculada através da relação F $= P_{Ar} x$ Area. A frequência dos ciclos utilizada em todos os ensaios (1Hz), era determinada pela abertura e fechamento de um solenóide responsável pela passagem do ar. Essa unidade possui um contador que contabiliza o número de ciclos executados. Como o contador não interrompia o ensaio automaticamente após a fratura da subestrutura, o teste tinha que ser acompanhado visualmente. A indicação da fratura das subestruturas era através da oscilação das mesmas quando da aplicação da carga cíclica.

Os modelos eram colados à base das estações por meio de fitas dupla face. As bilhas eram posicionadas sobre os pônticos, e o pistão de cada estação posicionado sobre a bilha, em contato com a mesma. Os modelos com as subestruturas cimentadas eram posteriormente imersos em água para execução dos testes (figura 11).



(a)

(b)

Figura 10: Equipamento de teste de fadiga cíclica. (a) Controle de pressão do ar e (b) Uma das estações do teste de fadiga



Figura 11: Subestrutura fixada na máquina para teste de fadiga cíclica.

Após completados os ciclos de fadiga, as subestruturas não fraturados foram submetidos ao teste de resistência à flexão residual em uma máquina universal de ensaios Instron com célula de carga de 10kN. A resistência à flexão foi determinada a partir de uma carga centralizada no pôntico da subestrutura através de uma bilha de 0,85 mm de diâmetro. A velocidade da ponte foi de 0,5 mm/min.

5. APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS

5.1 Microestrutura e Distribuição de Fases dos Blocos BZ Antes e Após a Etapa de Infiltração

A primeira etapa do trabalho foi avaliar a homogeneidade dos blocos BZ não infiltrados de um mesmo lote utilizando-se a microscopia ótica. Apesar de sua baixa resolução e da limitação do aumento, foi possível visualizar alguma diferença na porosidade dos blocos como pode ser visto na figura 12. Os mesmos blocos foram posteriormente observados ao microscópio eletrônico de varredura utilizando elétrons retroespalhados para avaliar o grau de dispersão das partículas de alumina (escuras) e zircônia (claras). Como pode-se observar (figura 13), as partículas de zircônia apresentam-se bem dispersas na matriz de alumina.





Figura 12: Micrografias óticas de blocos BZ do lote 7708. Observar a maior microposidade

nos blocos (a) e (c). Aumento - 500x



Figura 13: Microcopia eletrônica de varredura por elétrons retroespalhados. Zircônia

(fase clara) e alumina (fase escura).

A figura 14 mostra que a distribuição das fases alumina, zircônia e vidro após a etapa de infiltração dos blocos. Neste caso, a infiltração foi razoavelmente homogênea. Isto, no entanto, não significa que durante o processo de infiltração das subestruturas não possa ter ocorrido variações tanto devido a blocos de diferentes lotes, quanto a etapa de infiltração.



Figura 14: Microcopia eletrônica de varredura por elétrons retroespalhados. Zircônia (fase clara), alumina (fase escura) e vidro (fase cinza).

A distribuição das fases alumina, zircônia e vidro pode ser observada através da análise por dispersão de energia (figura 14-a). A clara definição das regiões de alumina, zircônia e vidro infiltrado, indicam em princípio que não deve ter havido interação entre essas fases.



5 µm

Figura 14-a: Microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia por dispersão de energia de um bloco BZ após infiltração de vidro. Distribuição dos elementos zircônio, alumínio silício e lantânio. Os elementos em questão são representados em seus respectivos quadros pela fase clara.

5.2 - Resultados dos Testes de Fadiga Cíclica das Subestruturas BZ Após Infiltração

As subestruturas BZ usinadas por CAD-CAM e infiltradas foram submetidas ao teste de resistência à fadiga cíclica à umido (400 e 450N e freqüência de 1Hz). A intenção era utilizar carga de 450N, entretanto, nestas condições, as subestruturas fraturaram com baixo número de ciclos, o que fez com que a carga utilizada fosse alterada para 400N. A figura 15 apresenta em gráfico os resultados da influência do número de ciclos de aplicação da carga de 400N.

Os resultados obtidos (vide Anexo 1) mostraram uma grande dispersão do número de ciclos de fadiga até a fratura, principalmente das subestruturas submetidas a menor carga cíclica (400N). Essa dispersão evidenciou a possível influência de um número de variáveis relacionadas ao controle do processamento dos blocos BZ, às condições de usinagem e às etapas de manipulação (infiltração de vidro e o jateamento para remoção do excesso de vidro).



Figura 15: Carga aplicada x Número de ciclos das subestruturas fraturadas por fadiga. (400 e 450N, 1Hz, a úmido)

A partir desses resultados, determinou-se a distribuição de Weibull para o tempo em fadiga, como pode ser visto na figura 16.



Figura 16: Distribuição de Weibull para o tempo de vida das subestruturas BZ

A vida em fadiga foi calculada a partir da seguinte relação:

$$\ln\ln(1/1 - P_f) = m \ln N_f - m \ln N_{f,0}$$

onde P_f é a probabilidade cumulativa de falha por fadiga, N_f é o número de ciclos até a fratura e $N_{f,0}$ o número de ciclos correspondente a 63% da probabilidade cumulativa de falha e m* o módulo de Weibull relativo ao tempo de vida da subestrutura.

É importante salientar que um número de subestruturas não fraturaram por fadiga sob carga cíclica de 400N, o que sugere a existência de condições limites em que não ocorre crescimento acentuado de trincas. Como a equação utilizada não considerou o crescimento subcrítico das trincas, os resultados das subestruturas não fraturadas por fadiga não foram incluídas na análise do tempo de vida das mesmas.

A partir dessa análise, obteve-se o número de ciclos correspondente a 63% da probabilidade cumulativa de falha (43.455 ciclos) e o módulo de Weibull (0,78). Os resultados obtidos foram inferiores àqueles reportados na literatura (STUDARDT *et al.*, 2006). É provável que a concentração de tensões trativas no conector e a geometria da subestrutura tenham sido responsáveis pela sua menor resistência mecânica.

As subestruturas que não fraturaram por fadiga sob uma carga cíclica de 400N (vide Anexo 1), foram submetidas ao teste de flexão para a determinação de sua resistência residual e da influência dos ciclos de fadiga nessa resistência. A figura 17 apresenta em gráfico a variação da resistência residual em função do número de ciclos de fadiga. Pode-se observar que existe uma tendência a redução da resistência mecânica com o aumento do número de ciclos de fadiga.

A figura 18 ilustra a probabilidade cumulativa de falha x resistência residual das subestruturas que não se fraturaram sob distintos ciclos de fadiga e que foram submetidas ao teste de flexão para a determinação de sua resistência residual. Pode-se observar que as curvas para os diferentes ciclos de fadiga apresentam uma porção média retilínea cuja inclinação corresponde ao módulo de Weibull. Quanto maior a inclinação, menor a variabilidade dos resultados. Além disso verificou-se a tendência a queda da resistência residual com o aumento do número de ciclos.



Figura 17: Resistência residual x Número de ciclos das subestruturas que não fraturaram por fadiga (400N, 1Hz, a úmido)



Figura 18: Probabilidade de falha x resistência residual das subestruturas que não fraturaram por fadiga.

A tabela 3 apresenta a média e o desvio padrão dessas resistências residuais das subestruturas que não fraturaram quando submetidas a carga cíclica de 400N. Pode-se observar que para diferentes ciclos de fadiga (entre 15000 e 50000 ciclos), as resistências residuais e os desvios padrão das próteses foram bastante próximos, indicando que para a carga de 400N, a faixa de número de ciclos de fadiga não tenderia a comprometer a resistência mecânica das mesmas. No entanto, para 85000 ciclos a resistência mecânica da subestrutura decresceu com número de ciclos.

Número de Ciclos de	Carga de Ruptura Média	Desvio Padrão
Fadiga	(N)	
5000	914	57
15000	772	69
25000	751	81
50000	724	78
85000	625	7

Tabela 3: Média e desvio padrão das resistências residuais das próteses não fraturadas por fadiga (400N, 1Hz, a úmido)

Tendo em vista que os dados foram adequadamente descritos e seguem a distribuição de Weibull e não a distribuição normal, o teste estatístico não-paramétrico de Kruskal-Wallis foi utilizado nas comparações. Foi utilizado o teste de Kruskal-Wallis pelo fato deste não requerer que os dados sigam a distribuição normal, e por ser um teste útil quando a amostra é pequena (que dificulta verificar a normalidade dos resíduos e a constância da variância).

A partir do teste de Kruskal-Wallis mostrou-se com 95% de certeza que a resistência residual diminui com o número de ciclos utilizado (vide Anexo 2). Desta forma, fica rejeitada a hipótese nula, de que o número de ciclos não afeta a resistência mecânica. É interessante que uma limitação do teste de Kruskal-Wallis é que ele tende a não rejeitar a hipótese nula quando ela é falsa. Assim, se a hipótese nula é rejeitada, como neste caso, pode-se confiar no resultado.

No entanto, não pode-se deixar de levar em consideração que subestruturas do mesmo material e usinadas no mesmo equipamento (CEREC InLab) apresentaram resultados muito distintos, isto é, nas mesmas condições do teste de fadiga, algumas amostras

fraturaram e outras não, o que sinaliza para outros parâmetros (processamento dos blocos BZ, vida útil das brocas duarante a usinagem e etapas de manipulação associadas as etapas de infiltração de vidro e jateamento para remoção do excesso de vidro).

Com o intuito de avaliar a influência dos ciclos de fadiga na resistência mecânica da zircônia e no processo de tenacificação, realizou-se testes de resistência a flexão das próteses não submetidas ao teste de fadiga. As cargas de ruptura (740, 890 e 770N) dessas subestruturas foram inferiores a àquelas submetidas a baixos ciclos de fadiga (entre 5000 a 25000 ciclos), o que pode vir a indicar que os ciclos de fadiga podem ter induzido a transformação T \rightarrow M e, em consequência uma certa tenacificação do material. Por outro lado, com o aumento do número de ciclos, o mecanismo de tenacificação teria sido superado pela degradação da estrutura e crescimento das trincas.

5.3 Análise do Modo de Fratura das Subestruturas

A tabela 4 apresenta os tipos de fratura observados nas subestruturas testadas sob fadiga cíclica. Os dados da tabela apontam para um padrão de fratura através dos conectores, indo de encontro à literatura referente a fraturas em PPFs cerâmicas. É interessante observar que o modo de fratura preponderante foi através do conector distal, que apresentava uma menor razão altura/espessura do conector, com dimensões de cerca de 3.5mm x 3.5mm.

Modo de Fratura	Número de Amostras Fraturadas	Percentual de Amostras Fraturadas (aproximado)
Através do Conector Distal (3.5mm x 3.5mm)	24	67%
Através do Conector Mesial (4.0mm x 3.5mm)	8	22%
Através do Retentor Distal (Molar)	1	3%
Através do Retentor Mesial (Pré-Molar)	3	8%

Tabela 4: Análise do Modo de Fratura das Subestuturas.

5.4 Estimativa da Concentração de Tensões no Conector

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

Foi constatada que a iniciação da trinca ocorre na região trativa do conector, portanto na superfície gengival. Materiais frágeis como os cerâmicos possuem baixa resistência a tensões trativas; portanto, é na região do conector que estarão presentes os maiores níveis de tensão trativa.

A estimativa de cálculo da distribuição das tensões trativas nos conectores foi realizada utilizando-se um modelo baseado em princípios da ciência dos materiais.

Para uma viga prismática submetida a esforços de flexão, a tensão trativa pode ser expressa pela relação:

$$\boldsymbol{\sigma} = \mathbf{M}.\mathbf{y} / \mathbf{I} \tag{1}$$

onde σ representa a tensão trativa, M o momento fletor, y a distância entrea linha neutra (tensão trativa = tensão compressiva) e a superfície e I o momento de inércia da seção transversal da viga. O momento fletor M é calculado pelo produto da força cortante (Q) pelo braço de alavanca (x), isto é, a distância entre o apoio e a seção em estudo:

$$\mathbf{M} = \mathbf{Q} \cdot \mathbf{x} \tag{2}$$

Considerando o caso específico da subestrutura de três elementos ilustrada na figura 19:



Figura 19: Subestrutura de três elementos. Linha tracejada corresponde a propagação da fratura a partir da região trativa do conector. Aumento – 5x.

A tabela 5 abaixo ilustra as dimensões da subestrutura em (m), extraídos da figura 19:

Xc	D	K	I	raio	r/d
0,003	0,0034	1,6	6,5564E-12	0,00058	0,171

Para calcular a tensão máxima no conector deve-se determinar I, y, Q e x para a subestrutura em questão. Considerando-se que o conector tenha uma seção circular, o

momento de inércia da sua seção transversal pode ser calculado a partir da seguinte expressão:

$$I = \pi . d^{4} / 64$$
 (3)

Sendo d o diâmetro do conector, σ será máxima quando y for igual a d / 2. Substituindo os valores de y e de I na equação (1), e levando-se em consideração que o fator de concentração de tensões K = 1,5 (vide figura 20), obtém-se a expressão da tensão trativa máxima.



$$\sigma_{\rm max} = \mathbf{K.32.M_f} / \pi.d^3 \tag{4}$$

Figura 20: Cálculo do fator de concentração de tensão na região do conector (Collins, J.A., "Failure of Materials in Mechanical Design: Analysis, Prediction, Prevention", John Wiley & Sons, New York, 1981)

Nos testes de fadiga foi aplicada uma força F no centro do pôntico como mostra a figura A. Supondo a prótese simétrica em relação ao pôntico, as reações nos apoios serão iguais, correspondendo a metade da força aplicada. Logo, a força cortante no conector será Q = F / 2.

Finalmente, $x = x_c$ é determinado pela distância entre o apoio e o local da iniciação da trinca. Substituindo-se Q = F/2 e $x = x_c$ na equação (2) e o momento de inércia M na equação (4), obtem-se a expressão da máxima tensão trativa em função das dimensões da subetrutura e da força aplicada.

$$\sigma_{\text{max}} = \text{K.16.F.} x_{\text{c}} / \pi.\text{d}^{3}$$
(5)

Pode-se observar que o parâmetro mais influente na expressão da tensão máxima (5) é o diâmetro do conector. Raios de curvatura muito pequenos também devem ser evitados, devido ao aumento do fator de concentração de tensão K. Pelo mesmo motivo, a presença de defeitos, tais como trincas ou poros, também causam perda de resistência mecânica. Por último, a expressão (5) também indica que a tensão pode aumentar com o incremento de x_c . No entanto, na prática, este parâmetro não pode ser significativamente alterado.

Partindo da expressão (5) e utilizando-se as dimensões da prótese, determinou-se a relação entre a força aplicada e a tensão trativa no conector. A tabela 6 ilustra esses resultados. Com base neste método foi possível estimar a tensão trativa no conector (250MPa) para a carga cíclica de 400N.

Força	Tensão
(N)	Máxima no
	Conector
	(MPa)
200	124,50
400	250,00
600	373,00
800	498,00
1000	622,00
1200	747,00
1400	871,00

Tabela 6: Cálculo da tensão máxima no conector para diferentes cargas aplicadas nos testes

de resistência a flexão das subestruturas

5.5 Análise por Difração de Raios-X

Análises por difração de raios-X nas diferentes etapas do processamento da subestrutura de BZ (figura 21), evidenciaram a diminuição da intensidade dos picos da zircônia monoclínica e tetragonal após os diferentes tratamentos superficiais e nas amostras fraturadas, em comparação ao bloco BZ não usinado.

Uma outra observação interessante estava relacionada a diminuição dos picos da alumina e da zircônia após as etapas da jateamento e fratura das subestruturas, possivelmente devido a dissolução desses óxidos no vidro, dando origem a outras fases que não puderam ser identificadas (NI).



Figura 21: Difração de raios-X nas diferentes etapas de processamento das subestruturas e após solicitações mecânicas e fratura.

5.6 Fractografia das Subestruturas

A figura 22 apresenta a região de fratura por fadiga de uma subestrutura submetida a uma carga de 400N após 85.000 ciclos. Pode-se observar, a presença de trincas no excesso de vidro de infiltração localizado na região do conector. A remoção do excesso de vidro nessa região foi dificultada em razão das dimensões e geometria do conector. Essas trincas com o transcorrer das solicitações mecânicas tenderiam a se propagar na matriz do ZTA acarretando a fratura do conector.



(a)

(b)



(c)

(d)

Figura 22: Microscopia eletrônica de varredura da região do conector de uma subestrutura BZ fraturada por fadiga após 85000ciclos. (a e c) ZTA e (b e d) excesso de vidro. Chama a atenção o tamanho da porosidade encontrada no conector da microscopia

6. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Os resultados obtidos nesse trabalho abrem caminho para discussão de diversos aspectos, como por exemplo a relação da microestrutura e do processamento com o desempenho de PPFs, a previsibilidade do In-Ceram[®] Zircônia em PPFs de três elementos, os mecanismos de tenacificação predominantes e sua relação com o processamento, a influência de tratamentos de superfície, do projeto da subestrutura da prótese e do meio aquoso em que ela vai ser utilizada.

O sucesso clínico do In-Ceram[®] Alumina em coroas unitárias anteriores / posteriores e próteses parciais fixas anteriores variou de 85 a 98 % após 7 anos, mas quando utilizado em em uma região não recomendada, como em PPFs posteriores, esta taxa caiu para 80 % (KELLY *et al.*, 1995; McLAREN & WHITE, 1999; VULT VON STEYERN *et al.* 2001). As taxas de sucesso do In-Ceram[®] Zircônia em PPFs posteriores são de aproximadamente 98 % após 7 anos (HORNBERGER *et al.*, 1999). Conclui-se então, que materiais com valores de resistência a flexão menores ou iguais aos do In-Ceram[®] Alumina apresentarão alto índice de fracasso em próteses parciais fixas na região posterior da boca. Além disso, ficou implícito que as subestruturas de zircônia densa apresentariam melhores resultados a longo prazo em relação ao In-Ceram[®] Zircônia, devido à maior quantidade de zircônia capaz de induzir a tenacificação do material.

Apesar desta nunca ter sido a indicação preconizada pelo fabricante, este dado clínico fornece subsídios sobre os requisitos mecânicos necessários para uma prótese fixa posterior. Dados clínicos sobre próteses parciais fixas posteriores de In-Ceram[®] Zircônia se limitam aos reportados por Sadoun, que encontrou um índice de sucesso de cerca de 98 % após 7 anos de serviço (HORNBERGER *et al.*, 1999).

52

GIORDANO (2003) avaliou e comparou a resistência a flexão de subestruturas de PPFs de três elementos de In-Ceram[®] Alumina, In-Ceram[®] Zircônia, e YZ Zircônia (zircônia densa), e observou uma média de 550, 700, e 900 MPa respectivamente. Uma extrapolação clínica pôde ser acessada correlacionando os resultados desta pesquisa com os estudos clínicos mencionados anteriormente.

GUAZZATO *et al.*, (2002) compararam as propriedades mecânicas do In-Ceram[®] Alumina e do In-Ceram[®] Zircônia. Ao contrário do que se esperava de uma cerâmica tenacificada por transformação de fase, o In-Ceram[®] Zircônia não apresentou uma melhoria estatísticamente significativa nos resultados de resistência a flexão quando comparado ao In-Ceram[®] Alumina. Tal comportamento se deveu, principalmente, à pequena variação no conteúdo de zircônia monoclínica no material de partidaa (19%), jateada (14%), e fraturada (26%) das amostras de In-Ceram[®] Zircônia. Nos blocos BZ o teor de zircônia monoclínica era bastante elevado

Os resultados de difração de raios–X (figura 21) evidenciaram que nos blocos BZ (inicial), o teor de zircônia monioclínica era bastante elevado, em comparação as amostras usinadas, jateadas e fraturadas. ZACCHÉ (2004) também obervou a influência desses tratamentos superficias utilizando a rota de barbotina do In-Ceram[®] Zircônia.

GUAZZATO *et al.*, (2004) observaram um modesto aumento no conteúdo de zircônia monoclínica após fratura, o que também foi observado no presente trabalho. Um outro resultado interessante utilizando a técnica de raios-X (figura 21) foi a formação de outras fases cristalinas identificadas (NI), após a etapa de infiltração de vidro. Esta fase possivelmente uma vitrocerâmica incorporou um certo teor de alumina/zircônia da matriz vítre, pois observou-se o decréscimo da altura do pico da alumina e da zircônia quando da formação dessa nova fase. Resultado similar já tinha sido relatado anteriormente por ZACCHÉ, (2004).

É importante salientar que erros resultantes da técnica de difração de raios–X possam ocorrer na quantificação da zircônia monoclínica, uma vez que a profundidade da zona transformada é bem menor que a penetração dos raios–X. No entanto, está técnica mostrouse bastante interessante, na medida que ela correlacionou os resultados obtidos com a transformação tetragonal/monoclínica e a consequente tenacificação do material (GUAZZATO *et al.*, 2004).

A tenacificação por transformação não é o único mecanismo através do qual as partículas de zircônia contribuem para o aumento da resistência do compósito. O mecanismo de tenacificação por microtrincas tembém é muito importante. Pode-se observar através a figura 21 que a quantidade de zircônia monoclínica é mais elevada no bloco inicial. Este resultado confirma os resultados de GUAZZATO *et al.*, (2005) que sugerem que o conteúdo de zircônia monoclínica (23%) do In-Ceram[®] Zircônia para CAD/CAM já é alto o bastante para gerar microtrincas, sendo que adicionais transformações de fase não seriam mais esperadas. Já no In-Ceram[®] Zircônia para uso por barbotina, os baixos níveis de fase monoclínica pós sinterização parcial (10%) apontam para um grande potencial de tenacificação por transformação nas etapas que se sucedem. Desta forma, sugere-se que a tenacificação por microtrincas seja o mecanismo de tenacificação por transformação seja mais dominante no In-Ceram[®] Zircônia para uso pela técnica da barbotina.

Também comprovou-se que o conteúdo de zircônia tetragonal decresce nas amostras submetidas a usinagem e jateamento e nas amostras fraturadas. Isto se deve a transformação $T \rightarrow M$ associada a essas solicitações mecânicas. Independentemente da natureza de outros defeitos gerados no processamento das subestruturas e tratamentos mecânicos superficiais, a maior quantidade de zircônia monoclínica nessas amostras identificada seria a responsável

por gerar tensões localizadas, juntamente com os altas concentrações de tensão na ponta de uma eventual trinca, podendo inclusive nuclear microtrincas através a matriz vítrea.

A composição química do In-Ceram[®] Zircônia segundo o fabricante é de aproximadamente 67% em peso de Al₂O₃ e 33% em peso de t-ZrO₂ estabilizada por céria, tanto na forma de pó para uso da técnica de colagem por barbotina, como na forma de blocos para uso pela tecnologia CAD/CAM. Apesar da composição química ser similar, acredita-se que as próteses confeccionadas pela técnica CAD/CAM possuam melhores propriedades mecânicas decorrente de seu distinto processamento. Entretanto, não existem dados conclusivos suportando esta hipótese.

Resultados contraditórios foram reportados por GUAZZATO *et al.*, (2004). Foram obtidas médias de resistência de 476 MPa para o grupo do In Ceram[®] Zircônia BZ e 630 MPa para o grupo do In-Ceram[®] Zircônia barbotina. Confirmando estes resultados, foi observado o maior teor de zircônia monoclínica nas amostras fraturadas do In Ceram[®] barbotina em comparação ao In Ceram[®] Zircônia CAD-CAM.

A influência da distribuição de porosidade dos blocos BZ na resistência mecânica das subestruturas é difícil de mensurar, uma vez que a distribuição de poros pode variar mesmo dentro de um mesmo lote. Os blocos BZ utilizados no presente trabalho foram de dois distintos lotes, os quais não evidenciaram grandes variaçãos morfológicas, apesar de ter-se observado variaçãos significantes no comportamento mecânico das subestruturas de um mesmo lote. O que fica evidente é que o processamento cerâmico dos blocos BZ por si só não implica necessariamente em subestruturas de elevada resistência mecânica, pois outros fatores como os tratamentos superficiais (usinagem e jateamento) e térmicos (infiltração de vidro) não podem deixar de ser consideradas. A grande dispersão dos resultados de resistência a fadiga das subestruturas BZ usinadas por CAD-CAM e posteriormente

infiltradas e jateadas corroboram com a afirmação de que as etapas de manipulação tem influência marcante nas propriedades mecânicas da mesma.

Quanto aos resultados de resistência a fadiga das subestruturas BZ, pôde-se observar uma grande dispersão, quando sob a carga cíclica de 400 N, a vida em fadiga variou substancialmente com o número de ciclos, com algumas subestruturas fraturando com mais de 80.000 ciclos, e outras, com menos de 5.000 ciclos. É de esperar, portanto, que os processos de usinagem, infiltração e jateamento devem ter tido um papel relevante na deterioração das propriedades mecânicas da subestrutura. Em vista desses resultados e do elevado custo da tecnologia In-Ceram Zircônia BZ (CAD-CAM), não é de se esperar uma boa aceitação desse produto pelo mercado.

É curioso o fato de que a Vita Zahnfabrik a partir do ano de 2005, passou a produzir ela própria os blocos BZ utilizados para o CEREC InLab. Estes blocos eram anteriormente, produzidos por outro. Tal mudança pode ter acarretado alterações no processamento dos blocos. Para realizar essa afirmação, seriam necessários estudos adicionais avaliando blocos de diferentes lotes para que se pudesse tirar alguma conclusão quanto a correlação entre dispersão dos resultados e o processamento dos blocos.

A distribuição das partículas de alumina e zircônia nos blocos BZ mostrou-se razoavelmente homogênea. GUAZZATO *et al.*, (2004) relatou que a baixa solubilidade entre a alumina e a zircônia e destes com a fase vítrea, é fruto do baixo coeficiente de difusão da alumina e da zircônia na matriz vítrea. Além disso, a baixa temperatura de sinterização utilizada para evitar a contração da peça e atingir a adaptação requerida, não favoreceria a distribuição ideal de partículas.

No entanto, a partir dos resultados de difração de raios-X das amostras infiltradas (jateada e fraturada) observou-se que tanto a alumina quanto a zircônia podem ter se

solubilizado no vidro, dando origem a uma fase cristalina não identificada identificada denominada NI. Essa fase já tinha sido observada anteriormente por ZACCHÉ, (2004).

Outra hipótese para esta dispersão dos resultados é a variação inerente aos procedimentos executados manualmente, como infiltração vítrea e jateamento. O pó de vidro de lantânio correspondente a 40 % do peso da prótese era misturado com água destilada de forma que uma lama passível de ser pincelada sobre as amostras fosse obtida. Apesar destas etapas terem sido executadas sempre pelo mesmo operador, variações quanto à forma da aplicação do vidro nas amostras, e quanto ao tempo de jateamento em cada face das subestruturas são variáveis de difícil controle.

No caso do jateamento, as regiões que apresentavam excesso de vidro eram jateadas até que este excesso não pudesse ser observado visualmente. Devido ao fato das subestruturas serem posicionadas com sua parte oclusal sobre a lama de vidro de lantânio, esta superfície carecia de maior tempo de jateamento para remoção do excesso de vidro.

Esta observação desperta curiosidade, uma vez que sabe-se que a parte gengival dos conectores, e não a oclusal, está sujeita a maiores tensões trativas e que o jateamento pode ser responsável por tenacificar o material via formação de tensões residuais compressivas ou enfraquecê-lo, se for realizado de forma agressiva (KOSMAC *et al.*, 1999). Seria interessante jatear a superfície gengival dos conectores para geração de uma camada de estresses residuais compressivos mesmo na ausência de excesso de vidro? O que se observou na realidade foi a não remoção do excesso de vidro na região dos conectores, o que fez as trincas de fadiga se evidenciasse de froma clara a presença de trincas nesta região se propagando no interior da matriz de ZTA.

Como o mecanismo de tenacificação da zircônia está principalmente relacionado com a transformação T \rightarrow M, e como a fratura por fadiga se inicia na superfície do material, um excelente comportamento em fadiga seria esperado quando uma grande quantidade de fase

57

monoclínica fosse detectada na superfície da cerâmica. Entretanto, são necessárias pesquisas adicionais para estabelecer as condições que produzam uma distribuição ótima de tensões residuais compressivas através do jateamento (KOSMAC *et al.*,1999; GUAZZATO *et al.*, 2005).

A cimentação em princípio, não parece ter tido influência na dispersão dos resultados, uma vez que todos os espécimes foram cimentados com o mesmo material (RelyX Unicem – 3M ESPE), fornecidos na forma de cápsulas de mesmo conteúdo, e espatulados elétricamente no aparelho Rotomix (3M ESPE) fornecido pelo fabricante próprio para tal.

Segundo OH *et al.*, (2002), o desenho da parte gengival dos conectores é decisivo no sucesso de uma PPF e, muitas vezes, seu desenho ideal é limitado pela pequena altura disponível para o conector. Esta pequena altura do conector a que o autor se refere se dá em função da altura do preparo dentário e do posicionamento gengival. Sendo assim, um modelo que não leve em consideração um destes fatores permite um desenho de subestrutura que gere menor tração nos conectores. No presente trabalho não se variou a geometria e as dimensões do conector.

Apesar dos diferentes projetos das subestruturas do presente trabalho e o de OH *et al.*, (2002), o modo de fratura das PPFs foi semelhante. Em ambos os trabalhos, o modo de fratura predominante se estendia da parte gengival dos conectores até a parte oclusal do pôntico. Este padrão de fratura foi relatado em 88 % das amostras fraturadas por SUNDH *et al.*, (2004), e em aproximadamente 89 % das amostras no presente estudo (Tabela 4). Em 66 % das amostras do presente trabalho, a fratura ocorreu no conector situado entre os dois molares, em função da menor proporção altura/largura deste conector frente ao outro conector. Estes achados suportam os resultados de que a concentração de tensão é maior em

conectores com menor razão altura/largura (KELLY *et al.*,1995; KAMPOSIORA *et al.*,1996; POSPIECH *et al.*,1996).

A ação do meio aquoso à temperatura ambiente no desempenho em fadiga de cerâmicas a base de zircônia. não ficou claro. Defeitos superficiais pré-existentes, em associação com a água, principalmente á temperaturas mais elevadas, podem levar à transformação tetragonal-monoclínica. Como a fratura por fadiga se inicia na superfície do material, e a usinagem do bloco cerâmico produz defeitos de superficiais, a influência do meio aquoso no enfraquecimento desta região pode vir a influenciar na queda do seu desempenho. Estudos adicionais comparando o comportamento em fadiga do In-Ceram[®] Zircônia a seco e em meio aquoso serão necessários para quantificar se a transformação T \rightarrow M será mais efetiva na presença de água. No presente trabalho apenas foram testadas subestruturas em ambiente úmido, por ser esta a condição encontrada na boca, e por se tratar de um estudo objetivando avaliar a influência do número de ciclos na resistância a fadiga do In-Ceram Zircônia.
7. CONCLUSÕES

Dentro das limitações deste estudo, pode-se concluir que:

 A resistência mecânica das subestruturas de BZ obtidas por CAD/CAM em meio úmido e que não fraturaram por fadiga, apresentaram um decrécimo de sua resistência à flexão com o número de ciclos de fadiga, principalmente para os mais elevados ciclos (85000);

2 - O modo de fratura por fadiga predominante das suestruturas BZ aconteceu no conector distal, por apresentar menor relação altura/espessura;

3 – Os blocos BZ após processamento CAD/CAM seguido de infiltração e jateamento, quando submetidos a ensaios de fadiga cíclica (400N, 1Hz, à umido), apresentaram uma grande dispersão de resultados, indicando que o processamento e a manipulação influenciaram o comportamento mecânico da subestrutura;

4 – Análises por difração de raios-X sugerem que o mecanismo de tenacificação preponderante no In-Ceram Zircônia CAD-CAM é a tenacificação por microtrincas, em virtude do elevado teor de zircônia monoclinica presente nos blocos BZ;

5 - A avaliação da homogeneidade dos blocos BZ de um mesmo lote não evidenciou diferenças que pudessem ser responsáveis pela elevada dispersão dos resultados de resistência à fadiga. No entanto comparação entre lotes deverá ser realizada;

 $6 - \text{\acute{E}}$ possível que as condições de infiltração e a etapa de jateamento para remoção do excesso de vidro, sejam os grandes responsáveis pela dispersão dos resultados.

60

7– Em vista da elevada dispersão dos resultados encontrados, estudos adicionais são necessários antes de se indicar a confecção de próteses parciais fixas posteriores de In-Ceram[®] Zircônia via CAD-CAM.

8. ESTUDOS FUTUROS

Frente aos resultados obtidos no presente estudo, algumas sugestões para estudos futuros parecem pertinentes, como por exemplo:

1 – Avaliar a influência do meio aquoso através de testes comparativos a úmido e a seco;

2 - Testar diferentes dimensões e desenhos de conectores;

3 - Testar diferentes cargas;

4 – Avaliar a distribuição de porosidade entre diferentes lotes de blocos cerâmicos, e dentro de um mesmo lote;

5 – Avaliar a influência de cada etapa de processamento no conteúdo de zircônia monoclínica transformada;

6 – Testar subestruturas recobertas por porcelana.

9. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] APHOLT, W., BINDL, A., LÜTHY, H., MÖRMANN, WH. "Flexural strength of Cerec 2 machined and jointed In-Ceram Alumina and In-Ceram Zirconia bars", *Dental Materials*, v. 17, pp. 260-67, 2001.

[2] ARDLIN, B.I., "Transformation-toughened zirconia for dental inlays, crowns and bridges: chemical stability and effect of low-temperature aging on flexural strength and surface structure", *Dental Materials*, v. 18, pp.590-95, 2002.

[3] CALLISTER W.D. *Materials Science and Engineering: An Introduction*. 5^a edição. New York, John and Wiley Sons, Inc., 2000.

[4] CAMPBELL, S.D., SOZIO, R.B. "Evaluation of the fit and strength of an all-ceramic fixed partial dentures", *Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 59, pp. 301-6, 1988.

[5] CHEVALIER, J. "What future for zirconia as a biomaterial?", *Biomaterials*, v. 7 pp.535-43, 2006.

[6] CHEVALIER, J. DEVILLE, S., MUNCH, E, JULIAN, R., LAIR, F. "Critical effect of cubic phase on aging in 3mol% yttria-stabilized zirconia ceramics for hip replacement prosthesis". Biomaterials v. 25, pp. 5539-5545, 2004.

[7] CHONG, K.H., CHAI, J., TAKAHASHI, Y., WOZNIAK, W. "Flexural strength of In-Ceram Alumina and In-Ceram Zirconia core materials", *International Journal of Prosthodontics*, v. 15, pp. 183-88, 2002.

[8] CHRISTEL, P., MEUNIER, A., HELLER, M., TORRE, J.P., PEILLE, C.N. "Mechanical properties and short-term in-vivo evaluation of yttrium-oxide-partially-estabilized zirconia", *Journal of Biomedical Materials Research*, v. 23, pp. 45-61, 1989.

[9] CREUGERS, N.H., KAYSER, A.F., VAN'T HOF, M.A. "A meta-analysis of durability data on conventional fixed bridges", *Community of Dental Oral Epidiomiology*, v. 22, pp. 448-52, 1994.

[10] DAUSKARDT, R.H., JAMES, M.R., PORTER, J.R. "Cyclic fatigue-crack growth in a SiC-whisker-reinforced alumina ceramic composite: Long- and small-crack behavior", *Journal of the American Ceramic Society*, v.75, n. 4, pp. 759-771, 1992.

[11] DAUSKARDT, R.H., YU, W., RITCHIE, R.O., "Fatigue crack propagation in transformation-toughened zirconia ceramic", *Journal of the American Ceramic Society*, v.70, n. 10, pp. C248-C252, 1987.

[12] DENRY, I.L., HOLLOWAY, J.A. "Microstructural and crystallographic surface changes after grinding zirconia-based dental ceramics", *Journal of Biomedical Material Research*, Part B: Applied Biomaterials, pp. 440-448, 2006.

[13] DIETER G. Metalurgia Mecânica. 5ª edição, 1982.

[14] FILSER, F., KOCHER, P., WEIBEL, F., et. al., "Reliability and strength of all-ceramic dental restorations fabricated by direct ceramic machining (DCM)", *International Journal of Computer Dentistry*, v. 4, pp. 89-106, 2001.

[15] FISCHER H, WEBER M, MARX R. Lifetime prediction of all-ceramic bridges by computational methods. Journal of Dental Research. Vol. 82, pp. 406-14, 2003.

[16] GARVIE, R.C., HANNINK, R.H., PASCOE, R.T., "Ceramic steel?", *Nature*, v. 258, pp. 703-704, Dec. 1975.

[17] GARVIE, R., NICHOLSON, P., "Phase Analysis in Zirconia Systems", *Journal of the American Ceramic Society*, v. 55, pp. 303-305, 1972.

[18] GIORDANO, R., "CAD/CAM: An Overview of Machines and Materials", *Journal of Dental Technology*, pp. 20-30, Sep. 2003.

[19] GRATHWHL, G., LIU, T., "Crack Resistance and fatigue of Transforming ceramics: II – CeO₂-Stabilized Tetragonal ZrO₂", *Journal of the American Ceramic Society*, v. 74, pp. 2028-2034, 1991.

[20] GUAZZATO, M., ALBAKRY, M., RINGER, S., et al., "Mechanical Properties of In-Ceram Alumina and In-Ceram Zirconia", *International Journal of Prosthodont*, v. 15, pp. 339-346, 2002.

[21] GUAZZATO, M., ALBAKRY, M., RINGER, S.P., et al., "Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials, Part II. Zirconia-based dental ceramics", *Dental Materials*, v. 20, pp. 449-456, 2004a.

[22] GUAZZATO M; PROOS K; QUACH L; SWAIN M. "Strengh, reliability and mode of fracture of bilayered porcelain/zirconia (Y-TZP) dental ceramics", *Biomaterials*,v. 25, pp. 5045-5052, 2004b.

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

[24] KAMPOSIORA, P., PAPAVASILIOU, G., BAYNE, S.C., FELTON, D.A. "Stress concentration in all-ceramic posterior fixed partial dentures", *Quintessence International*, v. 27, pp. 701-7069, 1996.

[25] KELLY, J.R. "Clinically relevant approach to failure testing of all-ceramic restorations", *Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 81, pp. 652-661, 1999.

[26] KELLY JR, NISHIMURA I, CAMPBELL SD. Ceramics in dentistry: historical roots and current perspectives. *Journal of Prosthetic Dentistry*. Vol. 1 pp.18-32, 1996

[27] KELLY, J.R., TESK, J.A., SORENSEN, J.A. "Failure of all-ceramic fixed partial dentures in vivo: analysis and modeling", *Journal of Dental Research*, v. 74, pp. 1253-1258, 1995.

[28] KERN, M., WEGNER, S.M. "Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability", *Journal of Dental Materials*, v. 14, pp. 64-71, 1998.

[29] KOSMAČ, T., OBLACK, C., JEVNIKAR, P., et al., "The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic", *Journal of Dental Materials*, v. 15, pp. 426-33, 1999.

[30] LIU, S.Y., CHEN, I.W., "Fatigue of Ytria-Stabilized Zirconia I – Fatigue damage, fracture origins, and lifetime prediction", *Journal of the American Ceramic Society*, v. 74, pp. 1197-205, 1991a.

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

[32] LUTHARD, R.G., HOLZHÜTER, M.S., RUDOLPH, H. "CAD/CAM-machining effects on Y-TZP zirconia", *Dental Materials*, v. 20, pp. 655-662, 2004.

[33] Mc LAREN, E.A., WHITE, S.N. "Glass-infiltrated zirconia/alumina-based ceramic for crwns and fixed partial dentures", *Practical Procedures and Aesthetic Dentistry*, v. 11, pp. 985-994, 1999.

[34] Mc LAREN, E.A. "All-ceramic alternatives to conventional metal-ceramic restorations", *Compendium of Continued Education in Dentistry*, v. 19, pp. 307-312, 1998.

[35] McLEAN J.W. " Evolution of dental ceramics in the twentieth century", *Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 85, pp. 61-66, 2001.

[36] McLEAN J.W. The Science and Art of Dental Ceramics – Volume 1: The Nature of Dental Ceramics and their Clinical Use. 1a ed. Chicago, Quintessence Publishing Co., Inc. 1979.

[37] McLEAN, J.W.; HUGHES, T.H.The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides. *British Dental Jornal*. vol. 6 pp. 251-67, 1965.

[38] OH, W.S., ANUSAVICE, K.J. "Effect of conector design on the fracture resistance of all-ceramic fixed partial dentures", *Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 87, pp. 536-542, 2002.

[39] OH W., GOTZEN N., ANUSAVICE KJ. Influence of connector design on fracture probability of ceramic fixed-partial dentures. *Journal of Dental Research*. vol. 9, pp.623-7, 2002.

[40] PALLIS K; GRIGGS J; WOODY R; GUILLEN G; MILLER A. "Fracture resistance of three all-ceramic restorative systems for posterior applications", *Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 91, pp. 561-9, 2004.

[41] PAPANAGIOTOU, H.P.; MORGANO, S.; GIORDANO, R.; POBER, R. "In vitro evaluation of low-temperature aging effects and finishing procedures on the flexural strength and structural stability of Y-TZP dental ceramics.", *Journal of Prosthetic Dentistry*, vol. 96, pp. 154-64, 2006.

[42] PICONI, C., MACCAURO, G., "Zirconia as a ceramic biomaterial, a review", *Biomaterials*, v. 20, pp. 1-25, 1999.

[43] POSPIECH, P., RAMMELSBERG, P., GOLDHOFER, G., GERNET, W. "All-ceramic resin-bonded bridges: A 3- dimensional finite-element analysis study", *European Journal Oral Scientific*, v. 104, pp. 390-395, 1996.

[44] RAIGROSDSKI, A. "Clinical considerations in case selection for all-ceramic fixed partial dentures", *Practical Procedures and Aesthetic Dentistry*, v. 14, pp. 411-419, 2002.

[45] REED, J.L., LEJUS, A.M., "Effect of grinding and polishing on near surface phase transformations in zirconia", *Materials Research Bulletin*, v. 12, pp. 949-54, 1977.

[46] RING, M.E., "Dentistry. An Illustrated History.", Mosby Year Book, 1985.

[47] RITCHIE, R.O., GILBERT, C.J., MCNANEY, J.M., "Mechanics and mechanism of fatigue damage and crack growth in advanced materials", *International Journal of Solids and Structure*, v. 37, pp. 311-329, 2000.

[48] RITCHIE, R.O., "Mechanisms of fatigue crack propagation in metals, ceramics and composites: Role of crack tip shielding", *Materials Science and Engineering*, v. A, n. 103, pp. 15-28, 1999.

[49] ROSENBLUM, M.A., SCHULMAN, A. "A review of all-ceramic restorations", *Journal of the American Dental Association*, v. 128, pp. 297-307, 1997.

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

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

[52] SEGHI, R.R., SORENSEN, J.A. "Relative flexural strength of six new ceramic materials", *International Journal of Prosthodontic*, v. 8, pp. 239-246, 1995.

[53] SORENSEN, J.A., , KANG, S.K., TORRES, T.J., KNODE, H. "In-ceram fixed partial dentures: three-year clinical trial results", *Journal of the California Dental Association*, v. 26, pp. 207-214, 1998.

[54] SORENSEN, J.A., CRUZ, M., MITO, W.T., RAFFEINER, O., MEREDITH, H.R., FOSER, H.P. "Clinical investigation on three-unit fixed partial dentures fabricated with a lithium disilicate glass-ceramic", *Practical Periodontics and Aesthetic Dentistry*, v. 11, pp. 95-106, 1999.

[55] STEVENS, R., "Introduction to Zirconia – Zirconia and Zirconia Ceramics". In: *Magnesium Elektron Publication*, n. 113, pp. 1-51, Jul. 1986.

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

[57] SUNDH, A., MOLIN, M., SJÖGREN, G., "Fracture resistance of yttrium oxide partially-stabilized zirconia all-ceramic bridges after veneering and mechanical fatigue testing", *Journal of Dental Materials*, v. 5, pp. 1-7, Jul. 2004.

[58] SUNDH, A., SJÖGREN, G. "Fracture resistance of all-ceramic zirconia bridges with differing phase stabilizers and quality of sintering", *Journal of Dental Materials*, vol. 8, pp. 778-84, 2006.

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

[60] SWAIN, M.V., HANNINK, R.H.J., "Metastability of the martensitic transformation in a 12 mol% ceria-zirconia alloy: grinding studies", *Journal of the American Ceramic Society*, v. 72, pp. 1358-64, 1989.

[61] THEUNISSEN, G.S.A.M., BOUMA, J.S., WINNUBST, A.J.A., BURGGRAAF, A.J. "Mechanical properties of ultra-fine grained zirconia ceramics", *Journal of Material Sciences*, v. 27, pp. 4429-4438, 1992.

[62] TINSCHERT, J., NATT, G., MAUTSCH, W., et al., "Fracture resistance of lithium disilicate-, alumina-, and zirconia-based three-unit fixed partial dentures: a laboratory study", *International Journal of Prosthodontic*, v. 14, pp. 231-8, 2001.

[63] TINSCHERT, J.; NATT, G.; MOHRBOTTER, N.; SPIEKERMANN, H.; SCHULZE, K.A. "Lifetime of alumina- and zirconia ceramics used for crown and bridge restorations." Journal of Biomedical Materials Research. vol. 80, pp. 317-21, 2007.

[64] TSAY, J.F., SHETTY, D.K., "Cyclic fatigue of Ce-TZP/Al₂O₃ composites: role of degradation of transformation zone shielding", *Journal of the American Ceramic Society*, v. 78, pp. 599-608, 1995.

[65] VAN NOORT. Dental Ceramics. 3ª edição. Elsevier, 2003.

[66] VULT von STEYERN, P., JONSSON, O., NILNER, K. "Five-year evaluation of posterior all-ceramic three-unit (In ceram) FPDs", *International Journal of Prosthodontic*, v. 14, pp. 379-384, 2001.

[67] WAGNER, W.C., CHU, T.M. "Biaxial flexural strength and indentation fracture toughness of three new dental core ceramics", *Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 76, pp. 140-144, 1996.

[68] WANG, J., JIN, Z.H., LING, W., et. al., "Dynamic fatigue and computer simulation of the behavior of Y₂O₃–ZrO₂ ceramics", *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, v. 17, n.1, pp. 105-11, 1994.

[69] WEIBULL, W. "A statistical theory of the strength of materials.", *Journal of Applied Mechanics*, v. 18, pp.293, 1951.

[70] WHITE, S.N., CAPUTO, A.A., LI, Z.C., ZHAO, X.Y. "Modulus of rupture of the procera all-ceramic system", *Journal of Esthetic Dentistry*, v. 8, pp. 120-126, 1996.

[71] ZACHÉ, M.A.N., "Influência do polimento/jateamento na tenacidade à fratura de um ZTA infiltrado com vidro. Tese M.Sc. COPPE/UFRJ. Setembro, 2004, 135p."

[72] ZHANG, Y., LAWN, B.R., REKOW, E.D., THOMPSON, V.P. "Effects of sandblasting on the long-term performance of dental ceramics", *Journal of Biomedical Material Research*, v. 15, pp. 381-386, 2004.

ANEXO 1	

Carga (N)	Ν	Carga (N)	Ν
450	989	400	3306
450	1900	400	4189
450	2982	400	5782
450	2397	400	12000
		400	12000
		400	14673
		400	43521
		400	56812
		400	58398
		400	59460
		400	84000
		400	85000
		400	85000

Tabela 7: Carga aplicada (N) x Número de ciclos das subestruturas que fraturaram por

fadiga (1Hz, a úmido)

Ν	Força (N)	N	Força (N)
5000	912	50000	590
5000	838	50000	786
5000	1.001	50000	768
5000	908	50000	753
15000	654		
15000	845	85000	632
15000	746	85000	614
15000	779	85000	628
15000	836		
25000	903		
25000	654		
25000	726		
25000	628		
25000	847		

Tabela 8: Carga residual (N) x Número de ciclos das subestruturas que não fraturam por fadiga (400N, 1Hz, a úmido).

ANEXO II

	i=1	i=2	i=3	i=4	i=5	i=6
.—	usinados	5.000 ciclos	15.000ciclos	25.000 ciclos	50.000 ciclos	85.000 ciclos
-	739	838	654	628	590	614
2	765	908	746	654	753	628
ო	889	912	6/1	726	768	632
4		1001	836	847	786	
5			845	903		
Ы	2393	3659	3860	3758	2897	1874
S^2		$S^2 = \frac{1}{N-1}$	$\left[\sum_{i=1}^{K}\sum_{j=1}^{n_1}Rij^2 - \frac{N(N)}{N(N)}\right]$	$\frac{(+1)^2}{4}$		

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

se:

a hipótese nula é rejeitada, dessa forma concluímos que os tratamentos diferem

sendo K=6 e α =0.05; 12.0291 > 11.070; a hipótese nula é rejeitada

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

71

I