



**UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA – UNESP
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE ARARAQUARA
Pós-Graduação em Reabilitação Oral**



JULIANO DE PIERRI

**“NANOCOMPÓSITO DE ALUMINA COM INCLUSÕES NANOMÉTRICAS DE
ZIRCÔNIA PARA INFRAESTRUTURAS DE PRÓTESES ODONTOLÓGICAS
LIVRES DE METAL. AVALIAÇÃO DE PROPRIEDADES MECÂNICAS E
ANÁLISE MICROESTRUTURAL.”**

ARARAQUARA

2011



JULIANO DE PIERRI

“NANOCOMPÓSITO DE ALUMINA COM INCLUSÕES NANOMÉTRICAS DE ZIRCÔNIA PARA INFRAESTRUTURAS DE PRÓTESES ODONTOLÓGICAS LIVRES DE METAL. AVALIAÇÃO DE PROPRIEDADES MECÂNICAS E ANÁLISE MICROESTRUTURAL.”

Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em Reabilitação Oral – Área de Prótese da Faculdade de Odontologia de Araraquara, da Universidade Estadual Paulista, para a obtenção do título de Doutor em Reabilitação Oral.

Orientadora:

Profa. Dra. Ana Lucia Machado

Co-orientador:

Prof. Dr. Roberto Tomasi

ARARAQUARA

2011

Pierri, Juliano de.

Determinação da dureza, da tenacidade e da fadiga flexural de infra-estruturas para próteses odontológicas livres de metal reforçadas com zircônia nanométrica / Juliano de Pierri. – Araraquara: [s.n.], 2011.

xxx f. ; 30 cm.

Tese (Doutorado) – Universidade Estadual Paulista,
Faculdade de Odontologia

Orientadora : Profa. Dra. Ana Lúcia Machado

Co-orientador: Prof. Dr. Roberto Tomasi

1. Materiais dentários 2. Porcelana dentária 3. Fadiga 4.
Dureza 5. Resistência à flexão 6. Zircônia. 7. Alumina I. Título.

Comissão Julgadora

JULIANO DE PIERRI

**“NANOCOMPÓSITO DE ALUMINA COM INCLUSÕES NANOMÉTRICAS DE
ZIRCÔNIA PARA INFRAESTRUTURAS DE PRÓTESES ODONTOLÓGICAS
LIVRES DE METAL. AVALIAÇÃO DE PROPRIEDADES MECÂNICAS E
ANÁLISE MICROESTRUTURAL.”**

COMISSÃO JULGADORA

TESE PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE DOUTOR

Presidente e OrientadorProfª. Dra. ANA LUCIA MACHADO

2º Examinador..... Prof. Dr. JOAO NEUDENIR ARIOLI FILHO

3º Examinador Prof. Dr. FRANCISCO DE ASSIS MOLLO JUNIOR

4º Examinador..... Profª. Dra. ELIRIA MARIA DE JESUS AGNOLON PALLONE

5º Examinador.....Prof. Dr. MÁRCIO RAYMUNDO MORELLI

Araraquara, 29 de julho de 2011.

DADOS CURRICULARES

JULIANO DE PIERRI

NASCIMENTO	28.5.1974 – São Paulo/SP
FILIAÇÃO	Amauri C. de Pierri Rosmary J. A. de Pierri
1997/2004	Graduado em Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de São Carlos (UFSCar) com especialidade em Materiais Cerâmicos.
2000/2007	Cirurgião dentista pela Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP.
2006/2008	Curso de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais. Nível de Mestrado, na Universidade Federal de São Carlos.

DEDICO E AGRADEÇO

- Gostaria de agradecer inicialmente a Deus por ter colocado em meu caminho pessoas como os professores: Prof Dr Roberto Tomasi, Prof^a Dr^a Eleny Balducci Roslindo, Prof^a Dr^a Eliria M.J. A. Pallone, Prof^a Dr^a Ana Lucia Machado, Prof. Dr. João Arioli, que em muitos momentos me orientaram e contribuíram para o meu desenvolvimento como pesquisador e ser humano.
- Agradeço aos meus pais: Amauri Carlos de Pierri – contador aposentado - e Rosmary Jesus Arruda de Pierri – educadora aposentada - por terem me prepararam adequadamente para a vida. Sem este preparo nada disso seria possível.
- Agradeço também por ter colocado inúmeras outras pessoas importantes em minha trajetória, que de alguma maneira me ajudaram a superar os desafios. São tantas que citá-las além de exaustivo seria no mínimo deselegante, pois alguém seria certamente esquecido(a) injustamente.
- Agradeço às agências CAPES e FAPESP pelo suporte financeiro.
- Por fim, agradeço por ter colocado em meu caminho todos os impecílios e todas as pessoas que me prejudicaram e me atrapalharam em meus objetivos. Sem eles eu não estaria preparado para os novos desafios que estariam por vir. São tão poucos que merecem ficar no anonimato.

à Rafaela por ser jovem e ainda saber tudo...

Sumário

Resumo	8
Abstract	11
1 Introdução	14
2 Revisão da literatura	22
3 Proposição	69
4 Material e método	70
5 Resultado	89
6 Discussão	123
7 Conclusão	145
8 Referências	147
9 Anexo	161

Pierri J. Nanocompósito de alumina com inclusões nanométricas de zircônia para infraestruturas de próteses odontológicas livres de metal. Avaliação de propriedades mecânicas e análise microestrutural [Tese de Doutorado] Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2011.

Resumo

As próteses cerâmicas sem metal têm sido cada vez mais utilizadas em função das vantagens apresentadas, como biocompatibilidade, resistência à compressão, estabilidade de cor, radiopacidade e baixa condutibilidade térmica e elétrica. O potencial desses materiais em mimetizar os tecidos dentais também tem contribuído para aumentar sua indicação, atendendo a crescente exigência estética dos pacientes. Apesar dessas características favoráveis, percentuais consideráveis de insucesso clínico têm sido observados, demonstrando que as propriedades mecânicas dos materiais utilizados ainda precisam ser melhoradas. Uma alternativa ainda pouco explorada na odontologia é a utilização de inclusões nanométricas como reforço em matriz também cerâmica, obtendo-se os nanocompósitos cerâmicos. Assim, o objetivo do presente estudo foi avaliar as propriedades de dureza, tenacidade e limite de resistência à fadiga flexural de nanocompósito denso de matriz de alumina com inclusões nanométricas de zircônia, visando sua aplicação em infraestruturas de próteses odontológicas livres de metal. As amostras foram produzidas seguindo metodologia estabelecida em estudos anteriores, que consiste nas seguintes etapas: 1) mistura das matérias primas por meio de desaglomeração da alumina pura e da ZrO_2 nanométrica em moinho de bolas convencional; 2) adição da suspensão contendo as partículas nanométricas

com a alumina por gotejamento contínuo da suspensão alcóolica de ZrO_2 e mistura em moinho de bolas convencional; 3) secagem dos pós no interior do moinho de bolas, sob agitação, em temperatura próxima da ambiente, com auxílio de fluxo de ar perpendicular à abertura do frasco de moagem; 4) preparo das amostras com a mistura obtida, aplicando-se prensagem uniaxial (50 MPa), seguida de prensagem isostática (200 MPa). As amostras foram confeccionadas em forma de barra (25 X 5 X 2mm) para o ensaio de fadiga flexural (n=30) e em forma de disco (pastilhas), com 10 mm de diâmetro e 5 mm de espessura, para os ensaios de dureza e de tenacidade (n=10); 5) eliminação dos componentes orgânicos adicionados durante o preparo dos pós e conformação das amostras, por meio de tratamento térmico (500°C; taxa de aquecimento de 2,0°C/mim) ao ar por 2h; 6) sinterização das amostras ao ar em temperatura de 1500°C por 2 horas com taxa de aquecimento de 10°C/min e patamar isotérmico a 1050°C por 1 h. O ensaio de resistência à fadiga foi realizado utilizando-se o método da escada, que tem como finalidade simular movimentos mastigatórios e consiste em submeter os corpos de prova a 10.000 ciclos e 2Hz de frequência. Para o ensaio de dureza Vickers, 4 indentações foram realizadas na superfície de cada pastilha cerâmica. Para o ensaio de tenacidade, foi levado em consideração o tamanho das trincas observadas nas indentações. Essas trincas foram avaliadas e medidas no próprio microscópio do microdurômetro. O comprimento dessas trincas foi utilizado em equações pré-determinadas em outros estudos para a obtenção do valor de tenacidade. As superfícies de fratura das amostras ensaiadas em fadiga flexural bem como superfícies polidas foram analisadas em microscopia eletrônica de varredura. Foi incluído como grupo controle (GC), em virtude de

sua ampla utilização, o sistema cerâmico comercial IPS e.max (Ivoclar Vivadent AG). Assim, amostras similares às já descritas para o material experimental foram confeccionadas seguindo as instruções do fabricante e submetidas aos mesmos ensaios. Testes estatísticos (t de Student; $p=0,05$) compararam os dois materiais. Foram obtidos valores significativamente diferentes para o Grupo experimental (GE) e para o GC com valores de tenacidade de $3,72\pm0,43$ e $1,78\pm0,24$ MPa*m^{1/2}; para dureza valores de $19,54\pm0,97$ GPa e $5,03\pm0,77$ GPa; para o limite de fadiga flexural: 282,86MPa e 168,75MPa, respectivamente. A análise das micrografias apontou um comportamento bimodal onde as cerâmicas fraturadas com poucos ciclos romperam em detrimento de esforços do carregamento, enquanto aquelas que romperam com número maior de ciclos, romperam por fadiga. Concluiu-se que o material experimental apresentou valores mais elevados nas propriedades avaliadas que o material comercial tendo sido considerado adequado para a aplicação proposta.

PALAVRAS CHAVE: Materiais dentários, cerâmica dentária, fadiga, dureza, resistência à flexão, zircônia, alumina.

Pierri J. Alumina/Zirconia nanocomposite for metal-free ceramic restorations. Mechanical properties and microstructural analysis [Tese de Doutorado] Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2011.

Abstract

Metal free prosthesis became popular because of the advantages presented by the ceramic materials, such as biocompatibility, compressive strength, color stability, radiopacity and low thermal and electrical conductivity. The potential of these materials to mimic the dental tissues and the patient's demand for aesthetic treatments have also contributed to their increased popularity. Despite these favorable characteristics, considerable percentage of clinical failure has been observed, demonstrating that their mechanical properties still need improvements. An alternative yet little explored in dentistry is the use of nanometric inclusions as reinforcement, resulting in ceramic nanocomposites. Thus, the objective of this study was to evaluate the hardness, toughness and flexural fatigue properties of a nanocomposite comprised of alumina matrix reinforced with nano-inclusions of zirconia, expected to be used as infrastructure for metal-free prosthesis. The samples were produced following the method established in a previous study, which consists of the following steps: 1) mixture of pure alumina and nano-ZrO₂ powders in conventional ball mill, 2) addition of the suspension containing the particles with nanometric alumina suspension by continuous drip of ZrO₂ and mixing in conventional ball mill, 3) drying the powder inside the ball mill, stirred at ambient temperature, with the aid of air flow perpendicular to the opening of the bottle crushing; 4) sample preparation applying a uniaxial (50 MPa), followed by isostatic pressing (200 MPa). The samples were made in prismatic form (25 X 5

X 2 mm) for flexural fatigue test (n = 30) and disc-shaped (chips) with 10 mm diameter and 5 mm thickness for testing toughness and hardness (n = 10); 5) removal of organic components added during the preparation of powders and conformation of the samples by means of heat treatment (500 ° C, heating rate of 20 ° C / min) in air for 2h; 6) sintering of the samples in air at a temperature of 1500 ° C for 2 hours with a heating rate of isothermal 10°C/min and landing at 1050 ° C for 1 h. The fatigue test was performed by staircase method, which aims to simulate chewing movements by submitting the samples to 10,000 cycles and 2Hz frequency. For the Vickers hardness test, four indentations were made on the surface of the each disc-shaped specimen. For fracture toughness evaluation, the size of the cracks emanating the indentation centre was measured. These cracks were evaluated and measured on the same microscope at the time of the hardness test. The length of these cracks was used in equations previously determined. The fracture surfaces from flexural fatigue tests, as well as polished surfaces were examined using a scanning electron microscopy. In this study, a commercial system was also included as control group (CG): IPS e.max (IvoclarVivadent AG) as a benchmark because of its widespread use. Thus, samples similar to those described for the experimental material were made following the manufacturer's instructions and subjected to the same mechanical tests. The statistical test t-Student (p= 0.05) was used to compare the two materials. The results for the experimental group (EG) and the Control Group (CG) were significantly different for all properties evaluated, with toughness values of 3.72 ± 0.43 and $1.78 \pm 0.24 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, hardness values of $19.54 \pm 0.97 \text{ GPa}$ and $5.03 \pm 0.77 \text{ GPa}$, and flexural fatigue limit values of 282.86MPa and 168.75MPa, respectively. Analysis of the micrographs

showed a bimodal behavior where the fractured ceramic with few cycles have broken over the loading efforts, while those that have broken with larger number of cycles failed due to fatigue. It was concluded that the experimental material showed higher properties values than the commercial material and it was considered suitable for the proposed application.

KEY WORDS: Dental materials, dental porcelain, fatigue, hardness, flexural strength, zirconia, alumina.

1 Introdução

Diversos fatores podem causar a perda de dentes ou alterar sua estrutura coronária, sendo os mais frequentes: cárie, trauma, patologia hereditária e desgaste. Quando isso ocorre, vários procedimentos odontológicos podem ser utilizados para restituir tanto a função como a forma e a estética dos dentes afetados, entre os quais a confecção de próteses dentárias. Essas próteses substituem a porção coronária por um material artificial que atenda aos requisitos mínimos de restituir a saúde do ser humano⁶⁰ e são usualmente utilizadas em casos de grandes destruições da estrutura dental ou para a substituição de dentes naturais perdidos¹¹.

A indicação da cerâmica para uso odontológico iniciou-se há cerca de 200 anos. Entretanto, a aceitação mundial das próteses contendo cerâmica só foi obtida no início da década de 1960, com a introdução do primeiro sistema metalo-cerâmico realizado com sucesso⁶³. Esse tipo de prótese tem demonstrado adequado desempenho clínico, pois associa uma sub-estrutura com elevada resistência mecânica e tenacidade (metal) com um recobrimento que proporciona estética aceitável e apresenta boa resistência ao desgaste (porcelana)⁴. Assim, tradicionalmente, as próteses fixas odontológicas são compostas por 2 materiais distintos: uma infraestrutura metálica feita em super liga de níquel e uma cobertura estética em porcelana⁶². Entretanto, durante os últimos anos, tem sido publicado um grande número de trabalhos sobre a utilização de materiais cerâmicos em substituição à infraestrutura metálica. Essas próteses recebem a denominação de “livres de metal” e sua utilização tem se constituído uma importante alternativa para a reconstrução das

estruturas dentárias perdidas. Os materiais cerâmicos mais utilizados têm sido alumina e zircônia “puros” e as porcelanas, pois não sofrem oxidação e apresentam-se numa faixa de coloração bastante satisfatória para essa indicação^{46,86}. A utilização das próteses livres de metal tem-se ampliado cada vez mais entre os profissionais em função das vantagens apresentadas pelos materiais cerâmicos, como elevada resistência à compressão, estabilidade de cor, radiopacidade, baixa condutibilidade térmica e elétrica, além de serem quimicamente inertes^{11,21}. O excelente potencial desses materiais em mimetizar os tecidos dentais, reproduzindo a textura e translucidez, também tem contribuído para aumentar sua indicação, com o objetivo de atender a crescente exigência estética dos pacientes que procuram tratamento odontológico¹¹.

As propriedades mecânicas dos materiais cerâmicos utilizados representam importante fator para o sucesso das restaurações dentárias^{71,91}. Apesar das características favoráveis anteriormente mencionadas, os materiais cerâmicos ainda necessitam de melhoria nas propriedades mecânicas para sua aplicação em próteses livres de metal^{38,55,56,60}. Os carbetos e nitretos (SiC e Si_3N_4) poderiam ser utilizados com esse objetivo, porém apresentam como deficiência a oxidação e a coloração escura^{80,98}.

Alguns desenvolvimentos recentes na área têm resultado em aumento significativo das propriedades mecânicas das próteses livres de metal. Em especial, podem-se destacar os estudos que tiveram o intuito de aumentar o percentual de fase cristalina em detrimento da quantidade de fase vítrea contida na cerâmica da classe das porcelanas. Isso foi obtido adicionando-se alumina (Al_2O_3), zircônia (ZrO_2), leucita e dissilicato de lítio nas composições,

gerando produtos comerciais conhecidos como In-Ceram Alumina, In-Ceram Zircônia, IPS-Empress 1 e IPS-Empress2, respectivamente. Entretanto, quando se substitui a infraestrutura metálica por uma de cerâmica, ainda observam-se algumas desvantagens desses materiais como a baixa resistência mecânica e por serem friáveis*, que tem se traduzido em percentuais consideráveis de insucesso clínico^{23,57}. Assim, se por um lado essas próteses são atrativas, principalmente do ponto de vista estético, por outro lado os materiais utilizados precisam de maiores aprimoramentos com o objetivo de melhorar suas propriedades, em especial a tenacidade e a resistência à flexão^{3,46}.

Uma alternativa ainda pouco explorada na odontologia é a utilização de inclusões nanométricas como reforço dos materiais cerâmicos para próteses livres de metal^{9,80}. Nanocompósitos cerâmicos de matriz de alumina com inclusões nanométricas de origens e tipos variados têm apresentado resistência mecânica e tenacidade superior à alumina pura^{37,39,68}. Trabalhos realizados de acordo com as normas de engenharia mostraram que a resistência mecânica dos nanocompósitos é muito superior aos materiais convencionais. A Al_2O_3 reforçada com inclusões nanométricas de ZrO_2 apresentou resistência mecânica superior em até duas vezes quando comparada à alumina sem reforço e com o mesmo tamanho de grãos^{14,42,52,75}. Estudos preliminares realizados seguindo-se normas odontológicas demonstrou que o material com inclusões de ZrO_2 apresentou propriedades adequadas para aplicação em próteses, inclusive de biocompatibilidade e resistência à tração diametral^{78,80}.

As solicitações de tração, compressão e cisalhamento, que são induzidas pelas forças da mastigação, podem ser simuladas na maioria dos

* O termo utilizado em ciências biomédicas para definir a baixa tenacidade das cerâmicas é: “friável” sendo equivalente em ciências exatas ao termo “frágil”.

ensaios laboratoriais. Dentre eles, o teste de resistência à flexão é considerado um dos mais adequados para avaliar a resistência dos materiais restauradores¹⁰. A resistência à flexão de um material pode ser obtida por três tipos de testes: o teste biaxial, o teste em três pontos e o teste em quatro pontos⁴⁴. Embora o teste em três pontos tenha como desvantagem um menor volume do corpo de prova submetido ao esforço, com valores numéricos de resistência e coeficiente de variação maiores em relação aos demais, esse tipo de ensaio é preconizado pela ISO (norma 6872/2008)⁴⁴ e largamente utilizado na literatura^{112,113}.

Diversos estudos têm avaliado a resistência à flexão dos materiais odontológicos. Entretanto, esse teste mostra os valores de resistência em situação imediatamente após a aplicação da carga, sem considerar fatores que simulam as condições dos ciclos mastigatórios no ambiente bucal. As restaurações podem estar sujeitas a mais de 10 milhões de ciclos acima de 200N, numa área de contato com dentes antagonistas de 2mm² a 4mm² e, dessa forma, os resultados desse teste estático não podem ser utilizados para prever o desempenho em longo prazo desses materiais⁴⁶. Assim, para se avaliar ou estimar a longevidade das próteses, são necessários estudos clínicos ou testes laboratoriais com características dinâmicas. Os estudos clínicos, apesar de produzirem evidência mais forte para causa e efeito, são dispendiosos e exigem muito tempo de acompanhamento⁵⁹.

Nos testes laboratoriais dinâmicos de ciclagem mecânica e de resistência à fadiga, o comportamento das cerâmicas pode ser avaliado pela fadiga mecânica, fenômeno que origina falhas quando um material é submetido a ciclos de cargas ou tensões em valores inferiores em relação à resistência

máxima do mesmo^{65,66}. Na ciclagem mecânica, os corpos de prova são previamente submetidos a ciclos que simulam a mastigação, sem fraturá-los, e posteriormente, é aplicado o teste mecânico desejado. Os principais objetivos desse teste são induzir o envelhecimento mecânico e avaliar a possibilidade de redução da resistência de um material que será submetido a um ensaio com característica estática⁶⁷.

Em alguns trabalhos na literatura, ocorre um conflito conceitual entre a ciclagem mecânica e a resistência à fadiga. Porém, diferentemente da ciclagem mecânica, no ensaio de fadiga os corpos de prova são ciclados até sua fratura. O valor de tensão abaixo do qual o corpo de prova suporta um número de ciclos infinito sem falhar é denominado de limite de resistência à fadiga^{45,96,100}.

A literatura consultada demonstra que o comportamento das cerâmicas frente à ciclagem mecânica tem sido avaliado^{18,24,55,70}. Em geral, a ciclagem mecânica diminui a resistência à flexão de corpos de prova⁷⁰ e a resistência à fratura de coroas confeccionados com diferentes materiais cerâmicos^{18,24}. A fadiga mecânica é explicada pela propagação de fendas durante a aplicação de carga contínua (ciclagem mecânica), enfraquecendo a cerâmica. É estimado que este fator seja responsável por mais de 90% das falhas mecânicas da mesma^{15,24}. Por outro lado, a literatura revela que as informações sobre o limite de resistência à fadiga desses materiais são limitadas⁵⁵. Uma metodologia que pode ser empregada para avaliar esse limite é o método de escada estabelecido por Dixon²⁶, e Dixon, Mood²⁵. Esse método permite obter o valor de tensão para o qual o corpo de prova não fratura para um número muito grande de ciclos^{55,59,88}. Em função da rapidez e a alta confiabilidade, esse método tem sido utilizado em diversas áreas das ciências biológicas. Na

Odontologia, apesar de sua ampla utilização na avaliação da fadiga mecânica de materiais restauradores^{28,30} poucos são os estudos que empregaram esse método para determinar o limite de resistência à fadiga de materiais cerâmicos^{55,88}.

Outra relevante característica dos materiais cerâmicos para infraestrutura de próteses fixas é sua dureza. Essa propriedade é importante para se avaliar a resistência na superfície do material, não sofrendo a interferência dos defeitos internos do mesmo, sendo um excelente parâmetro da resistência ao desgaste das restaurações durante os ciclos mastigatórios bem como da resistência superficial ao surgimento de trincas^{82,83}.

Um estudo avaliou, entre outras propriedades, a dureza da cerâmica IPS-Empress (Ivoclar)⁸³. Essa cerâmica é basicamente feldspática, reforçada com cristais de leucita, apresentando a seguinte composição em massa: 63% SiO₂ (sílica); 17,7% Al₂O₃ (alumina); 11,2% K₂O (óxido de potássio); 4,2% Na₂O (óxido de sódio) ; 1,6% CaO (óxido de cálcio); 0,7% BaO (óxido de bário); 0,6% B₂O₃ (óxido de boro); 0,4% CeO₂ (céria); 0,2% TiO₂ (dióxido de titânio). Os corpos de prova foram obtidos pelo método da cera perdida e injeção sob pressão (0,5MPa) à 1150⁰C por 1 hora, de acordo com duas técnicas: 1) caracterização extrínseca, na qual os corpos de prova injetados recebiam duas camadas de cor da porcelana, seguida de glazeamento, e 2) estratificada, na qual os corpos de prova eram envolvidos com a porcelana de cobertura desse sistema cerâmico, seguida de glazeamento. Os valores de dureza Vickers encontrados foram de 540±11VHN e 508±10VHN, respectivamente. Metodologia semelhante foi utilizada em outro estudo que avaliou a dureza dos sistemas cerâmicos In-Ceram Zircônia (972,0VHN) em

relação à IPS-Empress2 (488,33VHN), observando que a primeira foi estatisticamente superior e correlacionando esse resultado com os maiores valores de resistência à flexão desse material⁸⁷.

Além das propriedades mencionadas, um aspecto crítico do material cerâmico para a aplicação em próteses fixas livres de metal é a tenacidade à fratura, que pode ser descrita como a resistência que determinado material apresenta para propagar uma trinca de tamanho conhecido. Basicamente dois métodos são utilizados para mensurar essa propriedade: o método das barras entalhadas e o método da indentação, sendo este último largamente utilizado na área odontológica em virtude de sua simplicidade e facilidade de execução^{3,40}.

A tenacidade do material cerâmico foi definida como sendo a habilidade desse material em absorver energia de deformação plástica⁷⁶. Os autores mediram a tenacidade de três materiais cerâmicos para infraestrutura. Os resultados obtidos foram: In-CeramAlumina - $2,96 \text{ N/m}^{3/2}$; IPS-Empress2 - $1,05 \text{ N/m}^{3/2}$; cerâmica Vitadur-Alpha - $2,08 \text{ N/m}^{3/2}$. Assim, o primeiro material demonstrou maior capacidade de absorver energia durante a deformação em relação aos outros dois.

Em outro estudo³ a tenacidade à fratura de três materiais cerâmicos para infraestruturas, sendo um deles experimental, foi avaliada pelo método das barras entalhadas. Os resultados obtidos foram: IPS-Empress- $1,39 \text{ MPam}^{1/2}$; IPS-Empress2 - $3,14 \text{ MPam}^{1/2}$ e para a cerâmica experimental foi de $3,32 \text{ MPam}^{1/2}$.

A tenacidade de diferentes composições de Al_2O_3 (alumina) e ZrO_2 (zircônia) para a produção de componentes protéticos intermediários para

implantes também foi mensurada pelo método da indentação⁶⁴. Foram obtidos valores que variaram entre 4,06 MPam^{1/2} a 5,22 MPam^{1/2}, de acordo com o aumento no teor de zircônia. Os resultados demonstraram que a adição de zircônia à alumina aumentou a tenacidade do material e esse aumento também foi verificado na resistência mecânica à flexão em três pontos.

Os estudos apresentados demonstram que as propriedades mecânicas citadas podem variar dependendo do sistema cerâmico utilizado, que a propagação de trinca difere entre os materiais e que a aplicação de cargas cíclicas pode resultar em redução significativa da resistência das cerâmicas. Além disso, diferentemente das próteses fixas convencionais metalo-cerâmicas em que as falhas ocorrem principalmente devido à fratura do dente ou cárie^{38,107}, a causa primária de falhas das próteses fixas livres de metal é a fratura do coping^{32,57,74,94,104} ou da porcelana de recobrimento^{84,103}.

Esses aspectos revelam a necessidade do desenvolvimento de materiais com melhores propriedades mecânicas. Os estudos também evidenciam que alterações na composição, como a adição de zircônia, podem contribuir para aumentar as propriedades, entre elas a capacidade do material em absorver energia de deformação plástica. A melhoria das propriedades mecânicas dos materiais empregados na confecção das próteses livres de metal pode assegurar maior longevidade aos tratamentos, sobretudo nos casos em que a reabilitação envolver dentes posteriores, que são submetidos às forças de mastigação mais intensas.

2 Revisão da literatura

Os artigos apresentados nessa revisão de literatura foram organizados em ordem cronológica, estando de acordo com as normas estabelecidas pelo Programa de Pós-Graduação em Reabilitação Oral, Área de Prótese.

Dixon, Mood²⁵ (1948) desenvolveram uma nova metodologia para avaliar a sensibilidade de drogas aplicadas a cobaias. Nesse ensaio, denominado pelos autores de “up and down method”, era possível determinar a dose letal de determinada droga, utilizando-se 30 cobaias. Essa metodologia foi denominada de método da escada e começou a ser largamente utilizada para esta finalidade.

A resistência à fadiga compressiva de seis resinas compostas foi avaliada por Draughn²⁸ (1979). Foram confeccionados corpos de prova, em forma de cilindro (5,7mm x 3mm), de acordo com as recomendações dos fabricantes. O teste de resistência à compressão (n=15) foi realizado com velocidade de 5cm/minuto. O teste de fadiga (n>17), pelo método de escada, foi iniciado com carga de 35N, frequência de 2Hz, 5 mil ciclos e incremento de 6,9MPa. Os resultados mostraram resistência à compressão e resistência à fadiga, respectivamente, de: Adaptic/Johnson & Johnson (207,3MPa/121,1MPa), Concise/3M (213,7MPa/143,9MPa), Exact/S.S. White (228,6MPa/150,0MPa), Prestige/Lee Pharmaceuticals (235,1MPa/145,7MPa), Restodent/Lee Pharmaceuticals (261,8MPa/156,3MPa) e Simulate/Kerr (236,2MPa/156,0MPa). A média de redução observada foi de 36% em relação aos valores iniciais.

Saunders⁹⁵ (1987) definiu o processo de fadiga como o número de ciclos sob tensão que um material suporta sem falhar. Em situações nas quais as tensões são altas, a falha do material ocorrerá em um número de ciclos menor. O autor avaliou a resistência à fadiga, pelo método de escada, de próteses parciais fixas metalocerâmicas (n=15) cimentadas a preparos padronizados de dentes bovinos com cimento resinoso Panavia Ex (Kuraray). Os corpos de prova foram testados com tensão inicial e incrementos de 18,3MPa, simulando as forças da mastigação, em 5 mil ciclos após serem termociclados entre 5°C e 55°C por 48h. O autor não utilizou previamente o teste de resistência à fratura para determinar a tensão inicial a ser empregada no ensaio de fadiga. O limite de resistência à fadiga das próteses foi de $38,8 \pm 8,19$ MPa e, segundo o autor, a forma dos preparos não influenciou os valores obtidos desde que permanecessem padronizados.

Osilo⁷¹ (1988) avaliou a resistência à flexão, em três pontos, e os defeitos internos utilizando microscópio eletrônico de varredura (MEV) de sete cerâmicas odontológicas. Foram confeccionados corpos de prova (n=5) em forma de barra (20mm x 5mm x 1mm), de acordo com as normas da ISO 6872 - 1984 e as recomendações dos fabricantes. A maior resistência à flexão (239MPa) foi obtida com o material Dicor (Dentsply), um novo tipo de cerâmica reforçada por cristais de mica tetrasilica com flúor ($K_2O \cdot MgSiO_2 \cdot 4SiO_2 \cdot F_4$), seguida pelos materiais Hi-Ceram (Vita) e Cerestore (Johnson & Johnson) com valores de 155MPa e 145MPa, respectivamente. As porcelanas feldspáticas Biodent, Ceramco e NBK 1000, fabricadas pela Dentsply, e a Vitadur N, fabricada pela Vita, apresentaram médias de 116MPa. O material Dicor apresentava uma nova técnica de processamento caracterizada pela injeção da

cerâmica por centrifugação num molde refratário obtido pelo método da cera perdida. Com a análise dos resultados, o autor concluiu que não houve correlação entre resistência à flexão e quantidade de defeitos internos, pois a técnica de processamento não introduzia defeitos na microestrutura.

Campbell¹⁶ (1989), comparou a resistência à flexão, em três pontos, das porcelanas feldspáticas Vitadur (Vita) e Optec (JenericPentron) com outros três materiais cerâmicos (Dicor, da Dentsply; Hi-Ceram, da Vita; Cerestore, da Johnson & Johnson) e três ligas metálicas para infraestrutura (Jelenko “O”, da Jelenko; Olympia, da Jelenko; Rexillum, da JenericPentron, sendo todas cobertas com porcelana feldspática VMK 68, da Vita). Cento e cinquenta corpos de prova foram confeccionados em forma de barra (20mm x 2,5mm x 2,5mm). As ligas Rexillum (180,95MPa) e Olympia (161,64MPa) foram significativamente mais resistentes em relação aos demais grupos (Hi-Ceram - 145,21MPa; Optec - 125,07MPa; Cerestore - 108,92MPa; Jelenko “O” - 102,64MPa; Vitadur - 95,35MPa; Dicor – processado sem pressão - 93,30MPa). O autor explicou que as coroas totalmente cerâmicas apresentaram apenas 45% a 70% da resistência mecânica das coroas metalocerâmicas, indicando seu uso apenas para regiões anteriores da boca onde as forças de mastigação são menos intensas e a exigência estética é maior. Como conclusão apontou fatores importantes que influenciaram na resistência da cerâmica de cobertura como a espessura do metal e principalmente sua flexibilidade.

McCabe et al.⁵⁹ (1990) afirmaram que existem dois métodos para caracterizar as propriedades de fadiga dos materiais. No primeiro, obtém-se o número de ciclos que o material suporta até a sua falha, sob diferentes níveis

de tensão (método contínuo). No segundo, o número de ciclos é pré-fixado, sendo o material também submetido a diferentes níveis de tensão (método de escada). O objetivo do trabalho foi determinar qual dos métodos foi o mais adequado. Foram realizados, pelos dois métodos, diversos ensaios de resistência à fadiga compressiva e flexural de resinas compostas. Os autores concluíram que o método de escada é mais adequado quando os corpos de prova apresentavam uma característica de alta rigidez e fragilidade (o autor classificou esta situação como tipo 2) onde os defeitos internos e a qualidade do material afetam muito o resultado final. O método contínuo seria mais adequado quando o material em questão apresenta baixa rigidez (classificado como tipo 1) havendo menor influência dos defeitos internos do corpo de prova. Eles finalizaram explicando que materiais rígidos, como o gesso odontológico, apresentam fadiga do tipo 2 isto é, fraturam rapidamente (poucos ciclos) quando a tensão é alta ou não se fraturam quando a tensão é baixa, sendo, por isso, possível determinar essa tensão pelo ensaio de limite de fadiga.

Reid et al.⁸⁵ (1990) definiram a fadiga como o processo de perda de resistência de um material durante seu tempo de uso clínico, sob o emprego de cargas cíclicas (denominado pelos autores de carregamento reverso) ou em meios agressivos como agentes químicos ativos (denominado pelos autores de carregamento estático). Esse processo está relacionado à propagação de fendas internas no material. O crescimento dessas fendas possui três fases: nucleação (tensões de cisalhamento em uma região específica quando são empregadas forças cíclicas), crescimento lento (emprego de tensões de baixa intensidade, bem abaixo do limite de resistência à fadiga do material) e crescimento instável e rápido (emprego de tensões de alta intensidade,

bastante próximas ao limite de resistência à fadiga do material). Para as cerâmicas (entre outros materiais), no meio intra-oral, o crescimento das fendas é atribuído aos fatores mecânicos (aplicação de cargas cíclicas) e químico (presença de um agente ativo, como a água), sendo a fadiga do material afetado tanto pelo carregamento como pelo meio onde se encontra.

Seghi et al.⁹¹ (1990) compararam a resistência à flexão, em três pontos, das porcelanas feldspáticas Excelsior (Excelco), Ceramco2 (Dentsply), Vitadur D (Vita), VMK 68 (Vita), Vitadur N (Vita), Mirage (Myron), Cerinate (Dent-Mat) e Optec (JenericPentron). Foram confeccionados corpos de prova em forma de barra (20mm x 6mm x 1 mm), de acordo com as recomendações dos fabricantes. Os corpos de prova foram submetidos ao teste mecânico, sustentados por apoios cilíndricos de aço a uma distância de 13mm entre si, com velocidade de 0,025mm/minuto. Os valores de resistência à flexão em ordem decrescente foram: Vitadur N (123,49MPa), Optec (103,84MPa), Cerinate (94,80MPa), Mirage (70,25MPa), VMK 68 (65,54MPa), Vitadur D (62,49MPa), Ceramco 2 (61,37MPa) e Excelsior (55,18MPa). Para os autores, existem alguns fatores que influenciam na resistência dos materiais cerâmicos, tais como: composição, presença de defeitos internos, espessura do material e método de processamento. Os autores finalizaram alertando para o fato de que nem sempre as propriedades mecânicas são essenciais na seleção de um material restaurador e que, dependendo da aplicação, a estética pode ser mais importante. Alertam, ainda, que as cristalizações controladas das vitrocerâmicas reforçam o material em relação às porcelanas feldspáticas comuns e que a presença de uma fase cristalina de alumina também propicia esse efeito, podendo melhorar a sobrevida das próteses no ambiente oral.

Niihara⁶⁸ (1991) publicou estudos de inclusões nanométricas em Al_2O_3 realizados no Japão, marcando o início de uma nova perspectiva devido aos excelentes resultados obtidos com esse sistema. O nanocompósito $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ ganhou grande destaque devido aos resultados apresentados na literatura, com aumentos, em relação à alumina, de 350MPa para 1520MPa na resistência à flexão, e de $3,5\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ para $4,8\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ na tenacidade à fratura, pela adição de 5% em volume de partículas de SiC com tamanho de, aproximadamente, 200nm. Para o autor, esses nanocompósitos podem ainda ser classificados em quatro tipos: intragranular, intergranular, intra/intergranular e nano/nano compósitos. No tipo intragranular, as partículas nanométricas estão dispersas principalmente dentro dos grãos da matriz; no tipo intergranular, as partículas nanométricas estão dispersas principalmente nos contornos dos grãos da matriz; no tipo intra/inter, as partículas estão tanto nos contornos como dentro dos grãos da matriz e no tipo nano/nano tanto a matriz como as inclusões possuem grãos de tamanhos nanométricos.

A utilização de cerâmicas translúcidas com características similares aos dentes naturais mostrou ser uma grande vantagem estética, conforme apontado por Dong et al.²⁷ (1992). A presença de porosidade pode iniciar a propagação de fendas, levando a falha precoce da restauração. Muitos sistemas cerâmicos fundidos foram desenvolvidos, como o Dicor da Dentsply, nos quais as porosidades foram bastante reduzidas. A cerâmica IPS-Empress (Ivoclar), indicada para coroas unitárias e inlays/onlays, é basicamente uma cerâmica feldspática com composição em percentual de 63% de sílica (SiO_2), 17,7% de alumina (Al_2O_3), 11,2% de óxido de potássio (K_2O), 4,6% de óxido de sódio (Na_2O), 0,6% de óxido de boro (B_2O_3), 0,4% de céria (CeO_2),

1,6% de óxido de cálcio (CaO), 0,7% de óxido de Bário (BaO), 0,2% de óxido de titânio (TiO₂), sendo a parte cristalina constituída de cristais de leucita. Os autores avaliaram a influência do processo de injeção e do tratamento térmico na resistência à flexão. A porcelana IPS-Empress foi utilizada para confecção de corpos de prova com dimensões de 14mm X 2mm X 4mm. Oito grupos (n=15) foram confeccionados, sendo: grupos 1 ao 3 - os lingotes de IPS-Empress foram usinados com ponta diamantada (Well, Suíça) em baixa rotação e o polimento das barras foi realizado por meio da máquina Knuth-Rotor (Dinamarca), com disco abrasivo (granulação de 320). Nos demais grupos, os corpos de prova foram obtidos pelo processo de injeção. Cada grupo recebeu um tratamento diferenciado: 1. nenhum tratamento; 2. simulação da temperatura de injeção; 3. variação da temperatura de injeção e da queima das camadas estratificadas; 4. apenas injetado; 5. variação da temperatura de queima das camadas estratificadas; 6. variação da temperatura de queima das camadas estratificadas e do glaze; 7. variação da queima de caracterização extrínseca e do glaze e 8. variação da temperatura de queima da camada estratificada, da caracterização da peça e do glazeamento. O ensaio de resistência à flexão foi realizado com velocidade de 0,5mm/min. Os valores médios encontrados para cada um dos grupos foram: 1. 74MPa; 2. 91MPa; 3. 82MPa; 4. 126MPa; 5. 182MPa; 6. 175MPa; 7. 159MPa; 8. 171MPa. Os resultados mostraram que não houve diferenças estatísticas entre os grupos 1, 2 e 3, comprovando que a variação de temperatura antes da injeção não promove nenhuma diferença na resistência à flexão. Nos grupos 1, 4 e 5, os autores notaram que o processo de injeção aumentou a resistência, assim como o tratamento térmico após a injeção melhorou a resistência à flexão. Não

houve diferenças estatísticas entre os grupos 5, 6, 7 e 8, para os tratamentos térmicos após a injeção. Este estudo indicou que a injeção da cerâmica não é apenas um método de processamento, já que tem uma influência sobre a resistência à flexão desse material. Se a injeção for seguida por queimas, a resistência à flexão aumenta, podendo alcançar média de 182MPa (grupo 5). A avaliação por meio da microscopia eletrônica de varredura dos lingotes de IPS-Empress mostrou que os cristais de leucita estavam agrupados. Em contraste, depois de injetada, os cristais apresentaram-se distribuídos de forma mais homogênea. Uma possível explicação para a diferença de disposição dos cristais foi que, durante o processo de injeção, os cristais agrupados se chocaram nas paredes do conduto de alimentação e se dispersaram na fase vítrea de forma mais homogênea, melhorando a resistência à flexão. Outro fator que pode ter influenciado na resistência à flexão foi a diferença entre o coeficiente de expansão térmica entre os cristais e a fase vítrea. Durante o resfriamento da cerâmica, essa diferença de expansão térmica permitiu o surgimento de estresses residuais de compressão, melhorando a resistência mecânica.

Os parâmetros de fadiga de uma porcelana feldspática experimental reforçada com leucita foram avaliados por Fairhurst et al.³³ (1993). Foram confeccionados quatrocentos corpos de prova, em forma de disco (12mm x 1mm). Cem corpos de prova foram testados para resistência à flexão biaxial, em ambiente seco, com velocidade de 100MPa/segundo. Os outros corpos de prova foram testados para a resistência à flexão biaxial, em água, utilizando-se seis velocidades distintas: 100MPa/segundo; 10MPa/segundo; 1,0MPa/segundo; 0,1MPa/segundo; 0,01MPa/segundo; 0,001MPa/segundo. Os

parâmetros de fadiga (n – constante de propagação de fenda e σ_f – limite de resistência à fadiga) foram obtidos pela realização de regressão linear a partir de constantes logarítmicas das relações descritas. Nesta metodologia, a partir dos resultados é construído um gráfico e neste gráfico são obtidos os parâmetros de fadiga. Os resultados em água foram, respectivamente: 72,9MPa; 66,2MPa; 59,8MPa; 54,4MPa; 52,2MPa e 49,3MPa. Assim, foi observado que à medida que se diminuiu a velocidade das tensões aplicadas, os valores de resistência também diminuíram, pois as fendas internas tiveram mais tempo para aumentar e propagar. Em ambiente seco foi observada resistência de 99,5MPa. Os parâmetros de fadiga para a porcelana foram: $n=28$ e $\sigma_f= 58,7$ MPa. A redução observada foi de, aproximadamente, 42% em relação ao valor inicial. Os autores também observaram que a água reduziu a resistência do material.

White et al.¹⁰⁵ (1993) avaliaram a relação entre a fadiga mecânica e química e o crescimento de fendas internas da porcelana feldspática VMK 68 (Vita). Foram confeccionados trinta corpos de prova, em forma de barra (20mm x 5mm x 1mm), de acordo com a recomendação do fabricante. Os corpos de prova foram divididos em dois grupos: 1. imersos em água e 2. não imersos em água. As fendas foram induzidas em microdurômetro, pelo emprego de um penetrador de diamante em forma de pirâmide (Vickers), utilizando-se forças repetidas de 2,94N por quinze segundos. Os corpos de prova foram marcados com o diamante dez vezes nas mesmas marcas, sendo realizadas medidas imediatamente após cada indentação. Os resultados mostraram que quanto maior o número de ciclos, maior era o comprimento das fendas. Assim, a porcelana está sujeita à fadiga mecânica quando submetida a cargas cíclicas.

A imersão em água contribuiu para o aumento das fendas. Entretanto, sem o emprego de tensões, a imersão não influenciou a propagação das mesmas.

Gleiter³⁷ (1994) define materiais nanoestruturados como sistemas que contenham pelo menos uma característica microestrutural com dimensões nanométricas (dimensões menores que 150nm), que possa ser responsável por características peculiares em suas propriedades. Dentre esses materiais estão os nanocompósitos de matriz cerâmica. Os materiais nanoestruturados são classificados por ele em 12 grupos de acordo com sua composição química e a forma de seus constituintes. De acordo com a sua forma, os materiais nanoestruturados podem ser divididos em três categorias: cristalitos em camadas planas, cristalitos em cilindros (com espessura de camada ou diâmetro do cilindro da ordem de poucos nanômetros) e materiais nanoestruturados compostos de cristalitos equiaxiais. Já segundo a composição química dos cristalitos, essas três categorias podem ainda serem agrupadas em quatro famílias conforme descrição a seguir. Primeira família: os cristalitos e as regiões interfaciais possuem a mesma composição química; Segunda família: os cristalitos apresentam diferentes composições químicas; Terceira família: característica da variação composicional que ocorre primeiramente entre os cristalitos e regiões interfaciais. Quarta família: formada por cristalitos nanométricos dispersos em uma matriz de composição química diferente.

Myers et al.⁶⁵ (1994) avaliaram os parâmetros de fadiga flexural do sistema IPS-Empress (Ivoclar). Cento e vinte corpos de prova foram confeccionados, em forma de disco (12mm x 1,4mm), segundo as recomendações do fabricante. Vinte corpos de prova foram submetidos ao

teste de resistência à flexão biaxial (em ambiente seco), utilizando-se velocidade de 100MPa/seg., enquanto o restante foi dividido em grupos de vinte, recebendo carga com valores de velocidade de 100MPa/seg; 10MPa/seg; 1,0MPa/seg; 0,1MPa/seg e 0,01MPa/seg, em água. Os resultados encontrados mostraram resistência à flexão biaxial de 135,7MPa para os corpos de prova que não foram armazenados e os seguintes valores para os armazenados em água: 95,5MPa-100MPa/seg.; 92,4MPa-10MPa/seg.; 85,4MPa-1,0MPa/seg.; 75MPa-0,1MPa/seg.; 72,8MPa-0,01MPa/seg. Os parâmetros de fadiga foram $n=31$ e $\sigma_0=83,3$ MPa. A redução observada foi de, aproximadamente, 39% em relação ao valor inicial. Para os autores, a longevidade das restaurações cerâmicas no meio bucal pode variar e depender de alguns fatores como magnitude e duração das cargas oclusais e características geométricas da restauração. Além disso, cargas de elevada magnitude rompem rapidamente o material enquanto cargas menores levam ao rompimento tardio. A geometria da restauração é importante, pois fatores de concentração de forças como, por exemplo, ângulos vivos, nucleiam trincas e rompem o material mais rapidamente.

Myers et al.⁶⁶ (1994) realizaram o mesmo estudo com a cerâmica Optec-hsp (Jeneric/Pentron). Os resultados encontrados mostraram resistência à flexão biaxial de 169,3MPa para os corpos de prova que não foram armazenados e os seguintes valores para os armazenados em água: 115,1MPa-100MPa/seg.; 112,0MPa-10MPa/seg.; 94,4MPa-1,0MPa/seg.; 89,4MPa-0,1MPa/seg.; 83,5MPa-0,01MPa/seg. Os parâmetros de fadiga foram $n=26$ e $\sigma_0=91,3$ MPa. A redução observada foi de, aproximadamente, 47% em relação ao valor inicial. Os autores concluíram que o meio afetou

negativamente os materiais, provocando sua fratura prematura e em cargas bem menores que aquelas observadas em situação estática.

Twiggs et al.¹⁰⁰ (1995) mediram os parâmetros de fadiga de uma porcelana feldspática reforçada. Foram confeccionados cento e trinta corpos de prova de uma porcelana feldspática experimental reforçada com leucita, em forma de disco (12mm x 1mm). Os corpos de prova foram testados para a resistência à flexão biaxial, em água, utilizando-se frequência de 4Hz e três variações de tensões cíclicas: 4MPa-43MPa (n=40); 3MPa-47MPa (n=40) e 2,8MPa-51MPa (n=50). Os resultados obtidos foram de, respectivamente: 90,8MPa; 86,6MPa e 85,1MPa. Os parâmetros de fadiga obtidos foram $n=27$ e $\sigma_f = 59,0$ MPa. Os autores concluíram que o reforço com leucita foi mais efetivo para cargas estáticas do que quando o material foi exposto a solicitações de fadiga, situação em que o reforço não apresentou efeito significativo.

Seghi, Sorensen⁹² (1995) avaliaram a resistência à flexão, em três pontos, das porcelanas feldspáticas VMK 68 (Vita) e Mark II (Vita), e dos sistemas cerâmicos IPS-Empress (Ivoclar), Dicor MGC (Dentsply), In-Ceram Alumina (Vita), In-Ceram Spinel (Vita) e In-Ceram Zircônia (Vita). Foram confeccionados corpos de prova (n=18) em forma de barra (20mm x 5mm x 1mm), de acordo com as normas da ISO 6872 e as recomendações dos fabricantes. Os valores de resistência foram: In-Ceram Zircônia (603,70MPa), In-Ceram Alumina (446,42MPa), In-Ceram Spinel (377,92MPa), Dicor MGC (228,88MPa), Mark II (121,67MPa), IPS-Empress (97,04MPa) e VMK 68 (70,78MPa). Os resultados mostraram diferença significativa entre as

cerâmicas e, à medida que o conteúdo de fase cristalina aumentou, houve aumento nos valores de resistência à flexão.

Seghi et al.⁹³ (1995) afirmaram que a dureza não é uma propriedade fundamental do material e seu valor varia com o método de teste utilizado. A dureza de um material é usualmente medida pela resistência à indentação ou penetração por algum corpo duro. Ela pode ainda ser descrita como a resistência à abrasão e ao desgaste, corte, usinagem, choque e, ainda, resistência ao risco. Para os autores, a dureza é definida pela pressão de indentação, a qual pode ser obtida pela razão entre a carga de indentação aplicada e a área da impressão superficial residual. Esses autores pesquisaram a dureza de 12 materiais cerâmicos odontológicos obtendo valores entre 3,72GPa (porcelana feldspática Dicor) até 9,82GPa (In Ceram Alumina). Para os autores, a dispersão de fases cristalinas em uma matriz vítrea contribuiu muito para o aumento das propriedades mecânicas em especial a dureza e tenacidade. Os autores também explicaram que a medida da tenacidade à fratura para cerâmicas avançadas normalmente pode ser determinada por três técnicas: a impressão Vickers, a flexão com barra indentada e a flexão com uma barra pré-trincada. Para a escolha da melhor técnica devem-se considerar aspectos relacionados à aplicação do produto, capacidade para obtenção de corpos de prova, tempo e custo.

Braem et al.¹² (1995) avaliaram a resistência à fadiga flexural, pelo método de escada, de resinas compostas e cimentos de ionômero de vidro submetidos a diferentes meios de armazenagem. Inicialmente, foram confeccionados cinco corpos de prova de cada material, em forma de barra (35mm x 5mm x 1,2mm), sendo posteriormente submetidos ao teste de

resistência à flexão em três pontos. O ensaio de fadiga foi realizado pelo método de escada, sendo iniciado com 50% da carga máxima obtida no ensaio de flexão, com 10 mil ciclos e 2Hz de frequência. Foram necessários vinte corpos de prova de cada material para esse ensaio. As médias de limite de resistência à fadiga e as médias de redução observadas em relação aos valores iniciais foram de 112,4MPa e 33% para as resinas compostas híbridas, 72,5MPa e 19% para resinas compostas microparticuladas, 72,9MPa e 48% para as resinas compostas modificadas por poliácidos, 53,0MPa e 26% para os cimentos de ionômero de vidro convencionais. Todos os materiais testados apresentaram um decréscimo nos valores de resistência à fadiga após um mês de armazenagem em água.

Três métodos para a determinação da resistência à flexão (1. três pontos, 2. biaxial “ring-on-ring” e 3. biaxial “piston-on-three-ball”) foram comparados por Zeng et al.¹¹³ (1996), utilizando cerâmica Procera (Nobel Biocare). Para o teste em três apoios, foram confeccionados corpos de prova (n=14) em forma de barra (26,2mm x 4,84mm x 1,01mm) e distância entre rolos de 14,2mm. Nos testes biaxiais, foram confeccionados corpos de prova em forma de disco (16,32mm x 2,10mm), com diâmetro de aplicação de carga e de suporte circular de, respectivamente, 1,41mm e 10mm (ISO 6872). A comparação estatística entre todos os métodos considerou a área efetiva do corpo de prova submetida à tensão e foi realizada pelo método de Weibull. Quanto maior o módulo (m) desse método, melhor é a distribuição dos defeitos internos do material e do estresse mecânico durante o ensaio, e consequentemente, mais confiável é a cerâmica. Os resultados obtidos foram: 1. 610,4MPa e m=10; 2. 469,0MPa e m=11; 3. 639,5MPa e m=6. Comparando-

se os três testes mecânicos, os autores afirmaram que o biaxial “ring-on-ring” é o mais indicado, pois mostrou os maiores valores do módulo de Weibull. Além disso, possui a maior área do corpo de prova sujeita ao estresse, e assim, a tensão máxima é sempre menor em relação aos outros métodos. Apesar do teste em 3 pontos ser muito simples e bastante utilizado, possui uma pequena área do corpo de prova submetida ao estresse e é dependente das margens e do acabamento de superfície das barras. No teste biaxial “piston-on-three-ball”, a carga não é uniformemente distribuída pelo disco, representando um teste pouco útil. Sugerem ainda a inclusão do teste “ring-on-ring” na normatização vigente.

Rosenblum, Schulman⁸⁶ (1997) realizaram uma revisão da literatura das restaurações totalmente cerâmicas. Segundo os autores, a cerâmica pode ser definida como um composto não metálico e inorgânico, formado pelo aquecimento de minerais em altas temperaturas. A porcelana odontológica tradicional (feldspática), que consiste num tipo específico de cerâmica, é composta pela união de 3 minerais: argila, quartzo e feldspato. Após a queima, essa porcelana contém pequenos cristais (leucita ou alumina-silicato) localizados numa matriz amorfa (não cristalina) de silicato. Apesar da estética e boa resistência à compressão, essas cerâmicas possuem baixa resistência à tração e fratura devido à propagação de trincas pela estrutura interna durante seu processamento laboratorial ou clínico. Para aumentar a resistência, pequenos cristais podem ser adicionados à sua estrutura, dificultando essa propagação. Com essa idéia, foram formulados materiais reforçados compostos por porcelana feldspática com 50% de alumina. Mais recentemente, novos tipos de restaurações totalmente cerâmicas foram desenvolvidas,

melhorando suas propriedades mecânicas, devido ao aprimoramento das técnicas de fabricação e formulação de novas composições. Segundo os autores, essas podem ser classificadas nos seguintes tipos: 1. porcelana odontológica convencional (feldspática). 2. cerâmica fundida (ex. Dicor), 3. cerâmicas prensadas (ex. IPS-Empress 1 e 2, e OPC), 4. cerâmicas usinadas por máquinas e controladas por computador (ex. Cerec, Celay), 5. cerâmica infiltrada (ex. In-Ceram). Os autores apresentaram as médias de resistência à flexão para as cerâmicas odontológicas citadas na revisão: Optec HSP (Jeneric/Pentron) – 146MPa; Duceram (Degussa) - 110MPa; Dicor (Dentsply) - 152MPa; Cerec (Vident) - 93MPa; Cerec II (Vident) - 152MPa; Celay (Vident) - 152MPa; Dicor MGC (Dentsply) - 216MPa; IPS-Empress (Ivoclar) - 126MPa; OPC (Jeneric/Pentron) - 165MPa; In-Ceram (Vita) - 450MPa.

Liu et al.⁵² (1998) foram os primeiros pesquisadores a investigar o efeito das inclusões nanométricas de ZrO_2 numa matriz de alumina. Utilizando uma composição com 5% de zircônia nanométrica mostraram que era possível obter um nanocompósito com valores de resistência à flexão de 1GPa e tenacidade de $10MPa \cdot m^{1/2}$. Para tanto, utilizaram as normas vigentes em engenharia na época e a sinterização com prensagem à quente pois notaram que a adição da zircônia nanométrica provocava diminuição na sinterabilidade do compósito. Esse aspecto foi explicado pelos autores como um efeito que as inclusões causam na matriz de alumina durante os estágios iniciais de sinterização, dificultando o rearranjo, bem como da maior energia de ativação durante a sinterização exibida pela zircônia.

Correr Sobrinho et al.²⁴ (1998) investigaram a resistência à fratura de coroas In-Ceram (Vita), IPS-Empress (Ivoclar) e Optimal (Jeneric/Pentron)

submetidas à ciclagem mecânica em ambiente seco e úmido. Um total de 26 coroas de um pré-molar foram confeccionadas para cada material, de acordo com as recomendações do fabricante, cimentadas em modelos metálicos individuais com o cimento de fosfato de zinco Orthosan (Stratford, Cookson) e divididas em três grupos: 1. Foram testados 10 corpos de prova de cada cerâmica sem aplicação de ciclagem mecânica na máquina Instron (Instron), com a carga compressiva aplicada no centro da superfície oclusal, com velocidade de 1,0mm/minuto; 2. 8 corpos de prova de cada cerâmica foram submetidos à 10.000 ciclos, entre 20N e 300N de carga e à 1Hz, sendo posteriormente testado como o grupo anterior, 3. idem ao grupo 2, porém testados em ambiente úmido. Analisando-se o grupo 1, a resistência à fratura das coroas In-Ceram ($1901N \pm 303N$) foi significativamente maior em relação ao IPS-Empress ($1583N \pm 115N$, com $p < 0,05$), porém não houve diferença estatística em relação à Optimal ($1751N \pm 194N$). Para o grupo 2, as cerâmicas In-Ceram ($1601N \pm 198N$) e Optimal ($1586N \pm 116N$) apresentaram maior resistência à fratura em relação ao IPS-Empress ($1374N \pm 201N$). Não houve diferença estatística entre os materiais no grupo 3 ($1422N \pm 112N$ para o In-Ceram; $1467N \pm 162N$ para a Optimal e $1285N \pm 200N$ para o IPS-Empress). Maior diminuição na resistência à fratura foi observada nas coroas dos três materiais testados em ambiente úmido em relação ao seco, entretanto não foi verificada diferença estatística entre os dois ambientes. Além disso, a ciclagem mecânica, em ambos os ambientes, diminuiu significativamente a resistência dos materiais. A fadiga mecânica é explicada pela propagação de fendas durante a aplicação de carga contínua (ciclagem mecânica), enfraquecendo a cerâmica. É estimado que esse fator seja responsável por mais de 90% das

falhas mecânicas da mesma. Apesar disso, outros fatores estão envolvidos, como: espessura da coroa, forma do preparo dentário, porosidades internas no material e tipo de agente cimentante.

Zeng et al.¹¹² (1998), avaliaram a resistência à flexão biaxial “ring-on-ring” das cerâmicas Procera (Nobel Biocare), In-Ceram alumina (Vita), All-Ceram (Ducera), Vitadur-N (Vita), Vitadur-Alpha (Vita). Corpos de prova (n=10), em forma de disco, foram confeccionados de acordo com as recomendações do fabricante. Foi avaliada também a resistência à flexão das cerâmicas Procera e In-Ceram cobertas com espessuras diferentes das porcelanas All-Ceram e Vitadur. Os corpos de prova foram testados com velocidade de 0,5mm/minuto e diâmetros do anel de carga e do anel de suporte de 1,41mm e 10,0mm, respectivamente. A comparação entre os materiais foi realizada pela estatística de Weibull, com a utilização de duas equações diferentes para o cálculo da resistência à flexão (1.Shetty e 2.Timoshenko). A resistência à flexão e o módulo de Weibull da cerâmica Procera ($469,0 \pm 48,2$ MPa e $m=11$) foram significativamente maiores em relação ao In-Ceram ($301,1 \pm 80,7$ e $m=4$), indicando melhor distribuição de defeitos internos e estresse pelo corpo de prova. Entretanto, não houve diferenças estatísticas entre as porcelanas All-Ceram ($72,3 \pm 11,8$ MPa e $m=6$), Vitadur-N ($76,8 \pm 16,3$ MPa e $m=4$) e Vitadur-Alpha ($65,6 \pm 11,1$ MPa e $m=7$). A resistência à flexão dos materiais de infraestrutura cobertos com porcelana foi estatisticamente superior em relação às porcelanas de cobertura testadas isoladamente. A resistência da cerâmica Procera coberta com 1,0mm de porcelana (All-Ceram e Vitadur-N) foi similar em relação à mesma sem cobertura. Porém, a resistência dos corpos de prova In-Ceram cobertos com porcelana foi estatisticamente inferior em relação ao

mesmo testado isoladamente. Os autores concluíram que, analisando-se a propriedade mecânica de resistência à flexão, a cerâmica Procera coberta com 1,0mm de All-Ceram ($252,7 \pm 18,9$ e $m=15$) é a mais indicada para aplicação clínica.

Chen et al.¹⁸ (1999) determinaram a resistência à fratura dos sistemas Cerec II, utilizando as cerâmicas Vita Mark II (Vita, feldspática processada pela usinagem do bloco cerâmico por uma máquina controlada por computador) e ProCad (Vident, reforçada com leucita e processada pelo mesmo método da cerâmica anterior), e do sistema IPS-Empress (Ivoclar, reforçada com leucita e processada pelo método de injeção sob pressão). Oitenta coroas foram confeccionadas para cada cerâmica, de acordo com as recomendações dos fabricantes. Em seguida, foram cimentadas no preparo da boca artificial com o cimento resinoso Variolink II (Vivadent) e divididos em quatro grupos: 1. 20 coroas de cada cerâmica submetidas ao teste de resistência à fratura, com carga de 200N à 0,5mm/minuto, sem ciclagem mecânica prévia; 2. idem ao grupo anterior, porém os corpos de prova receberam processo de polimento (Vita MarkII e ProCad) ou glazeamento (ProCad e IPS-Empress); 3. idem ao grupo 1, porém com ciclagem mecânica prévia de 200N/50.000 ciclos e frequência de 1HZ; 4. idem ao grupo 3, porém os corpos de prova receberam polimento ou glazeamento. A carga de fratura para as coroas ProCad polidas que não foram submetidas ao ciclo prévio de carga foi de $2120N \pm 23N$, significativamente maior em relação às coroas Vita MarkII polidas ($1905 \pm 235N$), mas não significativamente diferente das coroas IPS-Empress confeccionadas nos dois laboratórios ($2103N \pm 460N$ no laboratório 1 e $2669 \pm 411N$ no laboratório 2). O glazeamento das coroas ProCad melhorou significativamente a

resistência à fratura (acima de $2254\text{N} \pm 186\text{N}$). Os ciclos prévios de carga foram responsáveis pela redução da resistência à fratura das coroas testadas, mas esta foi menor para as coroas Cerec II ($1358\text{N} \pm 279\text{N}$ para Vita Mark II e $1613\text{N} \pm 296\text{N}$ para ProCad) em relação às coroas IPS-Empress ($1369\text{N} \pm 406\text{N}$ no laboratório 1 e $1055\text{N} \pm 345\text{N}$ no laboratório 2). Os autores concluíram que as coroas Cerec ProCad apresentaram resistência à fratura maior em relação às coroas Vita MarkII e menor probabilidade de fratura, em ciclos de carga que simulam condições bucais, em relação às coroas IPS-Empress.

Evans, O'Brien³¹ (1999) determinaram a resistência à fratura de uma cerâmica com infraestrutura de óxido de magnésio com e sem infiltração de vidro, como foi originalmente desenvolvido para materiais reforçados com óxido de alumínio (In-Ceram). Oitenta preparos foram reproduzidos em gesso refratário à partir de preparos para coroa total em aço inoxidável, usinados nas dimensões de um pré-molar. As infraestruturas de óxido de magnésio foram produzidas em temperaturas diferentes de queima (857°C , 871°C , 899°C , 927°C , 954°C , 982°C , 1010°C , 1120°C), sendo para cada temperatura, um grupo de 10 corpos de prova. A metade dos *coppings* de cada grupo recebeu o infiltrado vítreo (1150 Glaze, Denpac/Five Stars) à temperatura de 843°C por 2 horas. Após o processo de acabamento, eles receberam tratamento da superfície interna com ácido fluorídrico, silanização e cimentação com o cimento resinoso Enforce (Dentsply), em preparos duplicados de resina que apresentavam módulo de elasticidade semelhante ao da dentina. Em seguida, os corpos de prova foram submetidos ao teste de resistência à fratura, com velocidade de $5,0\text{mm/minuto}$. Os resultados mostraram que o infiltrado vítreo aumentou significativamente a resistência da infraestrutura (resistência que

variou de 230N a 556N para os *copings* que não receberam infiltrado do vidro, e variação de 715N a 965N para aqueles que receberam o infiltrado vítreo). Analisando-se especificamente as temperaturas de queima, observou-se que, para as infraestruturas sem o infiltrado vítreo, os maiores valores de resistência à fratura foram observados nas temperaturas de 1010⁰C e 1121⁰C (523N e 556N, respectivamente). Já para as que receberam o infiltrado vítreo, os maiores valores de resistência foram observados nas temperaturas de 871⁰C e 899⁰C (965N e 949N, respectivamente). A microscopia eletrônica de varredura revelou sinterização incompleta dos *copings*, permitindo a formação de defeitos internos que torna o material mais frágil. Entretanto, quando é aplicado o vidro, esse ocupa os espaços intersticiais e diminui a quantidade de fendas e irregularidades de superfície que representam sítios de propagação de fraturas, aumentando significativamente a resistência do material. Outro fator relacionado ao reforço do material de infraestrutura pelo infiltrado vítreo é o desenvolvimento de forças compressivas devido aos diferentes coeficientes de expansão térmica dos dois materiais ($14,5 \times 10^{-6} \text{mm/mm/}^0\text{C}$ para o *coping* e $10,6 \times 10^{-6} \text{mm/mm/}^0\text{C}$ para o vidro).

A relevância clínica dos ensaios mecânicos laboratoriais estáticos (resistência à flexão e resistência à fratura), para restaurações totalmente cerâmicas, foi avaliada por Kelly⁴⁶ (1999). Diferenças significantes foram observadas no comportamento das falhas geradas em condições clínicas em relação às geradas em condições laboratoriais. Testes laboratoriais, tais como resistência à fratura, não geram tensões e falhas apropriadas nos corpos de prova, características de situações clínicas. Além disso, muitos testes laboratoriais não conseguem simular adequadamente variáveis como: preparo

do dente, espessura da cerâmica, materiais de infraestrutura e cobertura, agente de cimentação e técnicas adesivas. Dessa forma, o autor sugeriu que as restaurações totalmente cerâmicas fossem melhor avaliadas principalmente em relação à aplicação dinâmica de cargas e ao meio ambiente no qual essas cargas cíclicas são aplicadas, tentando simular o mais próximo possível o meio bucal. Assim sendo, somente as características estáticas são insuficientes para caracterizar e indicar corretamente um determinado material.

A influência da rugosidade superficial na resistência à fadiga flexural biaxial da cerâmica Mark II (Vita), processada por CAD/CAM, foi avaliada por Nakazato et al.⁶⁷ (1999). Cento e sessenta corpos de prova, em forma de disco (12mm x 1,5mm), foram confeccionados de acordo com a norma ISO 6872 e as recomendações do fabricante. Os corpos de prova foram polidos com pasta diamantada com granulações 220, 400, 600 ou 1000 Mesh. O ensaio de resistência à flexão biaxial “piston-on-three-ball” foi realizado com velocidade de 1,0mm/min. O ensaio de resistência à fadiga flexural, pelo método de escada, foi iniciado com 70% da tensão máxima obtida no ensaio de flexão, 5Hz de frequência e 100 mil ciclos. A resistência à flexão e o limite de resistência à fadiga dos corpos de prova polidos com granulações 220, 400, 600 e 1000 foram, respectivamente de 75,2MPa/53,0MPa, 76,6MPa/58,1MPa, 82,2MPa/60,0MPa e 83,3MPa/61,5MPa. A redução variou entre 24,2% e 29,6% em relação aos valores iniciais. Os autores concluíram que quanto melhor o polimento de superfície, maior a resistência à flexão e a resistência à fadiga.

Wen et al.¹⁰⁸ (1999) estudaram a resistência à flexão biaxial *piston-on-three ball* e a resistência à fratura das cerâmicas Procera (Nobel Biocare), In-Ceram (Vita) e IPS-Empress (Ivoclar). Dez corpos de prova de cada material,

em forma de disco, e dimensões de 13mm x 1,2mm, foram obtidos de acordo com as recomendações do fabricante e testados com velocidade de 1mm/minuto. Verificou-se que não houve diferenças estatísticas, na resistência à flexão, entre as cerâmicas Procera (472MPa) e In-Ceram (433MPa), porém ambos foram estatisticamente mais resistentes em relação ao IPS-Empress (115MPa). A resistência à fratura do material In-Ceram ($4,83\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$) foi significativamente maior em relação ao Procera ($3,84\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$) e ao IPS-Empress ($1,27\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$). Não houve diferenças estatísticas entre as três cerâmicas para o módulo de Weibull (5,33 para o Procera, 5,37 para o In-Ceram e 5,64 para o IPS-Empress), indicando que a variabilidade da resistência entre os corpos de prova dos 3 materiais foi similar. Observações em microscopia eletrônica de varredura revelaram um padrão de fratura intergranular, com o mínimo de porosidades na cerâmica Procera. Os corpos de prova da cerâmica IPS-Empress apresentaram fraturas na matriz vítrea e nos cristais de leucita e o In-Ceram mostrou fratura do infiltrado vítreo, com desalojamento dos cristais de alumina. Os autores concluíram que a resistência à flexão das cerâmicas Procera e In-Ceram são semelhantes às ligas de ouro, e que os materiais estudados podem ser indicados para restaurações unitárias em dentes posteriores.

Drummond et al.²⁹ (2000), utilizaram o método da escada e compararam 5 tipos de porcelanas feldspáticas odontológicas de alta e baixa fusão com um material experimental (reforçado com Dissilicato de Lítio - Empress2). Foi ainda estudado o efeito da armazenagem em água destes materiais. Nesse trabalho, os autores obtiveram valores de resistência à fadiga flexural da ordem de 19-51% do valor nominal (teste estático) de resistência flexural em 3 pontos

observados para o mesmo material. A armazenagem em água diminuiu em 15% a resistência à flexão, e entre 5% e 39% a resistência à fratura dos materiais. A ciclagem mecânica reduziu significativamente a resistência à flexão dos espécimes (15% a 60%). A imagem por microscopia eletrônica de varredura revelou distribuição mais uniforme da fase cristalina das cerâmicas prensadas em relação à porcelana convencional. Além disso, na cerâmica experimental, observou-se a dispersão de pequenas partículas de dissilicato de lítio e menor quantidade de matriz vítrea. Os autores concluíram que a melhora na resistência mecânica das cerâmicas não depende somente da mudança na composição, mas sim, do tamanho e da distribuição dos cristais na matriz vítrea. A água afetou significativamente a resistência desses materiais, pois dissolve (ataca) a fase vítrea.

Azer et al.⁸ (2001) avaliaram a resistência à fadiga de coroas da cerâmica OPC (Jeneric/Pentron), cimentadas em preparos padronizados de dentes naturais com cimento resinoso dual Bond-1 (Jeneric/Pentron). Um grupo (n=10) foi submetido ao ensaio de resistência à fratura, imerso em água, com velocidade de 2mm/minuto. O segundo grupo (n=25) foi submetido ao ensaio de resistência à fadiga, pelo método de escada, com cargas iniciais entre 80kgf e 30kgf, até completar mil ciclos, e incremento fixo para o próximo corpo de prova de 10kgf. Os resultados mostraram resistência à fratura de 22,7MPa e limite de resistência à fadiga de 9,5MPa. A média de redução observada foi de 59% em relação ao valor inicial. Os autores concluíram que a fadiga diminuiu consideravelmente a resistência dos materiais avaliados e que a imersão em água afetou significativamente a resistência à fadiga em relação aos valores obtidos quando eles permaneceram secos.

Chinelatto et al.²⁰ (2001) estudando os mecanismos de densificação da alumina relataram que nem sempre a presença de uma segunda fase na matriz de alumina causa efeitos desfavoráveis. A utilização de pequena quantidade de MgO (cerca de 100ppm) na alumina é um dos exemplos mais conhecidos, no qual a densidade final é aumentada significativamente e, ao mesmo tempo, o crescimento de grão é controlado. O importante papel do MgO vem do fato dele: (i) diminuir a mobilidade dos contornos de grão, (ii) aumentar a difusividade superficial e portanto aumentar a mobilidade dos poros, (iii) aumentar a taxa de densificação pela promoção da difusão na rede cristalina e no contorno de grão e (iv) diminuir a anisotropia dos contornos de grão e da energia de superfície dos grãos. Os autores utilizaram 100ppms de MgO na forma de cloreto de magnésio hexahidratado e obtiveram melhoras significativas na microestrutura da alumina pura sinterizada.

Kheradmandan et al.⁴⁹ (2001) avaliaram a resistência à fadiga de próteses parciais fixas anteriores de três elementos confeccionadas com os sistemas totalmente cerâmicos Celay In-Ceram Alumina (Vita) e IPS-Empress 2 (Ivoclar), comparadas às dos sistemas metalocerâmicos de ligas nobres Degudent-Degussa/Omega-Vita e Gold-Wieland/Noritake-Noritake. Após a confecção, as próteses foram cimentadas aos preparos com cimento resinoso Panavia 21 (Kuraray). Em seguida, foram submetidas à carga de 25N e frequência de 1,3Hz, com 1,2 milhão de ciclos (equivalentes a cinco anos de uso). Os autores observaram que não houve fratura das próteses metalocerâmicas (n=8) durante o teste. Entretanto, 25% das próteses de IPS-Empress e 62,5% das próteses CelayIn-Ceram Alumina fraturaram durante o ensaio. Os corpos de prova que não fraturaram durante o ensaio de fadiga

foram submetidos ao ensaio de resistência à fratura. Foi concluído que a resistência à fratura dos sistemas metalocerâmicos (651,72N para Degudent-Omega e 397,71N para Gold-Noritake) e do IPS-Empress2 (292,2N) são suficientes para o uso clínico, enquanto a obtida com o sistema Celay In-Ceram Alumina (239,95N), não. Os autores concluíram que, até o momento, não era possível comparar a resistência à fadiga dos materiais convencionais (metalocerâmicos) com aqueles totalmente cerâmicos, pois as diferenças na resistência à fadiga dos mesmos eram muito significativas (maiores para o material convencional) e que, durante os ensaios, nenhuma das próteses metalocerâmicas fraturou por fadiga enquanto várias sem metal falharam.

Uma revisão da literatura sobre o sucesso clínico em longo prazo das restaurações totalmente cerâmicas em dentes posteriores foi realizada por Blatz¹⁰ (2001), comparando os resultados com a finalidade de escolha de tratamentos alternativos. Para as restaurações *inlay*, o autor relatou os seguintes valores de índice de sucesso para os diferentes sistemas cerâmicos analisados clinicamente: 1. Porcelanas feldspáticas (92 a 95%, em seis anos de acompanhamento); 2. Sistema Dicor (90%, em 127 restaurações analisadas após seis anos de acompanhamento); 3. cerâmicas do sistema Cerec (entre 91 e 100%, em período de sete anos de acompanhamento); 4. sistema IPS-Empress (93%, em seis anos de acompanhamento). O índice de sucesso observado para coroas totais dos mesmos materiais citados anteriormente foram: 1. 84,8 a 97,9%, em sete anos; 2. 87%, em quatorze anos; 3. Índice de sucesso não citado pelo autor 4. 88,4%, em 168 coroas analisadas em seis anos. Coroas confeccionadas com o sistema Procera apresentaram um índice de sucesso entre 93% e 100%, em cinco anos de acompanhamento. Em

relação às próteses parciais fixas totalmente constituídas de material cerâmico, o autor revelou que não há acompanhamento clínico em longo prazo. Entretanto, resultados de estudos em curto prazo mostraram sucesso clínico aceitável, especialmente em regiões anteriores.

A resistência à flexão, em três pontos, das cerâmicas In-Ceram Alumina (Vita) e In-Ceram Zircônia (Vita) foi avaliada por Chong et al.²² (2002). A prótese In-Ceram Zircônia surgiu pela incorporação de 35% de zircônia parcialmente estabilizada na cerâmica infiltrada. Dez corpos de prova, na forma de barra (20mm x 6mm x 1mm) foram confeccionados para cada material, em duas situações distintas: 1. corpos de prova confeccionados totalmente com os materiais de infraestrutura, e 2. corpos de prova com metade da espessura (0,5mm) em material de infraestrutura e 0,5mm de cobertura com a porcelana feldspática Vitadur Alpha (Vita). As barras foram submetidas ao teste mecânico com carga de 0,5N/segundo e span de 18mm. Os corpos de prova com cobertura de porcelana feldspática foram orientados com a superfície do material de infraestrutura sob carga de tensão, simulando uma situação clínica. Os resultados mostraram maior módulo de Weibull (m) e resistência para o In-Ceram Zircônia (421,0MPa; $m=8,827$) em relação ao In-Ceram Alumina (243,0MPa; $m=4,585$). Quanto aos materiais com cobertura de porcelana convencional, também foi observada superioridade do In-Ceram Zircônia (51,0MPa; $m=8,016$) em relação ao In-Ceram Alumina (25,0MPa; $m=3,648$). A zircônia melhorou essa propriedade mecânica, pois sofre uma transformação de fase durante o resfriamento (tetragonal para monoclinica), resultando numa expansão volumétrica de 3% a 5%. Esse fenômeno promove a criação de estresses compressivos que defletem as fendas internas, melhorando a

resistência mecânica do material. A análise por microscopia eletrônica de varredura revelou um padrão de fratura transgranular para ambos os materiais, principalmente dos cristais de alumina. As porosidades observadas ocorreram devido à inadequada infusão do vidro. Os autores relataram que a variabilidade nos valores de resistência comparados a estudos anteriores se deve a formação de defeitos internos durante o processamento desses materiais. Concluíram que a influência positiva da zircônia no In-Ceram permite indicar o sistema para próteses parciais fixas.

Lohbauer et al.⁵⁵ (2002) avaliaram os parâmetros de fadiga flexural da porcelana feldspática Mark II (Vita) e da cerâmica In-Ceram Alumina (Vita), ambas processadas pelo sistema CAD/CAM (Sirona). Foram confeccionados vinte e sete corpos de prova para cada material, em forma de barra (45mm x 4mm x 3mm). Inicialmente, foi realizado o ensaio de resistência à flexão, em quatro pontos, utilizando-se velocidades de 100MPa/seg. e 400MPa/seg. O ensaio de fadiga foi iniciado utilizando-se velocidades entre 50MPa/seg. a 0,01MPa/seg. para a porcelana feldspática, e 40MPa/seg a 0,04MPa/seg. para a cerâmica In-Ceram, em ambiente úmido. Com previsibilidade estimada em um ano, os resultados mostraram resistência à flexão de 228MPa e limite de resistência à fadiga de 142MPa (redução de 38%) para o In-Ceram, e resistência à flexão de 98MPa e limite de resistência à fadiga de 35MPa (redução de 64%) para a porcelana feldspática. Os autores concluíram que todos os materiais foram suscetíveis à fadiga e aqueles com maior conteúdo cristalino resistiram mais. O ambiente úmido afetou consideravelmente a resistência à fadiga de todos os materiais, em especial aqueles com maior quantidade de fase vítrea.

Segundo Shehri⁸⁹ (2002), as técnicas de impressão elástica e as técnicas de indentação são as mais usadas para medir a dureza de um material, por sua simplicidade e por poder ser realizada em pequenas amostras. Um penetrador de diamante (em forma esférica, cone ou pirâmide) é forçado contra a superfície da amostra por um intervalo de tempo determinado e mede-se o tamanho da impressão plástica residual na superfície do material após a remoção do penetrador. Esse método foi utilizado neste estudo para determinar a dureza de cinco cerâmicas odontológicas comerciais. Foram encontrados valores na faixa de 4,46GPa (porcelana Dicor) até 9,50GPa (In Ceram Alumina). O autor também usou a técnica de indentação pela impressão Vickers para determinar a tenacidade à fratura, por se tratar de um ensaio simples de baixo custo e que exige poucas amostras do material. A técnica consiste de um ensaio em que uma superfície polida de um material cerâmico sofre a impressão de uma ponta de diamante em formato de pirâmide. A carga aplicada à amostra é responsável pelo aparecimento de fissuras ao redor da impressão e, através da medida do comprimento dessas fissuras, consegue-se avaliar o grau de tenacidade à fratura do material. A medida de absorção da energia de deformação de um material frágil é o fator crítico de intensidade do estresse (tenacidade à fratura), também conhecido como fator K_{Ic} . A tenacidade à fratura de um material está relacionada ao nível de tensão elástica, a qual pode ser alcançada em torno da extremidade da fissura, antes do processo de fratura ser iniciado. Ou seja, é a capacidade elástica de resistir a tensões antes de gerar a fratura. Propriedades diversas como resistência mecânica, resistência ao choque térmico e susceptibilidade ao desgaste erosivo (ampla aplicação em biomateriais) são fundamentalmente controladas

por esse parâmetro. Utilizando-se esse ensaio, o autor mediu a tenacidade à fratura de 12 cerâmicas odontológicas comerciais encontrando valores entre $0,83\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ (porcelana feldspática Dicor) e $4,61\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ (In Ceram Alumina). Para o autor, quanto maior a quantidade de fase vítrea (vidro formado durante a sinterização) menor será a tenacidade à fratura do material e com o aumento da tenacidade à fratura consegue-se aumento na capacidade de absorção de energia de fratura do material. O autor salienta que a fase vítrea formada diminui a tenacidade da cerâmica, pois o vidro tem baixa tenacidade, isto é, baixa capacidade de absorção de energia antes que uma trinca fracture o material.

Para Albakry et al.³ (2003) no processo de impressão Vickers, o trabalho externo aplicado pelo indentador é consumido na deformação e no processo de fratura do material. O trabalho é convertido em um componente de energia de deformação, proporcional ao volume da pirâmide Vickers, e um componente de energia superficial, proporcional à área de contato da pirâmide. Esses autores pesquisaram a dureza de 3 materiais odontológicos comerciais sendo um deles em fase experimental. Foram encontrados valores de 5,3GPa (IPS-Empress) até 6,7GPa (IPS-Empress 2). Os autores também calcularam a tenacidade à fratura de 3 materiais comerciais sendo um deles experimental pela técnica da indentação. Foram reportados valores de: $1,39\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ para o IPS-Empress; $3,14\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ para o Empress2 e de $3,32\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ para a cerâmica experimental (IPS e-max). Para os autores, a quantidade de fase vítrea é a responsável pela queda acentuada no valor de K_{Ic} visto que o vidro apresenta valores muito baixos de tenacidade sendo extremamente frágil. Os autores concluem que o material experimental e o Empress2 apresentaram melhorias

na tenacidade, porém sem diferença estatística entre eles. Concluíram, ainda, que esses materiais apresentaram anisotropia de propriedades mecânicas em função da técnica de injeção utilizada e da consequente formação dos cristais de silicato de lítio. Em uma das direções de medida de tenacidade, o material experimental apresentou $1,67\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ (perpendicular à formação dos cristais) e $1,15\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ em outra direção (paralelo aos cristais). Os autores finalizaram apontando que a técnica de indentação gera valores de tenacidade em geral menores que a técnica de barra entalhada.

A resistência à flexão, em três pontos, das porcelanas feldspáticas All Ceram (Dentsply), Cergogold (Dentsply) e Ceramco2 (Dentsply) foi avaliada por Oliva⁷² (2003). Foram confeccionados dez corpos de prova para cada material, em forma de barra (25mm x 5mm x 2mm – ISO 6872, 1997), de acordo com as recomendações do fabricante. Os resultados apontaram igualdade estatística entre os materiais Ceramco2 (73,75MPa) e Cergogold (68,96MPa), os quais foram estatisticamente superiores em relação à cerâmica All Ceram (50,51MPa). Para o autor, os valores consideravelmente baixos estão de acordo com aqueles encontrados na literatura para as porcelanas feldspáticas. A falta de um reforço cristalino prejudica a resistência mecânica e a porcelana All Ceram é a única processada sem pressão, acentuando ainda mais os defeitos internos do material e sua resistência.

Scherrer et al.⁹⁰ (2003) avaliaram a resistência à fadiga flexural das resinas compostas indiretas Artglass (Heraeus-Kulzer), Colombus (Cendres & Metaux) e Targis (Ivoclar). Foram confeccionados corpos de prova, em forma de barra (25mm x 2,5mm x 2,5mm), para os testes de resistência à flexão em três pontos (n=10) e resistência à fadiga flexural, pelo método de escada

(n=30). Os autores observaram limite de resistência à fadiga entre 55MPa e 62MPa e uma redução entre 40% a 60%, em relação aos valores iniciais, para os materiais testados. Os autores também relataram que o teste estático de resistência à flexão não mostrou informações relevantes para o desempenho clínico desses materiais.

Schalch⁸⁷ (2003) estudou a dureza, a resistência à flexão e a resistência à tração diametral de dois sistemas cerâmicos: In-Ceram Zircônia (ICZ) e o IPS-Empress2 (IEP2). Para a dureza Vickers, o material In-Ceram Zircônia (972,0VHN-9,52GPa) mostrou-se superior em relação ao IPS-Empress2 (488,3VHN-4,78GPa). Segundo o autor, a dureza é uma propriedade importante para se avaliar a resistência de superfície do material, não sofrendo a interferência dos defeitos internos do mesmo. Para a resistência à flexão o ICZ (439,88MPa) apresentou maiores valores que o IEP2 (226,13MPa). Para a tração diametral o resultado foi inverso com 175,08MPa para o IEP2 e 150,47MPa para o ICZ evidenciando que o ensaio de tração diametral submete o corpo de prova principalmente a esforços de tração e que, no teste de flexão em 3 pontos, o material é solicitado tanto em compressão (região superior da amostra) como em tração (na região inferior da mesma). Dessa forma, os materiais respondem de maneiras diversas dependendo da solicitação aplicada.

Pagani et al.⁷⁶ (2003) relataram que as cerâmicas possuem alta resistência à compressão, mas apresentam friabilidade devido à sua baixa resistência à tração e, dessa forma, possuem menor capacidade de absorver impactos. Em seu estudo avaliaram a tenacidade à fratura de diferentes sistemas cerâmicos, que é a medida da habilidade de absorção da energia de

deformação de um material friável. Foram confeccionados 30 corpos de prova em forma de discos (5mm x 3mm) utilizando-se três diferentes materiais cerâmicos, os quais foram divididos em 3 grupos: G1-10 amostras confeccionadas com a cerâmica Vitadur Alpha (Vita-Zahnfabrik); G2-10 amostras confeccionadas com a cerâmica IPS-Empress2 (Ivoclar-Vivadent) e G3-10 amostras confeccionadas com a cerâmica In-Ceram Alumina (Vita-Zahnfabrik). Para a obtenção dos valores de tenacidade foi utilizada a técnica da indentação que se baseia na série de fissuras que se formam quando o material é solicitado em uma carga pré determinada necessária para que ocorram as trincas. Foram realizadas 4 impressões por amostra, utilizado um microdurômetro (Digital Microhardness Tester FM) com uma carga de 500gf, durante 10 segundos. A análise estatística dos dados indicou que a cerâmica In-Ceram Alumina apresentou valor mediano ($2,96\text{N/m}^{3/2}$), estatisticamente diferente do apresentado pela IPS-Empress2 ($1,05\text{N/m}^{3/2}$), enquanto a cerâmica Vitadur Alpha apresentou valores intermediários ($2,08\text{N/m}^{3/2}$), sem diferenças estatísticas dos outros dois materiais. Conclui-se que as cerâmicas apresentaram diferentes desempenhos de tenacidade à fratura, sendo a In-Ceram Alumina capaz de absorver maior energia de fratura quando comparada a Vitadur Alpha e ao IPS-Empress2.

Moraes et al.⁶⁴ (2004) afirmaram que a transformação tetragonal - monoclínica tem sido intensamente estudada, a fim de se entender perfeitamente os mecanismos que geram tal transformação e devido a sua grande importância tecnológica. Essa transformação é do tipo martensítica, ou seja, é uma transformação induzida por cisalhamento, sem a ocorrência de difusão, isto é, ocorre uma distorção da estrutura cristalina, sem ruptura de

ligações. A transformação ocorre instantaneamente, aproximadamente à velocidade do som, e não se realiza numa temperatura fixa, mas numa faixa de temperatura. A transformação é acompanhada de deformação por cisalhamento (aproximadamente 8%) e substancial aumento de volume (aproximadamente 3 a 5%). A transformação tetragonal – monoclínica inicia-se no ciclo de resfriamento à temperatura M_s (temperatura de transformação martensítica) que, para monocristais de ou corpos densos de ZrO_2 policristalina, situa-se entre 950 e 850°C. No entanto, partículas de ZrO_2 dispersas em outras matrizes podem ser mantidas na estrutura tetragonal até temperaturas mais baixas, devido à compressão exercida pela matriz. O valor de M_s é influenciado por diversos parâmetros, entre eles: tamanho, formato e localização das partículas de ZrO_2 , quantidade de óxidos estabilizantes e diferença de coeficiente de dilatação térmica entre a matriz e ZrO_2 . Os autores estudaram a dureza e a tenacidade pelo método da indentação de um compósito cerâmico denominado ZTA que consiste numa matriz de alumina envolvendo grãos de zircônia ambos em escala micrométrica. A tenacidade variou com a composição entre 4,06 e 5,22MPam^{1/2} e um valor máximo de dureza de 17,53GPa foi obtido quando a composição era somente de alumina. Para uma adição de 5% (%w) de zircônia a dureza diminuiu para 17,48GPa. Para os pesquisadores, a adição de quantidades controladas de ZrO_2 melhorou as propriedades da alumina (93% para a resistência à flexão e 29% para a tenacidade). Concluíram que os compósitos desses dois materiais deveriam ser mais utilizados na produção de próteses e componentes para próteses que os óxidos puros.

Brandão et al.¹³ (2005), avaliaram a resistência à fadiga compressiva de resinas compostas para dentes posteriores. Foram confeccionados corpos de prova, em forma de cilindro (8mm x 4mm), de acordo com as recomendações dos fabricantes. Inicialmente, verificou-se a resistência à compressão dos materiais utilizados (n=10). O ensaio de fadiga, pelo método de escada (n> 15), foi iniciado com 60% da tensão máxima obtida no ensaio de compressão, 5Hz de frequência e 10 mil ciclos. A média de redução observada foi de, aproximadamente, 37% em relação aos valores iniciais.

Pierri et al.⁷⁹ (2005) realizaram um estudo como objetivo de dispersar partículas nanométricas de zircônia numa matriz de alumina que, após sinterizada, apresentasse pelo menos 3 características: adequada dispersão dos grãos de zircônia, tamanho nanométrico desses grãos (até 150nm em sua maioria) e refino da microestrutura quando comparado com a mesma matriz sem as inclusões de ZrO₂. Para isso, os autores estabeleceram uma metodologia de mistura de suspensões, onde cada componente era moído em meio alcoólico com a presença de um defloculante durante 22h e, então, eram misturados por mais 2h. Esse procedimento foi comparado com o procedimento tradicional de moagem a úmido tendo sido observado que os objetivos foram atingidos enquanto no método tradicional, grandes aglomerados ainda permaneciam presentes formando grãos com tamanho considerável e fragilizando as amostras. Esse procedimento foi posteriormente denominado de mistura de suspensões.

Chevalier¹⁹ (2006) descreveu as propriedades da zircônia, um óxido polimórfico que ocorre em 3 fases distintas. Em altas temperaturas, próximas de seu ponto de fusão ela se apresenta na forma cúbica. Entre 2370°C e

1170°C ela se apresenta na forma meta-estável tetragonal e, abaixo dessa temperatura, ocorre uma transformação, do tipo martensítica, para monoclinica que é a fase estável da mesma na temperatura ambiente. A transformação martensítica ocorre independentemente do tempo e depende apenas da faixa de temperatura. Durante essa transformação ocorre uma expansão volumétrica da ordem de 3-5% com conseqüente surgimento de tensões internas no material. Para aliviar essas tensões e manter a estrutura tetragonal na temperatura ambiente, adições controladas de Ytria (Y_2O_3) ou outros óxidos são adicionados ao material gerando um tipo de zircônia chamada parcialmente estabilizada com Y_2O_3 , do inglês Y-PSZ. Essa apresenta elevada tenacidade e resistência mecânica iniciais. Segundo o autor, não se pode negligenciar o fato de que, não só o interior, mas também a superfície do material, possui grãos de ZrO_2 mantidos na forma tetragonal e que, se ocorrer a transformação, irão expandir criando tensões e micro trincas na superfície do mesmo que levarão ao futuro colapso da estrutura. Ainda segundo este estudo, as estruturas em zircônia precisam ser melhor avaliadas, pois inúmeros produtos comerciais, entre eles próteses de fêmur e grandes restaurações odontológicas, tem falhado ao longo dos anos sem a correta investigação dos motivos que levaram a essas falhas.

Dixon²⁶ (2006) descreveu uma modificação no ensaio pelo método de escada, visando avaliar sua precisão com a utilização de uma menor quantidade de corpos de prova ($n < 6$). Para isso, utilizou uma tabela contendo diversas combinações de seqüências de eventos em ensaios pelo método de escada, com seus respectivos erros-padrão. Após a realização do teste, verificou a aderência de seus dados (seqüência observada e desvio padrão) à

tabela. Em seguida, com a utilização de uma equação matemática, foi obtido um valor de estimativa de erro para o teste. O autor ressaltou que a estimativa de erro desse novo teste é menor em relação ao desenvolvido por Dixon & Mood, em 1948. Foi concluído que o novo teste era preciso, sendo sugerido em diferentes áreas biológicas.

Gehrke et al.³⁶ (2006) procuraram determinar a resistência à fratura de “abutments” de zircônia e o torque necessário para soltar o parafuso de fixação, antes e após a aplicação de carga cíclica para o conjunto abutment-implante. O comportamento dinâmico e estático padrão de distribuição dos pilares de zircônia foram também avaliadas. Para tal uma carga estática e uma cíclica foram aplicadas em sete implantes com abutments XiVE Cercon, simulando condições adversas. Os ensaios de carga cíclica foram realizados numa máquina de ensaios dinâmicos com cargas entre 100N e 450N, para até 5 milhões de ciclos de carga, a 15Hz. O comportamento dinâmico dos pilares de zircônia foi analisado por modelos de elementos finitos no software Pro Mechanica, comparando a tensão de Von-Mises e os níveis de tensão máxima. Os “abutments” Cercon apresentaram resistência à fratura máxima de 672N durante o carregamento estático, e 269N em 800.000 a 5.000.000 ciclos, e 403N em 10.000 ciclos durante o carregamento cíclico. Os valores médios de torque para soltar os parafusos de fixação dos pilares foram de 20,86 Ncm $\pm$ 1,07, antes do carregamento cíclico, e de 19,71 $\pm$ 1,11Ncm após o carregamento de até 5 milhões de ciclos. Embora os valores de torque diminuíssem minimamente, a diferença foi estatisticamente significativa. No entanto, o afrouxamento do parafuso não ocorreu. A análise dos elementos finitos exibiu picos mais elevados de estresse até 1000N na região cervical do

pilar de zircônia e no terço apical do seu parafuso de fixação a uma carga externa de 250N. Os autores concluíram que dentro das limitações do estudo, os pilares de implante de zircônia excederam os valores máximos estabelecidos para as forças de mordida incisal relatados na literatura, adaptando-se perfeitamente no implante de titânio após vários milhões de ciclos de carga.

Kohal et al.⁵⁰ (2006) apresentaram um estudo piloto que testou se os implantes de zircônia que receberam diferentes coroas de cerâmica preenchem os requisitos biomecânicos para uso clínico. Para tanto, próteses de cerâmica Empress-1 e coroas Procera foram cimentadas sobre os implantes de zircônia e expostos ao meio bucal artificial. Em seguida, a resistência à fratura dos sistemas cerâmica-coroa-implante foi avaliada. Implantes de titânio convencional restaurados com coroas metalo-cerâmica (PMC) serviram como controles. Para isso, dezesseis implantes de titânio com 16 coroas PMC e 32 implantes de zircônia com 16 próteses de cerâmica Empress-1 e 16 coroas Procera foram confeccionados. Os implantes de titânio foram fabricados utilizando o sistema ReImplante e os implantes de zircônia usando o sistema Celay. O incisivo central superior esquerdo serviu como modelo para a fabricação dos implantes e as coroas. Oito amostras de cada grupo foram submetidas a um teste de carga de longo prazo em meio bucal artificial (1,2 milhões de ciclos de mastigação). Posteriormente, o teste de resistência à fratura foi realizado com sete das oito coroas. As restantes oito amostras de cada grupo não foram submetidas à carga de longa duração na boca artificial sendo fraturadas imediatamente. Uma amostra de cada grupo foi avaliada quanto à adaptação marginal das coroas. Todas as amostras sobreviveram à

exposição ao meio bucal artificial. Três coroas Empress-1 apresentaram rachaduras na superfície de carregamento. Os valores para a carga de fratura no grupo de implante de titânio e coroa metalo-cerâmica sem carga artificial variaram entre 420N e 610N (média: 531,4N), e entre 460N e 570N (média: 512,9N) no grupo coroa Empress-1, enquanto no grupo coroa Procera os valores ficaram entre 475 e 700N (média: 575,7N), quando não carregados artificialmente. Os resultados quando as amostras foram carregadas artificialmente com 1,2 milhões de ciclos foram: as coroas do implante de titânio com PMC fraturaram entre 440 e 950N (média: 668,6N), as coroas de Empress-1 entre 290 e 550N (média: 410,7N) e as coroas Procera entre 450 e 725N (média: 555,5N). Não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos sem carga artificial. Os valores de fratura para as PMC e as coroas Procera após o carregamento artificial foi significativamente maior que os valores observados com o Empress-1. Não houve diferença significativa entre o grupo com PMC e o grupo Procera. Assim, os resultados sugeriram que os implantes de zircônia restaurados com coroas Procera possivelmente preenchem os requisitos biomecânicos para dentes anteriores. No entanto, novas investigações com número maior de amostras devem confirmar esses resultados preliminares. Além disso, considerando-se que três coroas Empress-1 apresentaram o desenvolvimento de trincas na área de carga na boca artificial, o seu uso clínico associado com implantes de zircônia deve ser questionado.

Pilathadka et al.⁷⁷ (2007) apresentaram um artigo a respeito da Zircônia tetragonal policristalina estabilizada com Ítria (Y-TZP). São sistemas cerâmicos mais recentes com maior resistência do que os sistemas utilizados para coroas

e próteses parciais fixas. Sistemas baseados no processo auxiliado por fresagem e modelagem computadorizada (do inglês: CAD/CAM) produzindo Y-TZP estão sendo utilizados e estão em demanda na zona estética e também em regiões de elevada carga. Nesta revisão sistemática foram apresentados alguns resultados clínicos e estudos científicos recentes e as orientações específicas para seu uso clínico. Grande parte das próteses de Y-TZP é produzida por este sistema. Como esse método necessita de fresas para o corte eficiente do material, muitos sistemas têm utilizado blocos pré-sinterizados que, somente após o formato final, são submetidos à sinterização definitiva. Esses sistemas necessitam de uma compensação dimensional de cerca de 20-25% devido à contração de sinterização final. Os autores relataram também que outro procedimento utilizado é aquele em que blocos de material muito duro (Y-PSZ), produzidos por sinterização sob pressão isostática, são fresados em suas dimensões finais. Para esses materiais, a fresagem é muito demorada devido à dureza do material (por volta de 12GPa). Os autores apresentaram também informações sobre a utilização clínica do sistema Cercon à base de Y-TZP. Finalizaram com estudos clínicos mostrando falhas de adesão da porcelana de cobertura, após 12 meses de utilização que, no entanto, não necessitaram de reparos.

Pierri⁸⁰ (2008) realizou um estudo no qual foi proposta a utilização de partículas nanométricas de ZrO_2 como reforço de prótese odontológicas livre de metal (atualmente também denominadas sem metal). Para tanto, estudou as propriedades de biocompatibilidade in vivo, resistência à tração diametral, resistência à flexão em 3 pontos (ISO 6872:97) e resistência química do material. Utilizou o método de mistura de suspensões para produzir um pó que,

posteriormente, foi utilizado na conformação de cerca de 200 amostras do material via prensagem isostática e por colagem de barbotina. Os ensaios de biocompatibilidade mostraram que nenhuma amostra apresentou rejeição, demonstrando que o material foi biocompatível. Os ensaios de flexão em 3 pontos mostraram valores de 602MPa para o grupo controle e de 612MPa para o grupo que sofreu ataque ácido, sendo considerados estatisticamente idênticos, e não foi observada perda de massa nas amostras atacadas (24hs). Para o ensaio de tração diametral foi registrado o valor de 255MPa. Como conclusão, foi observado que o material preencheu os requisitos exigidos pela norma ISO 6872:97 para cerâmicas odontológicas.

Kohorst et al.⁵¹, em 2008, afirmaram que o ambiente úmido e a ocorrência permanente de forças de mastigação no meio oral contribuem para a degradação da cerâmica utilizada para restaurações protéticas. Neste estudo in vitro foi avaliada a influência do envelhecimento artificial sobre a capacidade de carga de pontes de quatro elementos, com ambas as estruturas danificadas e zircônia pré-trincada. Além disso, diferentes parâmetros para a simulação de mastigação também foram investigados e uma análise de elementos finitos foi realizada para prever o local de maior tensão de tração no pântico. Um total de 60 blocos foram confeccionados a partir de zircônia pré-sinterizada e divididos em dois grupos homogêneos. Antes do revestimento, os blocos dos dois grupos foram indentados por uma serra de corte, simulando falha acidental gerada durante o corte para obtenção do formato final. Depois de recobertas com vidrado, as próteses foram submetidas à ciclagem térmica e mecânica, com exceção dos grupos controle. A capacidade de carga das próteses foi significativamente reduzida pelo envelhecimento artificial. Em comparação com

as amostras sem dano algum, a resistência à fratura diminuiu cerca de 40%, enquanto aquelas com danos preliminares não sofreram efeitos significativos. Tanto o aumento do número de ciclos de carga como do limite superior não mostraram qualquer efeito adicional sobre a tensão de fratura.

Guimarães et al.⁴¹ (2009) estudaram as propriedades do compósito cerâmico de alumina com inclusões nanométricas de zircônia. Neste estudo são apresentadas características de resistência ao desgaste, dureza e resistência à flexão em 3 pontos da alumina, com e sem as inclusões. O método de mistura de suspensões foi utilizado. Os resultados demonstraram que a inclusão dessas partículas promoveram aumento significativo da resistência mecânica, da dureza e, principalmente, da resistência ao desgaste e compactação à verde. Entretanto, houve efeito negativo sobre a sinterabilidade do compósito, necessitando de maior temperatura de sinterização (1500°C em vez de 1450°C) para se obter densificação em torno de 99% da densidade teórica para o material. Essa dificuldade de sinterização pode ter várias explicações, mas foi atribuída, principalmente, à maior energia de ativação da zircônia e à desorganização que essas inclusões promoviam na matriz de alumina durante os estágios iniciais de sinterização, prejudicando a coalescência dos grãos, porém evitando seu crescimento demasiado por um mecanismo de ancoramento (pinning) do deslocamento dos contornos de grãos durante a sinterização.

Vagkopoulou et al.¹⁰² (2009) fizeram uma descrição minuciosa dos materiais cerâmicos avançados, em especial a zircônia, pois esse têm grande potencial como substituto dos materiais tradicionais. Desde o final dos anos 1990, a zircônia parcialmente estabilizada tem sido considerada adequada para

uso odontológico, devido à sua excelente resistência à fratura como resultado de um inerente mecanismo de transformação de fase. Além disso, biocerâmicas de zircônia proporcionam reforço, baixa radioatividade, biocompatibilidade e propriedades ópticas interessantes. A introdução do “computer-aided design/computer-aided manufacturing” (CAD/CAM) aumentou a aceitação geral de zircônia na odontologia. No entanto, alguns procedimentos tais como a moagem, polimento, tratamento térmico, jato de areia, podem afetar em longo prazo sua estabilidade e sucesso do material influenciando a sua sensibilidade ao envelhecimento. Os pesquisadores explicaram que o envelhecimento é influenciado, principalmente, pela presença de água e temperatura acima de 200°C, promovendo queda da resistência mecânica, dureza, tenacidade e densidade, aumentando a fase monoclínica e o aparecimento de crateras superficiais no material, além do arrancamento de grãos. Finalizaram alertando para a necessidade de novos estudos para reforçar o material contra o envelhecimento precoce e relatando que a zircônia é um material muito promissor.

Acchar et al.¹ (2009) investigaram uma série de composições de vitro-cerâmica. Esses materiais apresentam um bom potencial para ser utilizado à temperatura ambiente como substituto de outros materiais cerâmicos, devido à sua menor temperatura de sinterização e de custos. A razão, principalmente, que limita a utilização desses materiais é a sua baixa resistência mecânica. Neste trabalho, um pó de vidro tipo $\text{Li}_2\text{O}-\text{ZrO}_2-\text{SiO}_2-\text{Al}_2\text{O}_3$ (LZSA) foi misturado com 30% em peso de ZrO_2 e Al_2O_3 (tamanho sub-micrométrico), conformados por prensagem uniaxial de 40 MPa e sinterizados a 650°C/30 min. Em algumas amostras, uma segunda etapa de sinterização a 1000°C durante 30 minutos

também foi realizada, a fim de melhorar as propriedades mecânicas aumentando a fração cristalizada. As amostras sinterizadas foram caracterizadas por medidas de força de flexão, difração de raios X e microscopia eletrônica de varredura. Valores de densidade aparente foram determinados pelo método de imersão em água baseado no princípio de Arquimedes. Os resultados obtidos indicaram que a adição de ZrO_2 e Al_2O_3 (partículas de reforço) diminuiu a densidade dos materiais de vitro-cerâmica. A difração de raios X indicou um aumento da fração cristalizada nas amostras sinterizadas a $1000^\circ C$. Os valores de resistência à fratura mostraram dependência da temperatura de sinterização e também sobre as partículas de reforço cristalino.

Medeiros et al.⁶¹ (2009) compararam propriedades mecânicas de dois materiais utilizados em infraestruturas de próteses de cerâmica pura. Foram avaliadas a resistência à flexão em três pontos e a resistência à tração diametral dos sistemas cerâmicos IPS-Empress2 (Ivoclar) e In-Ceram Zirconia (Vita). Um total de dez amostras de cada material para o ensaio de flexão (25mm x 5mm x 2mm) e 15 amostras para o ensaio de tração diametral (6mm x 3mm) foram preparados. Os testes foram realizados em equipamento MTS810 (Material Test System - EUA), com célula de carga de 10kN e velocidade de 0,5mm/minuto. Os resultados, após testes estatísticos, mostraram que o In-Ceram Zirconia (434,17MPa) apresentou maior resistência à flexão em relação ao IPS-Empress2 (230,80MPa). Entretanto, observou-se maior resistência à tração diametral do IPS-Empress2 (175,41MPa) em relação ao In-Ceram Zirconia (151,11MPa). Concluíram que a decisão pela indicação de um material não pode ser baseada em apenas uma propriedade mecânica.

Oliva et al.⁷³ (2009) investigaram o efeito do processamento por injeção (método da cera perdida) na resistência à flexão, em três pontos, de porcelanas feldspáticas obtidas por sinterização. Foram avaliadas as porcelanas Ceramco-2, Duceragold, Duceram-Plus, Excelsior, Omega-900, Symbio, Vitadur-Alpha e VMK-95. Como controle foi utilizada a porcelana Cergogold, fornecida na forma de pastilhas pré-sinterizadas e conformadas exclusivamente por injeção. Neste estudo, corpos de prova em forma de barra ($n = 10$), com dimensões de $25 \times 5 \times 2$ mm (ISO-6872:97) foram confeccionados em matrizes metálicas e processados, por sinterização ou injeção, nas temperaturas de sinterização indicadas pelos fabricantes. Os ensaios foram realizados em equipamento MTS-810 (Material Test System, EUA), com célula de carga de 10 kN e velocidade de $0,5 \text{ mm.min}^{-1}$. Os resultados mostraram que o processamento por injeção foi capaz de proporcionar maior resistência à flexão para as porcelanas Duceram-Plus, Excelsior, Omega-900, Symbio e VMK-95. Nessa mesma condição experimental, a porcelana Cergogold mostrou-se estatisticamente superior apenas à porcelana Vitadur-Alpha, sendo inferior à porcelana Omega-900 e semelhante às demais. A resistência à flexão das porcelanas Ceramco-2, Duceragold e Vitadur-Alpha não foi influenciada pelo processo de obtenção.

Acchar et al.² (2010), em artigo da área de engenharia, apresentaram importantes informações sobre reforços com inclusões cerâmicas. Segundo esses autores, carbetos e nitretos cerâmicos são geralmente aceitos como opção competitiva tecnológica para metal endurecido (WC-Co). Nos últimos anos, esses materiais têm sido estudados como reforço em compósito cerâmico de sistemas com Al_2O_3 e ZrO_2 como matriz. Esse estudo relatou os

resultados obtidos a partir de reforço mecânico de ZrO_2 com (W, Ti) C e partículas de Al_2O_3 . Zirconia Y-TZP comercial de alta pureza foi misturada com uma concentração fixa de 30 em peso de (W, Ti) C ou Al_2O_3 e prensada em atmosfera de argônio a $1650^\circ C$ sob uma pressão de 20 MPa por 30 min. O padrão de difração de raios X mostrou a não formação de novas fases cristalinas entre a matriz e os elementos de reforço. A adição de partículas de Al_2O_3 e (W, Ti) C levou ao aumento da dureza das amostras sinterizadas de 11,7GPa para, aproximadamente, 15,2 e 18,7 GPa, respectivamente. Por outro lado, a presença de ambas as partículas não melhorou significativamente a tenacidade à fratura da matriz cerâmica da ZrO_2 . Esses resultados sugeriram que ZrO_2 reforçada com (W, Ti) C obtida por prensagem a quente uniaxial apresenta grande potencial para utilização como ferramentas de usinagem, corte, devido à sua elevada dureza e boa resistência mecânica.

Ho et al.⁴³ (2011) investigaram o efeito da adição de vidro nas propriedades mecânicas da cerâmica dental à base de zircônia tetragonal policristalina estabilizada com 3% de Ítria (3Y-TZP). As fritas de vidro eram compostas por MgO, CaO, Al_2O_3 , SiO_2 , e P_2O_5 (óxido de fósforo) e foram adicionadas para diminuir a temperatura de sinterização da zircônia pura. Os resultados mostraram que a adição das fritas em nada modificou o crescimento dos grãos ou a temperatura de transformação tetragonal, porém todas as propriedades mecânicas e as densidades foram afetadas pela presença de fase vítrea. Os autores relataram que, em menores temperaturas de sinterização, as propriedades mecânicas melhoraram com a adição do vidro aumentando de 418,8 para 503,1MPa. No entanto, para temperaturas mais elevadas, necessárias para sinterizar a zircônia pura, os valores de tenacidade

foram reduzidos, com a adição do vidro, de $12\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ para $5\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. Os autores explicaram que esse resultado era esperado em função da fragilidade da fase vítrea formada que enfraquece o material.

3 Proposição

O objetivo do presente estudo foi avaliar as propriedades de resistência à flexão, limite de resistência à fadiga flexural, dureza, tenacidade e compressão diametral de nanocompósito denso de matriz de alumina contendo 5% em volume de inclusões nanométricas de zircônia, para possível aplicação na confecção de infraestruturas de próteses odontológicas de cerâmica livres de metal.

4 Material e método

4.1 Matérias primas

Para a realização deste estudo foram utilizadas as seguintes matérias primas:

- Zircônia (ZrO_2) monoclinica nanométrica (Nanostructured & Amorphous Materials Inc., MA-USA).
- Alumina comercial (AKP-53 - Sumitomo Chemical, Japão).
- Cloreto de Magnésio Hexahidratado na forma de solução ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ - Synth MA-USA).
- Ácido 4-aminobenzóico, PABA (Synth MA-USA).
- Ácido Oléico (Synth MA-USA).
- Pastilhas para injeção do material IPS e-Max (Ivoclar, Schaan, Liechnstein)

4.2 Procedimento experimental

4.2.1 Confeção dos corpos de prova

Foram produzidos 40 corpos de prova com as dimensões pré-determinadas na especificação ISO 6872 (25X2X5mm), seguindo a metodologia descrita a seguir.

Visando a obtenção de pós livres de aglomerados, tanto a alumina pura como a ZrO_2 nanométrica foram submetidas a uma etapa de desaglomeração em moinho de bolas convencional (na técnica que utiliza o processo dinâmico

de mistura das suspensões)⁷⁹. A desaglomeração da alumina foi feita em meio alcoólico num frasco de polipropileno (Nalgene, Rochester-NY-USA), com bolas de zircônia (5mm YTZ Grinding Media, TOSOH, Tokyo, Japan), utilizando a relação bolas/material de 2:1, por 14 horas^{20,21,80}. Foi utilizado como dispersante 0,2% em peso de PABA (ácido 4-aminobenzóico) e como lubrificante 0,5% em peso de ácido oléico. Com o intuito de melhorar a sinterabilidade e minimizar o crescimento de grãos foi adicionado 100ppm de óxido de magnésio na forma de cloreto de magnésio hexahidratado ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) à alumina previamente à adição de inclusões^{98,99}. Para a zircônia, foi adotada a desaglomeração em meio alcoólico, utilizando moinho de bolas convencional (Pascall Eng., Sussex, UK), com relação bolas/material de 5:1 em frasco de polipropileno (Nalgene) e bolas de zircônia (5 mm) durante 12 horas. Como dispersante foi usado 0,5% em peso de PABA (ácido 4-aminobenzóico). Após a desaglomeração, a suspensão de zircônia obtida foi mantida sob agitação com a concentração conhecida e controlada. A adição da suspensão contendo 5% em volume das partículas manométricas com a alumina foi realizada por gotejamento contínuo da suspensão de ZrO_2 e mistura em moinho de bolas convencional. Nessa etapa, a relação bolas/material foi de 2:1, em frasco de polipropileno e bolas de zircônia (5 mm de diâmetro) por 10 horas. Ao final do processo, foi adicionado como lubrificante 0,5% em peso de ácido oléico misturado por mais 2 horas. O tempo total transcorrido do início ao final do processo foi de 24 horas^{20,21,99}. As Figuras 1a e 1b ilustram essa etapa.

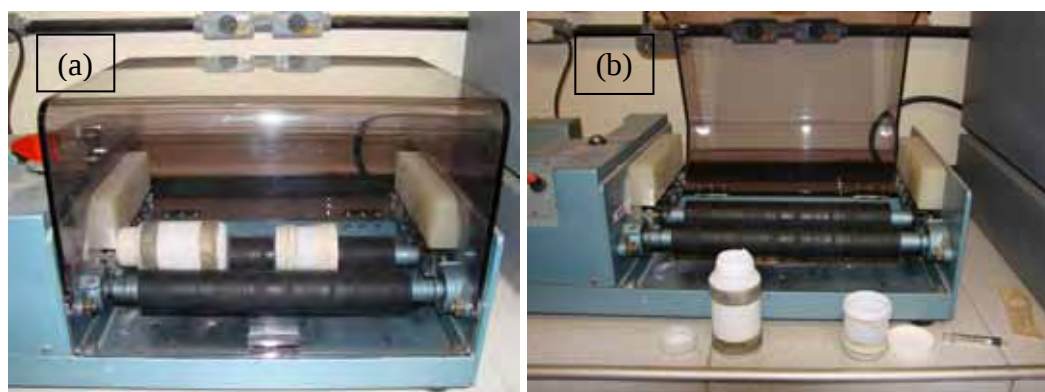


FIGURA 1 - (a) - Detalhe dos dois frascos de moagem. O maior contendo Al_2O_3 e o menor contendo ZrO_2 . (b) - mistura de suspensões utilizando-se uma seringa graduada para o gotejamento contínuo sob constante agitação.

Para evitar a segregação dos pós e das inclusões, em todas as etapas a quantidade adicionada de álcool foi determinada de tal forma que, ao final do processo de desaglomeração e mistura, o material resultante apresentasse característica de pasta. A secagem dos pós foi realizada ainda no interior do moinho de bolas sob agitação, em temperatura próxima da ambiente, com auxílio de fluxo de ar perpendicular à abertura do frasco de moagem, para evitar contaminações provenientes do sistema de ar comprimido e a segregação dos pós e das inclusões⁷⁹. A Figura 2 ilustra o esquema de secagem do pó.



FIGURA 2 - Detalhe da secagem mostrando o fluxo de ar perpendicular à entrada do frasco de secagem.

Com a mistura obtida de acordo com os procedimentos descritos, foram preparados corpos de prova com 25mm de comprimento, 5mm de largura e 2mm de espessura e pastilhas em forma de disco, com 6mm de diâmetro e 3mm de espessura. Os primeiros corpos de prova foram utilizados no ensaio de resistência à flexão em 3 pontos (n=10) e no ensaio de resistência à fadiga flexural (n=30) e as pastilhas foram utilizadas nos ensaios de dureza e tenacidade (n=10) e compressão diametral (n=10). Nos dois casos as amostras foram conformadas por prensagem uniaxial, com pressão de 50MPa, seguida de prensagem isostática, com 200MPa (ISO 6872/2008).

Após a conformação dos corpos de prova, a etapa que precede a sinterização é a de eliminação dos componentes orgânicos que foram adicionados durante o preparo dos pós e conformação das amostras. Nessa fase, os corpos de prova conformados foram submetidos a um tratamento térmico em mufla (EDG mod SF 800, São Carlos, Brasil) numa temperatura de 500°C com taxa de aquecimento de 2,0°C/min ao ar por 2h. A temperatura de 500°C é suficiente para a eliminação dos aditivos orgânicos presentes^{78,79,80}.

Em trabalhos anteriores, a temperatura de sinterização foi determinada através de estudos de sinterização. De acordo com esses ensaios, a sinterização dos corpos de prova pode ser efetuada ao ar em temperatura de 1500°C por 2 horas com taxa de aquecimento de 10°C/min e patamar isotérmico a 1050°C por 1 h. As sinterizações foram realizadas num forno (LYNN modelo HT 1800, Germany) com elemento resistivo de dissiliceto de molibdênio (Super-Kanthal), com controle de temperatura realizado por meio de um termopar Pt/Pt-Rh (tipo B)^{21,78,79,99}.

4.2.2 Caracterização física dos corpos de prova

Os corpos de prova conformados e pré-sinterizados foram caracterizados por meio de medidas de densidade a verde, obtidas geometricamente utilizando-se a equação (1). Já os corpos de prova após sinterização foram caracterizados pela determinação da densidade aparente (pelo método baseado no princípio de Archimedes) conforme a equação (3) e pela caracterização microestrutural por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) da superfície de fratura.

As medidas de densidade à verde foram obtidas geometricamente, utilizando-se a equação abaixo:

$$\delta = \frac{m}{V} \quad (1)$$

onde:

m: é a massa do corpo de prova em gramas;

V: é o volume do corpo de prova em cm³ obtido a partir da medida das suas dimensões.

A densidade a verde assim determinada, foi expressa em g/cm³. No entanto, devido às grandes diferenças de densidade real, da parte sólida, entre amostras de diferentes composições, foi considerado mais conveniente, para efeito de comparação, que as densidades fossem expressas em termos de porcentagem da densidade teórica (%DT), conforme a equação (2):

$$\%DT = \frac{\delta}{\delta_t} \cdot 100 \quad (2)$$

onde:

%DT: porcentagem da densidade teórica;

δ : densidade a verde;

δ_t : densidade teórica ($\frac{1}{\delta_t} = \frac{X_A}{\rho_A} + \frac{X_B}{\rho_B}$),

X_A e X_B , são as frações do material sólido A e B, respectivamente, e ρ_A e ρ_B as respectivas densidades.

Medidas de densidade aparente (DA) dos corpos de prova sinterizados, foram obtidas por metodologia de imersão baseada no princípio de Archimedes⁴¹ utilizando a equação (3):

$$DA = \frac{M_s}{M_u - M_i} \rho_l \quad (3)$$

onde:

M_s : é a massa seca da amostra;

M_u : é a massa da amostra após imersão em água à temperatura ambiente durante 24 horas;

M_i : é a massa da amostra imersa em água;

ρ_l : é a densidade da água na temperatura em que foi realizada a medida (20°C).

As medidas das massas: seca, imersa e úmida foram obtidas numa balança analítica TECNAL (São Paulo-SP, BR) com precisão de $\pm 0,0001\text{g}$. Os resultados de densidade aparente foram calculados em termos de porcentagem da densidade teórica (%DT) pela relação usada para calcular %DT apresentada na equação (2).

Essa metodologia visou controlar a qualidade dos corpos de prova produzidos pela metodologia descrita e, portanto, não se aplicam aos corpos de prova do grupo controle por se tratar de material comercial, o qual foi utilizado seguindo-se, criteriosamente, as recomendações do fabricante.

4.2.3 Ensaio de resistência à flexão em 3 pontos

O preparo dos corpos de prova foi realizado seguindo-se a norma odontológica⁴⁴ (ISO 6872) que preconiza para a realização dos ensaios de resistência à flexão em três pontos, que eles sejam usinados industrialmente em lixas de diamante (BUEHLER supergrind) e, posteriormente, polidos com pasta de diamante (METADI Diamond Suspension 15 μm - Buehler), em granulometrias decrescentes de até 15 μm . A usinagem e o polimento foram realizados em todos os corpos de prova prismáticos. Nenhum tipo de chanfrado ou arredondamento de bordas é solicitado na norma citada. Esse procedimento adicional aumenta a resistência à flexão do material, pois elimina defeitos nessa região do chanfrado podendo gerar valores irreais. Por esse motivo, não foi efetuado, bem como polimentos em granulometria menores que as especificadas⁶⁴. Segundo a norma vigente, o material comercial do grupo controle foi preparado conforme as especificações do fabricante e também

submetido a polimentos pela mesma metodologia do material em desenvolvimento. A Figura 3 ilustra a disposição de uma barra do material num ensaio piloto de resistência a flexão.



FIGURA 3 - Detalhe do corpo de prova posicionado para o ensaio de flexão em 3 pontos.

As especificações do fabricante para a utilização do material IPS e.max seguem a metodologia da cera perdida utilizando-se forno especialmente desenvolvido para essa finalidade²⁷ (EP 500 furnace, Ivoclar-Schaan). Esse forno é micro-controlado exibindo taxa de aquecimento de 20°C/min e a formação de vácuo durante a sinterização sob pressão à temperatura de 1200°C por 1h.

Os ensaios de resistência à flexão foram realizados em um equipamento de ensaios universal MTS 810 (Material Test System – EUA), gerenciado por programa Test Star II (IBM – EUA), especialmente programado, ajustado e calibrado para esse tipo de ensaio.

A resistência à flexão foi calculada por meio da equação (4), sendo que a velocidade do atuador no ensaio foi de 0,5mm/min e a distância entre os apoios fixada em 20mm^{29,30,43,80,87}.

$$\sigma = \frac{3PL}{2bh^2} \quad (4)$$

onde:

σ : é a resistência a flexão do material em MPa;

P: é a carga aplicada em Kgf;

L: é a distância entre os pontos de apoio (mm);

b: é a espessura individualizada de cada corpo de prova (mm);

h: altura dos corpos de prova retangulares (mm).

4.2.4 Ensaio de resistência à fadiga

O ensaio de resistência à fadiga foi realizado utilizando-se o método da escada. Esse processo tem como finalidade simular movimentos mastigatórios e consiste em submeter os corpos de prova a 10 mil ciclos com 2Hz de frequência^{30,55,88}. A metodologia recebe essa denominação, pois se utiliza de incrementos (degraus). O primeiro corpo de prova (num total de n=30) foi ensaiado com os parâmetros citados, tendo sido a tensão inicial utilizada de 60% da resistência à flexão para o material experimental, obtida em estudo preliminar⁸⁰ e confirmada para os lotes de matérias primas referentes ao estudo atual. A mesma metodologia foi utilizada para o material comercial utilizado como controle, utilizando-se 60% da resistência à flexão, obtida nos ensaios de flexão em 3 pontos. Ao testar o primeiro corpo de prova, duas situações distintas foram observadas: o corpo de prova fraturou ou não fraturou. Quando ocorreu a fratura, a tensão máxima sofreu um decréscimo (degrau) no valor de 5% da tensão inicial e novo ensaio foi efetuado em outro corpo de prova. Quando a fratura não ocorreu, a tensão foi elevada no mesmo valor e um novo

corpo de prova foi ensaiado e, assim, sucessivamente, até que se observasse que a variação concentrou-se em um degrau (incremento). O limite médio de fadiga foi obtido pela média ponderada dos valores mais baixos de tensão, desprezando-se a rampa inicial, para os quais os corpos de prova não se romperam, de acordo com a definição de resistência à fadiga, que é o valor de tensão para o qual o corpo de prova não fratura para um número muito grande de ciclos^{55,59,88}.

4.2.5 Ensaio de dureza Vickers

Para o ensaio de dureza Vickers⁵, 10 pastilhas cerâmicas (10X5mm-ASTM C 1327-9925) obtidas pela mesma metodologia, foram incluídas em resina acrílica autopolimerizável JET (Artigos Odontológicos Clássico, Brasil). Após a inclusão, os corpos de prova receberam acabamento e polimento mecânico na politriz Metaserv Grinder/Polisher 2000 (Buehler), com lixas na seqüência numérica 200, 400, 600, 1200, 2000, e pasta diamantada METADI Diamond Suspension na sequencia 15 µm → 9 µm → 6 µm → 3 → 1µm (Buehler) até se obter uma superfície espelhada.

A superfície de cada corpo de prova foi, então, dividida em quatro áreas iguais. O ensaio de dureza Vickers foi realizado no microdurômetro Buehler (Lake Bluff), com força de 0,5 kgf por 30 segundos. Em cada área, foi realizada uma marcação, totalizando quatro por corpo de prova^{43,64,72,87,106,108}. A dureza do material foi calculada pela equação (5):

$$H_V = 1,8544 \cdot \frac{F}{d^2} \quad (5)$$

onde:

HV: é a dureza Vickers;

F: é a carga aplicada em Kgf;

d: é o tamanho médio das marcações diagonais impressas no material em mm.

A Figura 4 ilustra uma típica indentação obtida pelo ensaio.



FIGURA 4 - Exemplo de indentação obtida no ensaio.

4.2.6 Ensaio de tenacidade

Para o ensaio de tenacidade foi levado em consideração o tamanho das trincas observadas nas indentações do ensaio de dureza. Geralmente essas trincas podem ser avaliadas e medidas no próprio microscópio do microdurômetro no momento do ensaio de dureza ou, caso não seja possível, as amostras devem ser preparadas para microscopia eletrônica de varredura (MEV) em aumento compatível com o tamanho das indentações segundo a

norma vigente⁶ (ASTM C-1421-99). No presente estudo, as trincas foram visualizadas e medidas no microscópio do próprio equipamento. Posteriormente, a título de ilustração, essas trincas foram registradas em amostras caracterizadas por MEV. O comprimento dessas trincas foi aplicado em equações pré-determinadas em outros estudos para a obtenção do valor de tenacidade, permitindo a comparação dos resultados com aqueles existentes na literatura^{3,40,64,106,108}. Várias relações matemáticas são citadas em literatura para a determinação da tenacidade pelo método da indentação. Neste trabalho, foi utilizada a equação (6):

$$K_{1c} = 0.016 (E/H)^{1/2} * (P/C^{3/2}) \quad (6)$$

onde:

K_{1c} : é a tenacidade à fratura em $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$;

P: é a carga aplicada (que no presente estudo foi de 1kgf);

E: é o módulo de Young tabelado para o material utilizando-se a regra de misturas de fases para compósitos⁶⁴ em GPa;

H: é a dureza em GPa;

C: é a medida modificada (que parte do centro da indentação) do comprimento da trinca.

Essa equação é válida para materiais com as características dos materiais estudados e é também utilizada em inúmeros outros trabalhos na área odontológica o que permite comparações^{3,40,43,64,106}. As Figuras 5a e 5b ilustram uma típica indentação e suas trincas e as medidas assinaladas, respectivamente.

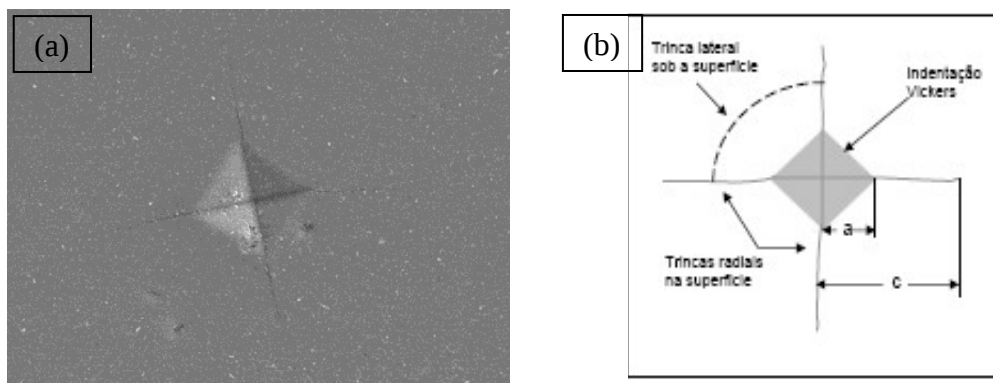


FIGURA 5 - (a) - Indentação e trincas observadas ao MEV. (b) - Detalhe para a distância c , utilizada nos cálculos de tenacidade à fratura.

No presente estudo, foi incluído o sistema cerâmico comercial EPS e-max, (Ivoclar, Vivadent AG) como parâmetro de comparação, tendo sido esse sistema selecionado em virtude de ser um material reforçado com fase cristalina (cristais de dissilicato de lítio) e também de sua ampla utilização^{3,23,43,97}. Assim, amostras similares àsquelas utilizadas para o material experimental foram confeccionadas seguindo as instruções do fabricante, descritas anteriormente, e submetidas aos ensaios de resistência à flexão, resistência à fadiga flexural, dureza e tenacidade.

O módulo elástico (Young) utilizado nos cálculos de tenacidade para esse material foi o fornecido pelo fabricante que o calculou pelo método da velocidade ultra-sônica¹¹¹. Nesse caso, não se pode aplicar o método da mistura de fases em virtude da grande quantidade de fase vítrea (amorfa) presente. A Figura 6 ilustra o material comercial utilizado como controle.



FIGURA 6 - Material comercial utilizado como grupo controle.

4.2.7 Evolução das propriedades mecânicas do material experimental em função da temperatura de sinterização

Com o intuito de se conhecer melhor as propriedades do material em desenvolvimento, outros testes também foram realizados para se avaliar o efeito da variação da temperatura de sinterização nas propriedades mecânicas de dureza, tenacidade e resistência à compressão diametral. Para isso, corpos de prova adicionais, produzidos de acordo com a metodologia já descrita anteriormente, foram confeccionados, sinterizados nas temperaturas de 1200°C, 1300°C, 1400°C e 1500°C e, posteriormente, submetidos aos ensaios mecânicos. A partir desses dados foram construídas curvas representativas da evolução micro-estrutural, em função da temperatura do patamar de sinterização.

A seguir, será descrito o ensaio de compressão diametral.

4.2.7.1 Ensaio de compressão diametral

Lobo Carneiro e Barcellos⁵⁴ (1948) desenvolveram um ensaio que consiste na aplicação da carga de compressão em amostras cilíndricas (10mmX5mm). O carregamento é aplicado em planos paralelos, diametralmente opostos. Essa configuração de carga gera um plano de tensões de tração, razoavelmente uniforme no plano perpendicular ao da sua aplicação. O ensaio de resistência à tração por compressão diametral segue a norma ASTM E 384-02⁷ que descreve o procedimento para determinação da resistência à tração por compressão diametral de corpos de prova cilíndricos. O teste desenvolvido ficou conhecido como *brazilian test* e utiliza velocidade do atuador de 0,5mm/min⁸⁷. A Figura 7 ilustra a posição do corpo de prova e os parâmetros de importância durante o ensaio.

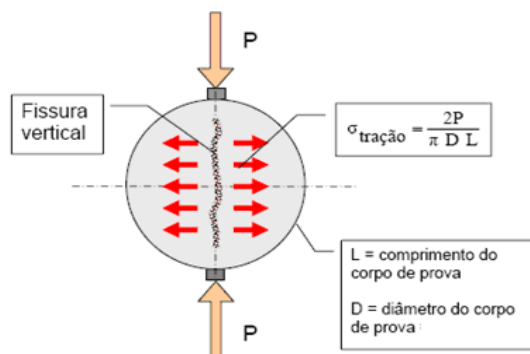


FIGURA 7 - Esquema do ensaio de compressão diametral.

Como os planos de tensões gerados são fundamentalmente de tração, esse ensaio permite estimar as propriedades de tração do material e foi utilizado no presente estudo como parâmetro de comparação entre propriedades mecânicas do material em desenvolvimento nas temperaturas de

sinterização de 1200°C (15min), 1300°C (15min), 1400°C (15min) e sinterizado conforme descrito anteriormente a 1500°C.

Esses dados foram calculados pela equação (7):

(7)

$$\sigma = 2P/2\pi D \cdot L$$

onde:

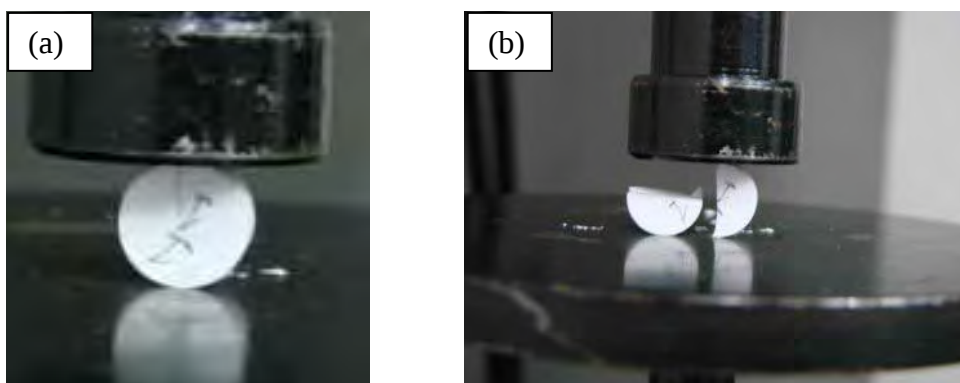
σ = resistência à tração por compressão diametral, expressa em MPa;

P = carga máxima obtida no ensaio (kN);

D = diâmetro do corpo de prova (mm);

L = altura do corpo de prova (mm).

As Figuras 8a e 8b ilustram a maneira como o corpo de prova fratura no sentido do seu diâmetro (linha de aplicação da força) durante o ensaio de resistência à compressão diametral⁸⁷.



FIGURAS - 8 (a) e (b): Linha de fratura típica num ensaio de tração diametral*.

*Nas ciências biomédicas o *brazilian test* recebe o nome de tração diametral devido ao efeito que o ensaio causa na amostra sendo equivalente em engenharia ao termo compressão diametral que leva em consideração a direção do atuador. Os autores do presente estudo sugerem uma padronização: ensaio de tensão diametral (do inglês: *diametral tensile test*), pois em maior ou menor grau tanto tensão de tração como de compressão estão presentes neste ensaio.

A partir desses dados foi possível conhecer a evolução das propriedades mecânicas conforme a temperatura de sinterização. A mesma metodologia foi aplicada às propriedades de dureza e tenacidade para quantificar melhor como a temperatura de sinterização influencia essas propriedades do material em desenvolvimento.

Complementarmente foi realizada uma análise da microestrutura das superfície de fratura em MEV para se tentar correlacionar a variação das propriedades medidas com a evolução microestrutural observada.

4.2.8 Preparo das amostras para análise em Microscopia Eletrônica de Varredura

Foram executados 3 tipos diferentes de preparo de amostras para MEV: amostras para caracterização do nanocompósito obtido, amostras para fractografia após os ensaios de fadiga e de tração diametral.

4.2.8.1 Amostras para caracterização do nanocompósito

As superfícies das amostras para caracterização do nanocompósito foram preparadas com lixas diamantadas com granulometria decrescente (180 até 1000 MESH) e polindo-se com pasta diamantada com granulometria de 15 μm até 1 μm . Essas amostras foram, então, tratadas termicamente em temperatura de 50°C menor que à de sinterização por meia hora, fixadas em porta amostras específico e recobertas com uma fina camada de ouro-paládio. Posteriormente, foram mantidas em ambiente com umidade controlada até o momento do ensaio de microscopia.

4.2.8.2 Amostras para fractografia das superfícies oriundas dos ensaios de fadiga e de tração diametral

As amostras fraturadas do nanocompósito e do material controle, oriundas do ensaio de fadiga, foram preparadas fixando-se a superfície de fratura em porta amostras específico. Esse conjunto foi, então, recoberto com uma fina camada de ouro-paládio e, posteriormente, mantido em ambiente com umidade controlada até o momento do ensaio de microscopia. Para o nanocompósito experimental, as amostras fraturadas no ensaio de tração diametral também foram avaliadas, tendo sido preparadas utilizando-se os mesmos procedimentos anteriormente descritos.

Todas as análises microestruturais foram realizadas no Laboratório de Caracterização Estrutural do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos (LCE-DEMa-UFSCar). O microscópio utilizado foi PHILLIPS FEG XL-30, de alta resolução.

4.2.9 Planejamento experimental estatístico

No presente estudo, as 4 variáveis de análise consideradas foram resistência à flexão, limite de resistência à fadiga, dureza Vickers e tenacidade, com 1 fator de variação (material) em 2 níveis. Para as variáveis resistência à flexão, dureza Vickers e tenacidade, foram confeccionadas 10 repetições para cada material. Assim, para cada variável de análise, o modelo fatorial foi de 2x10, num total de 20 corpos de prova. Para a variável limite de resistência à fadiga, foram confeccionadas 30 repetições para cada material, per fazendo o modelo fatorial 2x30, num total de 60 corpos de prova.

Para todas as variáveis de análise, a comparação entre o material experimental e o material comercial (controle) foi realizada pelo teste t de Student, ao nível de significância de 5%. Intervalos de confiança de 95% foram construídos de modo a quantificar as diferenças observadas entre as médias dos dois grupos.

5 Resultado

5.1 Caracterização física dos corpos de prova

Os corpos de prova do nanocompósito experimental de Alumina contendo 5% em volume de inclusões nanométricas de Zircônia (prismáticos com 25 mm de comprimento, 5 mm de largura e 2 mm de espessura) e as pastilhas em forma de disco, com 6 mm de diâmetro e 3 mm de espessura foram caracterizados quanto à sua densidade à verde e densidade aparente. Para tanto, 10 pastilhas foram produzidas e sinterizadas pela mesma metodologia sendo, posteriormente, submetidas ao ensaio de densidade aparente pelo método de imersão baseado no princípio de Archimedes.

As densidades à verde foram calculadas com pastilhas pré-sinterização (n=10) pelo método geométrico. Posteriormente, a densidade teórica foi calculada matematicamente conforme explicado no capítulo anterior. A Tabela 1 apresenta os valores de densidade à verde (% DT); Densidade Aparente (% DT) dos corpos de prova do nanocompósito experimental de Alumina (Al_2O_3) com 5% (%v) de inclusões nanométricas de Zircônia (ZrO_2), calculados pela densidade teórica de $4,04 \text{ g/cm}^3$.

Tabela 1 - Valores de densidade à verde, densidade aparente, e desvios padrão do nanocompósito experimental (Al_2O_3 contendo 5% de ZrO_2)

Propriedade	Média ($\pm$ DP)
Densidade à verde (% DT)	$64,9 \pm 0,4$
Densidade aparente (% DT)	$98,7 \pm 0,7$

5.2 Ensaio de resistência à flexão em 3 pontos

Os resultados obtidos durante os testes de resistência à flexão em 3 pontos para o material experimental (nanocompósito de Al_2O_3 contendo 5% em volume de ZrO_2) e controle (IPS e.max) encontram-se nas Tabelas A e B, respectivamente, do Apêndice.

A Tabela 2 apresenta os valores médios e os desvios padrão desses resultados.

Tabela 2 - Médias (MPa) e desvios padrão de resistência à flexão para o nanocompósito experimental (Al_2O_3 contendo 5% em volume de ZrO_2) e o controle (IPS e.max)

Material	Média ($\pm$ DP)
Nanocompósito	564,50 $\pm$ 43,42
Controle (IPS e.max)	379,48 $\pm$ 45,49

O teste t de Student apontou diferença significativa entre as médias ($p < 0,0001$).

5.3 Ensaio de resistência à fadiga

O ensaio de resistência à fadiga foi realizado utilizando-se o método da escada, no qual os corpos de prova foram submetidos a 10 mil ciclos e 2Hz de frequência simulando movimentos mastigatórios. Nesse método, o primeiro corpo de prova (num total de 30) foi ensaiado com os parâmetros citados, sendo a tensão inicial utilizada de 60% da resistência à flexão para o material em questão. Dessa maneira, nos testes de resistência à fadiga do

nanocompósito experimental foi utilizado o valor de 338,70 MPa (60% do valor médio de resistência à flexão obtido - 564,50MPa) e, nos testes do material controle IPS e.max o valor inicial utilizado foi de 227,68 MPa (60% do valor médio de resistência à flexão obtido - 379,48MPa). Os limites de fadiga calculados analiticamente para o material controle ($168,75 \pm 5,66$ MPa) e para o nanocompósito experimental ($282,86 \pm 7,77$ MPa) encontram-se na tabela C do apêndice.

Na Figura 9 pode-se observar o gráfico resultante do ensaio realizado em temperatura e umidade ambiente para o nanocompósito experimental. Foi possível determinar-se graficamente o limite de resistência à fadiga para esse material (linha vermelha). Assim, graficamente, o limite de resistência à fadiga flexural desse material foi cerca de 52,84% do valor nominal de resistência à flexão em 3 pontos (por volta de 298,29MPa).

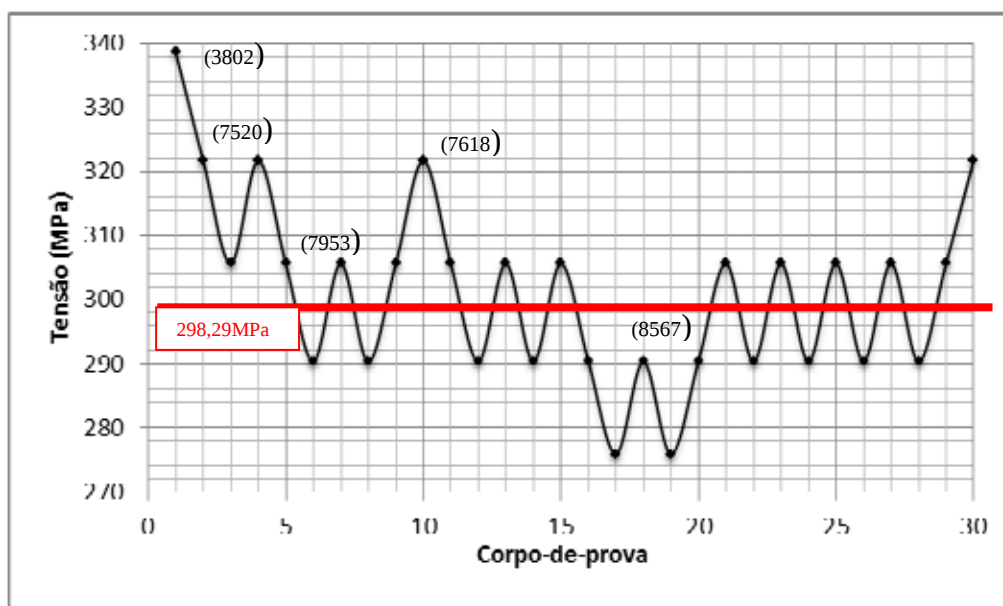


FIGURA 9 - Método da escada para o nanocompósito experimental de Al_2O_3 contendo 5% em volume de ZrO_2 (número de ciclos em que ocorreu a fratura).

Na Figura 10 pode-se observar o gráfico resultante do ensaio realizado em temperatura e umidade ambiente para o grupo controle (material comercial IPS e.max). Foi possível determinar-se graficamente o limite de resistência à fadiga para esse material (linha vermelha). Assim, graficamente, o limite de resistência à fadiga flexural desse material foi cerca de 45,26% do valor nominal de resistência à flexão em 3 pontos (aproximadamente 171,76MPa).

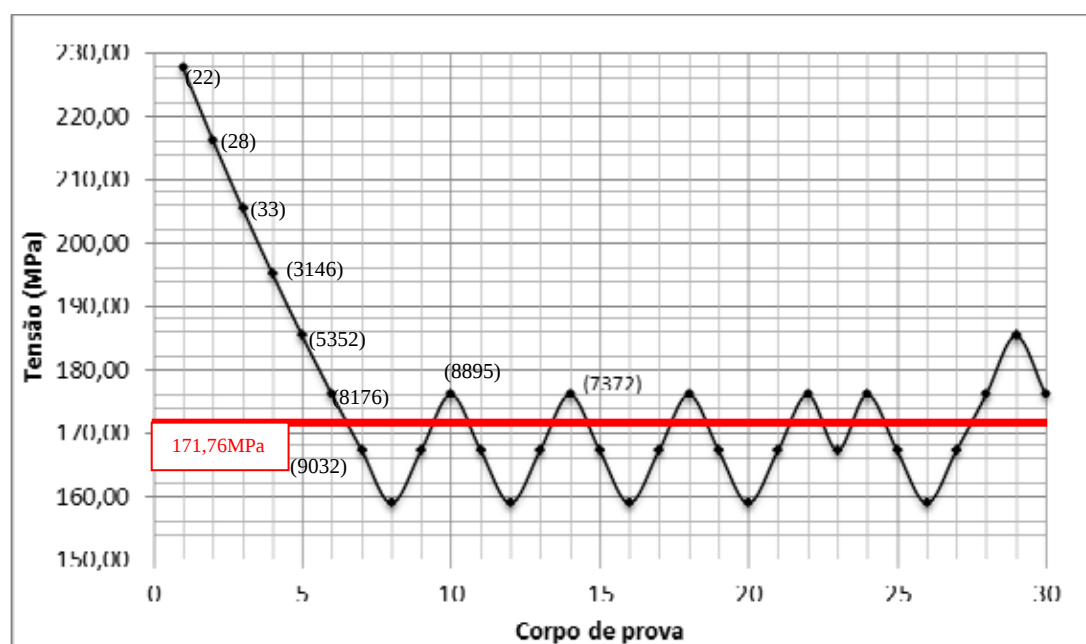


FIGURA 10 - Método da escada para o material controle IPS e.max (número de ciclos em que ocorreu a fratura).

Para os 2 materiais ocorreu fratura do último corpo de prova ensaiado. Na Figura 11 estão representados os valores de tensões, obtidos pelo método da escada, para determinação do limite da resistência à fadiga, tanto do material experimental como do material controle. Os limites médios de resistência à fadiga para o material em estudo e controle, calculados estatisticamente, foram 282,86 e 168,75 com desvios padrão de 7,77 e 5,66,

respectivamente. O teste t de Student foi aplicado, comprovando diferença significativa entre essas médias ($p < 0,0001$). As tabelas D e E com os valores individuais e as respectivas condições (fraturou ou resistiu) estão disponíveis no apêndice. Na Figura 12 estão representadas graficamente as médias amostrais de resistência à flexão e dos limites de resistência à fadiga dos grupos em comparação, junto com intervalos de confiança de 95% para as médias populacionais. Esses intervalos dão a precisão sobre as médias e permitem quantificar a diferença entre elas. Nesse caso, é possível estimar uma média de resistência à flexão do material em estudo em mais de 1,2 vezes maior do que a média do controle, assim como um limite médio de resistência à fadiga mais de 1,5 vezes maior.

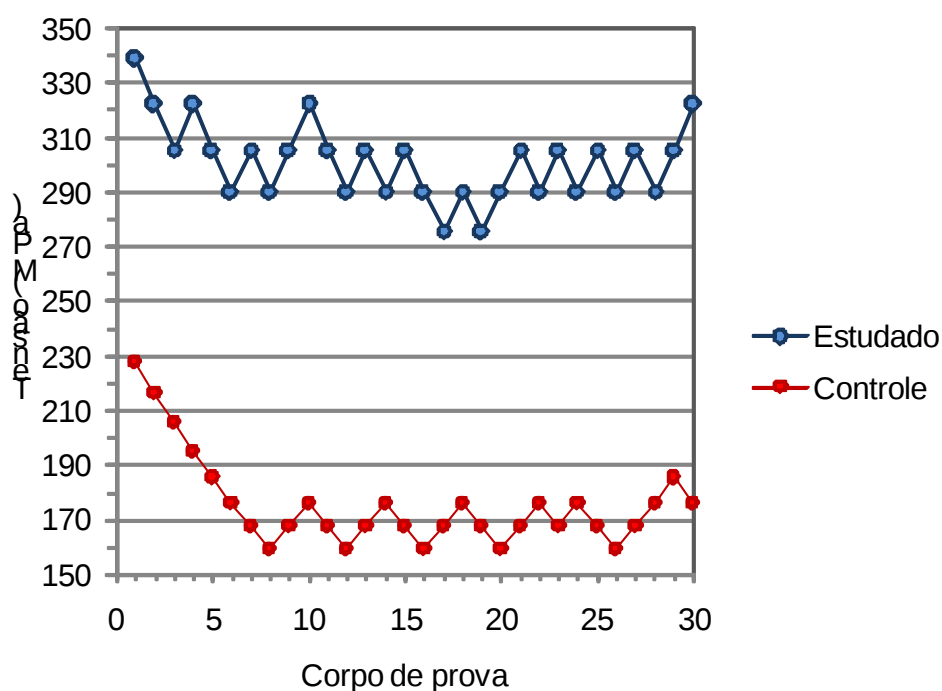


FIGURA 11 - Valores de tensão resultantes do método da escada para determinação do limite da resistência à fadiga

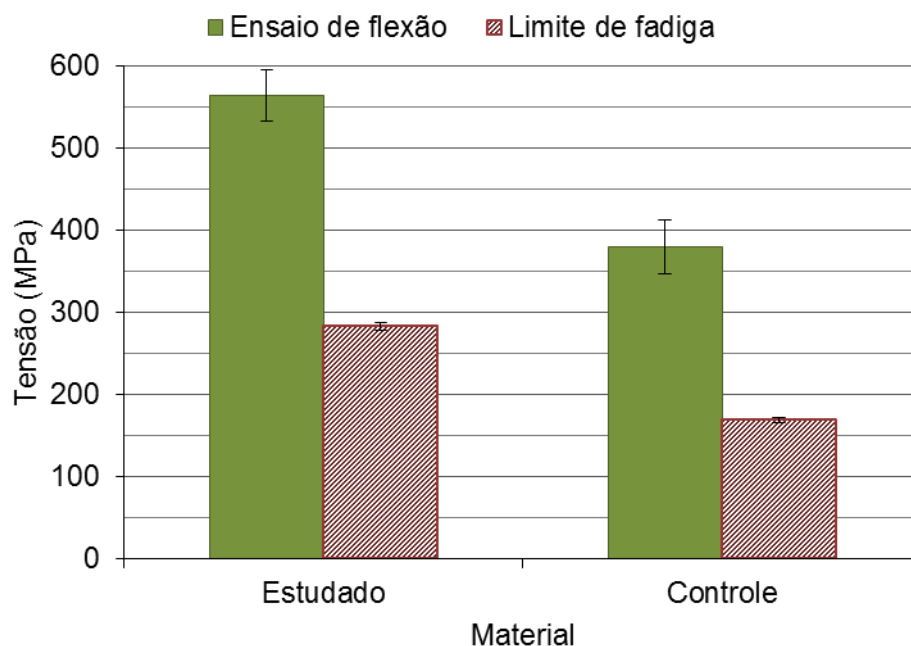


FIGURA 12 - Médias amostrais de tensão (colunas) resultantes dos ensaios de resistência à flexão e de limite de resistência a fadiga, acompanhadas de intervalos de confiança de 95% para as médias populacionais (barras verticais).

5.4. Ensaio de dureza Vickers

Os valores de dureza Vickers obtidos durante as leituras realizadas em cada amostra para o nanocompósito experimental e material controle estão contidos nas Tabelas F e G, respectivamente, do Apêndice. A Tabela 3 apresenta os valores médios e desvios padrão desses resultados.

Tabela 3 - Médias (GPa) e desvios padrão de dureza Vickers para o nanocompósito experimental (Al_2O_3 contendo 5% em volume de ZrO_2) e o controle (IPS e.max)

Material	Média ($\pm$ DP)
Nanocompósito	19,54 $\pm$ 0,97
Controle (IPS e.max)	5,03 $\pm$ 0,77

O teste t de Student, com correção para heterogeneidade de variâncias, confirmou a diferença significativa evidente entre as médias dos dois materiais ($p < 0,0001$). Na Figura 13 estão representadas graficamente as médias amostrais dos grupos em comparação e os intervalos de confiança de 95% para as médias populacionais. Como já destacado, eles quantificam a diferença entre as médias, sugerindo uma média de dureza Vickers do nanocompósito em estudo mais de 3,6 vezes maior do que a média do material controle.

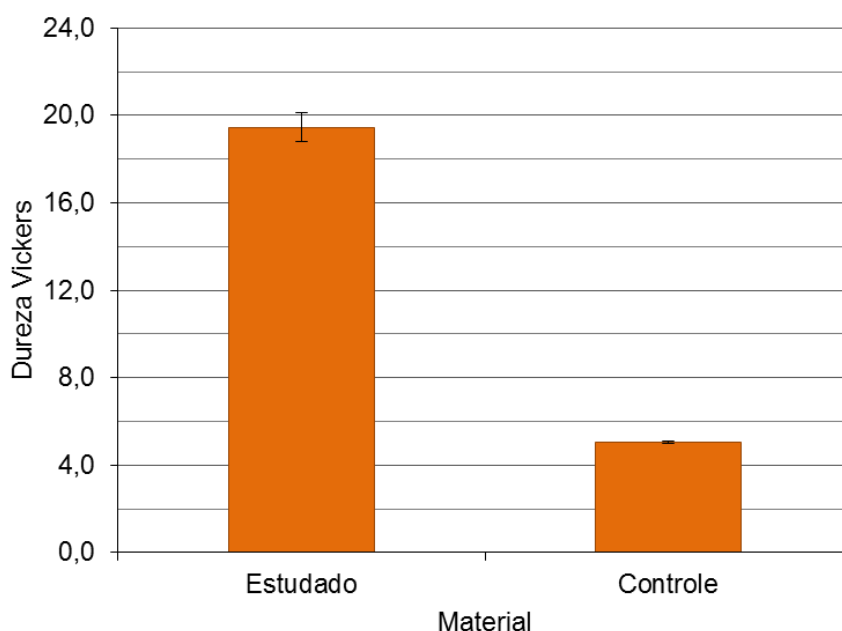


FIGURA 13 - Médias amostrais (colunas) de dureza Vickers e intervalos de confiança de 95% para as médias populacionais (barras verticais).

5.5 Ensaio de tenacidade à fratura

Para o ensaio de tenacidade foi considerado o tamanho das trincas observadas nas indentações do ensaio de dureza. Durante a definição da carga e tempo utilizados nos ensaios preliminares de dureza, foi possível observar também que os parâmetros estabelecidos foram adequados para a formação das trincas com características apropriadas para se determinar a tenacidade dos corpos de prova por essa metodologia, sendo necessário somente uma adequação da carga em 1Kg para que se observasse o microtrincamento. A Figura 14 apresenta uma micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura de uma indentação com suas trincas características para o material experimental.

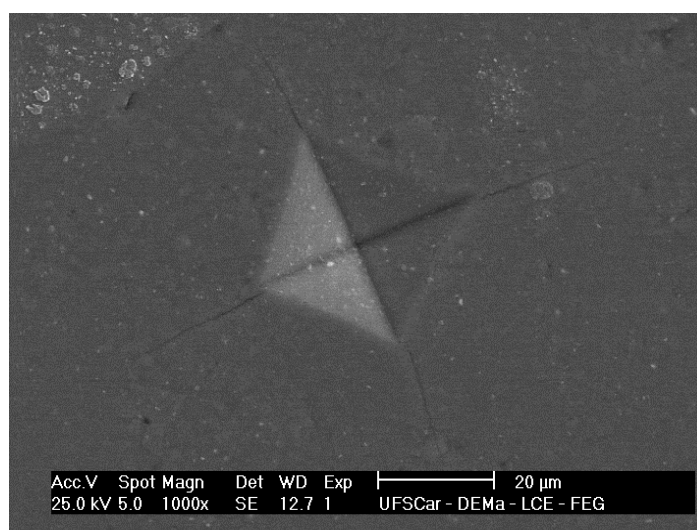


FIGURA 14 - Micrografia de superfície polida com a indentação Vickers.

Os resultados de tenacidade obtidos encontram-se nas Tabelas H e I do apêndice. As médias e os respectivos desvios padrão desses resultados estão apresentados na Tabela 4.

Tabela 4 - Médias ($\text{MPa.m}^{1/2}$) e desvios padrão de tenacidade para o nanocompósito experimental (Al_2O_3 contendo 5% em volume de ZrO_2) e o controle (IPS e.max)

Material	Média ($\pm$ DP)
Nanocompósito	$3,72 \pm 0,43$
Controle (IPS e.max)	$1,78 \pm 0,24$

A comparação das médias pelo teste t de Student confirmou a diferença significativa evidente entre elas ($p < 0,0001$). Na Figura 15 estão representadas graficamente as médias amostrais dos grupos em comparação e os intervalos de confiança de 95% para as médias populacionais. Esses intervalos sugerem uma média de tenacidade à fratura do nanocompósito em estudo, em $\text{MPa.m}^{1/2}$, mais de 1,6 vezes maior do que a média do material controle.

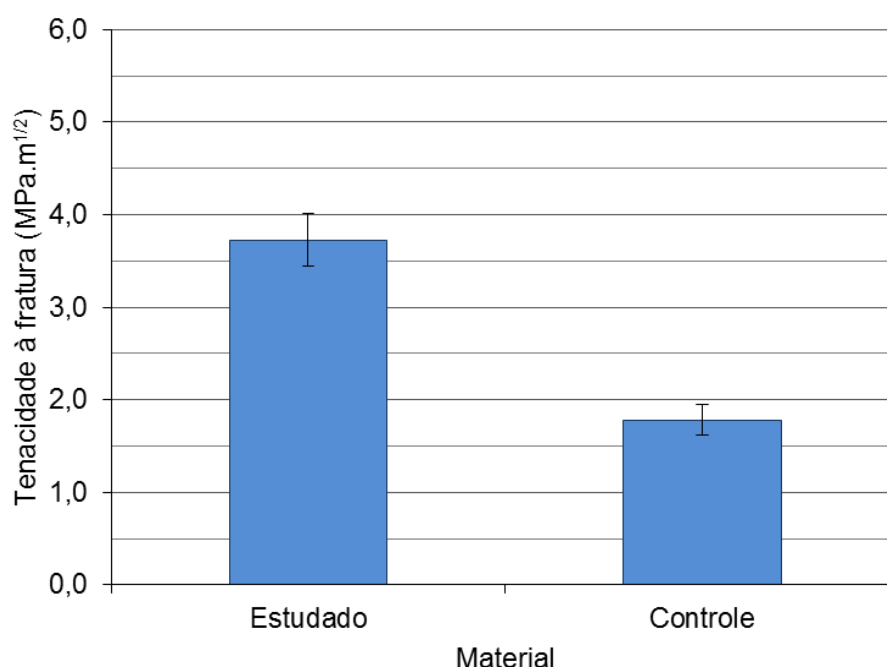


FIGURA 15 - Médias amostrais (colunas) de tenacidade à fratura e intervalos de confiança de 95% para as médias populacionais (barras verticais).

5.6. Evolução das propriedades mecânicas em função da temperatura de sinterização

Com o intuito de se aprofundar o conhecimento sobre o nanocompósito experimental, foram levantadas curvas de desenvolvimento das propriedades físico-mecânicas do material em relação à temperatura de sinterização (em especial a dureza e resistência à compressão diametral) comparando-as com as propriedades observadas para o material comercial.

5.6.1 Resistência à compressão diametral

Os resultados de compressão diametral obtidos encontram-se na tabela J do apêndice. Os valores médios e os respectivos desvios padrão para o nanocompósito experimental estão apresentados na Tabela 5.

Tabela 5. - Valores de tração diametral (MPa) e desvios padrão em função da temperatura de sinterização (°C) para o nanocompósito experimental (Al_2O_3 contendo 5% em volume de ZrO_2).

Temperatura de Sinterização (°C)	TD (MPa)
1500	225,48±21,98
1400	137,78±25,84
1300	34,46±8,30
1200	11,40±3,63

A Figura 16 ilustra a evolução da resistência de tração indireta do nanocompósito experimental, medida pelo ensaio de compressão diametral.

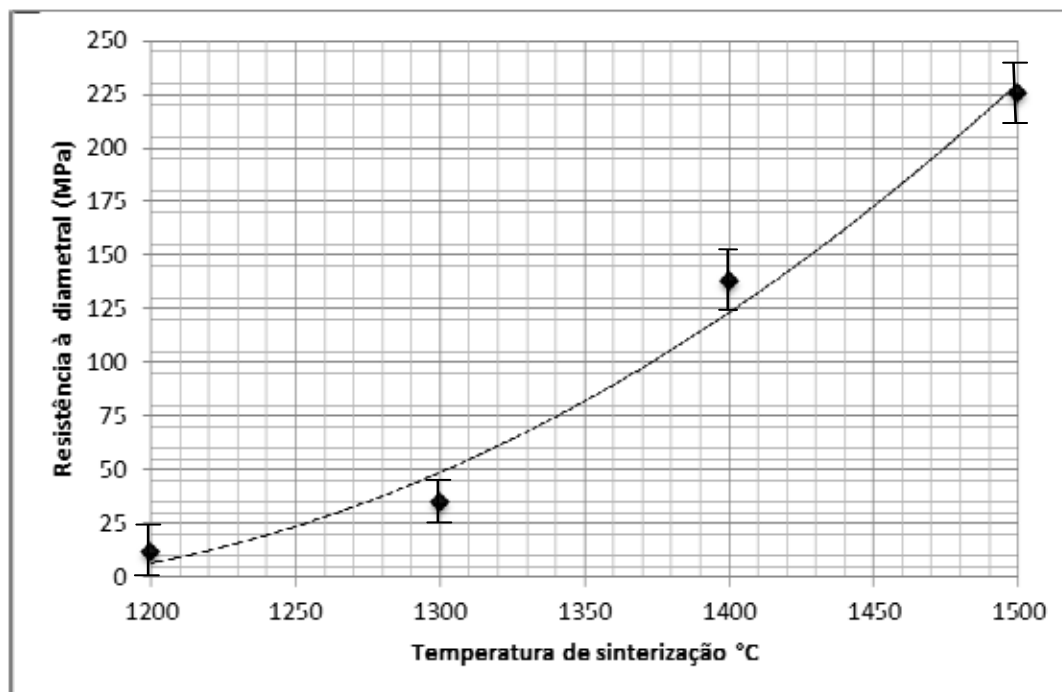


FIGURA 16 - Resistência à compressão diametral (MPa) X Temperatura de sinterização (°C)

5.6.2 Tenacidade pelo método da indentação

Os resultados obtidos nos testes de tenacidade em função da temperatura de sinterização para o nanocompósito experimental encontram-se na tabela K do apêndice e foram calculados ajustando-se o módulo elástico em função da porosidade. Os valores médios e os respectivos desvios padrão para o ensaio de tenacidade em $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ estão apresentados na Tabela 6.

Tabela 6 - Valores de tenacidade ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$) e desvios padrão em função da temperatura de sinterização ($^{\circ}\text{C}$) para o nanocompósito experimental (Al_2O_3 contendo 5% em volume de ZrO_2)

Temperatura de Sinterização ($^{\circ}\text{C}$)	K_{Ic} ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)
1500	$3,72\pm0,43$
1400	$1,75\pm0,36$
1300	$1,26\pm0,15$
1200	$1,05\pm0,10$

Na Figura 17, o gráfico ilustra a evolução da tenacidade ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$) em função da temperatura de sinterização para o nanocompósito em estudo.

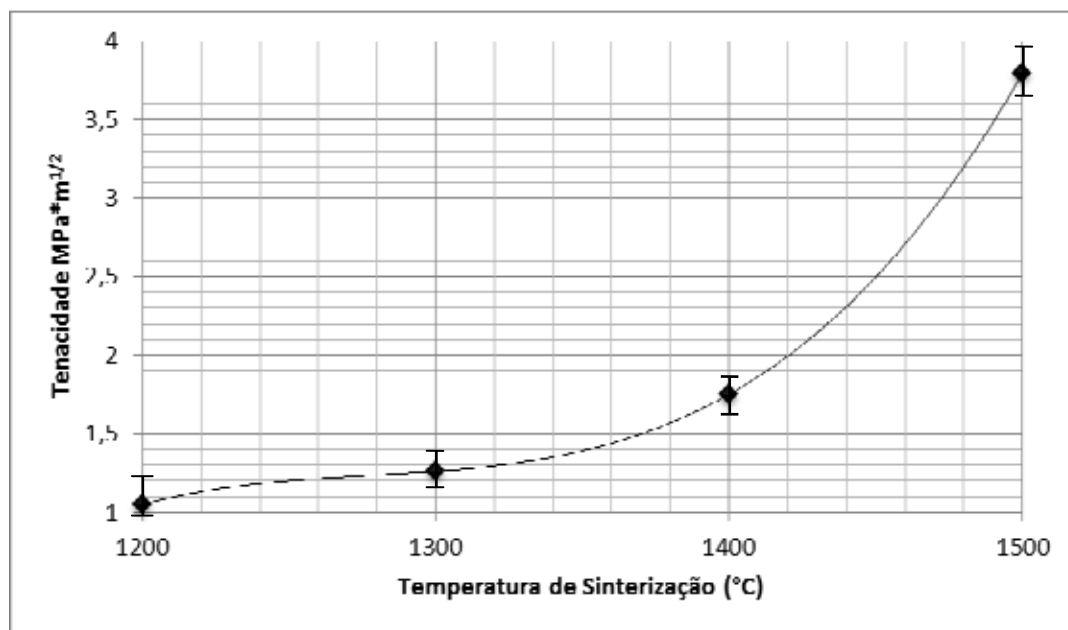


FIGURA 17 - Tenacidade ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$) em função da temperatura de sinterização.

5.6.3 Dureza Vickers

Os resultados obtidos nos testes de dureza em função da temperatura de sinterização encontram-se na tabela L do apêndice. Os valores médios e os respectivos desvios padrão para o ensaio de dureza em função da temperatura de sinterização estão apresentados na Tabela 7.

Tabela 7 - Valores de dureza (GPa) e desvios padrão em função da temperatura de sinterização (°C) para o nanocompósito experimental (Al_2O_3 contendo 5% em volume de ZrO_2)

Temperatura de Sinterização (°C)	D (GPa)
1500	19,54±0,97
1400	8,35±0,88
1300	4,12±0,56
1200	2,35±0,28

A Figura 18 ilustra a evolução da dureza (GPa) em função da temperatura de sinterização para o nanocompósito em estudo.

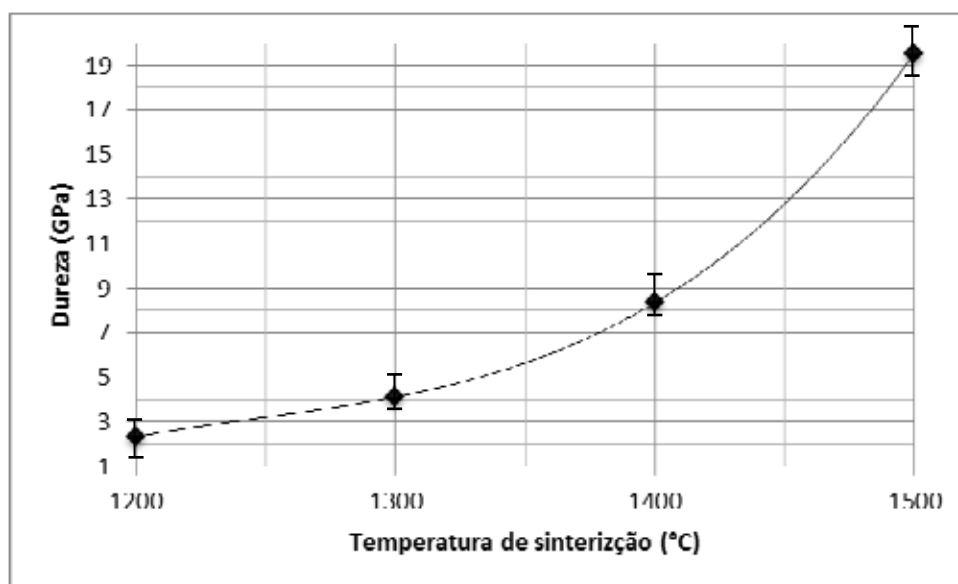


FIGURA 18 - Dureza (GPa) em função da temperatura de sinterização.

Nos estudos de propriedade X temperatura de sinterização para o nanocompósito em desenvolvimento nenhum teste estatístico foi elaborado, pois a diferença de resultados foi extremamente significativa. Os valores de dureza, tenacidade e resistência à tração diametral, encontram-se na Tabela 8.

Tabela 8 - Resultados da variação das propriedades do nanocompósito experimental (Al_2O_3 contendo 5% em volume de ZrO_2) em função da temperatura de sinterização

Propriedade	Temperatura de sinterização (°C)			
	1200°C	1300°C	1400°C	1500°C
Dureza (GPa)	2,35 ± 0,28	4,12 ± 0,56	8,35 ± 0,88	19,54 ± 0,87
Tenacidade ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)	1,05 ± 0,1	1,26 ± 0,15	1,75 ± 0,36	3,72 ± (0,43)
σ compressão diametral (MPa)	11,40 ± 3,63	34,46 ± 8,30	137,78 ± 25,84	225,48 ± 21,78

5.7 Fractografia – Análises de superfícies de fratura em MEV

Para uma melhor compreensão dos mecanismos envolvidos na fratura dos materiais estudados foram realizadas análises microestruturais por meio de microscopia eletrônica de varredura* (MEV) das superfícies fraturadas durante o ensaio de fadiga pelo método da escada. Esses ensaios foram conduzidos tanto para o nanocompósito experimental como para o controle (material comercial IPS e.max).

5.7.1 Micrografias para o nanocompósito experimental

As Figuras 19 e 20, (a) e (b), referem-se à superfície de fratura do nanocompósito experimental de Al_2O_3 contendo 5% em volume de ZrO_2 após 3802 ciclos para 60% de carga nominal de fratura. A Figura 19 evidencia que o tipo de fratura foi inter e transgranular.

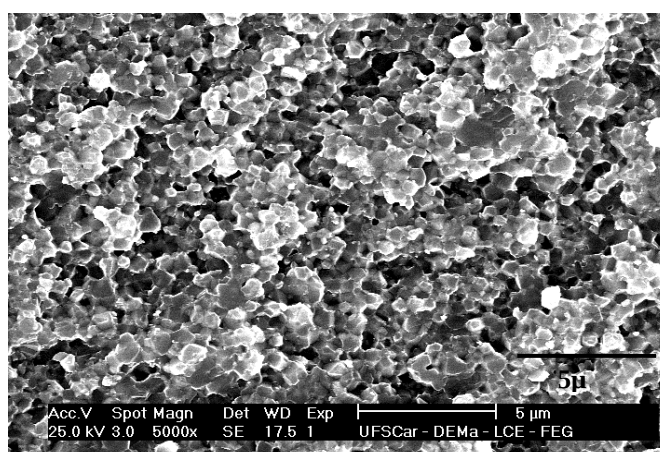


FIGURA 19 - Superfície de fratura do nanocompósito experimental após 3802 ciclos para 60% da carga nominal de fratura. Aumento de 5000X.

Na Figura 20 (a) é possível notar áreas de fratura transgranular (setas). Na Figura 20 (b), uma imagem de elétrons retro espalhados (BSE), nota-se a presença da fase de zircônia (grãos brancos) que permaneceu na superfície de fratura (não houve arrancamento do grão nanométrico). Aparentemente não existem estrias ou marcas de praia denotando fadiga.

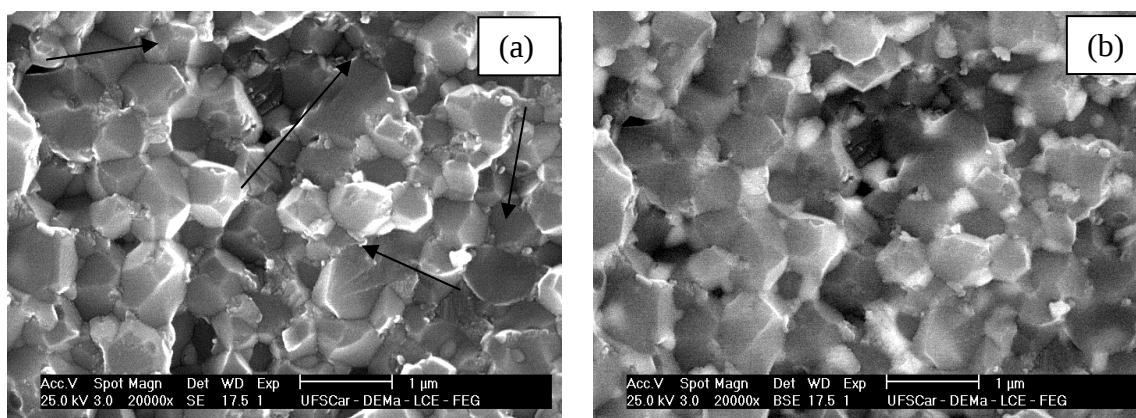


FIGURA 20 - (a): Superfície de fratura do nanocompósito experimental após 3802 ciclos para 60% da carga nominal de fratura. Aumento de 20000X. (b): mesma superfície em imagem de elétrons retro espalhados (BSE). Aumento de 20000X.

As Figuras 21 e 22 referem-se à superfície de fratura do nanocompósito experimental de Al_2O_3 contendo 5% em volume de ZrO_2 após 7520 ciclos para 55% da carga nominal de fratura. É possível notar estrias na região transgranular (setas) onde a fratura ocorreu, porém em regiões isoladas e restritas da microestrutura denotando início de ação da fadiga, porém sem marcas de praia.

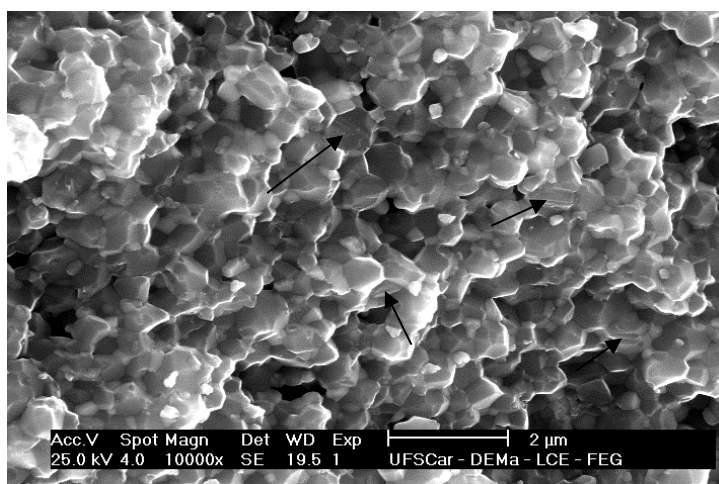


FIGURA 21 - Fractografia do material experimental após 7520 ciclos para 55% da carga nominal de fratura. Aumento de 10000X.

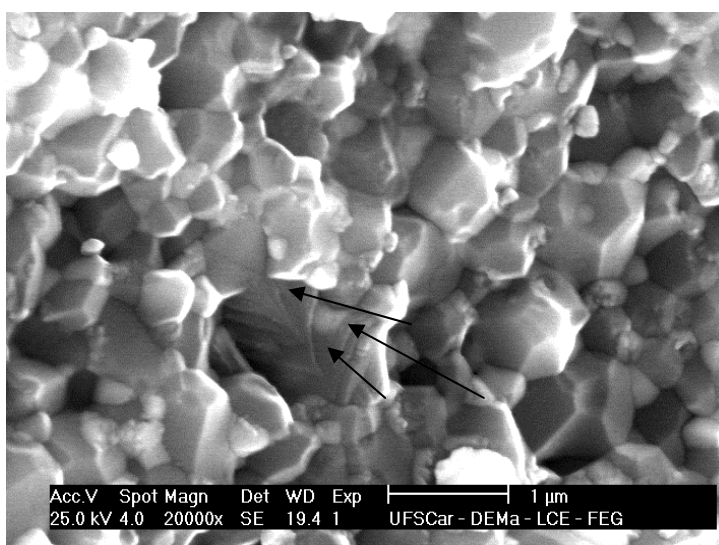


FIGURA 22 - Fractografia do material experimental após 7520 ciclos para 55% da carga nominal de fratura. Aumento de 20000X.

As Figuras 23 e 24, (a) e (b), referem-se à superfície de fratura do nanocompósito experimental de Al_2O_3 contendo 5% em volume de ZrO_2 após 7953 ciclos para 50% da carga nominal de fratura. Nota-se o início de formação das marcas de praia e a coalescência de microtrincas formando uma trinca

maior (setas) onde a fratura ocorreu, denotando presença de fadiga (Figura 23). Nas Figuras 24 (a) e (b), pode-se notar a presença de estrias na região transgranular da fratura.

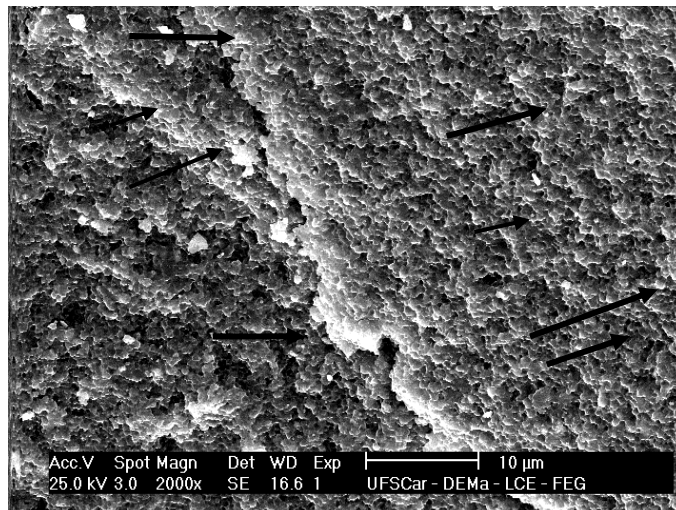
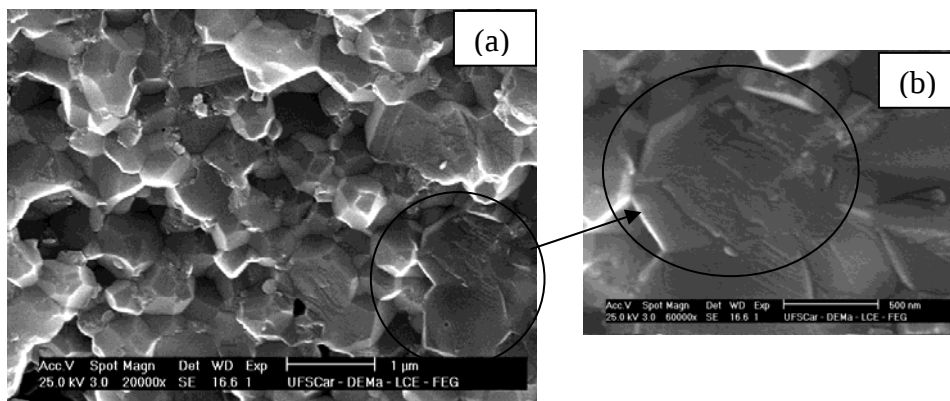


FIGURA 23 - Fractografia do nanocompósito experimental após 7953 ciclos para 50% da carga nominal de fratura. Aumento de 2000X.



FIGURAS 24 (a) e (b) - Fractografia do nanocompósito experimental após 7953 ciclos para 50% da carga nominal de fratura. Aumentos de 20000X (a) e 60000X (b).

As Figuras 25 e 26 referem-se à superfície de fratura do nanocompósito experimental de Al_2O_3 contendo 5% em volume de ZrO_2 após 8567 ciclos para 45% da carga nominal de fratura.

É possível notar a extensa presença das marcas de praia e a coalescência de microtrincas formando uma fratura (secundária) na superfície fraturada (setas), ação clara de fadiga (Figura 25). Notar como todas as marcas parecem obedecer a certo padrão (paralelo entre si).

Na Figura 26, é possível notar que a fratura ocorreu predominantemente de forma intergranular com arrancamento de alguns grãos da matriz (setas).

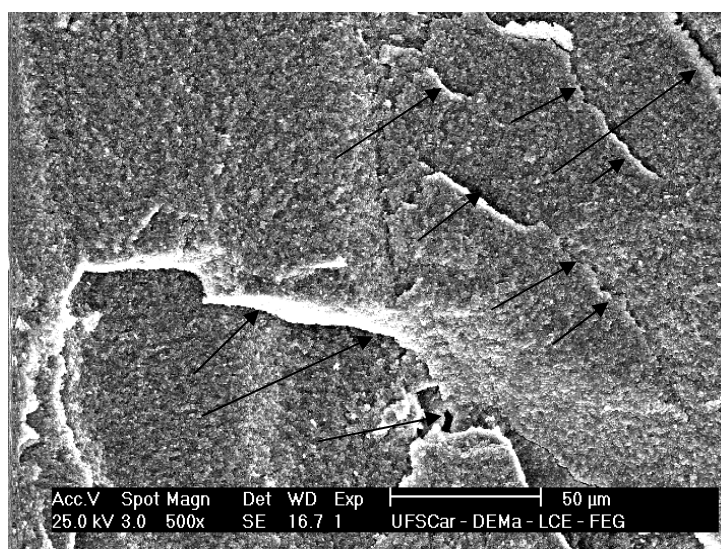


FIGURA 25 - Fractografia do nanocompósito experimental após 8567 ciclos para 45% da carga nominal de fratura.). Aumento de 500X.

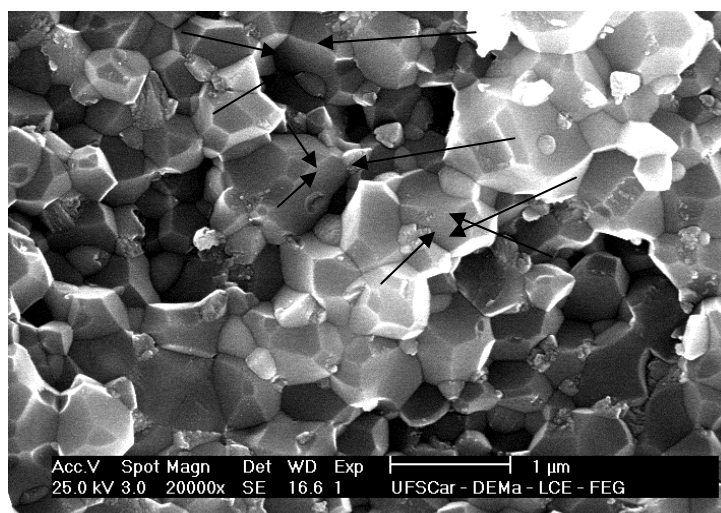


FIGURA 26 - Fractografia do nanocompósito experimental após 8567 ciclos para 45% da carga nominal de fratura. Aumento de 2000X.

5.7.2 Micrografias para o grupo controle (material IPS e.max)

A superfície de fratura do material controle IPS e.max após 22 ciclos e 60% da carga nominal pode ser vista nas Figuras 27, 28 e 29. Nota-se, na Figura 27, extensa e única fratura (sem microtrincamentos ou estrias) que provavelmente levou ao colapso do material. A Figura 28 mostra regiões próximas da fratura, a qual se mostra irregular, tipicamente com presença de fase vítrea e também de pontas dos cristais provavelmente de silicato de lítio (sem microtrincamentos ou estrias). A imagem de elétrons retro-espalhados (Figura 29) também evidencia a superfície de fratura que se mostra irregular tipicamente com presença de fase vítrea e também de pontas dos cristais provavelmente de silicato de lítio (brancos).

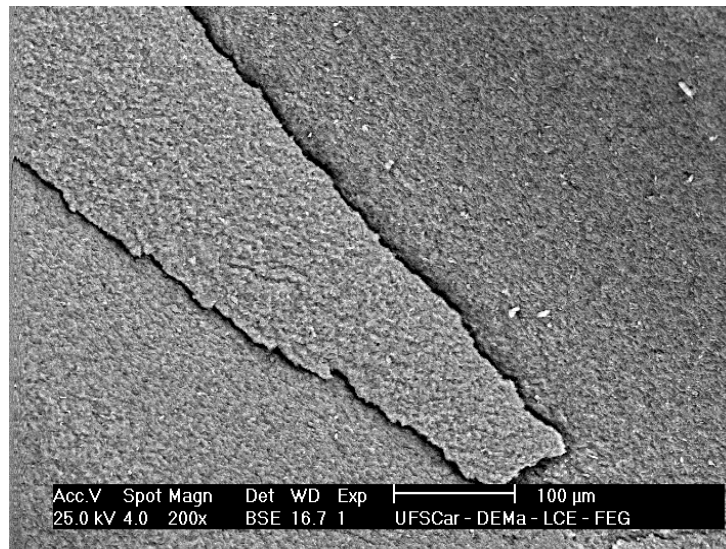


FIGURA 27 - Micrografia para o material controle (IPS e.max) fraturado com 22 ciclos e 60% da carga nominal. Aumento de 200X.

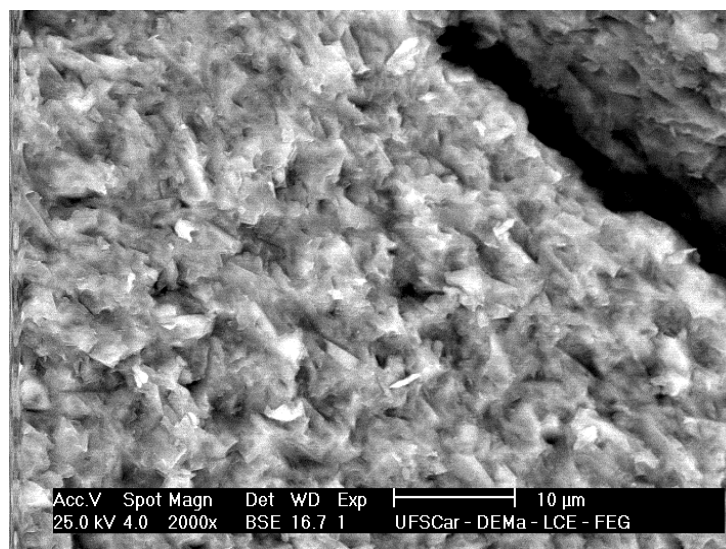


FIGURA 28 - Micrografia para o material controle (IPS e.max) fraturado com 22 ciclos e 60% da carga nominal. Aumento de 2000X.

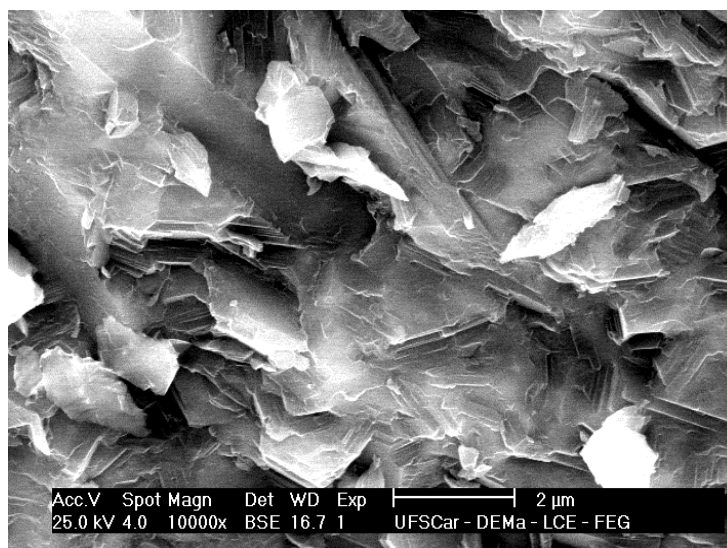


FIGURA 29 - Fractografia do material controle (IPS e.max) fraturado com 22 ciclos e 60% da carga nominal, em imagem de elétrons retro-espalhados (BSE). Aumento de 10000X.

As Figuras 30 e 31 referem-se à superfície de fratura do material controle IPS e.max após 33 ciclos e 55% da carga nominal. O padrão de fratura permanece inalterado em relação ao mesmo material quando ciclado com 60% da carga, conforme visto nas Figuras 27, 28 e 29.

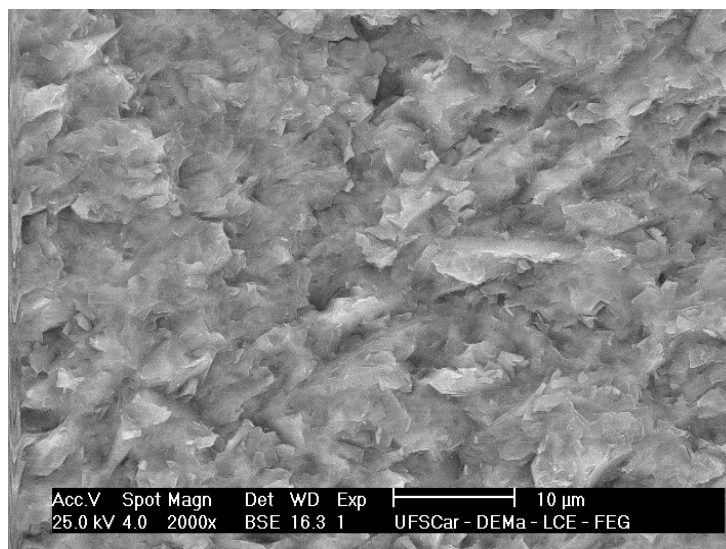


FIGURA 30 - Fractografia para o material controle (IPS e.max) fraturado fraturado com 33 ciclos e 55% da carga nominal. Aumento de 2000X.

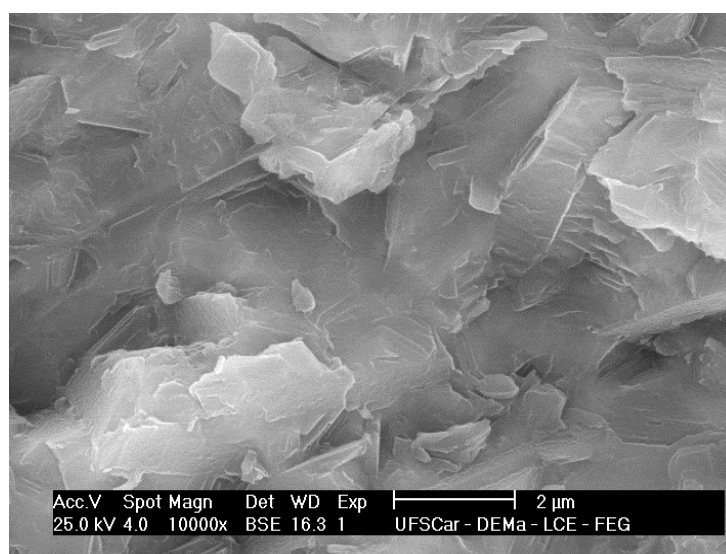
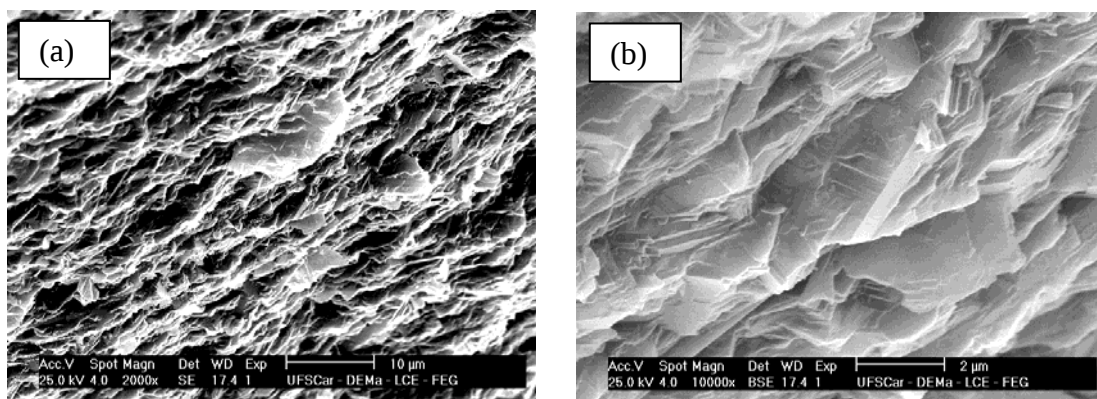


FIGURA 31 - Fractografia para o material controle (IPS e.max) fraturado com 33 ciclos e 55% da carga nominal. Aumento de 10000X.

Micrografias da superfície de fratura do material controle IPS e.max após 103 ciclos e 50% da carga nominal, podem ser vistas nas Figuras 32 (a) e (b). Nota-se uma mudança sutil no padrão da fratura com a ausência dos cristais na superfície de fratura do material (a), o que pode ser confirmado na imagem de contraste de fase (b).



FIGURAS 32 (a) - Micrografia para o material controle IPS e.max fraturado com 103 ciclos e 50% da carga nominal. Aumento de 2000X. (b): imagem de contraste de fase (BSE) do mesmo material. Aumento de 10000X.

As Figuras 33, 34 e 35 referem-se à superfície de fratura do material controle IPS e.max após 3537 ciclos e 45% da carga nominal. Na Figura 33 pode-se observar a presença de microtrincamentos (setas) espalhados pela fase vítrea. Em maior aumento (Figura 34), não se nota presença do reforço cristalino na interface de fratura. A Figura 35 mostra, em aumento de 40000X, detalhe do microtrincamento e a presença das estrias (setas pretas) na fase vítrea com alguma evidência de fratura frágil (clivagem) da fase vítrea (setas brancas).

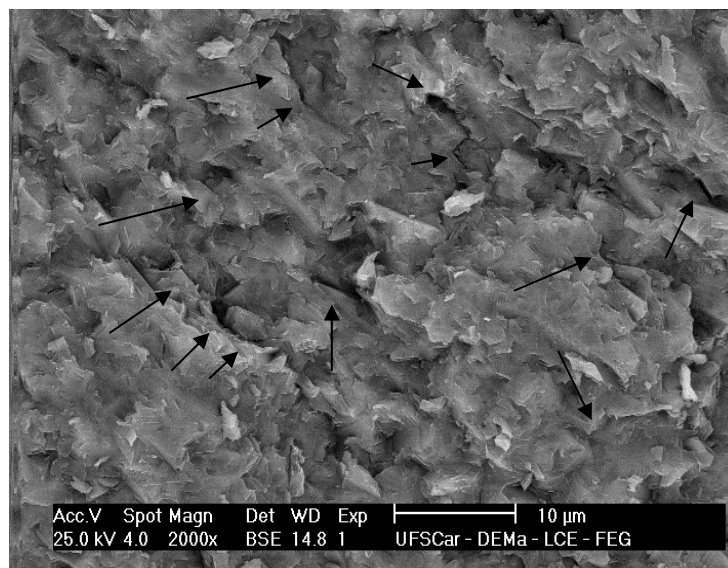


FIGURA 33 - Micrografia de elétrons retro-espalhados para o material controle IPS e.max fraturado com 3537 ciclos e 45% da carga nominal. Aumento de 2000X.

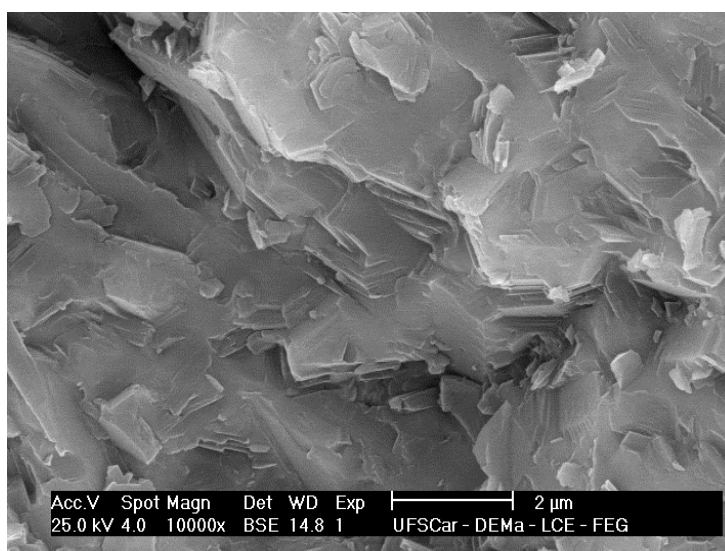


FIGURA 34 - Mesma região da Figura 33, vista em BSE, porém com maior aumento (10000X).

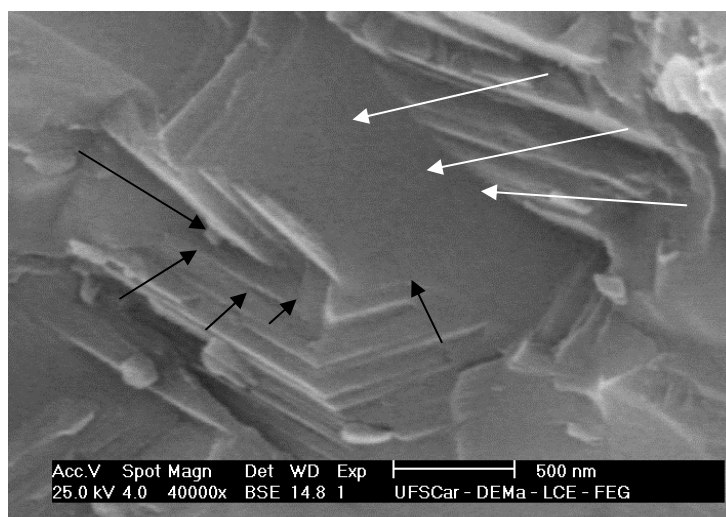


FIGURA 35 - Micrografia de elétrons retro-espalhados para o material controle IPS e.max fraturado com 3537 ciclos e 45% da carga nominal. Aumento de 40000X.

A superfície de fratura do material controle IPS e.max após 7352 ciclos e 40% da carga nominal pode ser vista nas Figuras 36 e 37. Nota-se grande coalescência de microtrincamentos (setas) formando trincas maiores que irão levar ao rompimento abrupto do material (Figura 36). Em aumento de 5000X, pode-se notar detalhe dos microtrincamentos que levaram ao colapso do material (Figura 37).

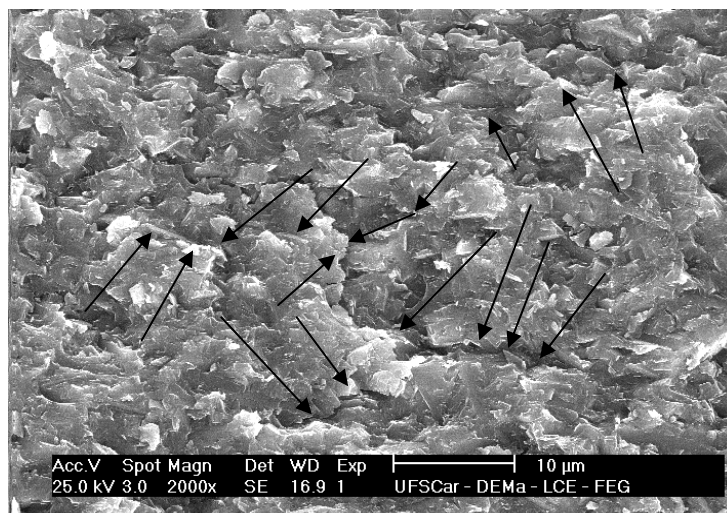


FIGURA 36 - Fractografia do material controle IPS e.max fraturado com 7352 ciclos e 40% da carga nominal. Aumento de 2000X.

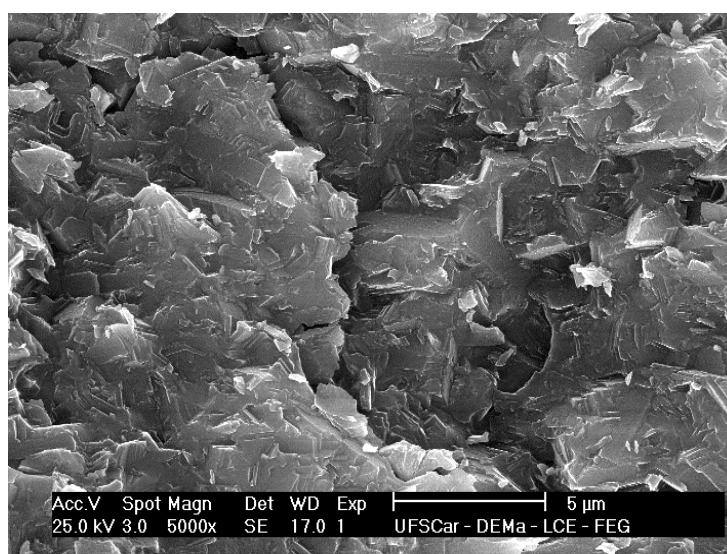


FIGURA 37 - Fractografia do material controle IPS e.max fraturado com 7352 ciclos e 40% da carga nominal. Aumento de 5000X.

As Figuras 38 e 39 referem-se à superfície de fratura do material controle IPS e.max após 9585 ciclos e 30% da carga nominal. Nota-se extenso microtrincamento e presença de muitas marcas de praia. Em maior aumento (Figura 39) é possível observar os microtrincamentos predominantemente na fase vítrea, sem a presença dos cristais de reforço.

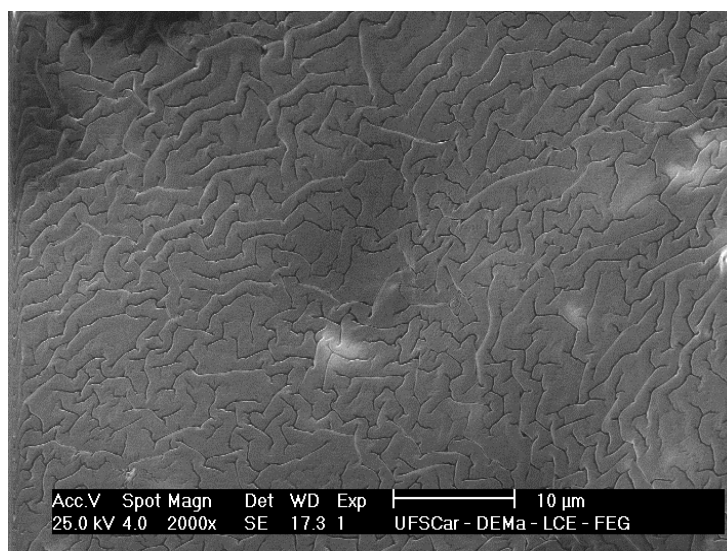


FIGURA 38 - Micrografia para o material controle IPS e.max fraturado com 9585 ciclos e 30% da carga nominal. Aumento de 2000X.

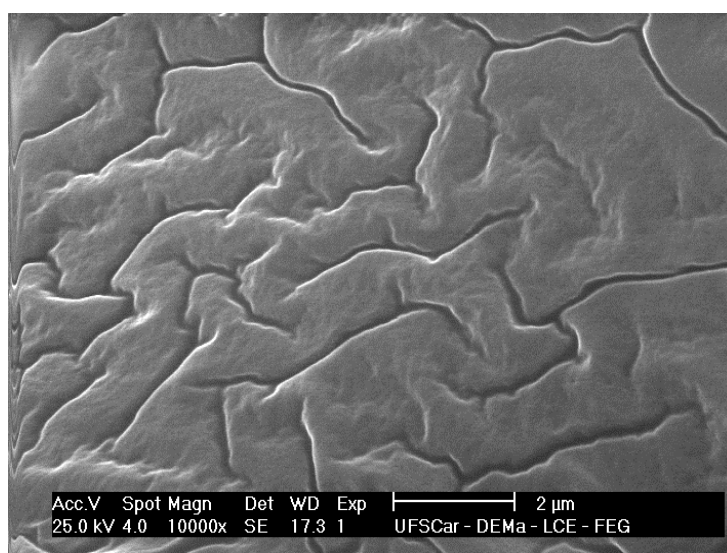
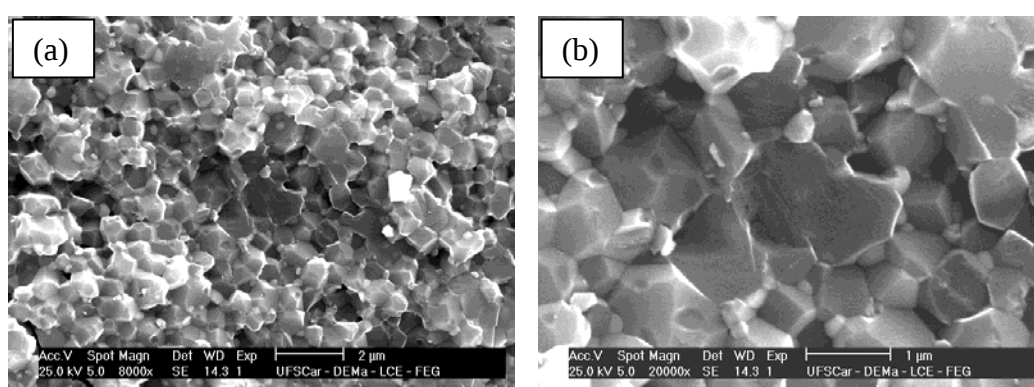


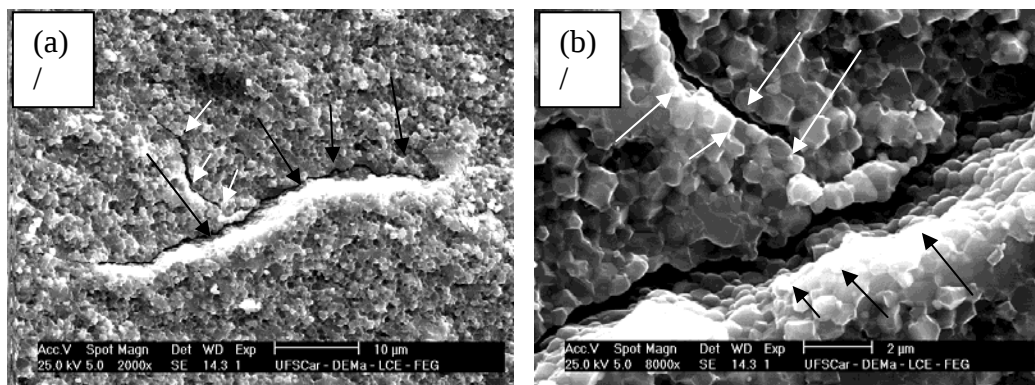
FIGURA 39 - Detalhe da mesma região da micrografia anterior. Aumento de 10000X.

5.7.3 Fractografias do ensaio de compressão diametral para o nanocompósito experimental de Al_2O_3 contendo 5% em volume de ZrO_2 .

As Figuras 40, (a) e (b), e 41, (a) e (b), referem-se à superfície de fratura do nanocompósito experimental de Al_2O_3 contendo 5% em volume de ZrO_2 sinterizado a 1500°C e submetido ao ensaio de tração diametral. Na Figura 40 (a), nota-se a presença de uma fina dispersão da zircônia nanométrica na matriz de alumina e também o padrão trans e intergranular de fratura em inúmeros locais. Na Figura 40 (b), observa-se a mesma microestrutura mostrando em detalhe a fratura do tipo trans e intergranular, já observada nas fractografias do ensaio de flexão em 3 pontos, que também se mostra presente quando a solicitação é de tração como neste ensaio, evidenciando indícios de tenacificação do material. Uma trinca no material (setas pretas) pode ser observada na Figura 41 (a). O detalhe da mesma microestrutura, apresentado na Figura 41 (b) em maior aumento, mostra a trinca principal e uma trinca secundária (setas brancas), ambas com afastamento das superfícies de fratura.

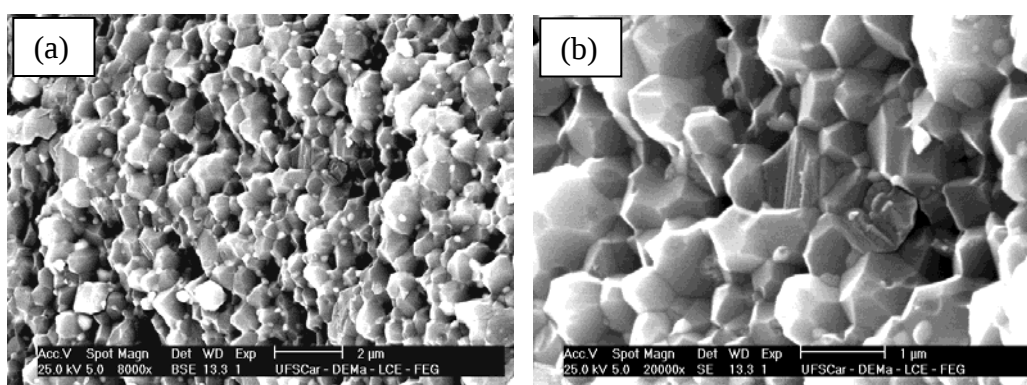


FIGURAS 40 (a) e (b) - Fractografias do ensaio de tração diametral para o nanocompósito experimental, quando utilizada a temperatura de sinterização de 1500°C . Aumentos de 8000X e 20000X, respectivamente.



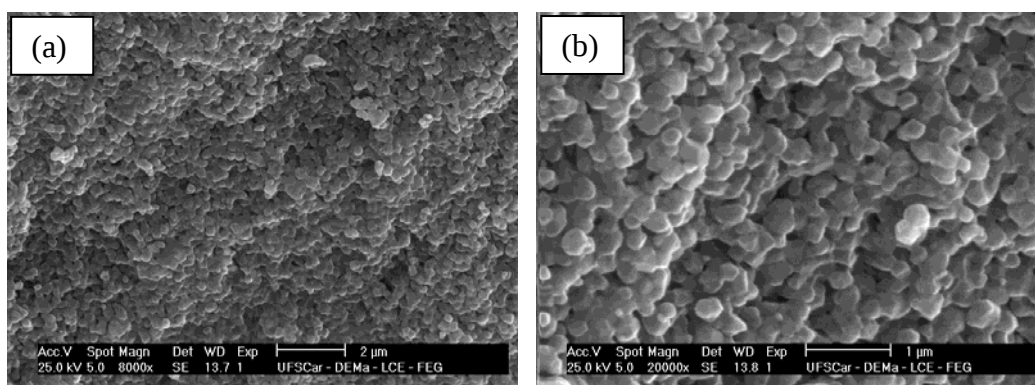
FIGURAS 41 (a) e (b) - Fractografias do ensaio de tração diametral para o nanocompósito experimental, quando utilizada a temperatura de sinterização de 1500°C. Aumentos de 2000X e 8000X, respectivamente.

A superfície de fratura do nanocompósito experimental de Al_2O_3 contendo 5% em volume de ZrO_2 sinterizado a 1400°C e submetido ao ensaio de tração diametral pode ser vista nas Figuras 42, (a) e (b). Em 42 (a) nota-se na imagem de elétrons retro espalhados a presença de uma fina dispersão da zircônia nanométrica na matriz de alumina e que, portanto, não foi arrancada durante o processo de tração. Em 42 (b) detalhe da mesma microestrutura, em maior aumento, mostrando que o padrão trans e intergranular de fratura, já observado nas fractografias do ensaio de flexão em 3 pontos, também está presente, porém em menor quantidade e extensão quando comparado ao material que foi sinterizado a 1500°C (2h).



FIGURAS 42 (a) e (b) - Fractografias do ensaio de tração diametral para o nanocompósito experimental, quando utilizada a temperatura de sinterização de 1400°C. Aumentos de 8000X e 20000X, respectivamente.

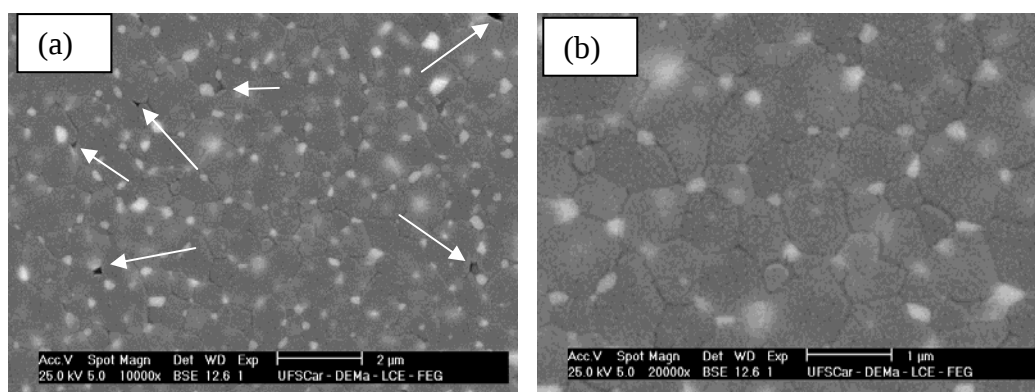
As Figuras 43, (a) e (b), referem-se à superfície de fratura do nanocompósito experimental de Al_2O_3 contendo 5% em volume de ZrO_2 sinterizado a 1300°C e submetido ao ensaio de tração diametral. Pela análise da Figura 43 (a), nota-se que, mesmo na imagem de elétrons secundários, não se observa presença extensiva da zircônia nanométrica na matriz de alumina. Isso pode ser um indício de que tenha ocorrido arrancamento dessas partículas durante o processo de tração, evidenciando a possibilidade de que a sinterização do material foi incompleta. Além disso, pode-se notar que o tipo de fratura foi completamente diferente, com a presença apenas de fratura intergranular em todos os locais. A Figura 43 (b) mostra detalhe da mesma microestrutura mostrando que, na realidade, o processo de sinterização encontra-se em estágios iniciais, pois se pode observar o início de “empescoçamento” entre os grãos que, posteriormente, coalescerão formando a microestrutura observada nas Figuras 40 (a) e 42 (a).



FIGURAS 43 (a) e (b): Fractografias do ensaio de tração diametral para o nanocompósito experimental, quando utilizada a temperatura de sinterização de 1300°C. Aumentos de 8000X e 20000X, respectivamente.

5.7.4 Micrografias de superfície polida para o nanocompósito experimental de Al_2O_3 contendo 5% em volume de ZrO_2 .

Micrografias de elétrons retro espalhados da superfície polida para o nanocompósito experimental podem ser vistas nas Figuras 44 (a) e (b). Na Figura 44 (a), pode-se observar a eficiente dispersão das partículas de zircônia (que formaram os grãos brancos) na matriz de alumina (grãos escuros) com baixa presença de porosidades (setas brancas). Detalhe da mesma microestrutura pode ser vista na Figura 44 (b), evidenciando o tamanho aproximado e localização das inclusões nanométricas.



FIGURAS 44 (a) e (b) - Micrografias de elétrons retro espalhados da superfície polida para o nanocompósito experimental. Aumentos de 10000X e de 20000X, respectivamente.

A Figura 45 refere-se à superfície polida para o nanocompósito experimental. Observa-se a eficiente dispersão das partículas de zircônia, o tamanho aproximado e localização das inclusões nanométricas em pontos “triplos” (entre 3 grãos de alumina - setas brancas) e “quádruplos” (setas tracejadas brancas) bem como em regiões entre os contornos dos grãos. Isso é um indício do efeito de ancoramento (“*pinning*”) que as partículas de zircônia promovem, bloqueando o avanço dos contornos de grão da matriz (setas pretas) e ajudando no refino dos grãos de alumina.

Pode-se também observar na Figura 45, a presença de inclusões de Zircônia intragranulares (círculos).

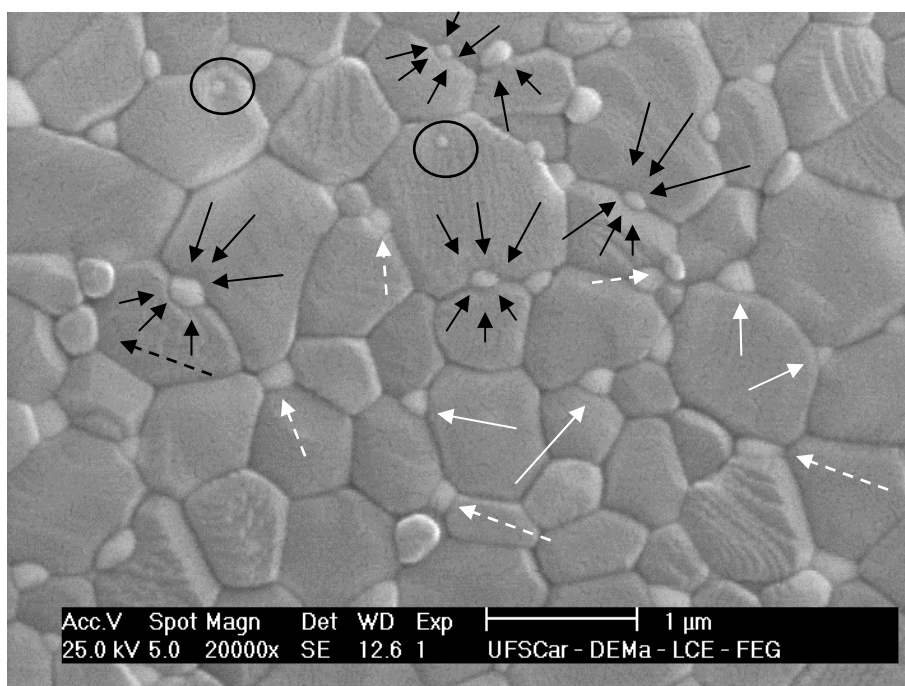


FIGURA 45 - Micrografia da superfície polida para o nanocompósito experimental de Al_2O_3 contendo 5% em volume de ZrO_2 .

6 Discussão

As próteses odontológicas livres de metal, também denominadas sem metal, podem ser classificadas em 2 grandes grupos: aquelas baseadas nas porcelanas feldspáticas, reforçadas ou não com uma fase cristalina (cerâmica vítrea ou vitrocerâmica), e aquelas que contêm uma infraestrutura majoritariamente cristalina, que pode ou não receber uma cobertura de cerâmica estética. Dentre essas últimas destacam-se aquelas produzidas com reforço de zircônia^{16,48,102}.

Os sistemas reforçados com zircônia são os mais empregados atualmente e utilizam o mecanismo de tenacificação dependente da transformação de fase tetragonal para monoclínica durante o resfriamento. Esta transformação é do tipo martensítica (não depende de uma faixa de temperatura) e proporciona uma expansão volumétrica da ordem de 4,5%. Esse mecanismo não somente reforça como também tenacifica o material^{17,19,35,47,48}.

Uma característica interessante no mecanismo de transformação de fase tetragonal para monoclínica que tem despertado a atenção dos pesquisadores nos últimos anos é a chamada degradação a baixas temperaturas (do inglês: LTD) ou envelhecimento^{9,19,47}. Esse fenômeno ocorre a temperaturas relativamente baixas e, principalmente, na presença de umidade, condições similares às aquelas encontradas na cavidade oral^{17,19,48,77,101}.

Na LTD, os grãos de zircônia presentes na superfície do material se transformam, expandem de volume e abrem pequenas fendas na matriz. Isso ocorre devido ao fato de que, na superfície, a força constritora ocasionada pelo

alto módulo elástico da matriz não é hidrostática, isto é, não ocorre em todas as direções pois na superfície grande parte do grão não está envolto por matriz. Este fenômeno resulta em micro-trincamento e na penetração de água e ácidos pelas fendas. Como resultado, ocorrem novos micro-trincamentos mais profundos bem como o arrancamento de grãos da superfície, região em que o material é mais susceptível à propagação das trincas, uma vez que toda a tensão está concentrada em uma única direção (para o interior do material) levando à falha final do material^{17,47,48,101}.

Recentemente, esse efeito tem sido minimizado recobrando a infra estrutura de zircônia com porcelanas estéticas que impedem seu contato com o meio¹¹². Entretanto, essa estratégia tem se mostrado ineficaz em longos períodos de tempo por dois motivos principais: 1) a fratura das porcelanas, que apresentam propriedades mecânicas muito inferiores às das infraestruturas, resultando em falha da prótese e permitindo o contato da cerâmica de base com o meio bucal; 2) a falta de conhecimento completo dos fatores que atenuam as tensões térmicas resultantes entre a infra estrutura e a porcelana de cobertura, denominado “acordo massa-vidro” (do inglês: *ceramic–ceramic compatibility*)^{35,43,45,47}.

A utilização de reforço nanométrico parece ser uma solução eficiente, tendo em vista que grãos abaixo da faixa de 200 a 300 nm não sofrem transformação de fase, até mesmo quando não estabilizados por nenhum dopante^{9,47,48,52,101}.

No presente estudo, os resultados de densidade à verde demonstraram que, em geral, os valores observados para os pós compactados contendo partículas nanométricas ($64,9 \pm 0,4$ nm) foram ligeiramente maiores do que

aqueles pós que não contêm estas inclusões^{20,21,98,99}. Isso pode ser explicado pelo maior empacotamento promovido pelo posicionamento dessas partículas nanométricas em regiões de interstícios, entre as partículas maiores. Essa observação também foi relatada em outros trabalhos na literatura, em especial aqueles que utilizaram pós com tamanho de partículas na faixa submicrométrica e nanométrica^{9,20,79,80}. Esses valores ligeiramente maiores contribuíram para uma melhor sinterabilidade do material, melhorando a densidade final (diminuindo a porosidade) após a queima como pode ser observado nas Figuras 44 e 45^{98,99}.

No entanto, mesmo com a presença de partículas muito pequenas na matriz, uma questão interessante foi observada e parece estar presente nesses materiais: a presença de partículas de zircônia na matriz de alumina prejudica a sinterização e conseqüentemente a densificação final do compósito. Esse efeito já foi explicado em investigações anteriores e deve-se a maior energia de ativação exigida pela zircônia e também a certa desorganização causada pelas partículas de uma segunda fase na matriz^{52,75,98,99}. Esse fato pode ter contribuído para a observação de valores de densidade teórica abaixo da faixa de 99% considerada ideal por muitos trabalhos^{20,98,99}. Neste estudo, o valor para densidade aparente observado (98,7%) para o nanocompósito experimental avaliado (Alumina com 5% em volume de inclusões nanométricas de Zircônia) está em acordo com outros trabalhos da literatura que utilizaram o mesmo processo (mistura de suspensões)^{78,79,80,99}. Outros estudos demonstraram a possibilidade de se obter densidade aparente acima de 99% utilizando-se metodologias como prensagem a quente, sinterização sob pressão isostática a quente (HIP) e sinterização a plasma em conjunto com

atmosferas controladas a vácuo ou em gases inertes^{14,52,98}. Embora essas técnicas melhorem a densificação final e sejam interessantes do ponto de vista industrial^{2,48,52,99}, elas exigem equipamentos que, usualmente, não estão disponíveis nos laboratórios de prótese. Assim, na presente investigação, foi utilizada uma metodologia que permite obter um material que atenda às especificações para uso odontológico, com custo adequado e, principalmente, facilidade de produção que esteja ao alcance de laboratórios protéticos^{79,80}.

Os materiais cerâmicos, assim como muitos materiais odontológicos, necessitam da combinação criteriosa de duas características importantes, quando solicitados em termos mecânicos: resistência e tenacidade. Alta resistência mecânica significa que a carga necessária para fraturar o material é elevada^{4,15,40,48,49}. Tenacidade elevada significa que o material tem grande capacidade de absorver energia durante o processo de fratura^{3,4,15,40}.

A resistência mecânica dos materiais cerâmicos pode ser mensurada utilizando-se o ensaio de resistência à flexão em 3 pontos^{35,69,87}. No presente estudo, os resultados obtidos nesse ensaio apontaram valores médios de 564,50±43,4 MPa para o material experimental e de 379,48±45,49 MPa para o material comercial IPS e.max (controle). É importante salientar que os valores observados na literatura dependem muito das condições nas quais os ensaios foram realizados (normatização) e também do tipo de solicitação mecânica utilizada (flexão em 3 ou 4 pontos, compressão, cisalhamento, etc)^{4,15,30,69,80}. Comparações somente têm fundamento quando comparam materiais ensaiados sob as mesmas condições e normatizações^{4,15}. Para ilustrar essa situação, uma extensa compilação de estudos que mediram a resistência mecânica do material IPS e.max, utilizando diferentes ensaios, foi publicado

pelo fabricante do material¹¹¹. Foram observados valores que variaram de 375,7MPa a 455,6MPa em testes de compressão biaxial e de 306,00MPa a 466,00MPa em testes de flexão de 3 pontos, tendo sido relatado, ainda, o valor de 239,00MPa para ensaio de flexão em 4 pontos com as amostras armazenadas em água por 24 horas previamente aos testes^{37,105,111}.

O resultado observado para o material experimental foi coerente com outros trabalhos na literatura que estudaram o mesmo material e relataram valores da ordem de 500MPa^{39,41,80,99}. Apesar dos autores citados já terem estudado a resistência à flexão para esse material, utilizando outras normas e metodologias, foi considerado oportuno refazer essas medições de acordo com a normatização mais recente e com os novos lotes preparados do material, uma vez que, posteriormente, outros ensaios dependiam desse valor mensurado (o método da escada utilizou o valor inicial de 60% daquele mensurado nominalmente no ensaio de flexão)^{59,88}.

A norma ISO⁴⁴, em recente atualização, aceita como testes de resistência mecânica os ensaios de flexão em 3 pontos, 4 pontos e de flexão biaxial “*Ball-on-ring*”. Segundo essa norma, o material experimental avaliado no presente estudo, do ponto de vista da sua resistência flexural (não levando em consideração outros fatores), pode ser utilizado em aplicações para prótese odontológica, tais como: 1) cerâmica estética a ser aplicada sobre infraestrutura de metal ou cerâmica; 2) cerâmica para próteses anteriores unitárias, *veneers*, *inlays* ou *onlays*; 3) cerâmica estética para próteses unitárias anteriores ou posteriores, com cimentação adesiva ou não adesiva; 4) infraestrutura de cerâmica com cimentação adesiva ou não adesiva para próteses unitárias anteriores ou posteriores; 5) infraestrutura de cerâmica para

próteses de 3 elementos, que não envolvam a região de molares e 6) infraestruturas cerâmicas para próteses de 3 elementos envolvendo a região de molares. A única exceção em que o material experimental não poderia ser indicado, segundo a especificação da norma ISO 6872:2008⁴⁴, seriam as próteses fixas com mais de 4 elementos, tendo em vista que para essa aplicação é exigido valor mínimo de 800MPa. Para essa aplicação, existem evidências científicas de que o material experimental poderia ser utilizado, desde que produzido por técnicas de prensagem a quente (HIP)^{52,99}.

Os valores de resistência mecânica dos diversos materiais atualmente disponíveis comercialmente foram apresentados por Anusavice⁴ em 2005. Para o ensaio de flexão em 3 pontos, o material IPS e.max Press, que é uma cerâmica reforçada por dissilicato de lítio, apresentou valor de 400MPa. Pode-se notar que o valor medido no presente estudo encontra-se nessa faixa ($379,48 \pm 45,49$ MPa) e as pequenas diferenças nos valores ($379,48 \rightarrow 400$ MPa) devem-se à grande variabilidade de resultados demonstrada pelas cerâmicas quando exigidas no ensaio de flexão, pois pequenas heterogeneidades internas produzem grandes variações na resposta a esse ensaio. Observando-se ainda os valores apresentados por Anusavice⁴, nota-se também que o material experimental avaliado no presente estudo apresenta-se na mesma faixa de valores de resistência dos materiais densos sinterizados sob pressão isostática a quente (HIP) de alumina (420MPa-670MPa)¹¹¹. Isso significa que, mesmo sem utilizar técnicas mais caras e de menor produtividade, o material experimental apresentou valores próximos daqueles observados com os materiais que utilizam técnicas mais trabalhosas e dispendiosas. Aparentemente, o efeito das inclusões de ZrO_2 parece ser similar ao obtido

pela técnica de prensagem a quente: ocorre um refino da microestrutura com diminuição do tamanho de grãos da alumina com consequente diminuição do tamanho médio dos defeitos (chamado de efeito ancoramento, do inglês: *pinning*, observado na Figura 45)^{52,79,99}. Tem sido relatado que essas inclusões intragranulares apresentam papel importante por dividirem o tamanho do grão na qual estão contidos em grãos de tamanhos menores formando subcontornos granulares.^{9,68} Do ponto de vista clínico, pode-se apenas supor que próteses confeccionadas com o material em estudo terão desempenho próximo ao observado para essa classe de materiais (sinterizados densos de alumina como o In-ceram Alumina[®]), no entanto com custo menor uma vez que apresenta etapas de produção simplificadas⁶³.

Conforme mencionado anteriormente, a tenacidade é outra propriedade importante para a caracterização dos materiais. No presente estudo, a avaliação dessa propriedade foi feita pela técnica da indentação. Vários estudos fazem a medida da tenacidade por essa técnica^{3,40,61,84} enquanto outros estudos usam a técnica das barras entalhadas^{3,32,89,101}. Os valores obtidos pela técnica da indentação são, em geral, aproximadamente 50% menores que aqueles obtidos pelo método da barra entalhada^{4,34,61,64}. Essa diferença é explicada pelo fato de as trincas produzidas apresentarem comportamento dinâmico, aumentando de tamanho conforme o tempo (o que diminui o valor de tenacidade)^{4,34}. Tal disparidade leva alguns autores a declarar que esse método é útil quando se faz uma avaliação preliminar da faixa de tenacidade do material, como é o caso da presente investigação^{34,46}.

O valor medido para a tenacidade do nanocompósito em estudo foi de $3,72 \pm 0,43 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$. Esse valor de tenacidade está bem abaixo daqueles

mostrados na literatura para essa classe de material ($8\text{-}10\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)^{9,14,52}. Essas diferenças podem estar relacionadas ao tipo de ensaio utilizado nesses estudos, que foi o das barras entalhadas bem como ao cálculo teórico do módulo elástico pela regra da mistura de fases. Outra possível explicação reside no fato de que a produção do material nesses outros estudos foi realizada por meio de HIP⁵².

Por outro lado, o valor observado pode ser considerado dentro da faixa dos materiais cerâmicos utilizados em odontologia que, segundo Yilmaz em 2007¹¹⁰, varia de, aproximadamente $2,00\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ para os materiais Finesse (Dentsply Ceramco), Cergo (Dentsply DeguDent GmbH) e IPS-Empress (Ivoclar Vivadent) até valores entre $5,00\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ e $7,00\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ para os materiais In-Ceram Alumina (Vita Zahnfabrick), In-Ceram Zirconia (Vita Zahnfabrick) e Cercon Zirconia (Dentsply DeguDent). Nota-se que valores mais elevados de tenacidade estão presentes nos materiais que contém zircônia. A tenacificação é, certamente, um dos efeitos benéficos da transformação de fase $t \rightarrow m$ observada para a zircônia^{47,48,50}.

Já para o material comercial IPS e.max (controle), o valor observado de $1,78 \pm 0,24\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ pode ser considerado dentro da faixa citada na literatura¹¹¹, onde alguns trabalhos apontam valores mais elevados, porém utilizando o método das barras entalhadas^{3,40,111}. Foram relatados valores entre 3 e $3,3\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ quando se utilizaram barras entalhadas com solicitação biaxial em 3 pontos^{3,40}, entre 2,1 a $3,1\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ para barras entalhadas biaxial em 4 pontos^{4,34}, e de $1,2\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ e $1,7\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ para o método da indentação perpendicular e paralela, respectivamente³. Os diferentes valores obtidos devem-se ao fato de que dependendo da solicitação (3 ou 4 pontos) a

severidade do ensaio aumenta produzindo valores menores de carga aplicada e, conseqüentemente, diminuindo o valor de tenacidade medido^{4,15}. Um fator que também pode ter contribuído para modificar as medidas obtidas seria o fato do material do grupo controle, conforme já explicado na parte de metodologia, ser produzido por meio de injeção e formação de cristais de dissilicato de lítio^{3,34,111}. Essa cristalização controlada tende a formar cristais que obedeçam a um único sentido. A literatura consultada explica que esse sentido geralmente é paralelo à direção de injeção^{3,27}. Assim, medidas tomadas paralelamente à formação dos cristais tendem a ser ligeiramente menores que aquelas tomadas perpendicularmente à formação desses cristais^{3,34,40}. Esse aspecto pode ser considerado uma anisotropia de propriedades^{4,15}. No presente estudo, as medidas foram tomadas na direção de injeção e, conseqüentemente, paralelas à formação dos cristais, diferentemente da produção das barras onde os cristais se formaram no sentido longitudinal das mesmas propiciando esforços perpendiculares. Essa padronização do sentido de injeção e, conseqüentemente, da formação dos cristais foi devido ao fato de a injeção do material ser efetuada sempre no mesmo sentido (longitudinal e não radial).

Os ensaios descritos até o momento são considerados estáticos, pois medem propriedades dos materiais em condições que não simulam as condições dinâmicas encontradas durante a utilização dos mesmos. Um ensaio que simula solicitações dinâmicas é o ensaio de resistência à fadiga^{24,97}. No presente estudo, esse ensaio foi realizado utilizando-se a metodologia denominada de método da escada. Apesar de ter sido bastante utilizada em odontologia^{28,33,45,59,65,85} pela sua praticidade e baixo número necessário de

amostras, essa metodologia somente recentemente foi completamente aceita para a determinação desse parâmetro^{53,81}. O método da escada pode ser utilizado como ferramenta de análise utilizando-se diferentes ensaios mecânicos e uma série de materiais. Por esse motivo, ainda são escassos na literatura trabalhos que utilizaram essa metodologia e especificamente esses materiais, o que dificulta comparações⁸⁸.

Apesar de esse método envolver cálculos estatísticos, ele pode ser facilmente aplicado graficamente pela média ponderada (desprezando-se a rampa inicial) com boa precisão⁸⁸. No presente estudo, foram obtidos valores de 298,29MPa (52,84% do valor nominal) para o nanocompósito experimental e $282,86 \pm 7,77$ pelos cálculos estatísticos (representando 50,1% do valor nominal). Para o material controle, foi medido, graficamente, o valor de 171,7MPa (45,25% do valor do ensaio estático) e, quando calculado por meios estatísticos, foi obtido o valor de $168,75 \pm 5,66$ (aproximadamente 44,46% do valor nominal do teste estático). Apesar dos valores obtidos graficamente terem sido próximos aos valores analíticos e representarem uma maior praticidade em relação aos cálculos estatísticos, os valores considerados serão aqueles que foram obtidos estatisticamente. Os valores percentuais de resistência à fadiga para o material experimental estão ligeiramente acima daqueles reportados na literatura para os materiais cerâmicos utilizados nas próteses odontológicas. Em geral, os materiais apresentaram valores de resistência à fadiga entre 39% e 65% do valor nominal de flexão^{65,66,83,85,88}.

Basicamente ao se avaliar como a fadiga afeta um determinado material duas metodologias são utilizadas na literatura: o método da escada e o método dos parâmetros de fadiga (a ciclagem mecânica seria uma terceira

metodologia, porém ela não avalia resistência à fadiga e sim a degradação do material)^{33,53,59,65,66}. Quando se opta por avaliar a fadiga de um material pelo método dos parâmetros de fadiga é importante notar que essa metodologia utiliza uma série de testes em níveis variáveis de tensão resultando numa curva Tensão X Número de ciclos da qual é possível obter, pela inclinação da reta em escala logarítmica, o limite de resistência à fadiga^{4,15}. Apesar de ser um método bastante confiável, ele exige um número muito grande de amostras, cicladas em tensões variáveis por um número de ciclos cada vez maior^{59,65,66}. Utilizando essa metodologia, foram observadas quedas de 64% e 34% em porcelanas feldspáticas e em uma vitrocerâmica (IPS-Empress)^{65,66}.

Foi observado que os dois materiais avaliados no presente estudo apresentaram redução similar dos valores de limite de fadiga flexural em relação ao valor nominal de flexão em 3 pontos (50,1% para o grupo experimental e 44,46% para o controle). Porém, quando os valores do limite de fadiga são analisados, observa-se diferença significativa. Enquanto o nanocompósito experimental resistiu a um número elevado de ciclos numa situação de solicitação mais elevada (298,29MPa), o material controle resistiu a um número elevado de ciclos, porém em tensões menores (168,75MPa). O comportamento dos dois materiais frente à solicitação cíclica também foi diferente. O nanocompósito experimental, mesmo com cargas elevadas (60 e 55% da tensão nominal de fratura), resistiu por um número de ciclos considerável (3802 e 7520, respectivamente). Além disso, quando submetido a uma solicitação de 45%, a fratura ocorreu em apenas 2 amostras e próximo de 9000 ciclos (8567 e 9603 ciclos, respectivamente) revelando que a falha foi provocada pela fadiga do material e não pela tensão propriamente dita. Por

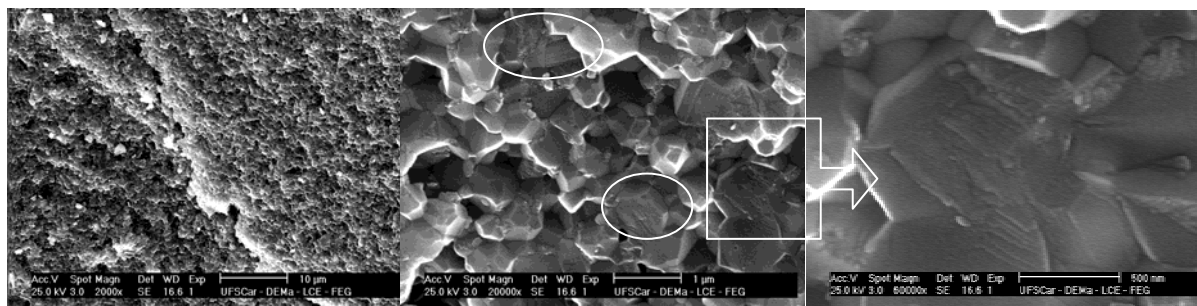
outro lado, o material controle resistiu por um número maior de ciclos somente quando a solicitação foi feita em percentuais menores de tensão, notadamente abaixo de 40% da carga medida para flexão (fraturada com 5352 ciclos). Quando esse material foi solicitado a tensões de aproximadamente um terço daquela obtida estaticamente, o número de ciclos aumentou drasticamente (9032 ciclos) demonstrando que, em tensões menores, o mecanismo de fratura por fadiga foi o responsável majoritário pela falha e não a solicitação em si, situação que se inverte quando as tensões são mais elevadas (neste caso acima de 40%). Alguns autores encontraram comportamentos semelhantes para as porcelanas feldspáticas^{59,65,66,88,97}. Fraturas ocorrendo rapidamente (com um número muito baixo de ciclos) quando a solicitação é elevada e falhas mais tardias quando a tensão é menor. A explicação para esses resultados pode estar no mecanismo de falha por fadiga. Segundo esse mecanismo, a falha é observada quando a solicitação cíclica provoca nucleação e crescimento lento das trincas em vários pontos do material colapsando abruptamente quando da coalescência dessas trincas^{15,65,88,96}. Assim sendo, materiais cerâmicos rompidos por fadiga (submetidos a um número considerável de ciclos) devem apresentar na superfície de fratura muitas trincas ou nucleação das mesmas, enquanto aqueles rompidos por carregamento estático devem apresentar poucas trincas com quase nenhuma nucleação das mesmas onde a falha ocorre em planos de clivagem^{4,15,59,88}.

Uma melhor elucidação da maneira como os materiais ensaiados respondem as solicitações cíclicas pode ser obtida pela análise fractográfica. A fractografia é o estudo das características da superfície da fratura. A

importância desse estudo está na avaliação, qualitativa ou quantitativa, dos mecanismos que levam à fratura^{15,88,96,99}.

Dois mecanismos de fratura são possíveis: dúctil e frágil. O primeiro é observado em materiais que apresentam grande deformação plástica, como alguns metais (ouro e chumbo) e polímeros. A fratura frágil ocorre em materiais que apresentam pouca ou nenhuma deformação plástica, particularmente, como a maior parte das cerâmicas^{4,15,99}. O processo de fratura frágil consiste na formação e na propagação de trincas no material em direção perpendicular à tensão de tração, que resulta em superfície de fratura relativamente plana. Nas cerâmicas cristalinas, essa fratura ocorre, geralmente, de forma intergranular e ao longo de planos de elevada densidade atômica (planos de clivagem)^{4,15,85,99}. Em materiais amorfos, tais como os vidros, a fratura frágil produz uma superfície relativamente lisa e brilhante^{4,15,83,87}. A fratura por fadiga, também de natureza frágil, resulta da aplicação de cargas cíclicas. A principal característica desse tipo de fratura, além das anteriormente descritas para a fratura frágil, é a presença de estrias ou marcas da propagação de fendas (as chamadas marcas de praia)^{4,15,88,96}.

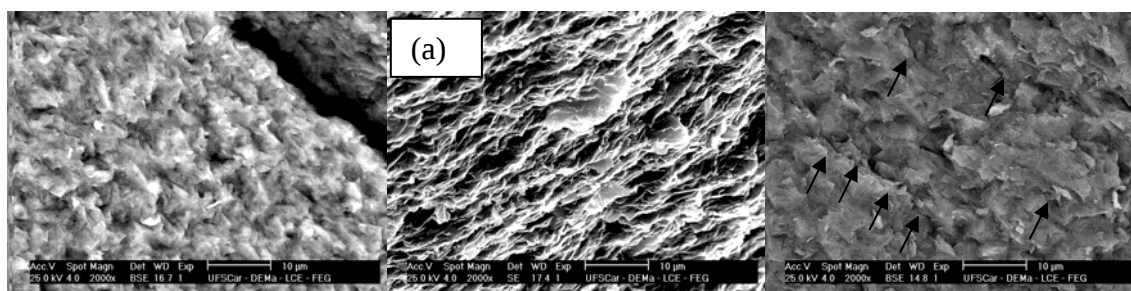
A seguir encontram-se reproduzidas as micrografias relativas às Figuras 23 e 24, (a) e (b), apresentadas nos resultados, nas quais o nanocompósito experimental foi exigido em 50% de sua tensão de trabalho nominal e fraturou suportando 7953 ciclos.



FIGURAS 23, 24a e 24b - Fractografia do material experimental após 7953 ciclos.

A análise dessas micrografias evidencia, quando em menor aumento, uma trinca que percorre toda a amostra e, provavelmente, foi a responsável pela sua falha. Em maior aumento, pode-se observar que o padrão de fratura não foi somente intergranular, existindo várias áreas com fratura do tipo intragranular (transgranular), o que se pode supor como indício de tenacificação do material. Essa característica já foi observada para esse material em outros estudos podendo ser explicada pela presença das inclusões de zircônia na região intergranular^{68,79,98,99}. No detalhe (quadrado com a seta), observa-se grande quantidade de estrias, característica da fratura por fadiga^{4,15,88,100}. Outros locais apresentam a mesma característica (círculos), diferentemente da microestrutura reportada nas Figuras 40 (a) e (b), resultante de tensão de tração “pura” onde a presença de estrias é muito rara.

Ao se fazer o mesmo tipo de análise com o material controle (IPS e.max|), selecionamos as micrografias relativas às Figuras 28, 32 (a) e 33 apresentadas nos resultados (corpos de prova exigidos com alta carga e que resistiram a poucos ciclos (22, 103 e 3537 ciclos, respectivamente), reproduzidas abaixo.

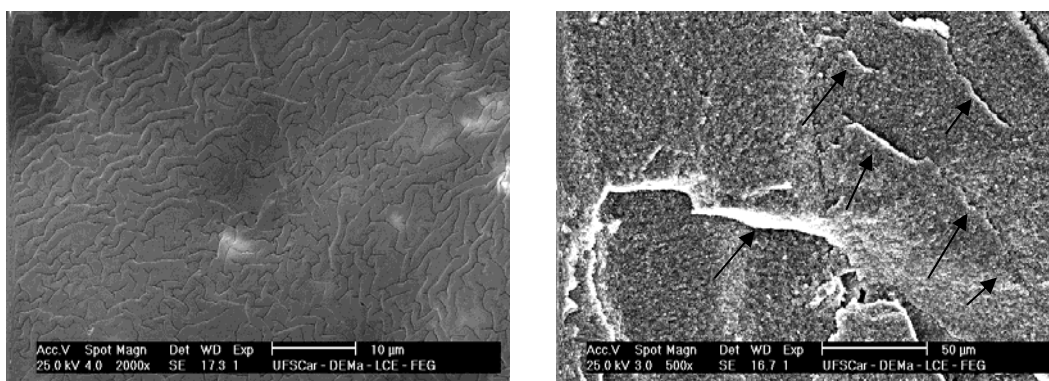


FIGURAS 28, 32 (a) e 33 - Fractografias de amostras do material controle (IPS e.max) solicitadas com 60, 50% e 45% da carga nominal e que resistiram a 22, 103 e 3537 ciclos, respectivamente.

Na Figura 28 nota-se a presença de uma única grande fratura ocorrida com apenas 22 ciclos a qual, provavelmente, foi a responsável pela falha do material. Na micrografia 32 (a) nota-se a superfície de fratura totalmente irregular quando o material foi submetido a 103 ciclos, porém não se nota extenso microtrincamento, apenas uma superfície irregular e brilhante com presença de fase vítrea abundante. Quando o material foi exigido a 45% da carga nominal, nota-se transição no padrão de fratura com a presença de várias microtrincas (setas) e exposição dos cristais (sinal de colapso da fase vítrea) numa matriz amorfa. A nucleação de várias microtrincas e a fratura em detrimento da propagação lenta das mesmas é sinal de fadiga no material que pode ser observado, porém em poucos locais^{4,15,85,88,97}.

Quando o material controle e o experimental foram exigidos em tensão bem abaixo do valor máximo (30% e 45%, respectivamente), outro comportamento foi observado. Essas amostras resistiram a números de ciclos bem maiores (9585 e 8567 ciclos respectivamente). As micrografias relativas

às Figuras 38 e 25 apresentadas nos resultados e reproduzidas abaixo, ilustram esse aspecto.



FIGURAS 38 e 25 - Corpos de prova dos materiais controle e experimental, que resistiram a muitos ciclos em baixas tensões.

Para o material experimental, nota-se claramente o padrão em marcas de praia na superfície do material. Microtrincamentos múltiplos propagando-se lentamente em conjunto até que um deles (ou a coalescência deles) seja responsável pelo colapso catastrófico, abrupto, traiçoeiro e insidioso final do material^{4,15}. Para o material controle, comportamento diferente foi observado. Uma superfície repleta de microtrincas que se propagaram em conjunto pela fase vítrea do material. Para os dois materiais a característica primordial foi de fratura por fadiga sendo rara a presença de planos de clivagem. Esse tipo de comportamento, em que ocorre fratura frágil com planos de clivagem em número menor de ciclos e fratura por fadiga com microtrincamentos múltiplos e marcas de praia para número maior de ciclos, é típico para materiais cerâmicos (chamado de tipo 2 em outros trabalhos)^{59,88}. Ambos os materiais apresentaram essa característica, porém, para o material experimental, a

transição ocorreu após a aplicação de muitos ciclos o que pode ser visualizado quando se observam as rampas iniciais do ensaio ilustradas nos gráficos e apresentados nos resultados (curta para o material em desenvolvimento e longa para o material controle). Quando a rampa é curta supõe-se que o material suportou mais ciclos em tensões mais elevadas, por outro lado, se for longa, pode-se supor que ele suportou menos ciclos em tensões que decaem até níveis menos críticos. Possivelmente esteja nesta observação o mérito do método da escada em avaliar o efeito da fadiga do material: este método parece promover condições para que se observe e mensure situações reais de fadiga do material diferentemente do método dos parâmetros de fadiga onde algumas solicitações com altas cargas podem estar rompendo o material por carregamento e não por fadiga propriamente dita⁵⁹.

Inúmeros artigos explicam esse comportamento pela existência de maior ou menor quantidade de fase amorfa nas matrizes das cerâmicas^{24,30,33,34,45,59,65,66,70,71}. Sabe-se que quanto maior a quantidade de fase vítrea, menor será a tenacidade e, conseqüentemente, menor será o limite de resistência à fadiga exibido pelo material, pois ele tem menor capacidade de absorver energia durante a fratura, assim como quando o material apresenta um reforço cristalino a sua resistência à fadiga aumenta. Na presente investigação, esse efeito ficou evidente, pois o material controle (uma vitrocerâmica) apresenta grande percentual de fase vítrea enquanto o material experimental é substancialmente cristalino resistindo melhor aos esforços de fadiga^{55,56,59,60,61,65,66}.

Apesar do ensaio de tenacidade por indentação ser adequado somente para se estimar a tenacidade dos materiais, em termos comparativos ele

ilustrou muito bem os comportamentos observados, onde a presença de fase vítrea no grupo controle levou a menor tenacidade do material. Possivelmente essa fase vítrea e a baixa tenacidade por ela propiciada foram responsáveis pelas fraturas abruptas observadas nas tensões iniciais do ensaio para o material do grupo controle^{34,36,58,70,85,88}.

Uma técnica bastante utilizada para a confecção das próteses cerâmicas é a usinagem de blocos. Assim, vários pesquisadores têm avaliado os materiais quanto à característica denominada de usinabilidade de blocos cerâmicos, a qual é diretamente dependente da dureza desses materiais^{55,56,69,77,109}. Por esse motivo, foram realizados ensaios de dureza Vickers para o nanocompósito experimental comparando-os com aqueles medidos no grupo controle (IPS e.max). Os resultados evidenciaram diferença significativa entre os dois materiais estudados. Para o controle, o valor observado ($5,03 \pm 0,77$ GPa) já foi confirmado em vários outros estudos sendo que majoritariamente contribui para esse valor a grande quantidade de fase vítrea e a natureza dos cristais presentes na matriz (dissilicato de lítio ao invés de leucita usado no sistemas anteriores)^{3,40,72,89,93,111}. Para o material experimental ($19,54 \pm 0,97$ GPa), estudos anteriores já mostraram que este pode apresentar dureza de até 21 GPa, dependendo da quantidade de zircônia e o método de sinterização adotados^{37,41,99}. A literatura relata valores de dureza Vickers de 5,9 GPa para o material IPS-Empress (leucita), 5,8 GPa para os materiais IPS e.max Press e IPS e.max CAD (dissilicato de lítio), 5,6 GPa para o material VITA Mark II (feldspática) e de 13 GPa para o material Y-TZP (óxido de zircônio)^{72,87,93,111,112}. Pode-se notar que os maiores valores de dureza estão

presentes para os materiais policristalinos, como o Y-TZP e o material experimental avaliado no presente estudo.

Um valor de dureza elevado pode ser desejado para algumas aplicações (como blindagem balística e ferramentas de corte), mas pode ser indesejável em outras como a confecção de próteses odontológicas, ainda que uma maior dureza possa significar menor susceptibilidade à formação de defeitos de superfície^{4,15,87}. Devido à maior dureza, podem ocorrer duas situações distintas e desfavoráveis para a aplicação do material. A primeira diz respeito ao desgaste da dentição antagonista. Sabe-se que quanto mais macio o material de cobertura, menor é o desgaste do dente antagonista⁴. A segunda situação diz respeito ao método de produção das próteses que faz uso da usinagem assistida por computador (CAD/CAM)^{18,55,69}. Quanto mais duro o material, mais demorada e difícil é a usinagem desses blocos^{18,40,55,63}.

Usualmente, quando materiais policristalinos são usinados para produção de próteses odontológicas livres de metal, duas situações distintas podem ocorrer: ou o material sofre sinterização completa e seus blocos são usinados até o formato final ou esses blocos são pré-sinterizados em temperaturas ligeiramente inferiores, usinados e, posteriormente, sinterizados até a completa densificação. A segunda situação é a desejável para o material experimental avaliado, pois sua usinagem quando totalmente sinterizado poderá requerer ferramentas com maior eficiência de corte bem como longos períodos de atuação, podendo incorporar defeitos na superfície do material e, conseqüentemente, degradando suas propriedades^{18,22,40,55}. Entretanto, quando blocos pré-sinterizados são usinados, a contração de sinterização final pode promover desajuste das próteses. Para solucionar esse problema, muitos

fabricantes têm avaliado as propriedades mecânicas dos materiais em função da temperatura de sinterização, procurando estabelecer a temperatura ideal para a pré-queima que permita a usinagem com certa facilidade^{40,57,60,72}. Depois de se obter a forma desejada, as próteses podem, então, ser submetidas à temperatura final de sinterização, obtendo-se, dessa forma, as propriedades mecânicas originais dos materiais. Assim, nesta pesquisa, foi também realizado um estudo preliminar para se avaliar como variam as propriedades do material experimental à medida que se aumenta a temperatura de sinterização. Os resultados demonstraram que, para as temperaturas de 1200°C, 1300°C, 1400°C e 1500°C, os valores obtidos foram, respectivamente: 2,35±0,28GPa; 4,12±0,56GPa; 8,35±0,88GPa e 19,54±0,97GPa para a dureza Vickers; 1,05±0,10MPa*m^{1/2}; 1,26±0,15MPa*m^{1/2}; 1,75±0,36MPa*m^{1/2} e 3,72±0,43MPa*m^{1/2} para a tenacidade à fratura; 11,40±3,63MPa; 34,46±8,30MPa; 137,78±25,84MPa e 225,48±21,98MPa para o ensaio de compressão diametral. Os valores desejáveis para os blocos pré-sinterizados são de, pelo menos, 50% da resistência mecânica final, para que possam ser manipulados durante a etapa de usinagem sem risco de fratura, uma tenacidade acima de 1,5MPa*m^{1/2} e, principalmente, uma dureza abaixo de 10GPa para que não acarretem desgaste prematuro das ferramentas de usinagem^{43,60,69,89}.

Assim, analisando os valores acima descritos, observa-se que esses requisitos são atingidos na temperatura de 1400°C. A temperatura de 1500°C não poderia ser utilizada com essa finalidade (devido à elevada dureza) assim como as menores, de 1300°C e 1200°C, também não são apropriadas, pois a resistência mecânica dos blocos reduziu muito, possivelmente devido à falta de

coalescência dos grãos nessas temperaturas de sinterização (conforme descrito nas Figuras 43 (a) e (b) prejudicando seu manuseio durante a fase de usinagem. Dessa forma, os blocos pré-sinterizados poderiam ser produzidos ao ar em temperatura de sinterização de 1400°C com 20 minutos de patamar nessa temperatura, apenas para homogeneização da temperatura no interior do forno, pois nota-se pelas micrografias 42 (a) e (b) que o material já se encontra em processo final de densificação e sinterização. Após a usinagem seriam sinterizados a 1500°C por 2h para restabelecer suas propriedades originalmente desejadas.

Ainda assim, é fato que, mesmo nesse pequeno intervalo de sinterização e densificação final, o material sofreria a contração de sinterização. Para solucionar esse problema, localizamos em trabalhos anteriores do grupo os estudos de dilatometria para o compósito produzido exatamente nas mesmas condições utilizadas na presente pesquisa. A Figura 46, aqui reproduzida com autorização dos autores⁴¹, representa a curva de dilatometria para o material até 1600°C (Retração X Temperatura).

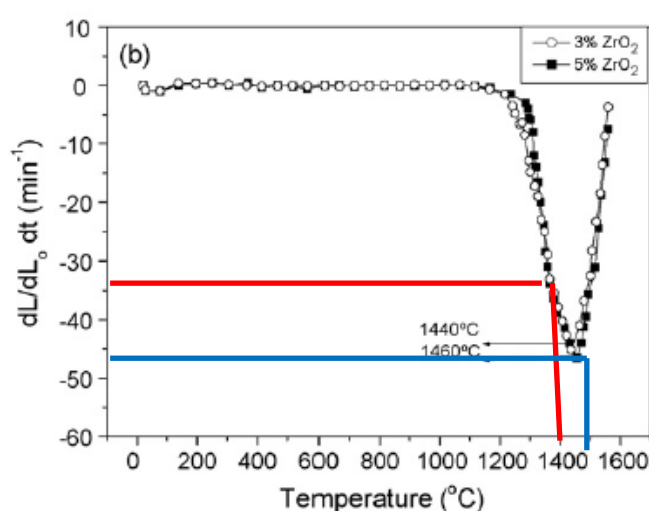


FIGURA 46 - Curva dilatométrica para o compósito com 3% (círculos) e 5 % de inclusões nanométricas de zircônia (quadrados).

Analisando-se os dados que geraram a curva acima, observa-se que a essa temperatura o material ainda sofreria uma contração volumétrica de cerca de 10-15% até suas dimensões finais. Assim, os blocos produzidos a 1400°C deveriam ser usinados com dimensões 10-15% maiores do que o produto final. É importante salientar que o valor exato dessa compensação volumétrica deve ser cuidadosamente avaliado de lote para lote de material produzido, pois pequenas variações no processo podem interferir nesses resultados. Da mesma forma, avaliações devem ser realizadas para confirmar esses valores e medir as propriedades do material após sua sinterização final.

Pesquisas realizadas no desenvolvimento de novas cerâmicas odontológicas que sejam produzidas por esse método (pré-sinterização, usinagem e sinterização final) relataram contrações de 15% a 21% nos blocos pré-usinados^{9,43,47,55,63,105}.

Finalmente é importante alertar que a atual investigação consiste em estudo *in vitro* que não levou em consideração outros fatores como a estética e a adesão dos materiais, bem como seu comportamento em meios variáveis, os quais devem ser também observados na seleção de materiais para próteses odontológicas fixas livres de metal.

7 Conclusão

Com base nos resultados observados, e dentro das limitações deste estudo in vitro, concluiu-se que:

-Do ponto de vista microestrutural, o processamento utilizado para obtenção do nanocompósito cerâmico de Alumina com 5% de inclusões nanométricas de Zircônia, designado como experimental, não mostrou nenhuma complexidade, atendendo aos objetivos do trabalho e da aplicação à qual se destina.

-Do ponto de vista de resistência mecânica, o nanocompósito cerâmico experimental apresentou conformidade com a norma ISO 6872 vigente atualmente em odontologia, atendendo as exigências observadas para próteses posteriores de até 3 elementos. O material foi significativamente mais resistente que o controle (IPS e.max) ($564,50 \pm 43,42 \text{ MPa}$ e $379,48 \pm 45,49$, respectivamente).

-O nanocompósito experimental apresentou elevada dureza quando comparado ao material controle ($19,54 \pm 0,97 \text{ GPa}$ e $5,03 \pm 0,77$).

-Do ponto de vista de resistência à fadiga, o material em desenvolvimento apresentou resultados satisfatórios superando o material comercial utilizado como controle. Apresentou limite de resistência à fadiga de $298,29 \pm 7,77 \text{ MPa}$ ($168,75 \pm 5,66 \text{ MPa}$ para o material controle).

-Quanto à tenacidade, o material experimental apresentou valores significativamente maiores que o controle ($3,72 \pm 0,43 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ e $1,78 \pm 0,24 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, respectivamente).

-A temperatura de 1400°C parece ser a mais adequada para se usinar o material antes da sinterização final. Nessa temperatura, o compósito experimental apresentou valores de resistência à compressão diametral ($137,78 \pm 25,84 \text{ MPa}$), dureza ($8,35 \pm 0,88 \text{ GPa}$) e de tenacidade ($1,75 \pm 0,36 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$) considerados adequados para essa etapa do processamento.

REFERÊNCIAS*

1. Acchar W, Torquato WL, Sousa CRC. Using ZrO_2 or Al_2O_3 particles to enhance the mechanical properties of a LZSA glass-ceramic matrix. *Matéria*. 2009; 14: 674-9.
2. Acchar W, Yanke IBFS, Cairo CA. Mechanical properties of hot-pressed ZrO_2 reinforced with (WC,TiC) and Al_2O_3 additions. *Mat Sci Eng*. 2010; 527: 480-4.
3. Albakry M, Guazzato M, Swain MV. Fracture toughness and hardness evaluation of three pressable all- ceramic dental materials. *J Dent*. 2003; 31:181-8.
4. Anusavice KJ. *Materiais dentários*. 11. ed. Rio de Janeiro: Elsevier; 2005.
5. American Society for Testing and Materials. ASTM C-1327-08. Standard test method for vickers indentation hardness of advanced ceramics. Washington: ASTM; 2008. 8p.
6. American Society for Testing and Materials. ASTM C-1421-09. Standard test method for determination of fracture toughness of advanced ceramics at ambient temperature. Washington: ASTM; 2009. 32p.
7. American Society for Testing and Materials. ASTM E 384-02. Diametral tensile strength. Washington: ASTM; 2002. 18p.

* De acordo com o estilo Vancouver.

Disponível em: [http:// www. nlm. nih. gov/ bsd/ uniform_ requirements. html](http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html)

8. Azer SS, Drummond JL, Campbell SD, Zaki AEM. Influence of core buildup material on the fatigue strength of an all-ceramic crown. *J Prosthet Dent*. 2001; 86: 624-31.
9. Ban S, Sato H, Suehiro Y, Nakahishi H, Nawa M. Biaxial flexure strength and low temperature degradation of Ce-TZP/Al₂O₃ nanocomposite and Y-TZP as dental restoratives. *J Biomed Mater Res B: Appl Biomater* 2008; 87B: 492–8.
10. Blatz MB. Long-term clinical success of all-ceramic posterior restorations. *Quintessence Dent Technol*. 2001; 24: 41-55.
11. Bodereau Jr. EF, Bodereau EF. Prótese fixa e implantes. *Prática Clínica*. São Paulo: Editora Santos; 1997. p.17.
12. Braem MJA, Lambrechts P, Gladys S, Vanherle G. In vitro fatigue behavior of restorative composites and glass ionomers. *Dent Mater*. 1995; 11: 137-41.
13. Brandão L, Adabo GL, Vaz LG, Saad JRC. Compressive strength and compressive fatigue limit of conventional and high viscosity posterior resin composites. *Braz Oral Res*. 2005; 19: 272-7.
14. Brook RJ; Mackenzie RAD. Nanocomposite materials. *Composite materials*. Michigan: McGraw-Hill; 1993.
15. Callister WD. Estruturas e propriedades das cerâmicas. In: Callister WD. *Ciência e engenharia de materiais: uma introdução*. Rio de Janeiro: LTC; 2002. p. 265-90.

16. Campbell SD. A comparative strength study of metal ceramic and all-ceramic esthetic materials: modulus of rupture. *J Prosthet Dent.* 1989; 62: 476-9.
17. Cavalcanti AN, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Y-TZP ceramics: key concepts for clinical application. *Oper Dent.* 2009; 34: 344-51.
18. Chen HY, Hickel R, Setcos JC, Kunzelmann KH. Effects of surface finish and fatigue testing on the fracture strength of CAD-CAM and pressed-ceramic crowns. *J Prosthet Dent.* 1999; 82: 468-75.
19. Chevalier J. What future for zirconia as a biomaterial? *Biomaterials.* 2006; 27: 535-43.
20. Chinelatto ASA, Pallone EMJA, Tomasi R. Electron microscopy analysis of the initial stage sintering of alumina. *Acta Microscopica.* 2001; (Suppl A): 405-6.
21. Chinelatto ASA. Evolução microestrutural durante a sinterização de pós finos e de alta pureza de alumina [Tese de doutorado]. São Carlos: Departamento de Ciência e Engenharia de materiais da UFSCar; 2002.
22. Chong KH, Chai J, Takahashi Y, Wozniak W. Flexural strength of In-Ceram Alumina and In-Ceram Zirconia core materials. *Int J Prosthodont.* 2002; 15: 183-8.

23. Conrad HJ, Seong WJ, Pesun IJ. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: a systematic review. *J Prosthet Dent*. 2007; 98: 389-404.
24. Correr Sobrinho L, Cattell MJ, Glover RH, Knowles JC. Investigation of the dry and wet fatigue properties of three all-ceramic crown systems. *Int J Prosthodont*. 1998; 11: 255-62.
25. Dixon WJ, Mood AM. A method for obtaining and analyzing sensitivity data. *J Am Stat Assoc*. 1948; 43:109-26.
26. Dixon WJ. Staircase method (up and down). *Encyclopedia of statistical sciences*. Alberta: John Wiley; 2006.
27. Dong JK, Luthy H, Wohlwend A, Schärer P. Heat-pressed ceramics: technology and strength. *Int J Prosthodont*. 1992; 5: 9-16.
28. Draughn RA. Compressive fatigue limits of composite restorative materials. *J Dent Res*. 1979; 58: 1093-6.
29. Drummond JL, Sakaguchi RL, Racean DC, Wozny J, Steinberg AD. Testing mode and surface treatment effects on dentin bonding. *J Biomed Mater Res*. 1996; 32: 533-41.
30. Drummond JL, King TJ, Bapna MS, Koperski RD. Mechanical property evaluation of pressable restorative ceramics. *Dent Mat*. 2000; 16: 226-33.
31. Evans DB, O'Brien WJ. Fracture strength of glass infiltrated-magnesia core porcelain. *Int J Prosthodont*. 1999; 12: 38-44.

32. Esquivel-Upshaw JF, Anusavice KJ, Young H, Jones J, Gibbs C. Clinical performance of a lithiadiasilicate-based core ceramic for three-unit posterior FPDs. *Int J Prosthodont*. 2004; 17: 469-75.
33. Fairhurst CW, Lockwood PE, Ringle RD, Twiggs SW. Dynamic fatigue of feldspathic porcelain. *Dent Mater*. 1993; 9: 269-73.
34. Fischer H, Marx M. Fracture toughness of dental ceramics: comparison of bending and indentation method. *Dent Mater*. 2002; 18: 12-9.
35. Fischer J, Stawarczyk B, Hammerle CHF. Flexural strength of veneering ceramics for zirconia. *J Dent*. 2008; 36: 316-21.
36. Gehrke P, Dhom G, Brunner J, Wolf D, Degidi M, Piattelli A. Zirconium implant abutments: fracture strength and influence of cyclic loading on retaining-screw loosening. *Quintessence Int*. 2006; 37: 19-26.
37. Gleiter H. Nanostructured materials: state of art and perspectives.: 2nd International Conference on Nanostructured Materials, 3-7 Oct.1994, Stuttgart, Germany.
38. Goodacre CJ, Bernal G, Rungcharassaeng K, KanJ Y. Clinical complications in fixed prosthodontics. *J Prosthet Dent*. 2003;90: 31-41.
39. Greer AL. Nanostructured materials – from fundamental to application. *Mat Sci Forum*. 1998; 269-72: 3-10.

40. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part I. Pressable and alumina glass-infiltrated ceramics. *Dent Mater.* 2004; 20:441-8.
41. Guimarães FAT, Silva KL, Trombini V, Pierri JJ, Rodrigues JA, Tomasi R, et. al. Correlation between microstructure and mechanical properties of Al₂O₃/ZrO₂ nanocomposites. *Ceram Inter.* 2004 ; 35: 741-5.
42. Hahn H, Padmanabhan KA. Mechanical response of nanostructured materials. *Nano Mat.* 1995; 6: 191-200.
43. Ho WF, Hsu HC, Peng YF, Wu SC. Microstructure and mechanical properties of dental 3Y-TZP ceramics by using CaO–P₂O₅ glass as additive. *Ceram Int.* 2011; 37: 1169–74.
44. International Organization for Standards. ISO 6872. Dentistry-dental ceramics. Geneve: ISO; 2008.
45. Jung YG, Peterson IM, Kim DK, Lawn BR. Lifetime-limiting strength degradation from contact fatigue in dental ceramics. *J Dent Res.* 2000; 79: 722-31.
46. Kelly JR. Clinically relevant approach to failure testing of all-ceramic restorations. *J Prosthet Dent.* 1999; 81: 652-61.
47. Kelly JR. Dental ceramics: current thinking and trends. *Dent Clin North Am.* 2004; 48:513-30.

48. Kelly JR, Denry I. Stabilized zirconia as a structural ceramic: an overview. *Dent Mat*. 2008; 24: 289-98.
49. Kheradmandan S, Koutayas SO, Bernhard M, Strub JR. Fracture strength of four different types of anterior 3-unit bridges after thermo-mechanical fatigue in the dual-axis chewing simulator. *J Oral Rehabil*. 2001; 28: 361-9.
50. Kohal RJ, Klaus G, Strub JR. Zirconia-implant-supported all-ceramic crowns withstand long-term load: a pilot investigation. *Clin Oral Implants Res*. 2006; 17: 565-71.
51. Kohorst P, Dittmer MP, Borchers L, Stiesch-Scholz M. Influence of cyclic fatigue in water on the load-bearing capacity of dental bridges made of zirconia. *Acta Biomater*. 2008; 4: 1440-7.
52. Liu GJ, Qui HB, Tood R, Brook RJ, Guo JK. Processing and mechanical behavior of Al₂O₃/ZrO₂ nanocomposite. *Mat Res Bull*. 1998; 33: 281-8.
53. Lin SK, Lee YL, Lu MW. Evaluation of the staircase and the accelerated test methods for fatigue limit distributions. *Int J Fatig*. 2001; 23: 75–83.
54. Lobo Carneiro FL, Barcellos A. *Resistance a la traction des betons*. Rio de Janeiro: Instituto Nacional de Tecnologia; 1949.
55. Lohbauer U, Petschelt A, Greil P. Lifetime prediction of CAD/CAM dental ceramics. *J Biomed Mater Res*. 2002; 63: 780-5.
56. Magne P, Belser U. Esthetic improvements and in vitro testing of In-Ceram alumina and spinell ceramic. *Int J Prosthodont*. 1997; 10: 459-66.

57. Marquardt P, Strub JR. Survival rates of IPS empress 2 all-ceramic crowns and fixed partial dentures: results of a 5-year prospective clinical study. *Quintessence Int.* 2006; 37: 253-9.
58. Martin-Marquez J, Rincon JM, Romero M. Effect of microstructure on mechanical properties of porcelain stoneware. *J Eur Ceram Soc.* 2010; 30: 3063-9.
59. McCabe JF, Carrick TE, Chadwick RG, Walls AWG. Alternative approaches to evaluating the fatigue characteristics of materials. *Dent Mater.* 1990; 6: 24-8.
60. McLean JW. Evolution of dental ceramics in the twentieth century. *J Prosthet Dent.* 2001; 85: 61-6.
61. Medeiros FR, Chaves CAL, Schalch MV, Cruz CAS. Avaliação mecânica das cerâmicas IPS-Empress2 e In Ceram Zircônia. *Cienc Odontol Bras.* 2009; 12:70-6.
62. Miller A, Long J, Miller B, Cole J. Comparison of the fracture strengths of ceramo metal crowns versus several all-ceramic crowns. *J Prosthet Dent.* 1992; 68: 38-41.
63. Miranda CC. Sistema In-Ceram Alumina. *Rev Bras Prot Clín Laborat.* 1998; 1: 163-82.
64. Moraes MCCSB, Elias CN, Duailibi Filho J, Oliveira LG. Mechanical properties of alumina-zirconia composites for ceramic abutments. *Mat Res.* 2004; 7: 643-9.

65. Myers ML, Ergle JW, Fairhurst CW, Ringle RD. Fatigue characteristics of a high-strength porcelain. *Int J Prosthodont*. 1994; 7: 253-7.
66. Myers ML, Ergle JW, Fairhurst CW, Ringle RD. Fatigue failure parameters of IPS-Empress porcelain. *Int J Prosthodont*. 1994; 7: 549-53.
67. Nakazato T, Takahashi H, Yamamoto M, Nishimura F, Kurosaki N. Effect of polishing on cyclic fatigue strength of CAD/CAM ceramics. *Dent Mater J*. 1999; 18: 395-402.
68. Niihara K. New design of structural ceramics – ceramic nanocomposites. *J Ceram Soc Jpn*. 1991; 99: 974-82.
69. Oh GJ, Yun KD, Lee LM, Lim HP, Park SW. Sintering behavior and mechanical properties of zirconia compacts fabricated by uniaxial press forming. *J Adv Prosthodont*. 2010; 2: 81-7.
70. Ohyama T, Yoshinari M, Oda Y. Effects of cyclic loading on the strength of all-ceramic materials. *Int J Prosthodont*. 1999; 12: 28-37.
71. Osilo G. Flexural strength and internal defects of some dental porcelains. *Acta Odontol Scand*. 1988; 46: 313-22.
72. Oliva EA. Influência do método de processamento na resistência à flexão, tração diametral e dureza de sistemas cerâmicos [Dissertação Mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2003.

73. Oliva EA, Chaves CAL, Medeiros FRM, Cruz CAS. Resistência à flexão de porcelanas feldspáticas convencionais processadas por injeção. *Rev Odontol UNESP*. 2009; 38: 318-23.
74. Olsson KG, Fürst B, Andersson B, Carlsson GE. A long-term retrospective and clinical follow-up study of In-Ceram Alumina FPDs. *Int J Prosthodont*. 2003; 16:150–6.
75. Padmanabhan KA. Mechanical properties of nanostructured materials. *Mat Sci Eng A*. 2001; 304: 200-5.
76. Pagani C, Miranda CB, Bottino MC. Avaliação da tenacidade à fratura de diferentes sistemas cerâmicos. *J Appl Oral Sci*. 2003; 11: 69-75.
77. Pilathadka S, Vahalová D, Vosáhlo T. The zirconia: a new dental ceramic material. A novel view. *Prag Med Rep*. 2007; 108: 5-12.
78. Pierri JJ, Roslindo EB, Tomasi R, Palonne EMJA, Rigo E. Alumina/Zirconia composite coated by biomimetic method. *J Non-Cryst Sol*. 2006; 352: 5279-83.
79. Pierri JJ, Palone EMJA, Maestrelli S, Tomasi R. Dispersão de nanopartículas de ZrO_2 em Al_2O_3 visando a produção de nanocompósitos cerâmicos. *Rev Ceram*. 2005; 51: 8-12.

80. Pierri JJ. Caracterização do nanocompósito de Al_2O_3 com inclusões nanométricas de ZrO_2 visando sua aplicação como reforço em próteses odontológicas de cerâmica livre de metal. [Dissertação de mestrado]. São Carlos: Departamento de Ciência e Engenharia de Materiais da UFSCar; 2008.
81. Pollak R, Palazotto A, Nicholas T. A simulation-based investigation of the staircase method for fatigue strength testing. *Mech Mat.* 2006; 38: 1170–81.
82. Probst L. Compressive strength of two modern all-ceramic crowns. *Int J Prosthodont.* 1992; 5: 409-14.
83. Probst L, Geis-Gerstorfer J, Kirchner E, Kanjantra P. In vitro evaluation of a glass-ceramic restorative material. *J Oral Rehabil.* 1997; 24: 636-45.
84. Raigrodski AJ, Chiche GJ, Potiket N, Hochstedler JL, Mohamed SE, Billiot S, et al. The efficacy of posterior three-unit zirconium-oxide-based ceramic fixed partial dental prostheses: a prospective clinical pilot study. *J Prosthet Dent.* 2006: 237-44.
85. Reid CN, Fisher J, Jacobsen PH. Fatigue and wear of dental materials. *J Dent.* 1990; 18: 209-15.
86. Rosenblum MA, Schulman A. A review of all-ceramic restorations. *J Am Dent Assoc.* 1997; 128: 298-307.

87. Schalch MV. Resistência à flexão, resistência à tração diametral e dureza de sistemas cerâmicos para infraestrutura [Dissertação Mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2003.
88. Schalch MV. Estudo da fadiga flexural de porcelana feldspática por meio de ciclagem mecânica e método da escada [Dissertação Mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2006.
89. Shehri SA. Relative fracture toughness and hardness of dental ceramics. Saud Dent J. 2002; 14: 68-72.
90. Scherrer SS, Wiskott AH, Coto-Hunziker V, Belser UC. Monotonic flexure and fatigue strength of composites for provisional and definitive restorations. J Prosthet Dent. 2003; 89:579-88.
91. Seghi RR, Daher T, Caputo A. Relative flexural strength of dental restorative ceramics. Dent Mater. 1990; 6: 181-4.
92. Seghi RR, Sorensen JA. Relative flexural strength of six new ceramic materials. Int J Prosthodont. 1995; 8: 239-46.
93. Seghi RR, Denry IL, Rosenstiel SF. Relative fracture toughness and hardness of new dental ceramics. J. Prosthet Dent. 1995; 74: 145-50.
94. Sorensen JA, Kang SK, Torres TJ, Knode H. Ceram fixed partial dentures: Three-year clinical trial results. J Calif Dent Assoc. 1998; 26: 207-14.
95. Saunders WP. The effect of fatigue impact forces upon the retention of various designs of resin-retained bridgework. Dent Mater. 1987; 3: 85-9.

96. Souza SA. Ensaio de fadiga. In: Souza SA. Ensaio mecânicos de materiais metálicos. São Paulo: Universidade de São Paulo; 1974. p. 130-56.
97. Studart AR, Filser F, Gauckler LJ. In vitro lifetime of dental ceramics under cyclic loading in water. *Biomaterials*. 2007; 28: 2695–705.
98. Trombini V. Obtenção de nanocompósitos densos de matriz de Al_2O_3 com inclusões nanométricas de TiC, TiB_2 e NbC [Dissertação Mestrado]. São Carlos: Departamento de Ciência e Engenharia de Materiais da UFSCar; 2002.
99. Trombini V. Sinterização de nano compósitos cerâmicos [Tese de doutorado]. São Carlos: Departamento de Ciência e Engenharia de Materiais da UFSCar; 2007.
100. Twiggs SW, Fairhurst CW, Lockwood PE, Ringle RD. Cyclic fatigue of a model feldspathic porcelain. *Dent Mater*. 1995; 11: 273-6.
101. Lughì V, Sergo V. Low temperature degradation -aging- of zirconia: a critical review of the relevant aspects in dentistry. *Dent Mat*. 2010; 26: 807–20.
102. Vagkopoulou T, Koutayas SO, Koidis P, Strub JR. Zirconia in dentistry: part 1. Discovering the nature of an upcoming bioceramic. *Eur J Esthet Dent*. 2009; 4: 130-51.

103. Vult Von Steyern P, Carlson P, Nilner K. All-ceramic fixed partial dentures designed according to the DC-Zirkon technique. A 2-year clinical study. *J Oral Rehabil.* 2005; 32: 180-7.
104. Vult Von Steyern P, Jonsson O, Nilner K. Five-year evaluation of posterior all-ceramic three-unit (In-Ceram) FPDs. *Int J Prosthodont.* 2001; 14: 379-84.
105. White SN, Kang SK, Torres TJ, Knode H. Modulus of rupture of the Procera All-Ceramic System. *J Esthet Dent.* 1996; 8: 120-6.
106. Wagner WC, Chu TM. Biaxial flexural strength and indentation fracture toughness of three new dental core ceramics. *J Prosthet Dent.* 1996; 76: 140-4.
107. Walton TR. An up to 15-year longitudinal study of 515 metal-ceramic FPDs: Part 2. Modes of failure and influence of various clinical characteristics. *Int J Prosthodont.* 2003; 16: 177-82.
108. Wen MY, Mueller HJ, Chai J, Wozniak WT. Comparative mechanical property characterization of 3 all ceramic core materials. *Int J Prosthodont.* 1999; 12: 534-41.
109. Xinjie L, Qiu Y, Zhou S, Hu X, Yu G, Deng X. Preparation and properties of dental zirconia ceramics. *J Univ Sci Technol Beijing.* 2008; 15: 764-8.
110. Yilmaz H, Gul BE. Flexural strength and fracture toughness of dental core ceramics. *J Prosthet Dent.* 2007; 98: 120-8.

111. Zemp PB, Völkel T, Fischer K. Ivoclar. Vivadent AG scientific documentation IPS e.max® Press. Res Develop Sci Serv. 2011; 2: 4-20.
112. Zeng K, Odén A, Rowcliffe D. Evaluation of mechanical properties of dental ceramic core materials in combination with porcelains. Int J Prosthodont. 1998; 11: 183-9.
113. Zeng K, Odén A, Rowcliffe D. Flexure tests on dental ceramics. Int J Prosthodont. 1996; 9: 434-9.

APÊNDICE

Valores individuais para as propriedades medidas.

Tabela A - Valores (MPa) obtidos nos testes de resistência à flexão em 3 pontos para o nanocompósito experimental de Alumina (Al_2O_3) contendo 5% em volume de inclusões de Zircônia (ZrO_2), bem como a média e o desvio padrão

Corpos de prova	RF (MPa)
1	535,54
2	610,11
3	618,13
4	534,11
5	566,98
6	551,89
7	531,12
8	488,95
9	612,12
10	596,14
MÉDIA±DP	564,50±43,42

Tabela B - Valores (MPa) obtidos nos testes de resistência à flexão em 3 pontos para o material comercial IPS e.max (controle), bem como a média e o desvio padrão

Corpos de prova	RF (MPa)
1	318,35
2	412,48
3	442,69
4	431,88
5	346,87
6	397,94
7	392,83
8	351,97
9	311,36
10	388,44
MÉDIA±DP	379,48±45,49

Tabela C - Valores médios de limites de fadiga (MPa) para o nanocompósito experimental (Al_2O_3 contendo 5% em volume de ZrO_2) e o controle (IPS e.max)

Material	Média	DP	CV(%)	n	EP	IC(95%)	L.inf.	L.sup.
Experimental	282,86	7,77	3,0	14	2,08	4,48	254,37	263,34
Controle	168,75	5,66	3,4	12	1,63	3,60	165,16	172,35

Tabela D - Valores de tensão individual para cada corpo de prova do nanocompósito experimental (Al_2O_3 contendo 5% em volume de ZrO_2).

Corpos de prova	Tensão
1	338,7*
2	321,76*
3	305,67
4	321,76*
5	305,67*
6	290,39
7	305,67*
8	290,39
9	305,67
10	321,76*
11	305,67*
12	290,39
13	305,67*
14	290,39
15	305,67*
16	290,39*
17	275,87
18	290,39*
19	275,87
20	290,39
21	305,67*
22	290,39
23	305,67*
24	290,39
25	305,67*
26	290,39
27	305,67*
28	290,39
29	305,67
30	321,76*

*Houve fratura do corpo de prova

Tabela E - Valores de tensão individual para cada corpo de prova do grupo controle (IPS e.max).

Corpos de prova	Tensão
1	227,68*
2	216,27*
3	205,48*
4	195,20*
5	185,44*
6	176,17*
7	167,36*
8	159,00
9	167,36
10	176,17*
11	167,36*
12	159,00
13	167,36
14	176,17*
15	167,36*
16	159,00
17	167,36
18	176,17*
19	167,36*
20	159,00
21	167,36
22	176,17*
23	167,36
24	176,17*
25	167,36*
26	159,00
27	167,36
28	176,17
29	185,44*
30	176,17*

*Houve fratura do corpo de prova

Tabela F - Valores (GPa) obtidos nos testes de dureza Vickers para o nanocompósito experimental (Al_2O_3 contendo 5% em volume de ZrO_2), bem como as médias e os desvios padrão.

Corpos de prova	Leituras obtidas em cada quadrante	Média ($\pm$ DP)
1	17,06; 21,04; 17,76; 25,90	20,44 $\pm$ 3,03
2	16,70; 18,86; 20,17; 16,21	17,99 $\pm$ 1,85
3	21,13; 17,54; 22,39; 20,68	20,44 $\pm$ 2,06
4	15,23; 20,48; 15,34; 20,66	17,93 $\pm$ 3,05
5	17,76; 19,17; 21,55; 19,96	19,61 $\pm$ 1,58
6	20,05; 18,89; 18,33; 20,92	19,54 $\pm$ 1,16
7	20,12; 19,38; 19,56; 21,06	20,03 $\pm$ 0,75
8	20,41; 21,12; 20,34; 19,55	20,35 $\pm$ 0,64
9	19,33; 19,96; 20,54; 21,03	20,21 $\pm$ 0,73
10	20,19; 19,29; 21,08; 18,94	18,87 $\pm$ 0,96
MÉDIA$\pm$DP		19,54$\pm$0,97

Tabela G - Valores (GPa) obtidos nos testes de dureza Vickers para o material controle (IPS e.max), bem como as médias e os desvios padrão.

Corpos de prova	Leituras obtidas em cada quadrante	Média ($\pm$ DP)
1	4,78; 5,12; 4,81; 5,23	4,98 $\pm$ 0,22
2	4,55; 5,14; 4,95; 5,13	4,94 $\pm$ 0,28
3	5,12; 5,19; 4,88; 5,06	5,06 $\pm$ 0,13
4	4,66; 4,85; 5,13; 5,19	4,96 $\pm$ 0,25
5	5,03; 5,17; 5,22; 4,88	5,08 $\pm$ 0,15
6	5,21; 5,12; 4,66; 4,95	4,99 $\pm$ 0,24
7	5,12; 4,87; 5,19; 5,08	5,07 $\pm$ 0,14
8	4,75; 4,89; 5,79; 5,12	5,14 $\pm$ 0,46
9	4,77; 5,16; 5,32; 5,18	5,11 $\pm$ 0,24
10	4,56; 4,66; 5,29; 5,25	4,94 $\pm$ 0,38
MÉDIA$\pm$DP		5,03$\pm$0,77

Tabela H - Valores ($\text{MPa.m}^{1/2}$) obtidos nos testes de tenacidade para o nanocompósito experimental (Al_2O_3 contendo 5% em volume de ZrO_2), bem como as médias e os desvios padrão

Corpos de prova	Média ($\pm$ DP)
1	$3,43 \pm 1,21$
2	$4,05 \pm 1,90$
3	$3,32 \pm 0,64$
4	$4,37 \pm 1,06$
5	$3,88 \pm 0,94$
6	$3,32 \pm 0,89$
7	$3,76 \pm 1,04$
8	$4,10 \pm 0,94$
9	$3,84 \pm 1,02$
10	$3,21 \pm 1,03$
Média $\pm$DP	$3,72 \pm 0,43$

Tabela I - Valores ($\text{MPa.m}^{1/2}$) obtidos nos testes de tenacidade para o material controle (IPS e.max), bem como as médias e os desvios padrão

Corpos de prova	Média ($\pm$ DP)
1	1,73 $\pm$ 0,07
2	2,05 $\pm$ 0,12
3	1,54 $\pm$ 0,04
4	1,49 $\pm$ 0,06
5	1,43 $\pm$ 0,06
6	1,98 $\pm$ 0,04
7	2,03 $\pm$ 0,15
8	1,79 $\pm$ 0,18
9	2,05 $\pm$ 0,23
10	1,75 $\pm$ 0,18
Média $\pm$DP	1,78$\pm$0,24

Tabela J - Valores (MPa) obtidos nos testes de compressão diametral para o nanocompósito experimental (Al_2O_3 contendo 5% em volume de ZrO_2) em função da temperatura de sinterização, bem como as médias e os desvios padrão

Corpos de prova	Temperaturas de sinterização (°C)			
	1200	1300	1400	1500
1	9,56	34,37	157,50	241,02
2	7,37	37,73	190,59	210,52
3	16,89	51,32	97,01	230,78
4	6,92	29,79	119,03	236,21
5	13,92	18,03	141,21	234,47
6	14,47	29,95	142,20	233,87
7	10,32	34,82	145,12	224,82
8	16,04	37,83	115,73	237,69
9	10,13	34,67	145,36	237,45
10	8,38	36,07	124,05	168,07
Média ±DP	11,40±3,63	34,46±8,30	137,78±25,84	225,49±21,98

Tabela K - Valores* ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$) obtidos nos testes de tenacidade para o nanocompósito experimental (Al_2O_3 contendo 5% em volume de ZrO_2) em função da temperatura de sinterização, bem como as médias e os desvios padrão

Corpos de prova	Temperaturas de sinterização (°C)			
	1200	1300	1400	1500
1	1,09	1,33	1,86	3,43
2	1,12	1,36	1,72	4,05
3	1,03	1,21	1,94	3,32
4	1,12	1,19	1,88	4,37
5	0,88	1,35	1,72	3,8
6	1,03	1,16	1,61	3,32
7	1,11	1,2	1,58	3,76
8	1,08	1,19	1,68	4,1
9	1,01	1,25	1,66	3,84
10	1,05	1,37	1,84	3,21
Média ±DP	1,05±0,1	1,26±0,15	1,75±0,36	3,72±0,43

*Calculados utilizando-se o módulo Elástico ajustado pela equação de porosidades¹⁵.

Tabela L - Valores (GPa) obtidos nos testes de dureza para o para o nanocompósito experimental (Al_2O_3 contendo 5% em volume de ZrO_2) em função da temperatura de sinterização, bem como as médias e os desvios padrão

Corpos de prova	Temperaturas de sinterização (°C)			
	1200	1300	1400	1500
1	2,44	4,19	8,66	20,44
2	2,65	4,13	8,56	17,99
3	2,01	3,79	9,46	20,44
4	2,06	4,35	7,35	17,93
5	2,68	4,39	7,39	19,61
6	2,54	4,12	8,77	19,54
7	2,76	4,42	8,15	20,03
8	2,11	4,44	8,77	20,35
9	2,12	3,54	8,89	20,21
10	2,17	3,85	7,46	18,87
Média ±DP	2,35±0,28	4,12±0,56	8,35±0,88	19,54±0,87

DECLARAÇÃO

Os autores deste trabalho declaram que não apresentam nenhum tipo de conflito de interesse que possa comprometer os dados aqui contidos.

É O AUTOR, NÃO AUTORES

Autorizo a reprodução deste trabalho.
(Direitos de publicação reservado ao autor)

Araraquara, 29 de julho de 2011.

JULIANO DE PIERRI