



UNESP - UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE ARARAQUARA



MARTÍN ANTÚNEZ DE MAYOLO KREIDLER

**CARACTERIZAÇÃO DA INFLUÊNCIA DO
TIPO DE SINTERIZAÇÃO NA COMPOSIÇÃO
QUÍMICA, RESISTÊNCIA À FLEXÃO E
DUREZA DE BLOCOS CERÂMICOS PARA
CAD/CAM**

Araraquara
2008

UNESP - UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE ARARAQUARA

MARTÍN ANTÚNEZ DE MAYOLO KREIDLER

CARACTERIZAÇÃO DA INFLUÊNCIA
DO TIPO DE SINTERIZAÇÃO NA
COMPOSIÇÃO QUÍMICA,
RESISTÊNCIA À FLEXÃO E DUREZA
DE BLOCOS CERÂMICOS PARA
CAD/CAM

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação
em Ciências Odontológicas - Área de Dentística
Restauradora, da Faculdade de Odontologia de
Araraquara, da Universidade Estadual Paulista, para
obtenção do título de Doutor.

Orientador: **Prof. Dr. Osmir Batista de Oliveira Jr.**

Araraquara
2008

UNESP - UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE ARARAQUARA

MARTÍN ANTÚNEZ DE MAYOLO KREIDLER

CARACTERIZAÇÃO DA INFLUÊNCIA
DO TIPO DE SINTERIZAÇÃO NA
COMPOSIÇÃO QUÍMICA,
RESISTÊNCIA À FLEXÃO E DUREZA
DE BLOCOS CERÂMICOS PARA
CAD/CAM

COMISSÃO JULGADORA
TESE PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE DOUTOR

Presidente e Orientador: Osmir Batista de Oliveira Júnior

2º Examinador: Paulo Francisco César

3º Examinador: Leonardo Buso

4º Examinador: Carlos Alberto dos Santos Cruz

5º Examinador: José Roberto Curry Saad

Araraquara, 18 de Setembro de 2008.

DADOS CURRICULARES

MARTÍN ANTÚNEZ DE MAYOLO KREIDLER

NASCIMENTO	30 de Agosto de 1976, em Lima – Peru
FILIAÇÃO	Santiago Lorenzo Antúnez de Mayolo Arangoitia Carmen Gloria Kreidler de Antúnez de Mayolo
1994 – 1999	Graduação em Odontologia pela Faculdade de Odontologia da Universidade Federal do Pará – UFPa
2001 – 2003	Especialização em Dentística Restauradora pela Associação Paulista de Cirurgiões Dentistas – APCD / Araraquara – SP
2003 - 2004	Pós-Graduação em Dentística Restauradora, Nível de Mestrado, Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP
2005 - 2008	Pós-Graduação em Clínica Odontológica (Dentística Restauradora), Nível de Doutorado, Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP

Dedico este trabalho
aos meus pequenos filhos
GABRIEL & KAREN,
e a minha querida esposa ***MAURA.***

Agradecimentos Especiais

A ***Deus***, pela vida e oportunidades concedidas.

Aos ***meus pais Santiago e Carmen***,
pelo seu amor infinito, paciência e apoio incondicional para realizar todos
os meus sonhos.

Aos ***meus irmãos Percy, Raúl e Milagros***, pela ajuda
oferecida nos momentos oportunos.

Ao meu Orientador ***Osmir***, pelos constantes ensinamentos, confiança
depositada e agradável convivência.

Agradecimentos

À **Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP**, em especial ao **curso de pós-graduação em Dentística Restauradora**, por ter me dado a oportunidade de realizar este curso de Doutorado.

Aos Professores da Faculdade de Odontologia de Araraquara **Maria Salete Machado Cândido, Welington Dinelli, Sizenando Porto Neto, Marcelo Ferrarezi de Andrade, José Roberto Cury Saad, Osmir Batista de Oliveira Jr., Carlos Alberto de Souza Costa, Rosane Lizarelli, Patrícia Garcia, Leonor Loffredo e Sônia Maria Grego**, pelos conhecimentos transmitidos.

Aos colegas de Doutorado **André Afif, Adriana Silva, Adriano Mendonça, Caroline de Deus, Darlon Lima, Elidio Neto, Hugo Alvin, Patrícia dos Santos**, pelos momentos de alegria compartilhados.

Ao **Prof. Luís Geraldo Vaz**, do departamento de Materiais Odontológicos e Prótese da Faculdade de Odontologia de Araraquara, pelo auxílio e orientação para a realização do ensaio de flexão.

Ao **Prof. Antônio Carlos Guastaldi**, do Instituto de Química da UNESP, pela ajuda na interpretação dos resultados da MEV e EDS.

Ao **Diego Davi Coimbrão**, do Departamento de Engenharia de Materiais da UFSCAR, pela ajuda na confecção e interpretação dos gráficos de DRX.

Ao **Prof. Dr. Romeu Magnani**, pela avaliação e interpretação estatística.

Aos funcionários da biblioteca da Faculdade de Odontologia de Araraquara, em especial a **Profa. Maria Helena Matsumoto Leves** e a **Ceres Maria Galvão de Freitas**, pelas correções bibliográficas.

Aos funcionários da pós-graduação da Faculdade de Odontologia de Araraquara, **Mara Cândida Munhoz do Amaral, Rosangela Aparecida Silva dos Santos, Flavia Souza de Jesus, José Alexandre Garcia**, pela disponibilidade e atenção na resolução dos problemas.

A **PROAP** pelo apoio financeiro concedido para a compra de materiais, indispensáveis para a realização deste trabalho.

A **CAPES** pelo apoio financeiro concedido (bolsa de doutorado - demanda social), indispensável para a minha manutenção em Araraquara.

E a **Todos** aqueles que direta ou indiretamente contribuíram para o desenvolvimento deste trabalho.

SUMÁRIO

Resumo	09
Abstract	12
Introdução	15
Revisão da literatura	22
Proposição	90
Material e Método	92
Resultado	111
Discussão	149
Conclusão	160
Referências	162
Anexo	171

RESUMO

Kreidler MAM. Caracterização da influência do tipo de sinterização na composição química, resistência à flexão e dureza de blocos cerâmicos para CAD/CAM [Tese de Doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2008.

Resumo

O propósito deste trabalho foi a caracterização da influência do tipo de sinterização na composição química, resistência à flexão e dureza de blocos cerâmicos para CAD/CAM. Foram selecionados quatro tipos de blocos cerâmicos e distribuídos nos seguintes grupos de trabalho, segundo o tipo de sinterização a ser realizada: Grupo G1 - In-Ceram[®] Alumina / fase líquida; Grupo G2 - In-Ceram[®] AL / fase sólida; Grupo G3 - In-Ceram[®] Zircônia / fase líquida; Grupo G4 - In-Ceram[®] YZ / fase sólida. Todos os blocos cerâmicos foram cortados em forma de barra, com dimensões finais de 25 x 5 x 2 mm após sinterização. Os corpos-de-prova selecionados foram submetidos aos ensaios de resistência à flexão em três pontos e dureza superficial Vickers. Também foram realizadas avaliações por EDS, DRX, MEV; e comparações com suas respectivas amostras verdes. Os resultados, submetidos à análise estatística mostraram que a média da resistência à flexão do grupo G1 (351,7 MPa) e grupo G3 (356,3 MPa), foram significativamente menores que as do

grupo G2 (421,9 MPa) e grupo G4 (758,4 MPa); assim também como todas as médias de dureza foram significativamente diferentes, sendo as do grupo G2 (1.936,6 HV 1/30) e G4 (1.321,4 HV 1/30) maiores, quando comparadas com as do grupo G1 (1.173,3 HV 1/30) e G3 (1.094,6 HV 1/30). Conclui-se, que a sinterização via fase sólida demonstrou ser mais eficiente para se obter densificação máxima dos compostos cerâmicos, resultando em elevados valores de resistência à flexão e dureza.

Palavras-chave: Cerâmica; Porcelana dentária; Compactação.

ABSTRACT

Kreidler MAM. Characterization of the influence of type sintering in the chemical composition, flexural strength and hardness of ceramic blocks for CAD / CAM [Tese de Doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2008.

Abstract

The aim of this study was to characterize the influence of the sintering type in the chemical composition, flexural strength and hardness of an alumina-reinforced ceramics system for CAD/CAM. Four type of ceramic blocks were selected and distributed according to the type of sintering to be performed: Group G1 - In-Ceram[®] Alumina / liquid state; Group G2 - In-Ceram[®] AL / solid state; Group G3 - In-Ceram[®] Zircônia / liquid state; Group G4 - In-Ceram[®] YZ / solid state. All the ceramic blocks were cut in bar shape with dimensions of 25 x 5 x 2 mm after sintering. The selected specimens were submitted to the three-point bending test and to the Vickers hardness test method. Additionally, evaluations were carried out by EDS, XRD, SEM, and comparisons with their green samples. The results, after statistical analysis, show that the average flexural strength of group G1 (351.7 MPa) and group G3 (356.3 MPa) were significantly lower than those of group G2 (421.9 MPa) and group G4 (758.4 MPa); as well as all hardness averages were significantly different, being higher for group G2 (1.936,6 HV 1/30) and G4 (1.321,4 HV 1/30),

when compared to group G1 (1.173,3 HV 1/30) and G3 (1.094,6 HV 1/30). It was concluded that the solid state sintering proved to be more efficient to obtain maximum densification of reinforced ceramics, resulting in high values of flexural strength and hardness.

Keywords: Ceramics, Dental Porcelain, Compaction.

INTRODUÇÃO

Introdução

Atualmente, a utilização de restaurações cerâmicas tem se constituído na principal opção de tratamento para reconstrução das estruturas dentárias extremamente comprometidas, devido a isso, a cada ano novos materiais e métodos de processamento cerâmico estão sendo desenvolvidos. Esta evolução permite a obtenção de materiais cerâmicos com propriedades que simulam mais apropriadamente a aparência dos dentes naturais, bem como restaurações com adequadas propriedades físicas, resistência ao desgaste, estabilidade de cor e biocompatibilidade^{2,14,50}.

A utilização de cerâmicas para uso odontológico, iniciou-se há mais de 200 anos, quando o dentista francês De Chemant, em associação com o farmacêutico Aléxis Duchateau, preocupado com as próteses confeccionadas com dentes de animais, as substituiu por dentes cerâmicos buscando uma melhora na estética². Pouco depois, em 1838, John Murphy obteve a primeira restauração em porcelana, desenvolvendo a técnica da lâmina de platina. Entretanto, a aceitação mundial das próteses em cerâmica só foi obtida no início da década de 1960, com a introdução do primeiro sistema metalo-cerâmico realizado com sucesso^{14,50}. Neste sistema, a cerâmica convencional à base de feldspato (SiO_2 Al_2O_3 Na_2O e variadas quantidades de K_2O) apresentava baixa

resistência à flexão (60 – 70 MPa)^{2,50} e tinha que ser associada a infra-estruturas de ligas metálicas, perdendo em estética, uma vez que o metal interferia na reflexão da luz. Este fato estimulou o desenvolvimento de sistemas totalmente cerâmicos, o que permitiu a confecção de próteses com maior resistência, sem a utilização de metal^{2,53}.

O desenvolvimento de sistemas restauradores totalmente cerâmicos, iniciou-se na década de 60, quando McLean, Hughes³⁶ desenvolveram a porcelana feldspática reforçada com óxido de alumínio. Esta é composta por maior quantidade de cristais de alumina (50% em massa), obtendo um alto módulo de elasticidade e uma maior resistência à flexão (180 MPa) em relação às porcelanas feldspáticas convencionais³⁷. Em 1968, entrou no mercado um novo tipo de cerâmica reforçada por cristais de fluormica tetrasilica ($K_2Mg_5SiO_2OF_4$), apresentando resistência à flexão variando entre 127 MPa e 239 MPa^{16,41,54,55}. Este material, denominado Dicor (Dentsply), caracterizava-se pela nova técnica de processamento de injeção da cerâmica por centrifugação em um molde refratário obtido pelo método da cera perdida^{41,55}.

Nas décadas seguintes, continuaram surgindo novos sistemas cerâmicos reforçados e com diferentes técnicas de processamento. Em 1989, segundo Magne, Belser³⁵, foi definida a

técnica da dupla sinterização (Slip Casting), que logo foi melhorada pelo francês Sadoun para a produção de infra-estruturas altamente resistentes³⁵, dando origem ao sistema In-Ceram® (VITA Zahnfabrik H. Rauter GmbH & Co KG, Bad Säckingen - Germany) que proporciona resistência à flexão de aproximadamente 430 MPa^{19,29,35,55,56,69}.

A partir dessa data, a substituição de restaurações metálicas por cerâmicas de alto desempenho mecânico se mostrou, portanto, muito promissora. Com tudo a baixa confiabilidade destes materiais, tornou-se um obstáculo a sua aplicação rotineira, pela dificuldade em manter uma adequada reprodutibilidade em escala industrial^{5,38}. Esta baixa reprodutibilidade, caracterizada pelo grande espalhamento nos valores das resistências mecânica dos materiais cerâmicos, está diretamente relacionada, entre outras, com as suas características micro-estruturais, químicas (composição e homogeneidade) e físicas (distribuição de tamanho e forma de grãos e de poros).

Como o objetivo era obter uma cerâmica sinterizada densa e homogênea e diminuir tanto a quantidade quanto o tamanho dos defeitos a fim de garantir a confiabilidade e reprodutibilidade de suas propriedades no desempenho do produto cerâmico final, as cerâmicas de alumina, preferencialmente na sua forma cristalina mais estável chamada de alfa (α -Al₂O₃), destacaram-se, pois apresentam propriedades físico-químicas

que possibilitam uma larga escala de aplicações, devido a suas boas propriedades mecânicas (resistência à flexão e dureza), químicas (resistência à maioria dos reagentes químicos orgânicos e inorgânicos) e térmicas (temperatura de fusão alta)⁴⁶. Recentemente, também ganhou destaque à cerâmica de zircônia tetragonal policristalina que apresenta um aumento na sua resistência mecânica, quando submetida à ação de uma força externa aplicada na temperatura ambiente^{5,38,46}.

Entre as diferentes formas para se obter cerâmicas com valores de parâmetros de propriedades mecânicas altas, a adição de uma segunda fase se mostra muito promissora^{5,38}. Estes tipos de materiais são conhecidos como compósitos cerâmicos e um exemplo é a utilização de partículas de zircônia em uma matriz de alumina que proporciona não apenas o aumento da tenacidade à fratura como também o aumento na tensão de ruptura deste tipo de material; mas nada disso seria possível sem o aprimoramento da técnica de processamento de pós cerâmicos; pois o correto processamento de pós é fundamental para a obtenção de peças cerâmicas altamente resistentes.

O objetivo deste processamento é a obtenção de pós finos de alta reatividade, atingindo uma densificação máxima durante a etapa de sinterização, e proporcionando assim, uma quantidade mínima de defeitos micro-estruturais na cerâmica^{5,57}. O processamento de pós é

feito por etapas, sendo elas: 1) Preparação de mistura; 2) secagem; 3) calcinação; 4) compactação e conformação e 5) sinterização.

A sinterização das cerâmicas é normalmente realizada em fornos elétricos, a resistência ou indução (fornos geralmente a vácuo); onde o objetivo principal é realizar uma forte união entre as partículas do pó inicial, por ativação térmica⁵⁷. O processo de sinterização ocorre em temperaturas abaixo do ponto de fusão do material; caso contrário seria fusão simples, e é mais comum que aconteça através do transporte de átomos por difusão; processo que é denominado sinterização via fase sólida ou sinterização no estado sólido; assim também como através da formação de uma fase líquida, gerada a partir de aditivos que se fundem em temperaturas inferiores à da temperatura de sinterização do material da matriz, ativando outros mecanismos de difusão atômica ou mesmo reações químicas termicamente ativadas^{57,58}. Como resultado os grãos de material da matriz são unidos entre si pela fase líquida (que se transforma em vidro durante o resfriamento). Este processo é chamado sinterização por fase líquida.

Sendo assim, as primeiras cerâmicas para uso odontológico que apresentam diferentes formas de processamento são do sistema In-Ceram® (VITA Zahnfabrik H. Rauter GmbH & Co KG, Bad Säckingen - Germany), que inicialmente, foram comercializadas para conformação

pela técnica de slip casting (barbotina), com posterior sinterização via fase líquida (vítrea por infiltração), em baixa temperatura; e recentemente, estão comercializando no mercado Odontológico cerâmicas parcialmente sinterizadas, conformadas pela técnica de compactação, resultando em blocos cerâmicos de alta densidade e homogeneidade para utilização em sistemas computadorizados (CAD/CAM) e posterior sinterização via fase vítrea por infiltração ou via fase sólida em alta temperatura, sendo a caracterização de estes materiais objeto de estudo do presente trabalho.

REVISÃO DA LITERATURA

Revisão da literatura

McLean, Hughes³⁶ (1965) desenvolveram o método de dispersão do estresse pela incorporação de compostos cristalinos dentro da matriz vítrea de uma porcelana; e foram os primeiros em aplicá-lo como técnica para reforço de cerâmicas dentais. O sistema por eles desenvolvido utilizava um material base contendo uma alta proporção de partículas de alumina dentro de uma matriz vítrea feldespática.

Em 1988, Oilo⁴¹ tentou descobrir se existia alguma relação entre as porosidades presentes nas superfícies de materiais cerâmicos com a resistência flexural das mesmas; e para tal realizou uma pesquisa onde mediu a resistência à flexão, número, tamanho e forma de porosidades presentes em sete diferentes porcelanas dentais. Os resultados mostraram valores de resistência à flexão de 100 MPa para os materiais cimentados ao metal; 116 MPa para as porcelanas tradicionais com alumina (NBK 1000, Vitadur N), 150 MPa para as novas porcelanas com alta concentração de alumina (Vita Hi Ceram, Cerestone), e 240 MPa para a cerâmica vítrea fundida (Dicor). A média do diâmetro das porosidades foi de aproximadamente 10 micrômetros em todas exceto para a Dicor, que apresentou média de porosidades de 1 micrômetro. A média da seção transversal das áreas ocupadas pelos poros foi menor que 10% para quase todas as porcelanas exceto para a Vitadur N e

Cerestone, que apresentaram 17,5% e 32,5% respectivamente. O autor conclui afirmando que, não foi encontrada nenhuma relação entre a resistência à flexão e a quantidade de porosidades ou seção transversal da área que elas possam ocupar.

Ban, Anusavice⁴ (1990) estudaram a influência do método de teste na falha por estresse dos materiais dentais friáveis. Foram utilizados ensaios de: flexão bi-axial, 4 pontos e tensão diametral para mensurar a falha de quatro materiais friáveis (cimento de fosfato de zinco; porcelana feldespática de corpo; porcelana feldespática opaca e resina composta foto-polimerizável). 10 corpos de prova em forma de disco foram confeccionados para cada grupo. Os resultados evidenciaram que a média de resistência da porcelana opaca nos testes foram de 75,6 MPa; 52,4 MPa e 23,8 MPa, e da porcelana de corpo foi de 52,4 MPa 48,4 MPa 22,4 MPa. Os valores do teste de flexão em 4 pontos para a porcelana opaca foram significativamente inferiores, quando comparado aos valores médios obtidos pelo teste bi-axial. O teste de resistência diametral foi significativamente menor do que a resistência à flexão bi-axial. Estes resultados demonstraram que a resistência do material não depende somente dos fatores geométricos, mas também das condições do preparo e de como são submetidas as amostras.

Nono³⁸ (1990) teve como objetivo, na sua tese de doutorado, desenvolver e caracterizar as cerâmicas de ZrO_2 tetragonal poli cristalina e estabilizada com CeO_2 (cerâmicas Ce-TZP), consideradas candidatas em aplicações como cerâmicas estruturais com alto desempenho. Foram estudadas varias técnicas de preparação de pós cerâmicos, visando uma maior confiabilidade e reprodutibilidade das propriedades mecânicas das cerâmicas Ce-TZP. Estas cerâmicas foram fabricadas a partir de pos com diferentes teores de CeO_2 ; utilizando mistura mecânica de óxidos de Ce e Zr e técnicas não convencionais de obtenção de pós (co-precipitação de hidróxidos). Este estudo mostrou que as características químicas e físicas dos pós influenciaram decisivamente na qualidade da microestrutura da cerâmica sintetizada final. As propriedades mecânicas das cerâmicas sintetizadas mostraram claramente a dependência ao teor de CeO_2 , da microestrutura e da quantidade de fase tetragonal transformada para fase monoclinica sob tensão aplicada. algumas cerâmicas Ce-TZP desenvolvidas apresentaram resistência mecânica comparáveis ao publicado.

Piorino⁴⁶ (1990) estudou as variáveis que afetam a avaliação do modulo de ruptura em ensaio da flexão em três e quatro pontos com espaços de 27 e 40 mm respectivamente. Foram estudadas, no ensaio de flexão, variáveis como: o volume de material, ensaio, a geometria, configuração, atmosfera e velocidade de ensaio, além do acabamento

superficial. Os módulos de ruptura e Weibull foram usados juntamente com a análise fractográfica para avaliar os resultados obtidos. O autor concluiu que o ensaio de flexão é prático, confiável, e que o ensaio em 4 pontos, por expor o corpo-de-prova a uma maior região de momento fletor máximo e minimizar o efeito das tensões de contato, deve ser preferida em relação ao ensaio em três pontos.

Também em 1990, Seghi et al.⁵⁴ realizaram um trabalho com o propósito de avaliar a resistência à flexão em três pontos de dez diferentes marcas de cerâmicas dentais. Os grupos de trabalho foram compostos por quatro cerâmicas feldespáticas convencionais de baixa fusão (Excelco, Ceramco II, Vitadur-N e Vita VMK68); duas reforçadas com alumina (Vitadur-N e HiCeram); duas vítreas a base de sílica (Dicor e Mirage); uma a base de sílica reforçada com fibra (Opec) e uma experimental de composição desconhecida (Ceranite). Os resultados da investigação indicaram a existência de diferenças significantes entre os valores de resistência à flexão dos diversos materiais testados. Os autores concluem que o processo de controle da cristalização e o reforço com alumina aparenta ser adequado para melhorar a resistência à flexão das cerâmicas dentais.

Pröbster⁴⁷ (1992) estudou a resistência à fratura dos sistemas cerâmicos In-Ceram Alumina (Vita) e IPS-Empress (Ivoclar)

confeccionando seis coroas para o sistema In-ceram e doze para o IPS-Empress (seis para a técnica da caracterização e seis para a estratificada). Essas coroas foram obtidas com medidas padronizadas a partir de um troquel metálico de cobalto-cromo, com ombro de 1mm de largura, simulando um incisivo central superior. O processo de confecção dos corpos-de-prova In-Ceram e IPS-empress foi realizado de acordo com as recomendações dos fabricantes. Para o grupo controle, foram utilizadas coroas metalo-cerâmicas de níquel-cromo (Wiron 88) cobertas com a porcelana Vita VMK 68 (Vita). Os corpos-de-prova foram fixados no troquel de cromo-cobalto com cimento de fosfato de zinco (Havard Cement); trinta minutos após a cimentação, as coroas de cerâmica foram submetidas ao ensaio de resistência à fratura, com uma ponta esférica de 5 mm de diâmetro posicionada no centro do corpo-de-prova, a uma velocidade de 0,5 mm/min. O autor observou que não houve diferenças estatísticas entre as coroas totalmente cerâmicas (In-Ceram, 946,3N; IPS-Empress técnica extrínseca, 814,1N e IPS-Empress técnica estratificada, 750,6N); Já a resistência das coroas metalo-cerâmicas (1494,1N) foi estatisticamente superior em relação às coroas totalmente cerâmicas. Com isso o autor concluiu que os dois sistemas cerâmicos estudados apresentavam valores de resistência adequados para serem usados clinicamente.

Anderson, Odén¹ (1993) descreveram um método de fabricação de infra-estruturas altamente sinterizadas com alumina de alta pureza para coroas de porcelana. O método relatado pelos autores tomava em consideração a contração de sinterização da alumina, permitindo dessa forma a produção individual de infra-estruturas altamente sinterizadas com alumina de alta pureza, que é um material implantado bio-compatível. A alumina utilizada pelos autores tinha densidade, tamanho de partículas e resistência à flexão dentro dos limites requeridos pela norma ISO 6474 de 1981 (implantes para cirurgia, materiais cerâmicos baseados em alumina).

White et al.⁷¹ (1994) com propósito de determinar o módulo de ruptura da subestrutura com porcelana feldespática convencional, testaram dois sistemas: Cerâmica prezável / Porcelana feldespática (Dicor MGC / Vitadur) e alumina reforçada / porcelana feldespática (In-Ceram / Vitadur N). Foram confeccionados dez espécimes por grupo de forma retangular com dimensões de 20 x 5 x 1 mm. A seguir, foram submetidos a um teste de flexão de três pontos, utilizando uma velocidade de 1,25 mm/min a uma distância de 10 mm entre os apoios. Os valores médios aproximados dos módulos de ruptura foram Dicor (DC) – 250 MPa, Vitadur (VDN) – 80 MPa, In-Ceram Alumina (IC) – 510 MPa, VDN/CD – 150 MPa, VDN/IC – 340 MPa. Os resultados evidenciaram uma diferença estatisticamente significativa entre os grupos. Os autores

concluíram que próteses confeccionadas com infra-estrutura resistente recoberta com porcelana feldespática podem ser susceptíveis a falha, quando a porcelana feldespática é submetida à força de tração.

Carrier, Kelly⁸ (1995) realizaram um estudo in vitro, com o propósito de avaliar o comportamento da fratura de dois diferentes tipos de estrutura In-Ceram Alumina: com ou sem fina camada de excesso de infiltrado vítreo na superfície da infra-estrutura. A metodologia dos grupos de coras em forma de incisivo com recobrimento cerâmico: Grupo 1) com o excesso de infiltrado vítreo removido da infra-estrutura e, grupo 2) com uma fina camada de 0,1 a 0,3 mm de excesso de vidro remanescente na infra-estrutura. As coroas foram submetidas ao teste de resistência à compressão numa superfície plana a uma velocidade de 0,5 mm/min. Todas as superfícies foram analisadas por meio de microscopia eletrônica de varredura. Os resultados mostraram que a carga da fratura foi significativamente maior para as coroas que tinham excesso de vidro; com isso os autores concluíram que o excesso de infiltrado vítreo não diminuiu a resistência da infra-estrutura de In-Ceram Alumina.

Giordano et al.²² (1995) compararam a resistência à flexão em quatro pontos, dos sistemas In-Ceram (Vita); Dicor (Dentsply), e a cerâmica feldespática VMK-68 (Vita). O sistema In-Ceram foi avaliado em três grupos: 1) In-Ceram Alumina sem infiltrado de vidro; 2) In-Ceram

Alumina com infiltrado de vidro e 3) vidro do In-Ceram isoladamente. Foram confeccionados 15 corpos-de-prova em forma de barra, para cada grupo do sistema, com dimensões de 30 mm x 3 mm x 3 mm. Os corpos-de-prova para o sistema Dicor foram obtidos a partir de padrões de cera com as mesmas dimensões citadas para os grupos anteriores. Estes padrões foram incluídos em revestimentos, a cera foi eliminada e a cerâmica fundida e aplicada no molde de revestimento formado; 15 corpos-de-prova receberam polimento com pastas diamantadas de diferentes granulações e outros 15 não foram polidos. Os 15 corpos-de-prova da porcelana feldespática VMK-68 foram obtidos a partir de um molde de alumínio com as mesmas dimensões citadas, e sintetizados de 600°C a 930°C por 6 minutos. Todos os corpos-de-prova foram testados com velocidades de 0,25 mm/min e *span* de 10 mm. Os resultados obtidos foram os seguintes: para o grupo 1) 18,39 MPa; para o grupo 2) 236,15 MPa; para o grupo 3) 76,53 MPa; para os Dicor sem polimento: 71,5 MPa; para os Dicor com polimento: 107,8 MPa e 96,74 para a VMK-68. A resistência à flexão do grupo 2 foi 2,5 vezes maior em relação ao sistema Dicor polido e de 3 vezes maior em relação a porcelana feldespática. Os autores atribuíram o aumento da resistência à flexão do grupo 1, para o grupo 2 ao infiltrado de vidro, diminuindo as porosidades do material. Além disso, o contato entre os cristais de alumina e o vidro previne a propagação da fratura, aumentando a resistência do material. A resistência à flexão do Dicor polido foi maior em relação ao mesmo

material não polido, pois o processo de polimento remove a camada superficial que contém inúmeros poros e defeitos que agem como iniciadores de fraturas, prejudicando a resistência do material. Os autores concluíram que o In-Ceram é o sistema totalmente cerâmico, mais resistente para procedimento restauradores.

Seghi et al.⁵⁵ (1995) selecionaram a técnica de endentação para determinar a resistência à fratura e dureza de diversas porcelanas dentais recentemente introduzidas no mercado e as compararam com as porcelanas feldespática tradicionais. Onze cerâmicas dentais foram avaliadas: Soda Line Glass (Hungh Courtwright); Vita VMK 68 (Vita); Excelco (Excelco Int.); Cerinate (Den-Mat Corp.); Mirage II (Myron Int. Inc.); Mark II (Vita); Optec H.S.P. (Jeneric / Pentron Inc.); IPS Empress (Ivoclar); Dicor (Dentsply); Dicor MGC (Dentsply); Vitadur N (Vita); In-Ceram (Vita). Os resultados demonstraram que a cerâmica reforçada com alumina apresentou maior valor de resistência à fratura, enquanto os outros materiais resultaram em valores mais moderados, mas estatisticamente significantes comparados com as porcelanas feldespática. Os valores de dureza dos materiais cerâmicos com melhor resistência a fratura foram substancialmente maiores ou menores do que o grupo controle e surgiu uma ausência de correlação direta entre estas duas propriedades. Os autores concluíram que várias das novas cerâmicas exibiram uma resistência à fratura significativamente maior que

as convencionais de feldspato; que o In-Ceram apresentou substancial aumento na resistência à fratura quando comparado com as outras cerâmicas; que a alumina resultou ser a fase mais efetiva quanto à resistência; e que a seleção do material restaurador apropriado depende da aplicação clínica e requer consideração de várias propriedades físicas incluindo a resistência à fratura.

Seghi, Sorensen⁵⁶, em 1995, avaliaram a resistência à flexão de três pontos das cerâmicas Mark II (Vita), IPS-Empress (Ivoclar), Dicor MGC (Dentsply), In-Ceram Alumina (Vita), In-Ceram Spinell (Vita) e In-Ceram Zircônia (Vita). Como grupo controle foi utilizada a cerâmica sem reforço cristalino, Soda-Lime Glass e a porcelana feldespática reforçada com leucita VMK 68 (Vita). Apenas o IPS-Empress apresentou dois grupos, sendo um com apenas polimento da superfície e o outro com glaze. Foram observadas diferenças significativas, estando os materiais dispostos na seguinte ordem decrescente: In-Ceram Zircônia (603,7 MPa), In-Ceram Alumina (446,42 MPa), In-Ceram Spinell (377,92 MPa), Dicor MGC (228,88 MPa), IPS-Empress glazeado (127,67 MPa), Mark II (121,67 MPa), IPS-Empress polido (97,04 MPa), Soda-Lime Glass (92,24 MPa) e VKM 68 (70,78 MPa). Através dos resultados, a cerâmica In-Ceram Zircônia apresentou os maiores valores de resistência à flexão, sendo o grupo controle menos resistente, que todas as cerâmicas testadas.

Em 1996, Denry¹⁴ publicou um artigo onde deu a conhecer os avanços dos novos materiais e procedimentos disponíveis para a confecção de restaurações cerâmicas puras de porcelana. Na primeira parte do artigo resume conceitos básicos de cerâmicas dentais e os métodos utilizados para aumentar a resistência à fratura. Na segunda parte fala sobre os novos materiais e as técnicas de processamento utilizadas para a confecção de restaurações cerâmicas puras de porcelana assim como das suas propriedades mecânicas. Finalmente, o autor apresenta um resumo com os registros disponíveis dos valores de resistência à flexão dos materiais cerâmicos puros de porcelana.

Scherrer et al.⁵³ (1996) avaliaram a resistência à fratura de molares hígidos extraídos e de três coroas de cerâmica pura: 1. porcelana feldespática Ceramco (Johnson & Johnson), 2. Cerâmica reforçada fluormica tetrasilica Dicor (Dentsply), 3. Cerâmica reforçada com alumina In-Ceram (Vita). Foram utilizados 90 terceiros molares extraídos de tamanho similares. Destes, 40 foram preparados para receberem coroas totais de cerâmica pura, sendo 20 coroas de cerâmica feldespática, 10 de In-Ceram e 10 do sistema Dicor. Todas as coroas foram cimentadas com cimento resinoso Dicor Light-activated Opaque Cement (Dentsply), com exceção de 10 coroas de cerâmica feldespática, que foram cimentadas com cimento de fosfato de zinco. Após cimentação das coroas foi realizado o teste de fratura com velocidade 0,5mm/min. Os resultados

mostram resistência de 2,62 KN para dentes naturais; 2,06 KN para as coroas In-Ceram; 1,56 KN para o sistema Dicor; 1,28 KN e 0,99 KN para as coroas de cerâmica feldespática cimentadas com cimento resinoso e fosfato de zinco, respectivamente. Os autores concluíram que: (1) os diversos tipos de coroas de cerâmica pura apresentam uma resistência significativamente menor em relação ao dente natural. (2) Todas as coroas cimentadas com cimento resinoso apresentam resistência maior em relação a cerâmica feldespática cimentada com cimento de fosfato de zinco e (3) O sistema In-Ceram apresentou a maior resistência à fratura dos sistemas cerâmicos estudados.

Wagner, Chu⁶⁷ (1996) avaliaram a resistência à flexão biaxial *piston-on-three-ball*, a resistência à fratura e as características de propagação de 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 16 mm x 2 mm, foram confeccionados de acordo com as recomendações dos fabricantes e testados para avaliação da resistência à flexão. Em seguida, os espécimes foram analisados em microscópio eletrônico (Hitashi). Os resultados mostraram diferenças significativas na resistência à flexão para três materiais ($p < 0,05$). O material com maior média de resistência foi o Procera (687 MPa), seguido pelo In-Ceram (352 MPa) e o IPS-Empress (134 MPa). Não houve diferenças estatísticas na resistência à fratura das cerâmicas Procera (4,4

MPa.m^{1/2}) e In-Ceram (94,49 MPa.m^{1/2}), porém ambas apresentavam valores significativamente maiores ($p > 0,0005$) em relação ao IPS-Empress (1,74 MPa.m^{1/2}). As fraturas de cerâmica Procera seguiram um padrão intergranular, enquanto no IPS-Empress não foi observado um padrão de fratura. As fraturas dos corpos-de-prova In-Ceram propagaram através da fase cristalina de alumina.

White et al.⁷⁰ (1996) estudaram a resistência à flexão, em três pontos da cerâmica para infra-estrutura Procera (Nobel Biocare) e da cerâmica feldespática reforçada com alumina (All-Ceram) utilizada como cobertura. Quarenta espécimes, na forma de barra, de dimensões finais de 20 mm x 5 mm x 1 mm foram confeccionados e divididos em quatro grupos: 1) 10 barras confeccionadas totalmente com material de infra-estrutura (alumina); 2) 10 barras com 0,5 mm de espessura em material de infra-estrutura e 0,5 mm com cobertura de porcelana feldespática All-Ceram, sendo esta última voltada para cima (lado que recebe força compressiva durante o ensaio); 3) 10 barras com 0,5 mm de espessura em material de infra-estrutura de 0,5 mm com cobertura de porcelana feldespática All-Ceram, sendo esta última voltada para baixo (lado que recebe tensão durante o ensaio); 4) 10 barras confeccionadas totalmente de material de cobertura (All-Ceram). Em seguida os espécimes foram submetidos ao teste de flexão, com velocidade de 0,25 mm/minuto e *span* de 10 mm. Os resultados mostraram não haver diferenças estatísticas

entre os grupos 1 e 2 (508 MPa) e entre os grupos 3 e 4 (76 MPa). A grande diferença entre os grupos 2 (situação clínica mais comum) e 3 foi explicada pelo tipo de material localizado na área de tensão (região inferior da barra).

Zeng et al.⁷⁵ (1996) compararam três métodos de determinação da resistência à flexão (3 pontos, biaxial *ring-on-ring* e biaxial *piston-on-three ball*) para a cerâmica Procera (Nobel Biocare) e dois métodos (biaxiais *ring-on-ring* e *piston-on-three ball*) para as cerâmicas In-Ceram (Vita) e IPS-Empress (Ivoclar). Para os testes em três pontos foram confeccionados 14 corpos-de-prova, em forma de barra, com dimensões de 26,2 x 4,84 x 1,01 mm e *span* de 14,2 mm. Já para os testes biaxiais, ocorreram variações nas dimensões dos corpos-de-prova (forma de disco) e o diâmetro de aplicação de carga e de suporte circular dos discos foram, respectivamente, 1,41 mm e 10 mm (ISO 6872, 1994). A comparação estatística entre todos os métodos considerou a área efetiva do espécime submetida à tensão, e foi realizada pelo método de Weibull. Quanto maior for o módulo (m) deste método, melhor é a distribuição do estresse mecânico e defeitos internos do material, e conseqüentemente, mais confiável é a cerâmica. Os resultados mostraram no teste *Ring-on-ring* valores de resistência à flexão e módulo de Weibull para o Procera (650,0 MPa, $m=11$); In-Ceram (301,1 MPa, $m=4$), IPS-Empress (122,8 MPa, $m=5$); no teste *Piston-on-three ball*:

Procera (639,5 MPa, m=6), In-Ceram (439,2 MPa, m=10), IPS-Empress (104,0 MPa, m=5) e para o teste em três pontos: Procera (610,4 MPa, m=10) respectivamente. A análise estatística mostrou que os valores de resistência à flexão nos três testes mecânicos foram significativamente diferentes para todas as cerâmicas testadas, com exceção do Procera, no qual os testes *ring-on-ring* e 3 pontos foram semelhantes entre si (650 MPa e 610 Mpa, respectivamente). Analisando-se especificamente as cerâmicas, os maiores valores foram para o Procera, seguido pelo In-Ceram e IPS-Empress. Comparando com os três testes mecânicos, os autores afirmaram que o biaxial *ring-on-ring* é o mais indicado, pois mostrou os maiores valores de módulo de Weibull (melhor distribuição de estresse). Além disso, possui a maior área do espécime sujeito ao estresse, e assim, a tensão máxima é sempre menor em relação aos outros métodos. Apesar do teste de 3 pontos ser muito simples e bastante utilizado, possui uma pequena área do corpo-de-prova submetido 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.

Magne, Belser³⁵ (1997) avaliaram a resistência à flexão em 3 pontos, da cerâmica In-Ceram Spinel e Alumina (Vita), em função do uso de dois tipos de infusão de vidro e da presença do vácuo neste processo. Um total de 74 corpos-de-prova, na forma de barra e de dimensões de 25

mm x 4 mm x 2 mm, foram confeccionados à partir de um molde de silicona de adição President (Coltene), e divididos nos seguintes grupos: 1) 20 barras de In-Ceram Alumina com o vidro original A1, Vita, sem vácuo; 2) idem ao anterior, porém com vácuo; 3) 16 barras de In-Ceram Alumina com o vidro do Spinel S11 Vita, com vácuo; 4) 18 barras de In-Ceram Spinel com vidro original S11 Vita, com vácuo. Os espécimes foram testados com velocidade de 0,5 mm/min. Não foi verificada diferenças significantes entre os grupos 1 (530 MPa), 2 (523,7 MPa) e 3 (481,4 MPa), porém estes foram superiores em relação ao grupo 4 (283,1 MPa). Os autores concluíram que as duas variáveis (tipo de infusão de vidro e vácuo) não influenciaram a resistência do material.

Rosemblum, Schulman⁵⁰ (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 pela cocção de minerais em altas temperaturas. A porcelana odontológica tradicional (feldespática), que consiste em um tipo específico de cerâmica, é composta pela união de 3 minerais: argila, quartzo e feldespato. Após a queima, esta porcelana contém pequenos cristais (leucita ou alumina-silicato) localizados em uma matriz amorfa (não cristalina) de silicato. Apesar da estética e da boa resistência à compressão, estas cerâmicas possuem baixa resistência à tração e fratura devido à propagação de trincas pela estrutura interna durante seu

processo laboratorial ou clínico. Para aumentar a resistência, pequenos cristais podem ser adicionados a sua estrutura, dificultando esta propagação. Com esta idéia, foram formuladas porcelanas reforçadas com alumina (porcelana feldespática com 50% de óxido de alumínio). Mais recentemente, novos tipos de restaurações totalmente cerâmicas foram desenvolvidas, melhorando suas propriedades mecânicas, devido ao aprimoramento das técnicas da fabricação e formulações de novas composições. Segundo os autores, estas podem ser classificadas nos seguintes tipos: 1) cerâmica convencional (feldespática); 2) cerâmica fundida (ex: Dicor); 3) cerâmica prensada (ex: IPS-Empress); 4) cerâmica usinada e controlada por computador (ex: CEREC); 5) cerâmica infiltrada (ex: In-Ceram).

Denry et al.¹⁶ (1998) investigaram os efeitos do rubídio e cério na expansão térmica, micro-estrutura, padrão de fenda e resistência à flexão de uma porcelana reforçada por leucita. Três barras de porcelana e 15 discos foram confeccionados com os pós de porcelana misturados com rubídio e nitrato de cério. A análises de difração de raios X foi realizada antes e depois de concluídas as barras. O grupo controle foi confeccionado de pó de porcelana Optec HSP, formado em barras e discos, de acordo com recomendações do fabricante. A densidade foi determinada pelo método de Arquimedes e a expansão térmica mensurada pela dilatometria. A microestrutura e o padrão de endentação

Vickers foram investigados pelo microscópio de varredura. Os resultados da difração de raios X mostraram que, após troca de íons e queima, a leucita transformou-se em leucita rubídio e leucita cério. O coeficiente de contração térmica foi significativamente maior para o material controle, seguido pelo rubídio e menor para o material cério modificado. O padrão de fenda revelou que o material cério modificado exibiu um menor número de fendas comparado com os dois outros materiais. A microestrutura das porcelanas modificadas se mostrou densa, com pequenos cristais dispersos, para o material cério modificado, enquanto que para o rubídio modificado observou cristais de leucita maiores. A média de resistência à flexão do material de rubídio modificado foi significativamente maior do que aqueles outros materiais, embora não sejam significantes estatisticamente. Os autores concluíram que a expansão térmica da porcelana reforçada por leucita pode ser diminuída por modificações iônicas que também modificaram a micro-estrutura, os padrões de fendas e a resistência à flexão dos materiais estudados.

Silva, Alves Junior⁵⁸ (1998) publicaram um trabalho com o objetivo de apresentar a estrutura da teoria tradicional de sinterização por fase sólida, comentam seus limites, criticam seu uso e propõe uma forma de investigar e interpretar este processo de sinterização. Segundo os autores, a sinterização por fase sólida é um processo muito complexo; e a teoria que trata o fenômeno não oferece respostas satisfatórias e, além

disso, sua aplicação contém uma série de enganos que levam a conclusões equivocadas.

Silva, Alves Junior⁵⁷, também em 1998, publicam outro trabalho onde fizeram uma revisão sobre a sinterização rápida, abordando alguns resultados, mecanismos de este tipo de sinterização em fases líquida e sólida e discutem sobre sua aplicabilidade como forma de sinterização e concluem que os resultados produzidos pelas técnicas inovadoras abordadas são apenas o resultado da sinterização rápida, provocada pelo rápido aquecimento associado a estas técnicas.

Sobrinho et al.⁶¹ (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 e cimentadas em modelos metálicos individuais com cimento de zinco Orthosan (Stratfod, Cookson) e divididas em três grupos: 1) 10 espécimes de cada cerâmica testados sem aplicação de ciclagem mecânica na máquina Instron, com carga compressiva aplicada no centro da superfície oclusal, com velocidade de 1,0 mm/min.; 2) 8 espécimes de cada cerâmica submetidos à 10.000 ciclos, entre 20 N e 300 N de carga à

1Hz, sendo posteriormente testado como o grupo anterior; 3) idem ao grupo 2, porém testados em ambiente úmido. Analisando os resultados do grupo 1, a resistência à fratura das coroas In-Ceram ($1901\text{N} \pm 303\text{N}$) foi significativamente maior em relação ao IPS-Empress ($1583\text{N} \pm$ com $p < 0,05$). Porém, não houve diferença estatística em relação à Optimal ($1751\text{N} \pm 194\text{N}$). Para o grupo 2, as cerâmicas In-Ceram ($1601\text{N} \pm 198\text{N}$) e Optimal ($1586\text{N} \pm 166\text{N}$) apresentaram maior resistência à fratura em relação ao IPS-Empress ($1374\text{N} \pm 201\text{N}$). Não houve diferença estatística entre os materiais no grupo 3 ($1422\text{N} \pm 122\text{N}$ para o In-Ceram; $1467\text{N} \pm 162\text{N}$ para o Optimal e $1285\text{N} \pm 200\text{N}$ para o IPS-Empress). Uma 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 ambientes diminuiu significativamente a resistência dos materiais. A fadiga 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 das mesmas. Apesar disso, outros fatores estão envolvidos, tais como: espessura da coroa, forma do preparo dentário, porosidades internas no material e tipo de agente cimentante.

Strub, Beschmidt⁶² (1998) avaliaram a resistência à fratura de coroas totalmente cerâmicas comparadas a coroas metalo-cerâmicas, previamente e após ciclagem mecânica em boca artificial. Um total de 60 coroas foram confeccionadas a partir de preparos em incisivos centrais naturais, e divididas nos seguintes grupos: 1) 20 coroas metalo-cerâmicas (liga de Au-Pd (Degudent/Degussa coberta pela porcelana Vita Ceramic/Vita), cimentadas ao preparo com cimento de fosfato de zinco Harvard (grupo controle); 2) 10 coroas formadas pela cobertura de coppings In-Ceram com a porcelana Vitadur/Vita, cimentadas ao preparo com cimento resinoso Twinlook; 3) 10 coroas IPS-Empress confeccionadas pela técnica da caracterização extrínseca (pintura), cimentadas ao preparo com o cimento resinoso Variolink; 4) 10 coroas IPS-Empress confeccionadas pela técnica estratificada (aplicação da porcelana de cobertura em camadas), cimentadas ao preparo com cimento resinoso Variolink; 5) 10 coroas Celay (porcelana feldespática processada pela usinagem mecânica), cimentadas ao preparo com cimento resinoso Variolink; 6) 10 coroas In-Ceram (processadas pela usinagem em máquina, semelhante ao sistema Celay), cimentadas ao preparo com cimento resinoso Twinlook. Metade dos espécimes foi testada imediatamente para a resistência à fratura, com velocidade de 2 mm/min. e ângulo de aplicação de força compressiva de 30°. A outra metade dos corpos-de-prova recebeu ciclagem mecânica, que simulava as forças normais da mastigação (1,2 milhões de ciclos de 49 N à 1,7 Hz

iniciando em 15° com o eixo das coroas) e termo-ciclagem de 3.000 ciclos (5 °C e 55 °C em solução de 1 mol de cloreto de sódio). Nos resultados não houve diferença estatística na resistência à fratura entre os 6 grupos testados, tanto com ou sem ciclagem mecânica, entretanto esta última diminuiu significativamente a resistência para todos os grupos ($p < 0,01$), já que nos grupos sem ciclagem, 77% das fraturas foram nos preparos e 23% nas coroas, enquanto nos grupos com ciclagem, 73% das fraturas ocorreram nos preparos e 63% nas coroas. Isto se explica, porque a ciclagem estimula as fendas internas, que começam em porosidades e se propagam pelo material, enfraquecendo-o. Os autores afirmam que além da ciclagem térmica e mecânica, existem outros fatores que influenciam os resultados, tais como: Forma do preparo do dente, composição do material cerâmico, espessura da coroa e método de cimentação. Os valores obtidos foram ligeiramente superiores em relação à máxima força desempenhada pelos dentes anteriores, e, portanto, a indicação de coroas totalmente cerâmicas é restrita a esta região.

Zeng et al.⁷⁴ (1998) avaliaram a resistência à flexão biaxial *ring-on-ring* das infra-estruturas cerâmicas Procera (Nobel Biocare) e In-Ceram alumina (Vita); assim também como de três cerâmicas de cobertura: AllCeram (Duceram), Vitadur-N (Vita) e Vitadur Alpha (Vita). E a combinação de ambas com espessuras de 1,0 mm e 0,5 mm. Para tal, corpos-de-prova em forma de disco foram confeccionados de acordo com

as recomendações do fabricante. Todos os espécimes foram testados com velocidade de 0,5 mm/min. e diâmetros do anel de carga e do anel de suporte de 1,41 mm e 10,0 mm 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). Os resultados mostraram que a resistência à flexão e o módulo de Weibull da cerâmica Procera (Shetty: 669,4 MPa, $m=11$; Timoshenko: 469,0 MPa, $m=11$) foram significativamente maiores em relação ao In-Ceram, (Shetty: 450,1 MPa, $m=4$; Timoshenko: 301,1 MPa, $m=4$) indicando uma melhor distribuição de defeitos internos e estresse pelo corpo-de-prova. Entretanto, não houve diferenças estatísticas entre as porcelanas All-Ceram, Vitadur-N e Vitadur-Alpha. A resistência à flexão dos materiais de infra-estrutura cobertos com porcelana foi estatisticamente superior em relação às porcelanas de cobertura testadas isoladamente. A resistência da cerâmica Procera coberta com 1,0 mm de porcelana (AllCeram e Vitadur-N) foi similar em relação a mesma sem cobertura. Porém, a resistência dos espécimes 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 1,0 mm de All-Ceram é a mais indicada para aplicação clínica.

Evans, O'Brien¹⁹ (1999) determinaram a resistência a fratura de uma cerâmica com infra-estrutura de óxido de magnésio com e sem infiltrado de vidro, como foi originalmente desenvolvido para materiais reforçados com óxido de alumínio (In-Ceram). Oitenta preparos foram reproduzidos em gesso refratário a partir de preparos para coroa total em aço inoxidável, usinados nas dimensões de um pré-molar. As infra-estruturas de óxido de magnésio foram produzidas em oito temperaturas diferentes de queima (857°C; 871°C; 899°C; 927°C; 954°C; 982°C; 1.010°C; 1.120°C), sendo para cada temperatura, um grupo de 10 espécimes. 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 processamento de acabamento, estes receberam tratamento de superfície interna com ácido hidrofluorídrico, silanização e cimentação com o cimento resinoso Enforce (Dentsply), em preparos duplicados de resina que apresentam módulo de elasticidade semelhante ao da dentina. Em seguida, os espécimes foram submetidos ao teste de resistência à fratura, com velocidade de 5,0 mm/min. Os resultados mostraram que o infiltrado de vidro aumentou significativamente a resistência da infra-estrutura que variou de 230 N a 556 N para aquelas não infiltradas, e de 715 N a 965 N para as infiltradas. Analisando-se especificamente as temperaturas de queima, observou-se que para as infra-estruturas não infiltradas, os maiores valores de resistência à fratura foram observados nas temperaturas de 1.010°C e 1.121°C (523 N e 556

N, respectivamente). Já para as que receberam o infiltrado vítreo, os maiores valores de resistência foram observados nas temperaturas de 871°C e 899°C (965 N e 949 N, respectivamente). Os autores observaram na microscopia eletrônica uma sinterização incompleta dos coppings não infiltrados, permitindo a formação de defeitos internos que torna o material mais frágil.

Jung et al.³² (1999) estudaram a hipótese de que infra-estruturas cerâmicas infiltradas com vidro de spinel e alumina, sejam resistentes ao acúmulo de dano e a degradação da resistência sobre condições orais. O teste de endentação foi utilizado para avaliar o acúmulo de dano na cerâmica spinel e alumina com diferentes formas de grânulos e porosidades. A degradação da resistência por acúmulo de dano é pequena, sugerindo que o material infiltrado deveria ser altamente tolerante aos contatos encontrados durante a mastigação. Os contatos multi-cíclicos, acima das cargas típicas da função oral, são inócuos quando aplicadas uma carga de 100N, frequência de 10 Hz e 10^5 ciclos em água e ar, entretanto, quando submetidos a 10^6 ciclos em água, causaram uma significativa degradação da resistência.

Ohyama et al.⁴⁰ (1999) estudaram o efeito da ciclagem mecânica na resistência à flexão biaxial *piston-on-three ball* das cerâmicas In-Ceram Alumina (Vita) e IPS-Empress (Ivoclar) com e sem

micro-trincas ou polimento. 10 corpos-de-prova em forma de disco com 11,75 mm diâmetro e $1,20 \pm 0,5$ mm de espessura foram confeccionados para cada material seguindo as recomendações dos fabricantes; as micro-trincas foram confeccionadas com diamante utilizado para dureza Vickers, em duas regiões do espécime. A ciclagem mecânica foi realizada com cargas que variavam de 34,8 N à 261,1 N; aplicadas em 10^5 ciclos com frequência de 20 Hz à 37°C antes dos espécimes serem submetidos a resistência à flexão biaxial (ISO 6872). Em média 25% dos espécimes falharam durante a ciclagem mecânica, entre 10^3 e 10^5 ciclos, com exceção do IPS-Empress com a porcelana de cobertura submetida à compressão. A resistência à flexão da infra-estrutura In-Ceram com micro-trinca foi de 215 MPa. Com estes resultados os autores concluíram que a confecção de micro-trincas reduziu significativamente à resistência a flexão dos grupos que utilizaram o material In-Ceram ($p < 0,01$), entretanto não reduziu para os grupos do material IPS-Empress ($p > 0,05$), já que esta cerâmica possui várias micro-fendas na matriz vítrea, e a introdução de mais duas trincas de 25 μm não influenciou os resultados. Além disso, a ciclagem mecânica também não alterou a resistência à flexão destes corpos-de-prova. As imagens por microscopia eletrônica da cerâmica In-Ceram, mostrou que as trincas se propagam entre o vidro de silicato e as partículas de alumina; enquanto no IPS-Empress, as micro-fendas se propagam pela matriz vítrea distantes dos cristais de leucita, devido ao efeito do estresse compressivo na cerâmica causado pela

diferença no coeficiente de expansão térmica entre esses cristais e a matriz; interrompendo a propagação da fratura quando esta alcança os cristais de leucita.

Wen et al.⁶⁹ (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, de dimensões de 13 mm x 1,2 mm, foram obtidos de acordo com as recomendações do fabricante e testados com velocidade de 1 mm/min. Verificou-se, que não houve diferenças estatísticas, na resistência à flexão, entre as cerâmicas Procera (472 MPa) e In-Ceram (433 MPa), porém ambos foram estatisticamente mais resistentes em relação ao IPS-Empress (115 Mpa). A resistência à fratura do material In-Ceram ($4,83 \text{ MPa.m}^{1/2}$) foi significativamente maior em relação ao Procera ($3,84 \text{ MPa.m}^{1/2}$) e ao IPS-Empress ($1,27 \text{ PMa.m}^{1/2}$). Não houve diferença estatística entre as três cerâmicas para o módulo de Weibull (5,33 para Procera; 5,37 para o In-Ceram e 5,64 para o IPS-Empress), indicando que a variabilidade da resistência entre os espécimes dos 3 materiais foi similar. A microscopia eletrônica revelou um padrão de fratura intergranular, com o mínimo de porosidades na cerâmica Procera. Os espécimes da cerâmica IPS-Empress apresentaram fraturas na matriz vítrea e nos cristais de leucita e o In-Ceram mostrou fratura do infiltrado vítreo, com deslocamento 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.

Chai et al.⁹ (2000) estudaram a probabilidade de fratura das cerâmicas In-Ceram Alumina (Vita), In-Ceram Alumina CAD/CAM para o sistema CEREC II (Vivadent), Procera (Nobel Biocare) e IPS-Empress (Ivoclar). Dez coroas de cada material foram confeccionadas de acordo com as recomendações dos fabricantes; seguidamente foram cimentadas em modelos de resina composta Clearfil DC Core (Kuraray), com o cimento resinoso Panavia Fluoro Cement (Kuraray), e submetidas ao teste de resistência à fratura, com carga compressiva aplicada em 45° com o longo eixo da coroa com velocidade de 0,2 mm/min. O módulo de fratura de cada coroa foi classificado de três formas: A) fratura somente da estrutura da coroa; B) fratura da coroa e do modelo de resina e C) fratura somente do modelo de resina. Este último modelo de fratura (C) foi excluído da análise estatística de Weibull, pois não foi representativo da resistência das coroas. Os resultados mostraram que não houve diferenças significantes na resistência à fratura dos quatro sistemas estudados (1.005 N para o In-Ceram; 865 N para o In-Ceram CAD/CAM; 1.111 N para o sistema IPS-Empress e 902 N para o Procera).

Tinschert et al.⁶³ (2000) realizaram um estudo com o objetivo de testar a hipótese de que as cerâmicas industrializadas como CEREC Mark II e Zircônia-TZP têm um menor coeficiente de variação de resistência à flexão e uma melhor composição estrutural que as cerâmicas feitas em laboratórios. Para tal, estudaram a resistência à flexão, em quatro pontos das cerâmicas CEREC Vita Mark II (porcelana feldespática / Vita), Dicor (fluormica tetra sílica / Dentsply), In-Ceram Alumina (óxido de Alumínio + infiltrado de vidro / Vita), IPS-Empress (leucita / Ivoclar), Vitadur Alpha para infra-estrutura (feldespática reforçada por Alumina / Vita), Vitadur Alpha para cobertura (feldespática / Vita), VMK 68 (feldespática / Vita) e Zircônia-TZP (95% de óxido de zircônio parcialmente estabilizado por 5% de Y_2O_3 / Metoxit AG). Trinta corpos-de-prova, em forma de barra e dimensões médias de 1,7 x 3,2 x 30 mm foram confeccionados de acordo com as recomendações dos fabricantes e submetidos ao teste de resistência à flexão. Os resultados mostraram que a maior resistência foi obtida pelo material Zircônia-TZP (913 MPa), seguido pelo In-Ceram Alumina (429,3 MPa) e Vitadur Alpha para infra-estrutura (131 MPa). Não houve diferenças estatísticas entre as demais cerâmicas estudadas (86,3 MPa para CEREC Vita Mark II; 70,03 MPa para Dicor; 83,9 MPa para IPS-Empress; 60,7 MPa para Vitadur Alpha cobertura; e 82,7 MPa para VMK 68). Os maiores módulos de Weibull foram obtidos pelas cerâmicas CEREC Mark II e Zircônia-TPZ (23,6 e 18,4 respectivamente). Os menores valores deste módulo foram

obtidos pelos materiais Dicor e In-Ceram Alumina (5,5 e 5,7 respectivamente), enquanto que valores intermediários foram observados para o IPS-Empress (8,6); VKM 68 (8,9); Vitadur Alpha para cobertura (10,0) e para infra-estrutura (13,0). Os autores ressaltaram que quanto maior o módulo de Weibull menor são os erros na determinação da resistência e maior é a confiabilidade clínica do material. Os autores concluíram que somente as cerâmicas produzidas industrialmente obtiveram os maiores módulos de Weibull tornando-as, mais confiáveis, porém estudos devem ser feitos para analisar a estabilidade destes materiais a longo prazo.

Preocupados com a impossibilidade de confeccionar infra-estruturas de cerâmica pura de mais de 17 mm com o sistema CEREC 2; Apholt et al.³ (2001) estudaram a possibilidade de união de duas barras de Alumina ou Zircônia. Para tal, realizaram teste de resistência à flexão, em três pontos das cerâmicas In-Ceram Alumina (Vita) e In-Ceram Zircônia (Vita), processadas de maneira convencional ou pelo sistema CEREC II. Quinze corpos-de-prova em forma de barra, e dimensões de 13 x 4 x 3 mm³ foram produzidos para cada um dos seguintes grupos controle: C1) In-Ceram Alumina processado pelo sistema CEREC II ; C2) In-Ceram Alumina convencional (no laboratório dos autores); C3) bloco de In-Ceram Alumina convencional (no laboratório Vita); C4) Bloco de In-Ceram Alumina cortado com disco diamantado e C5) In-Ceram Zircônia

processado pelo sistema CEREC II. Para o estudo das técnicas de união das barras também foram confeccionados 15 corpos-de-prova divididos da seguinte forma: T1) In-Ceram Alumina processado pelo CEREC II e seccionado ao meio, perpendicular ao longo do eixo do espécime; T2) In-Ceram alumina processado de forma convencional, seccionado ao meio, perpendicular ao longo eixo do espécime; T3) In-Ceram Alumina processado pelo CEREC II e seccionado transversalmente em 45° e 4 mm; T4) In-Ceram Alumina processado pelo CEREC II e seccionado transversalmente em 45° e 3 mm; T5) In-Ceram Alumina processado pelo CEREC II e seccionado perpendicular ao longo eixo do espécime, com posterior arredondamento dos ângulos formados pelo corte e T6) In-Ceram Zircônia processado da mesma forma que o grupo anterior. O teste mecânico foi realizado com *span* de 10 mm e velocidade de 0,5 mm/min. Com base nos resultados do teste de flexão os autores concluíram que a junção de barras para formar infra-estruturas maiores foi bem sucedida e que o In-Ceram Zircônia em combinação com o arredondamento dos ângulos formados pelo corte obteve os maiores valores de resistência à flexão.

Esquivel-Upshaw et al.¹⁸ (2001) realizaram testes de resistência à fratura de três materiais cerâmicos: O IPS Empress (Ivoclar) porcelana feldespática reforçada por cristais de leucita: In-Ceram (Vita) e Procera All ceram (Nobel biocare). Os corpos-de-prova foram

confeccionados em forma de barra com dimensões aproximadamente de 21,0 x 5,0 x 1,0 mm. As amostras foram uniformizadas com lixa 600, com tamanho de partículas equivalentes a 15 μm , as amostras foram limpas em água destilada em um ultra-som. O ensaio de três pontos foi realizado em uma máquina de ensaios universal (Instron 8501), a distância entre os suportes foi de 13,55 mm e a carga aplicada no centro da amostra. A resistência à flexão obtida foi de $176,9 \pm 13,0$ MPa para o IPS Empress; $323,4 \pm 51,9$ MPa para o In-Ceram Alumina; e $464,3 \pm 41,3$ MPa para o Procera All Ceram.

Fischer et al.²⁰ (2001) utilizaram um método não destrutivo para tentar demonstrar a resistência de cerâmicas dentais; para tal determinaram o módulo de Young de 13 cerâmicas dentais pelo método de ressonância. Adicionalmente, realizaram o ensaio de flexão em 4 pontos com barras de 1,5 x 3 x 30 mm confeccionadas a partir de 8 destes materiais, e a resistência à flexão dos outros 5 materiais foram tiradas da literatura. Os materiais cerâmicos utilizados foram: Mark II (Vita); Duceram LFC Transpa (Duceram); Duceram Opaker (Duceram); Duceram Transpa (Duceram); Empress (Ivoclar Vivadent); Empress II (Ivoclar Vivadent); In-Ceram Alumina (Vita); In-Ceram Alumina Celay (Vita); In-Ceram Spinel (Vita); Optec OPS (Jeneric Petron); Vitadur Alfa Core (Vita); Vitadur Alpha Dentin; Vita Omega Opaker (Vita). Os resultados deram os maiores valores de módulo de Young e resistência à flexão para o

Empress 2 (96 GPa, 273 MPa); In-Ceram Alumina Celay (51 GPa, 264 MPa) e os menores para Duceram Opaker (73 GPa, 59 MPa); e Vita Omega Opaker (66 GPa, 66 MPa) respectivamente. Os autores concluíram que o módulo de Young de um material cerâmico pode ser determinado com uma alta precisão pelo método não destrutivo de ressonância.

Hwang, Yang²⁹, em 2001, compararam a resistência à fratura de coroas In-Ceram confeccionadas pela técnica convencional ("slip cast") e pela técnica da cópia-fresada (Sistema Celay – CAD/CAM) bem como In-Ceram Spinell e In-Ceram Alumina. 40 modelos (10 para cada condição) foram obtidos a partir de um troquel de aço inoxidável preparado com 6° de convergência e ombro de 1 mm, foram divididos nos seguintes grupos: A) In-Ceram Alumina convencional; B) In-Ceram Alumina Celay; C) In-Ceram Spinell convencional e D) In-Ceram Spinell Celay. As coroas foram confeccionadas seguindo as orientações dos fabricantes, e posteriormente cimentadas no troquel metálico com o cimento Panavia TC. Antes do teste de resistência à fratura, com carga aplicada em ângulo de 30° e 1,5 mm cervicalmente do centro da borda incisal, as amostras foram estocadas por 24 horas em água destiladas a 38°C. Os resultados mostraram que as coroas In-Ceram Alumina fresadas mostraram resistência à fratura significativamente maior (984,8 N), que as coroas convencionais (876,2 N). Já nas coroas In-Ceram

Spinell, apesar da técnica fresada ter tido maior resistência à fratura (706,32 N) que a convencional (687,90 N), a diferença não foi estatisticamente significativa. As coroas com In-Ceram Alumina apresentam resistência à fratura significativamente superior às coroas com In-Ceram Spinell. De acordo com os autores, os maiores valores de resistência à fratura obtida com a técnica de sinterização industrial, podem ser explicados pelo fato de que nesta técnica o material tem uma estrutura mais homogênea e afirmam que, tanto as coroas de alumina como de Spinell podem ser utilizadas em coroas anteriores.

Em 2001, foi publicada uma revisão pessoal da evolução das porcelanas dentais no século 20 por McLean, Odont.³⁷ O artigo está mais centrado para a evolução e formulação das cerâmicas nesse século de que os avanços no método de processamento e técnicas clínicas. Foram incluídas somente referências das origens dos novos materiais, porém, deve ser totalmente reconhecido que, sem a colaboração dos técnicos e dos dentistas, muitos avanços nas formulações teriam sido inúteis. Os autores, não somente praticaram a odontologia durante este período de mudanças marcantes, como também estiveram intimamente envolvidos no avanço da arte e ciência das cerâmicas dentais.

Bindl, Mörmann⁶ (2002) publicaram um trabalho que teve como propósito avaliar a performance clínica de restaurações feitas com

In-Ceram Alumina e In-Ceram Spinell confeccionados pelo sistema CAD/CAM. 19 coroas feitas em In-Ceram Spinell (4 em pré-molares e 15 em molares) e 24 coroas feitas em In-Ceram Alumina (2 pré-molares e 22 molares) de 21 pacientes foram examinadas utilizando o critério USPHS modificado, aplicado no dia da confecção da restauração e depois de 39 meses $\pm$ 11 meses. Para a confecção dos *coppings* foram utilizados os blocos cerâmicos Vitablocs In-Ceram Alumina (Vita) e Vitablocs In-Ceram Spinell (Vita) e o sistema CEREC II (Siemens). Os resultados mostraram que somente duas coroas de In-Ceram Alumina, no mesmo paciente, tinham fraturado após o período de 14 e 17 meses respectivamente. Os autores concluíram que, apesar destas duas fraturas, a qualidade clínica das coroas In-Ceram Alumina e In-Ceram Spinell feitas pelo sistema CAD/CAM foi excelente.

Chong et al.¹¹ (2002) estudaram a resistência à flexão, em três pontos, das cerâmicas In-Ceram Alumina (Vita) e In-Ceram Zircônia (Vita). Dez corpos-de-prova, na forma de barra, e dimensões finais de 20 mm x 6 mm x 1 mm foram confeccionados para cada material, em duas situações distintas: 1) espécimes confeccionados totalmente com os materiais de infra-estrutura, e 2) espécimes com metade da espessura (0,5 mm) em material de infra-estrutura e de 0,5 mm de cobertura com a porcelana feldespática Vitadur Alpha (Vita). As barras foram submetidas ao teste mecânico com carga de 0,5 N/seg. e *span* de 18 mm. Os

espécimes com cobertura de porcelana feldespática foram orientados com a superfície do material de infra-estrutura sob carga de tensão, simulando uma situação clínica. Os resultados mostraram maior módulo de Weibull (m) e resistência para o In-Ceram Zircônia (421,0 MPa; $m=8,827$) em relação ao In-Ceram Alumina (243,0 MPa; $m=4,585$). Quanto aos espécimes de cobertura de porcelana convencional, também foi observada superioridade do In-Ceram Zircônia (51,0 MPa; $m=8,016$) em relação ao In-Ceram Alumina (25,0 MPa; $m=3,648$). Segundo os autores, a zircônia melhorou esta propriedade mecânica, pois sofre uma transformação de fase durante o processamento (tetragonal para monoclinica), resultando numa expansão volumétrica de 3% a 5%. Este fenômeno promove a criação de estresses compressivos que defletem as fendas internas, melhorando a resistência mecânica desta. A análise por microscopia eletrônica 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 relatam que a variabilidade nos valores de resistência, comparados aos estudos anteriores se deve a formação de defeitos internos durante o processamento destes materiais. Os pesquisadores concluíram que a influência positiva da zircônia no In-Ceram permite indicar o sistema para próteses parciais fixas.

Guazzato et al.²⁶ (2002) publicaram um estudo comparando as propriedades do sistema In-Ceram Zircônia e In-Ceram Alumina. Para tal, utilizaram noventa e quatro corpos-de-prova em forma de disco e seis em forma de barra, todos confeccionados com a técnica de slip-casting. Os discos foram utilizados para avaliar a resistência à flexão biaxial (piston on three ball), módulo de Weibull, dureza e resistência à fratura com dois métodos: fratura por endentação e resistência à endentação. As barras foram utilizadas para medir o módulo de elasticidade (Young modulus and Poisson's ratio). As análises de difração de raio- X foi realizada em cada região do espécime e da superfície fraturada. Os resultados mostraram médias de resistência à flexão para o In-Ceram Alumina e In-Ceram Zircônia de 600 MPa e 620 MPa respectivamente. As médias da resistência à fratura pelo método de fratura por endentação foram $3.2 \text{ MPa m}^{1/2}$ para o In-Ceram Alumina e de $4.0 \text{ MPa m}^{1/2}$ para o In-Ceram Zircônia. Já as médias da resistência à fratura do In-Ceram Alumina e In-Ceram Zircônia medidas pelo outro método foram de $2.7 \text{ MPa m}^{1/2}$ e $3.0 \text{ MPa m}^{1/2}$ respectivamente; por último as análises de difração de raio-X mostrou uma pequena transformação da fase tetragonal para monoclínica quando os espécimes foram fraturados; servindo como respaldo para justificar a existência da pequena diferença entre os valores de resistência à flexão entre os dois grupos de trabalho. Os autores concluíram que não houve diferenças estatisticamente significantes na resistência. Que o In-Ceram Zircônia foi mais duro

($p < 0.1$), que o In-Ceram Alumina quando testados de acordo com o método de resistência à endentação; porém não houve diferenças quando foram testadas pelo outro teste.

Perillo⁴⁵ (2002) realizou um trabalho com o intuito principal de obter medidas de diferentes sistemas cerâmicos e diferentes sistemas de cerômeros (resinas compostas de laboratório), através de medidas da sua micro-dureza superficial e comparar, através das análises estatísticas, com os valores obtidos do esmalte dental humano. Os resultados mostraram que as cerâmicas tiveram sempre valores maiores que o esmalte dental humano e que os cerômeros apresentaram sempre valores menores que o esmalte dental, usado como grupo controle. As cerâmicas Super Porcelain EX-3 (Noritake), Vitadur Alpha (Vita) e o Ceramco (Ceramco) se apresentaram semelhantes com valores médios variando de 490,00 a 518,00 Kgf/mm². Outro grupo de materiais cerâmicos formados por Vita VMK (Vita) e Empress II (Ivoclar) também apresentaram valores semelhantes variando de 430,00 a 440,00 Kgf/mm². A cerâmica que mais se aproximou aos valores do esmalte dental dói a D'Sing (Ivoclar) com valores médios de 331,00 Kgf/mm² próximos ao do esmalte dental humano de 307,00 Kgf/mm².

Pagani et al.⁴³ (2003) publicaram um trabalho onde avaliaram a tenacidade a fratura de diferentes sistemas cerâmicos. 30

corpos-de-prova em forma de discos de 5 x 3 mm foram confeccionados utilizando-se diferentes materiais cerâmicos, que foram divididos em 3 grupos: G1 – 10 amostras de Vitadur Alpha (Vita-Zahnfabrik); G2 – 10 amostras de IPS Empress 2 (Ivoclar Vivadent) e G3 – 10 amostras de In-Ceram Alumina (Vita-Zahnfabrik). Para a obtenção dos valores de tenacidade foi utilizada a técnica da endentação que se baseia na serie de fissuras que se formam sob uma carga pesada. Os autores realizaram 4 impressões por amostras utilizando um micro-durómetro com carga de 500 gf durante 10 segundos. As análises estatísticas os dados, indicaram que a cerâmica In-Ceram alumina apresentou valor médiano ($2,96 \text{ N/m}^{3/2}$), estatisticamente diferente do apresentado pela cerâmica IPS Empress 2 ($1,05 \text{ N/m}^{3/2}$), enquanto que a cerâmica Vitadur Alpha apresentou valores intermediários ($2,08 \text{ N/m}^{3/2}$), sem diferenças estatísticas dos outros dois materiais. Os autores concluíram que as cerâmicas apresentam diferentes desempenhos de tenacidade a fratura, sendo a In-Ceram capaz de absorver maior energia comparada a Vitadur Alpha e ao IPS Empress 2.

Schalch⁵², em 2003, avaliou as propriedades mecânicas (resistência à flexão, resistência à tração diametral e dureza Vickers) dos materiais para infra-estrutura IPS-Empress 2 (Ivoclar) e In-Ceram Zircônia (Vita). Para o teste de resistência à flexão foram utilizados corpos-de-prova em forma de barra de 25 mm x 5 mm x 2 mm (ISO 6872) e para o

ensaio de resistência à tração diametral corpos em forma de discos de 3 mm x 6 mm. Ambos testes foram realizados na máquina de ensaios mecânicos MTS com célula de carga de 10 KN e velocidade de 0,5 mm/min. O ensaio de dureza Vickers foi realizado no durômetro Buheler, utilizando carga de 1 Kgf por 30 seg. Quanto à resistência à flexão e a dureza Vickers, o In-Ceram Zircônia mostrou-se superior (439,88 MPa e 972 VHN, respectivamente) em relação ao IPS-Empress 2 (223,13 MPa e 488,33 VHN, respectivamente). Ao contrário disto, na resistência à tração diametral, o IPS-Empress 2 (175,08 MPa) foi superior ao In-Ceram Zircônia (150,47 MPa). Pelos resultados obtidos o autor ressalta que a decisão pela indicação de um material não pode ser baseada em apenas uma propriedade, haja vista que a relação entre as três propriedades mecânicas não é a mesma para os materiais estudados.

Chevalier et al.¹⁰ (2004) realizaram um trabalho com o objetivo de investigar o efeito prejudicial do aparecimento da fase cúbica em cerâmicas 3Y-TZP. Para tal, iniciaram o experimento produzindo pelo método de co-precipitação um pó ultra puro de Y-TZP contendo 3% mol de Ytrio prensado a frio a 300 MPa e sintetizado a vácuo numa temperatura de 1.450°C o 1.550°C por 2 a 5 h. Pequenos cilindros de 10 mm de diâmetro x 5 mm de espessura foram confeccionados, desgastados e polidos. O conteúdo da fase monoclinica foi mensurado pela difração de raios X (XRD) com penetração na amostra de

aproximadamente 5 μm . Seguidamente, os espécimes foram colocados numa autoclave a 134°C com 2-bar de pressão, o que corresponde a um procedimento de esterilização. Com isso os autores queiram iniciar termicamente a transformação da fase tetragonal para monoclinica; e segundo os seus cálculos uma hora de este tratamento corresponderia ao equivalente aproximado de 4 anos in vivo. Logo, os espécimes foram novamente mensurados pelo XRD e pelo microscópio de força atômica para observar câmbios na topografia induzidas pela transformação das fases. Os autores concluíram que a presença de grãos da fase cúbica tem um impacto prejudicial na resistência. Que o processamento de cerâmicas com 3Y-TZP devem ser realizadas a temperaturas suficientemente baixas para evitar o aparecimento de micro-estruturas duplas (cúbica – tetragonal), e ao mesmo tempo a temperaturas suficientemente altas para obter a densidade suficiente de este material; a sugestão é que seja entre 1.400°C e 1.450°C.

Guazzato et al.²⁴ (2004) publicaram a primeira parte de um estudo que tinha por objetivo comparar resistência à flexão uniaxial, resistência à fratura e microdureza de cinco cerâmicas dentais. Nesta primeira etapa foram utilizadas as cerâmicas IPS-Empress (Ivoclar); IPS-Empress 2 (Ivoclar); porcelana experimental (Ivoclar); In-Ceram Alumina convencional (Vita) e In-Ceram Alumina industrializada (Vita). Do total de 150 corpos-de-prova, 10 espécimes de cada grupo foram confeccionados

com formato de barras de 20 x 1,2 x 4 mm para o teste de flexão em três pontos e 20 espécimes de cada material com medidas de 20 x 3 x 4 mm³ foram utilizados para o teste de resistência à fratura. Os resultados mostraram os seguintes valores de resistência à flexão uniaxial, e resistência à fratura: IPS-Empress: 106 MPa (1,2 MPam^{1/2}); IPS-Empress 2: 306 MPa (2,9 MPam^{1/2}); Porcelana experimental: 303 MPa (3,0 MPam^{1/2}); In-Ceram Alumina convencional: 594 MPa (4,4 MPam^{1/2}); In-Ceram alumina industrializada: 440 MPa (3,6 MPam^{1/2}), não havendo diferença estatística significativa para o IPS-Empress 2, Porcelana experimental e In-Ceram Alumina industrializada. Os autores concluíram que esta primeira parte do trabalho demonstrou de forma geral, que o aumento do conteúdo cristalino de uma cerâmica vítrea é acompanhado do aumento da resistência à fratura, porém outros fatores como porosidade, tamanho das partículas, forma e orientação destas também são importantes para determinar as propriedades dos materiais.

A segunda parte do trabalho de Guazzato et al.²⁵ (2004) que também tinha por objetivo comparar resistência à flexão uniaxial, resistência à fratura e microdureza de quatro cerâmicas dentais foi realizada utilizando as cerâmicas DC-Zircon (DSC Dental AG), Porcelana experimental de Y-TZP, In-Ceram Zircônia convencional (Vita) e In-Ceram Zircônia industrializada (Vita). Corpos-de-prova foram confeccionados seguindo as orientações dos fabricantes, com formato de barras de 20 x

1,2 x 4 mm para o teste de flexão em três pontos e de 20 x 3 x 4 mm³ para o teste de resistência à fratura. A quantidade de fraturas, dimensão das partículas e suas formas foram analisadas por MEV; já a quantidade de fase monocítica foi avaliada por Raios-X. Os resultados mostraram os seguintes valores de resistência à flexão uniaxial, e resistência à fratura: In-Ceram Zircônia industrializado: 476 MPa (4,9 MPam^{1/2}); In-Ceram Zircônia convencional: 630 MPa (4,8 MPam^{1/2}); porcelana experimental de Y-TZP: 680 MPa (0,34 MPam^{1/2}); DC-Zircon: 840 MPa (7,4 MPam^{1/2}), não havendo diferença estatística significativa de resistência à flexão para In-Ceram Zircônia convencional e a porcelana experimental de Y-TZP e resistência à fratura para In-Ceram Zircônia industrializado e In-Ceram Zircônia convencional. A observação microscópica e por raios-X revelou o importante rol que tem a transformação da fase tetragonal para a monocítica e a relação da matriz de vidro com a fase cristalina nas propriedades mecânicas destas porcelanas.

Guazzato et al.²⁷ (2004) publicaram os resultados de um trabalho que tinha por objetivo investigar a real resistência à flexão e o modo de fratura de discos de porcelana com infra-estruturas de zircônia (Y-TZP). Oitenta corpos de prova foram confeccionados e divididos em quatro grupos: somente porcelana de cobertura; somente porcelana de infra-estrutura; com duas camadas de porcelana de cobertura no topo e com duas camadas de porcelana de cobertura e a porcelana de infra-

estrutura no topo. A carga máxima no momento da fratura foi calculada pelo teste de flexão biaxial (*piston on tree-ball*) e a análise de elementos finitos foi utilizada para estimar o estresse de tensão máxima na fratura. Os resultados mostraram que os espécimes que apresentavam somente a porcelana de cobertura, e os de duas camadas de cobertura no topo foram mais fortes com diferenças estatisticamente significantes dos espécimes somente de porcelana de cobertura, ou que os que tinham duas camadas de porcelana de cobertura e a porcelana de infra-estrutura no topo. Os autores concluíram que o material que fica na base é o que determina a resistência, firmeza e modo de fratura do conjunto.

Luthard et al.³³ (2004) publicaram um trabalho com os seguintes objetivos: A) testar a hipótese que os defeitos de superfície e micro-fendas são induzidos pelo desgaste das coroas e B) analisar o material removido e a camada superficial desgastada assim como estimar o tamanho das micro-fendas provocadas pelo processo de fresagem da porcelana Y-TZP simulando a confecção de coroas. Para este trabalho Os autores utilizaram corpos-de-prova em forma de disco e cilindro confeccionados a partir de uma cerâmica altamente sinterizada com 97% mol% de ZrO_2 e 3 mol% de Y_2O_3 . Os resultados evidenciaram defeitos e micro-fendas de 2 a 15 μm . nas superfícies das coroas desgastadas; com isto os autores concluíram que o desgaste de cerâmicas altamente sinterizadas como Y-TZP provoca danos na micro-estrutura do material.

Que mudar o parâmetro do desgaste não é uma solução a este problema e que métodos alternativos como cerâmicas parcialmente sinterizadas e procedimentos que não provoquem desgastem devem ser desenvolvidos para melhorar a resistência de coroas e pontes fixas feitas com sistemas CAD/CAM.

Rizkalla, Jones⁴⁹ (2004) realizaram um estudo com objetivo de avaliar e comparar os valores de resistência à flexão, módulo de elasticidade e dureza de 7 materiais encontrados no mercado. In-Ceram Alumina (Vita); In-Ceram Alumina matiz vítrea (Vita); Hi-Ceram (Vident); Vitadur (Vita); Vitadur-N dentina (Vita); Vitadur-N esmalte (Vita); Dicor (Dentsply); Dicor cerâmica (Dentsply). 5 corpos-de-prova de cada material, com seção transversal de 1 x 5 mm foram confeccionados para o teste de resistência à flexão em 3 pontos, com *span* de 11,5 mm e velocidade de 0,5 mm/min. Para a avaliação do módulo de elasticidade foram confeccionados 3 corpos-de-prova de cada material com $6,4 \pm 0,1$ mm de diâmetro e $5,0 \pm 0,1$ mm de comprimento e para o teste da dureza Knoop, os espécimes circulares foram cortados na metade, embebidos em resina, ré-polidos e submetidos a 6 endentações com forças que variavam de 1,96 a 9,80 N. Os resultados mostraram as melhores propriedades mecânicas para o In-Ceram Alumina, com valores de resistência à flexão de até 547,53 MPa. Não houve diferença estatística significativa entre o Dicor, Dicor cerâmica, Vitadur-N esmalte e dentina.

Os autores concluíram afirmando que a resistência à flexão do In-Ceram Alumina é comprável com a do IPS-Empress 2.

Anusavice² (2005) menciona que a propagação das fraturas a partir de defeitos superficiais é responsável pelo pobre comportamento mecânico das cerâmicas sob tensão, embora também seja possível que defeitos no interior dos materiais, igualmente, possam causar iniciação da fratura sob certas condições. Para o autor, um dos métodos para interrupção de fraturas e reforçar o material, promovendo alteração estrutural cristalina sob tensão para absorver a energia da fratura. Na maioria das vezes, a utilização da fase cristalina dispersa para interromper a propagação de fraturas requer uma similaridade nos coeficientes de contração térmica do material cristalino e da matriz de vidro.

Dias et al.¹⁷ (2005) realizaram um trabalho com o propósito de avaliaram a resistência e caracterizar química e micro estruturalmente, através da espectrometria dispersiva de raios X (EDX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV), a interface ceramo-cerâmica de dois grupos: A) IPS Empress 2 / Empress Cerâmico; B) In-Ceram Alumina / Vitadur Alfa. Foram confeccionadas dez amostras de cada grupo compostas por infra-estrutura que apresenta uma extremidade maior de dimensões de 5,0 mm de diâmetro x 5,0 mm de comprimento, um

estreitamento de 1,0 mm formando uma extremidade menor de 4,0 mm de diâmetro x 2,0 mm de comprimento, sendo nesta superfície aplicada cerâmica de recobrimento apresentando 4,0 mm x 3,0 mm de comprimento. Os grupos A e B, foram submetidos as teste de cisalhamento numa maquina Instron a uma velocidade de 0,5 mm/min até a fratura. Os resultados mostraram uma predominância no grupo B de deslocamento total do recobrimento em relação a infra-estrutura, enquanto no grupo A observaram um deslocamento parcial. Os autores concluíram que o grupo A apresentou uma maior adesividade ceramo-cerâmica, quando avaliado mecânica e micro estruturalmente.

Guazzato et al.²³ (2005) realizaram um trabalho com o objetivo de avaliar a influência do jateamento, desgaste, direção do desgaste, polimento e calor na resistência à flexão da cerâmica industrializada e infiltrada por vidro In-Ceram Zircônia (Vita). 160 corpos-de-prova de 20 x 1,3 x 4 mm foram cortados com disco de diamante a partir de um bloco de cerâmica Vita In-Ceram Blank for CEREC e infiltrados por vidro a 1.140°C por 150 min. O excesso do vidro foi removido com jato de óxido de alumínio de 50 µm a 0,25 MPa, seguidamente os espécimes foram divididos em 8 grupos. O módulo de ruptura foi avaliado pelo teste de flexão de 3 pontos com *span* de 14 mm e velocidade de 0,5 mm/min. Para a observação da superfície das fraturas e a origem delas, foi utilizado microscópio eletrônico de varredura

(MEV) e a determinação da quantidade de fase monoclinica depois dos tratamentos de superfície e calor foi feita pela difração de raio-X . Com base nos resultados, os autores concluíram sugerindo que: após qualquer tipo de tratamento de superfície no In-Ceram Zircônia, deve ser feita a aplicação de calor para evitar a degradação da resistência.

Guazzatto et al.²⁸ (2005) realizaram uma pesquisa com o objetivo de estimar a influencia do jateamento, orientação de desgaste, polimento e calor na resistência à flexão de uma cerâmica Y-TZP. 160 espécimes em forma de barra (20 x 1,3 x 4 mm) foram confeccionados a partir de um bloco cerâmico DC-Zirkon (5% peso de Y_2O_3 TZP, DSC Dental AG, Allschwill, Switzerland) e divididos em 4 grupos de acordo com o tratamento de superfície a seguir: Grupo S: jateamento; Grupo SH: jateamento + calor; Grupo GPA: desgaste paralelo ao longo eixo; Grupo GPAH: desgaste paralelo ao longo eixo + calor; Grupo GPE: desgaste perpendicular; Grupo GPEH: desgaste perpendicular + calor; Grupo P: Polimento; Grupo PH: polimento + calor. Seguidamente os corpos de prova foram levados ao teste de flexão em 3 pontos para calcular a resistência à flexão e a analises de difração de raios X para estimar a quantidade relativa da fase monoclinica. Os resultados evidenciaram maiores valores de resistência à flexão e maiores porcentagens de fase monoclinica no grupo foi somente jateado (1540 MPa; 9.5%); no grupo que sofreu desgaste paralelo (1330 MPa; 8.3%) já os menores valores

(955 MPa; 0.3%) foram observados no grupo que recebeu jateamento e calor. Os autores concluíram sugerindo que o jateamento e polimento podem ser recomendados para aumentar a resistência das cerâmicas Y-TZP; desde que não sejam seguidas pela aplicação de calor.

Lüthy et al.³⁴ (2005) propuseram-se determinar in vitro a resistência e confiabilidade de infra-estruturas de quatro elementos para dentes posteriores confeccionadas com cerâmica vítrea reforçada com dissilicato de lítio (Empress 2 / Ivoclar); zircônia infiltrada com vidro (In-Ceram Blanks / Vita) e Zircônia estabilizada com Ítrio - TZP (Cercon Blanks / DeguDent). 15 corpos-de-prova de forma idêntica foram confeccionados com cada material. O desenho da infra-estrutura simulava uma ponte fixa de primeiro pré-molar até segundo molar onde os conectores tinham uma seção transversal de 7,3 mm², altura ocluso gengival de 2,8 mm e 2,7 mm de largura buço lingual. Para a confecção da infra-estrutura de zircônia TZP, primeiramente foi digitalizado a laser o enceramento da infra-estrutura (Cercon brain), logo os blocos de zircônia (Cercon Blanks), foram fresados (Cercon-smart ceramic system / DeguDent) e sinterizados a 1.350°C por 2h. (Cercon heat). Para a confecção das infra-estruturas de zircônia infiltrada com vidro, os blocos cerâmicos (In-Ceram blanks) foram fresados com o sistema Celay (Mikrona) e infiltrados com vidro (In-Ceram Zircônia glass powder) seguindo as recomendações dos fabricantes. Para o sistema Empress 2

foi utilizado o forno EP 500 (Ivoclar), onde após a eliminação da cera, as pastilhas foram submetidas a uma temperatura de 920°C, com pressão de 5 bar por 30 min. O teste mecânico foi realizado numa máquina de ensaios universal a uma velocidade constante de 0,5 mm/min. Os resultados mostraram a maior resistência e maior módulo de Weibull para a zircônia estabilizada com ítrio - TZP (755 N / 7,0). A zircônia infiltrada com vidro (518 N / 4,5) e o Empress 2 (282 N / 5,7) respectivamente. Com isto, os autores concluiriam que as infra-estruturas de zircônia estabilizada com ítrio - TZP demonstraram as melhores propriedades mecânicas, porém os conectores para este tipo de infra-estruturas devem ter mais de 7,3 mm² e não menos como pode ser encontrado na literatura.

Snyder, Hoogg⁶⁰ (2005) compararam os diferentes valores de resistência à fratura de cinco diferentes sistemas cerâmicos utilizados para a confecção de infra-estruturas. Para esta pesquisa utilizaram cinquenta núcleos de titânio em forma de um molar inferior; vinte deles foram escaneados e fresados pelo sistema Procera (Nobel Biocare) em Alumina e Zircônia, dez coppings para cada tipo de material; outros vinte núcleos foram escaneados e fresados pelo sistema CEREC in-lab (Sirona), 10 em Alumina (Vita) e 10 em Zircônia (Vita), sendo posteriormente infiltrados por vidro, segundo as recomendações do fabricante e os últimos 10 núcleos foram diretamente enviados para o laboratório de próteses para a confecção dos coppings em IPS Eris

(Ivoclar Vivadent). Finalmente, todos coppings receberam a aplicação da porcelana de cobertura por um técnico de próteses dental instruído para deixar espessura da porcelana uniforme em todos e serem cimentados nos núcleos metálicos com o cimento G.C. Link Max resin adhesive cement (G.C. América Inc.) com um peso de 5 kg por 10 minutos. O ensaio mecânico foi realizado em uma máquina Instron a uma velocidade de 0,5 mm/min até o momento da fratura, registrando os seguintes valores: Para o IPS Eris: 321,49 KgF; para o CEREC In-lab Alumina: 288,63 KgF; para o CEREC In-lab Zircônia: 266,58 KgF; para o Procera Allceram Alumina: 295,49 KgF e para o Porcera Zircônia: 420,37 KgF. Com estes resultados os autores concluíram que os corpos-de-prova confeccionados com coppings de Procera Zircônia obtiveram valores significativamente maiores de resistência à fratura.

White et al.⁷² (2005) publicaram um trabalho onde investigaram a variação da resistência à flexão, de barras compostas por camadas de infra-estrutura de zircônia e porcelana de cobertura. Oito diferentes tipos de barras foram confeccionadas utilizando Y-TZP como (Lava System) e porcelana feldespática (Lava Ceram Veneer ceramic); cada um desses grupos tinha 10 espécimes com dimensões de aproximadamente 44 x 4 x 4 mm. O módulo de elasticidade dos materiais foi medido pelo método acústico e a força máxima do módulo de ruptura foi determinado usando o ensaio de flexão em 3 pontos numa máquina de

ensaios universal. Os resultados mostraram que os corpos de prova com somente porcelana de cobertura obtiveram valores de resistência a flexão de 77 à 85 MPa Já os corpos-de-prova com infra-estrutura de zircônia registraram valores muito maiores (636 à 786 MPa). O modulo de elasticidade de da porcelana de cobertura e da infra-estrutura foram de 71 e 224 GPa respectivamente. Com isso os autores concluíram que o sistema de infra-estrutura a base de zircônia, por eles testados, teve valores de resistência à fratura, substancialmente maiores que outros materiais de infra-estrutura puros de cerâmica citados literatura.

Beck⁵ (2006) realizou a sua pesquisa de mestrado com o objetivo processar e caracterizar compósitos cerâmicos de alumina-zircônia (zircônia toughened alumina - ZTA) com 33% (em peso) de zircônia tetragonal policristalina (estabilizada com 12% de céria) densificados utilizando fase vítrea de SiO_2 - B_2O_3 - La_2O_3 . Foram investigadas duas técnicas visando atingir este propósito: i) infiltração de cerâmicas de alumina-zircônia porosa (présinterizadas) por fase líquida e ii) sinterização via fase líquida de corpos cerâmicos obtidos a partir da mistura dos pós de alumina , zircônia e vidro. A influência do tipo de sinterização (infiltração e mistura de pós) e a viabilidade do uso de matérias-primas nacionais foram avaliadas para estudar sua utilização em aplicações estruturais. As cerâmicas avaliadas foram: alumina- zircônia comercial importada com sinterização por infiltração de fase vítrea (grupo

controle), alumina-zircônia experimental também com sinterização por infiltração de fase vítrea (utilizando matérias-primas nacionais) e alumina-zircônia com mistura mecânica de fase vítrea e sinterização sem infiltração. Inicialmente foram feitos estudos das características dos pós, dos compactados e das cerâmicas pré-sinterizadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), difração de raios X (DRX), além de análises das distribuições de tamanho de partículas e de porosidade. As cerâmicas foram sinterizadas em temperaturas de 1140 e 1180°C e avaliou-se a retração linear, densidade real e porosidade. Também foram feitas análises por MEV e difração de raios X pelos autores. Os resultados indicaram que as cerâmicas nacionais de alumina-zircônia com infiltração de fase vítrea apresentaram as melhores características. Os valores de propriedades mecânicas de tensão de ruptura (σ_r) foram determinados para todas as cerâmicas. A microdureza Vickers (H_v) e a tenacidade à fratura (K_{IC}) foram determinadas apenas nas cerâmicas com infiltração de fase vítrea, pois as outras cerâmicas apresentaram excessivas porosidade e fragilidade. Os resultados mostraram que a cerâmica produzida com materiais nacionais (alumina e zircônia), com infiltração de fase vítrea (importado), reuniu a melhor média de resultados, ou seja, σ_r 338,03 de MPa, H_v 12,06 de GPa e K_{IC} 2,41 de $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. Estes valores de propriedades mecânicas são maiores do que aqueles registrados na literatura para as cerâmicas de alumina-zircônia com

infiltração de fase vítrea, viabilizando o uso destas matérias-primas nacionais para a produção destas cerâmicas.

Bhojalian et al.⁷ (2006) realizaram um levantamento bibliográfico sobre os fatores envolvidos nos testes de resistência à fratura dos sistemas cerâmicos reforçados por leucita, disilicato de lítio e alumina. Os autores verificaram que estes testes, podem ser influenciados por uma variedade de fatores como: número de amostras utilizadas na pesquisa; período de avaliação; região a ser restaurada; tipo de material cerâmico; tipo e espessura de cimento utilizado; condicionamento da superfície cerâmica, glaze e polimento da superfície da cerâmica, ajuste oclusal após a cimentação, dentre outros. Sendo assim, verificaram que a existência de um protocolo para os testes de resistência à fratura de materiais cerâmicos, é de suma importância para que se possam obter resultados confiáveis e capazes de retratar a realidade clínica.

Curtis et al.¹² (2006) realizaram uma pesquisa com o objetivo de investigar a influência da simulação de forças mastigatórias, que rotineiramente ocorrem no meio oral durante a vida útil de uma reconstrução com cerâmica Y-TZP. Os autores avaliaram a resistência a flexão, módulo de Weibull e dureza superficial de corpos-de-prova em forma de discos (13 mm de diâmetro x 1.54 mm de altura) obtidos a partir de um bloco de cerâmica com 5-mol% de Y-TZP (LAVA – 3M ESPE). As

amostras foram divididas em 10 grupos com 30 espécimes cada. O Grupo A e E foram mantidos nas condições “recebidas” como grupo controle; grupo B-D foram submetidos a 2000 ciclos contínuos a 500 N (383 – 420 MPa), 700 N (536 - 588 MPa) e 800 N (613 – 672 MPa). O grupo F-H foi também submetido a ciclos contínuos de carga somente que imersos em água a 37°C por 2000 ciclos a 500 N; 700 N e 800 N. O grupo I-J foi mantido seco e submetido a um máximo de 80 N (61 – 67 MPa) por 10^4 e 10^5 ciclos para simular nível de força mastigatória que as coroas e pontes de cerâmica pura receberão ao longo da sua vida útil na boca. Seguidamente os espécimes foram submetidos ao ensaio de Flexão e de dureza Vickers. Os resultados, submetidos a avaliação estatística, não mostraram diferença significativa na resistência à flexão entre todos os grupos. Já o aumento do módulo de Weibull foi significativo para os espécimes imersos em água (8.6 ± 1.6 , 8.5 ± 1.6 , 10.3 ± 1.9) comparados com o grupo controle (7.1 ± 1.3), já o grupo submetido a extenso ciclo de 10^5 resultou numa significativa redução do módulo de Weibull (5.3 ± 1.0) comparado com o grupo controle. Foram localizadas áreas com aumento da dureza superficial diretamente abaixo da esfera do endentador. Os autores concluíram que o aparecimento de áreas com maior dureza superficial pode ser resultado de um mecanismo de transformação da resistência ou aumento da densidade do material por esmagamento. A redução da confiabilidade dos espécimes submetidos a

80 N por 10^5 ciclos foi associada o acúmulo de dano crítico, como resultado das extensas forças mastigatórias naturais.

Em outro trabalho, Curtis et al.¹³ (2006) examinaram a influência de dos diferentes técnicas de modificação da superfície interna antes da cimentação, 12 jogos de cerâmica Y-TZP (LAVA – 3M ESPE) em forma de disco com 13 mm de diâmetro x 1.5 mm espessura foram utilizadas e divididas aleatoriamente em seis grupos donde foram abrasonados com alumina de 25, 50 e 110 μm e guardados protegidos da umidade ou em água a 37°C por 24 h. quatro grupos sofreram desgaste com uma broca diamantada fina ou grossa, com água ou à seco. A resistência à flexão bi-axial, e módulo de Weibull de todos os espécimes foram determinados; assim também como a rugosidade, dureza superficial e composição das fases. Os resultados identificaram que não existia diferença estatisticamente significativa ($p < 0.05$) na resistência à flexão entre os corpos de prova abrasonados com 25, 50 e 110 μm de alumina e o grupo controle. Porém, um aumento significativo do módulo de Weibull foi identificado nos espécimes abrasonados com alumina e conservados sem umidade (10.7 ± 1.9 , 10.6 ± 1.9 e 10.6 ± 1.9) quando comparados com o grupo controle (7.5 ± 1.3) e os espécimes guardados em água. Também foi observado que a abrasão com alumina diminuiu a rugosidade superficial comparada com os controles. Já o desgaste com a broca diamantada grossa reduziu significativamente à resistência a flexão

e o modulo de Weibull, comparado com o controle, mas não houve diferenças significantes para o desgaste com a broca diamantada fina. Os autores concluíram que a combinação da redução da rugosidade superficial e a formação de uma camada superficial de estresse compressivo como resultado da abrasão com alumina aumentou a confiabilidade da resistência à flexão.

Denry, Hollaway¹⁵ (2006) avaliaram os câmbios micro-estruturais e cristalográficos depois de desgastar uma cerâmica dental composta por 3Y-TZP (Cercon base, Dentsply international). O bloco de cerâmica foi cortado em discos de 25 mm de diâmetro x 1.8 mm de espessura e sinterizada de acordo com as recomendações dos fabricantes e divididas em quatro grupos de trabalho: A) grupo controle; B) desgaste manual com disco de diamante (30 – 40 μm) com água; C) desgaste e polimento com pasta de 0.5 μm ; e D) desgaste e recozimento em forno a 1000°C por 1 hora. Os espécimes foram analisados por difração de raios X para caracterizar as faces cristalinas e a micro-estrutura foi investigada com MEV. Também foi verificada a dureza Vickers e realizado o ensaio de resistência flexural biaxial *ball-on-ring*. Os resultados de difração de raios X mostraram que o grupo controle e o grupo que foi desgastado e recozido no forno continham somente zircônia na fase tetragonal. A MEV mostrou a microestrutura da superfície moída e polida caracterizada por danos significativos na superfície associados os

grãos que foram eliminados e deixaram uma depressão de 20 μm aproximadamente. A resistência flexural biaxial mostrou diferença significativa ($p = 0.02$) entre o grupo controle ($944 \pm 156 \text{ MPa}$) com os grupos que foram desgastados ($1189 \pm 250 \text{ MPa}$) e o módulo de Weibull foi de 5.548 para o grupo controle e de 4.403 para os grupos desgastados. Os autores concluíram que o desgaste da cerâmica 3Y-TZP induz a formação da fase romboidal da zircônia e uma forçada fase tetragonal da mesma. Isto permite um aumento significativo na resistência flexural assim também como o aumento da resistência a propagação das fraturas; mas recomendam que o efeito a longo prazo, do dano causado pelo desgaste da cerâmica 3Y-TZP precisa de ser avaliado; assim também como a satisfatória reversão da transformação da fase da zircônia pelo recozimento.

Itinchoe et al.³¹ (2006) realizaram um trabalho com objetivo de avaliar a influência da ciclagem mecânica em dois materiais cerâmicos utilizando o método biaxial para determinar a resistência à flexão. Vinte corpos de prova foram confeccionados com dimensões aproximadamente de 15 mm de diâmetro e 1,2 mm de espessura para cada material constituído com diferentes composições: A) alumina sinterizada e compactada (Procera AllCeram), e B) zircônia + alumina (In-Ceram zircônia). Os grupos foram elaborados de acordo com as recomendações dos fabricantes. O total das amostras, de cada material, foi dividido em

dois sub-grupos, um sem e outro com ciclagem mecânica (20000 ciclos, com carga de 50 N e imersão em água destilada a 37°C) antes do teste a flexão em uma máquina Instron. Os resultados analisados estatisticamente indicaram que as médias de resistência sem a flexão sem e com ciclagem mecânica, da porcelana Procera AllCeram foram de 647,16 MPa e 630 MPa e para a cerâmica In-Ceram zircônia 496,45 MPa e 457,83 MPa respectivamente. Os autores concluem, que segundo os resultados apresentados, indicam que a ciclagem mecânica não diminui a resistência a flexão pelo método biaxial, e que a cerâmica Procera AllCeram foi estatisticamente significante superior a resistência a flexão do In-Ceram zircônia.

Oliva⁴² (2006) avaliou por meio de ensaios de resistência à flexão, em três pontos, e de dureza, o comportamento mecânico das porcelanas feldespáticas Duceram Plus (Dugudent), Excelsior (Dugudent), Dureceragold (Dugudent), Symbio (Dugudent), VMK (Vita), Omega 900 (Vita) e Vitadur Alpha (Vita) reforçada com óxido de alumínio; submetidas a dois métodos de processamento laboratorial: sinterização convencional (fabricantes) e por injeção a vácuo (experimental). Foram confeccionadas dez amostras de cada grupo experimental para o ensaio de resistência à flexão (em forma de barra de 25 x 5 x 2 mm) seguindo a norma ISO 6872. Os testes foram realizados em equipamento MTS 810 com célula de carga de 10 kN e velocidade de 0,5 mm/minuto, gerenciado pelo

programa Test Start II. Para o ensaio de dureza, na escala Vickers, cinco fragmentos de cada grupo foram incluídos em resina acrílica autopolimerizável, polidos e submetidos ao teste em durômetro Buheler, com carga de 300 gf, por 30 segundos. Os resultados mostraram que, em relação à sinterização convencional, o método experimental de injeção a vácuo proporcionou aumento nos valores de resistência à flexão nas cerâmicas Duceram Plus (54,70 MPa x 70,13 MPa), Excelsior (42,78 MPa x 70,18 MPa), Omega 900 (53,13 MPa x 82,08 MPa), Symbio (49,01 MPa x 61,54 MPa) e VMK 95 (47,15 MPa x 77,41 MPa). Mas também foi registrado que o método experimental de injeção a vácuo não alterou a resistência à flexão nas cerâmicas Duceragolg (59,75 MPa x 58,11 MPa) e Vitadur Alpha (44,84 MPa x 44,91 MPa). Independente da técnica de processamento empregada, houve maior dureza para as cerâmicas VMK 95 (471,02 VHN), Omega 900 (470,99 VHN) e Vitadur Alpha (468,84 VHN), semelhantes entre si. A seguir, figuram as cerâmicas Excelsior (447,04 VHN) e Durecam Plus (442,57 VHN), também semelhantes entre si, e finalizando a série, também com igualdade estatística entre si, as cerâmicas Sybio (427,63 VHN) e DuceraGold (423,97 VHN). O autor concluiu que o processo de injeção a vácuo, experimental, não alterou a dureza dos materiais estudados.

Papanagiotou et al.⁴⁴ (2006) investigaram a possível degradação da resistência flexural de um novo material cerâmico

composto por Y-TZP (Vita In-Ceram YZ) depois de ser exposta a vários procedimentos de degradação a baixa temperatura (LTD) o procedimentos de polimento final. Os autores também avaliaram possíveis alterações micro estruturais na superfície de este material utilizando MEV e difração de raios X; a composição química foi analisada pela espectroscopia de energia dispersiva (EDS). Foram utilizados 310 barras de 25 x 4 x 2 mm obtidas a partir de blocos de Zircônia YZ-40 para Cerec (8 barras por cada bloco), sintetizadas no forno ZYcromat (Vita) e divididos em 9 grupos experimentais: Grupo C: Controle; Grupo B24h: água fervente por 24h; Grupo B7d: água fervente por 7 dias; Grupo H6h: Guardado em ar úmido a 250°C por 6h; Grupo H24h: Guardado em ar úmido a 250°C por 24h; Grupo H7d: Guardado em ar úmido a 250°C por 7 dias; Grupo P: Polido; Grupo A: Desgaste por ar abrasivo; Grupo AB: Desgaste por ar abrasivo mais água fervente por 7 dias. A resistência flexural de todos os espécimes foi determinada usando o teste de 3 pontos numa máquina de ensaios Universal com célula de carga de 10 kN e velocidade de 0,5 mm/min. Os resultados demonstraram que os tratamentos não provocaram efeitos negativos significantes na resistência a flexão, que foi de 796,7 à 950,2 MPa. O módulo de Weibull foi de 5.6 à 9.3 e a maior transformação da fase tetragonal para a monoclinica foi encontrada nos grupos: B7d e Grupo H7d. Às análises por MEV e SEM mostraram menor concentração de Ítrio nos espécimes do grupo B7d. Com tudo isso os autores concluíram que os vários procedimentos de

degradação a baixa temperatura (LTD) e de polimento final não reduziram a resistência à flexão das barras de zircônia; já o desgaste por ar abrasivo aumentou a mesma.

Raigrodski et al.⁴⁸ (2006) realizaram um estudo clínico piloto para avaliar a eficácia das próteses posteriores de três elementos feitas com infra-estruturas de zircônia. Vinte próteses fixas de três elementos foram fixadas em 16 pessoas que apresentavam ausência do segundo pré-molar ou o primeiro molar. Todos os dentes foram preparados da mesma forma com redução oclusal de 1,5 a 2 mm; redução axial de 1,5 a 1.0 mm; 360° de ombro cervical sub-gengival a 0,5 mm na fase vestibular e supra-gengival na fase palatina. As moldagens foram feitas com Empress (3M); as infra-estruturas foram fabricadas utilizando um sistema computadorizado (CAD/CAM) com áreas mínimas nos conectores de 9 mm² e cimentadas com Rely X (3M). O retorno dos pacientes para avaliação foi em 2 semanas, 6, 12, 18, 24 e 36 meses. Os resultados demonstraram que as infra-estruturas tiveram boas performances clínicas no que se refere a resistência a fratura, integridade marginal, descoloração marginal depois do curto período de uso (16 a 36 meses).

Sinmazişik, Öveçoğlu⁵⁹ (2006) publicaram um trabalho que teve como objetivo comparar a caracterização micro estrutural com as propriedades físicas de porcelanas dentais sinterizadas, preparadas com

água destilada ou com o seu líquido de modelar. Os autores utilizaram seis porcelanas dentais em pó, encontradas no mercado: IPS Classic (Ivoclar); IPS d.SING (Ivoclar); IPS InLine (Ivoclar); Vita VMK95 (Vita); Vita OMEGA 900 (Vita) e Ceramco II (Ceramco-Dentsply); com as quais foram confeccionados espécimes para análises de difração de raios-X (DRX), microscópio óptico e MEV; assim também como foi determinada a densidade, resistência a flexão e micro dureza. Os resultados mostraram que as porcelanas pré-misturadas com o líquido de modelar tiveram valores maiores de densidade, resistência à flexão e micro-dureza que as pré-misturadas com água destilada. A caracterização por DRX e MEV evidenciou a coexistência de leucita tetragonal (1-3 μm) e cristais de fluorapatita hexagonal (0,4-1,2 μm) na matriz vítrea feldespática da micro-estrutura do IPS d.SING e cristais de leucita (3-6 μm) na micro-estrutura das outras porcelanas. Os autores concluíram que misturar o pó das porcelanas com água destilada ou seu próprio líquido de modelar, antes da sinterização, não causou nenhum efeito na micro-estrutura resultante. Por outro lado, diferenças significativas foram detectadas entre as propriedades físicas de algumas porcelanas.

Oh et al.³⁹ (2007) realizaram um estudo com o objetivo de investigar as propriedades de uma matriz de alumina produzida utilizando um solvente à base de água; assim também como a possibilidade de uso clínico em uma coroa totalmente cerâmica em dentaduras parciais fixas.

A durabilidade de este sistema foi mensurada pelo teste de fadiga para simular as condições mastigatórias da cavidade oral. A pasta de alumina foi obtida misturando pó de alumina de 3µm de diâmetro com água destilada e uma emulsão de acrílico como aglutinante; como agente plastificador e agente dispersor foi utilizado Benzoflex-50. Os resultados indicaram que as proporções em peso de alumina (alumina+ aglutinante + plastificador) de 0,84 e aglutinante (aglutinante + plastificador) de 0,5 demonstraram ser ótimas para aumentar as propriedades do composto. A resistência à fratura a flexão da matriz infiltrada de alumina foi de 4.6MPa^{1/2} e 498 MPa respectivamente. Os autores concluíram que a matriz infiltrada de alumina produzida com um solvente à base de água pode ser indicada para uso em dentes anteriores de dentaduras parciais fixas.

Salier et al.⁵¹ (2007) publicaram os resultados de um trabalho clínico que tinha por objetivo avaliar o sucesso de infra-estruturas parciais fixas de zircônia com 3 ou 5 elementos em dentes posteriores depois de 5 anos de observação clínica. 45 pacientes que precisavam da substituição de pelos menos uma prótese para uno o três dentes posteriores foram incluídas no estudo; cinquenta e sete próteses de 3 a 5 elementos de zircônia foram cimentadas com Variolink ou Panavia TC. Os dentes foram avaliados depois de 6 meses, e 1 a 5 anos depois da cimentação tentando explorar a profundidade do sulco gengival; o grau de

adaptação e observar o índice de placa; presença de sangramento na sondagem e vitalidade pulpar. Os resultados mostraram que depois da visita de 3 anos de controle, 7 próteses em 7 pacientes tiveram que ser substituídas por que não estavam mais em condições clínicas aceitáveis devido a complicações biológicas ou técnicas. Depois de 5 anos de observação clínica, 12 próteses em 12 pacientes tiveram que ser substituídas; uma de 5 elementos fraturou decorrente de um trauma depois dos 38 meses. Com tudo isso o sucesso das infra-estruturas de zircônia foi de 97.8%, porém, o índice de sobrevivência foi 73,9% devido a outras complicações. Os autores concluíram que a zircônia oferece suficiente estabilidade como material de infra-estrutura de 3 ou 4 elementos em dentes posteriores. Já a adaptação da infra-estrutura com as porcelanas de cobertura deve ser melhorada.

Yilmaz et al.⁷³ (2007) avaliaram e compararam as propriedades mecânicas de seis materiais puros de porcelana comumente utilizados para confeccionar infra-estruturas, utilizando o ensaio de flexão biaxial (piston on 3 balls) e a resistência à fratura por endentação. As cerâmicas por eles utilizadas foram: Finesse (Dentsply), Cergo (Dentsply), IPS Empress (Ivoclar Vivadent), In-Ceram Alumina (Vita), In-Ceram Zircônia (Vita) e Cercon Zircônia (Dentsply); das quais se fabricaram 25 corpos-de-prova para cada uma em forma de disco com 15 mm de diâmetro e 1.2 mm de espessura. Os resultados evidenciaram

maiores valores de resistência a flexão e módulo de weibull para a Cerâmica Cercon Zircônia (1.140,80 MPa; $m=13.26$) seguidos do In-Ceram Zircônia (541,80 MPa; $m= 10.17$) e In-Ceram Alumina (341.80 MPa; $m= 6,96$). Já os resultados da resistência à fratura por endentação foram significativamente diferentes. Os autores concluíram que a infraestrutura Cercon Zircônia mostrou maiores valores de resistência à flexão e fratura comparada com as outras cerâmicas testadas neste estudo.

Fischer et al.²¹ (2008) preocupados com as micro-fendas que podem ocorrer na superfície das restaurações cerâmicas durante o processo de manufatura; apresentaram uma técnica para fechar essas micro-fendas com infiltrado vítreo. Para tal confeccionaram espécimes de cerâmica com alta concentração de alumina (99.99%) em forma de barra de 3 x 4 x 30 milímetros nas quais foram realizadas micro-fendas utilizando uma máquina de dureza Vickers com peso de 200N por 20 segundos. Seguidamente foi colocado sobre cada espécime uma barra de metal com abertura central de 1 x 1 x 10 milímetros; abertura que ficou exatamente sobre a marca deixada pelo micro-durômetro, e assim o conjunto foi levado a numa máquina de ensaios Universal com carga de 80 kN por 3 minutos com o objetivo de propagar cuidadosamente as micro-fendas além das marcas de micro-dureza. Seguidamente foi aplicado sobre os corpos-de-prova pó de vidro com óxido de lantânio e levados a um forno a 1110 °C por 40 minutos com o objetivo de preencher

as micro-fendas que tinham sido provocadas. Finalmente todos os espécimes foram submetidos ao ensaio de flexão em 4 pontos. Os resultados evidenciaram redução das médias de resistência à flexão de 378 MPa para 196 MPa e do módulo de Weibull de 13,7 para 2,3 nas amostras que tinham sido danificadas pelas micro-fendas e não tinham sido tratadas com o infiltrado vítreo. Já os corpos-de-prova que foram danificadas pelas micro-fendas e receberam o infiltrado vítreo registraram valores médios de 434 MPa para resistência a flexão e 17,3 para o módulo de Weibull; valores superiores as amostras do grupo controle. Com isso os autores concluíram que o procedimento de infiltrado vítreo realizado por eles foi efetivo para preencher as micro-fendas criadas na superfície dos corpos-de-prova e sugerem a sua utilização nos laboratórios dentais como uma alternativa econômica para o concerto de cerâmicas aluminizadas.

PROPOSIÇÃO

Proposição

O propósito deste trabalho foi a caracterização da influência do tipo de sinterização na composição química, resistência à flexão e dureza de blocos cerâmicos para CAD/CAM.

MATERIAL E MÉTODO

Material e Método

1. SELEÇÃO DOS MATERIAIS

Para a realização deste estudo foram selecionados quatro tipos de blocos cerâmicos do sistema In-Ceram® (VITA Zahnfabrik H. Rauter GmbH & Co. KG, Bad Säckingen – Germany), recentemente introduzidos no mercado Odontológico para a confecção de infra-estruturas por CAD/CAM (Desenho Assistido por Computador / Manufatura Assistida por Computador) com diferentes tipos de sinterização. As Figuras 1 á 4 mostram os materiais utilizados e o Quadro 1 detalha cada um deles.



FIGURA 1 – Bloco In-Ceram® Alumina.



FIGURA 2 – Bloco In-Ceram® AL.



FIGURA 3 – Bloco In-Ceram® Zircônia.



FIGURA 4 – Bloco In-Ceram® YZ.

Quadro 1 – Detalhe dos materiais utilizados.

NOME DO PRODUTO	COMPOSIÇÃO EM PESO*	FORMA DE APRESENTAÇÃO
In-Ceram® Alumina	100% Al_2O_3	Bloco BA-28 (14 x 15 x 28 mm)
In-Ceram® AL	100% Al_2O_3	Bloco AL-40 (15,5 x 19 x 39 mm)
In-Ceram® Zircônia	67% Al_2O_3 33% ZrO_2	Bloco BZ-33 (14 x 15 x 33 mm)
In-Ceram® YZ	< 1% Al_2O_3 < 95% ZrO_2 5% Y_2O_3 < 3% HfO_2	Bloco YZ-40/19 (15,5 x 19 x 39 mm)

* FONTE: Fabricante

2. GRUPOS DE TRABALHO

Foram utilizados dois blocos para cada tipo de cerâmica, que cortados em barras representaram o total de 20 corpos-de-prova por grupo de trabalho (10 corpos-de-prova por bloco). Sendo eles distribuídos como mostra o Quadro 02:

Quadro 2 – Distribuição dos corpos-de-prova segundo os grupos de trabalho

GRUPO	MATERIAL	TIPO DE SINTERIZAÇÃO	Nº DE BLOCOS	Nº DE CORPOS-DE-PORVA
G1	In-Ceram [®] Alumina	Fase líquida	02	20
G2	In-Ceram [®] AL	Fase sólida	02	20
G3	In-Ceram [®] Zircônia	Fase líquida	02	20
G4	In-Ceram [®] YZ	Fase sólida	02	20

3. OBTENÇÃO DOS CORPOS-DE-PROVA

Os blocos cerâmicos In-Ceram[®] Alumina e In-Ceram[®] Zircônia (grupos G1 e G3) foram cortados em forma de barra para obter corpos-de-prova com 25 mm de comprimento, 5 mm de largura e 2 mm de espessura. Os blocos cerâmicos In-Ceram[®] AL e In-Ceram[®] YZ (grupos G2 e G4) foram cortados 25% maiores; isto é, com 31,5 mm de comprimento, 6,25 mm de largura e 2,5 de espessura, devido a contração que sofreriam após de sinterização.

3.1 Corte perpendicular – comprimento

O primeiro corte que foi realizado nos blocos cerâmicos foi perpendicular ao longo eixo dos mesmos, com o intuito de remover a haste metálica e determinar o comprimento dos corpos-de-prova. Para tal, a haste de cada bloco foi fixada por meio de parafusos, numa garra metálica que possibilitou a apreensão do bloco na máquina de cortes seriados ISOMET 1000[®] (BUEHLER Ltda. Lake Bluff, IL, EUA) equipada com um disco de diamante de 0,3 mm de espessura (BUEHLER série 15LC nº 11,4276) a uma velocidade de 400 rotações por minuto sob abundante refrigeração com água. Nos blocos In-Ceram[®] Alumina e In-Ceram[®] Zircônia este corte foi realizado a 25,3 mm do extremo oposto da

haste metálica e para os blocos In-Ceram[®] AL e In-Ceram[®] YZ a 31,8 mm. (Figuras 5 - 8)



FIGURA 5 – Máquina de cortes ISOMET 1000[®].



FIGURA 6 – Bloco fixado na garra metálica.

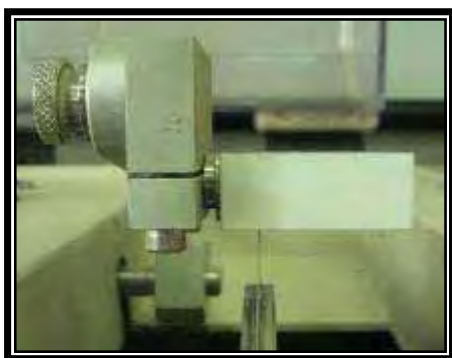


FIGURA 7 – Corte perpendicular ao longo eixo do bloco para remoção da haste metálica.



FIGURA 8 – Haste metálica removida e determinação do comprimento dos corpos-de-prova.

3.2 Corte longitudinal – largura

Depois da remoção da haste metálica, cada bloco cerâmico foi fixado com godiva de baixa fusão (Exata[®], DFL Indústria e comércio Ltda., Rio de Janeiro, Brasil) em uma base de madeira (Figura 9) que serviu como apoio para serem realizados os cortes seriados longitudinais na máquina ISOMET 1000[®]; com o objetivo de obter lâminas com 5 mm de largura (Figuras 10 e 11) para os corpos-de-prova do In-Ceram[®] Alumina e In-Ceram[®] Zircônia e 6,25 mm para os corpos-de-prova do In-Ceram[®] AL e In-Ceram[®] YZ.

3.3 Corte longitudinal – espessura

Todas as lâminas obtidas foram fixadas como mencionadas no item anterior e cortadas longitudinalmente com intervalos de 2 mm para os corpos-de-prova do In-Ceram[®] Alumina e In-Ceram[®] Zircônia e 2,5 mm para os corpos-de-prova do In-Ceram[®] AL e In-Ceram[®] YZ determinando assim a espessura final dos nossos corpos-de-prova. (Figuras 12 - 14)



FIGURA 9 – Bloco fixado na base de madeira.



FIGURA 10 – Corte longitudinal para determinar a largura.



FIGURA 11 – Seqüência de cortes longitudinais / largura.



FIGURA 12 – Fixação de uma das lâminas na base de madeira.

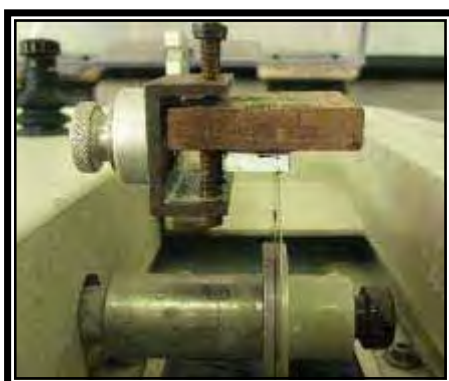


FIGURA 13 – Corte longitudinal para determinar a espessura.



FIGURA 14 – Seqüência de cortes longitudinais / espessura.

3.4 Seleção dos corpos-de-prova

Foi utilizado como critério de seleção dos corpos-de-prova, somente aqueles que possuíam dimensões de aproximadamente 25 mm $\pm$ 10% de comprimento, 5 mm $\pm$ 10% de largura e 2 mm $\pm$ 10% de espessura para os grupos G1 e G3 e 31,5 mm $\pm$ 10% de comprimento, 6,25 mm $\pm$ 10% de largura e 2,5 mm $\pm$ 10% de espessura para os grupos G2 e G4. Para tal, utilizamos um paquímetro universal com leitura eletrônica DIGIMATIC CALIPER® (Mitutoyo, Absolute, nº série BB071467), com precisão de 0,01 mm. (Figuras 15 e 16).



FIGURA 15 – Corpos-de-prova em forma de barra



FIGURA 16 – Aferição das medidas do corpo-de-prova com paquímetro digital

3.4.1 Cerâmica “verde”

Reservou-se um corpo-de-prova de cerâmica “verde” (da forma que vem do fabricante) de cada grupo de trabalho para efeito ilustrativo e comparativo.

4. SINTERIZAÇÃO DOS CORPOS-DE-PROVA

4.1 Via fase líquida (vítrea por infiltração)

Todos os corpos-de-prova pré-selecionados para os grupos G1 e G3 foram infiltrados com VITA In-Ceram[®] Classic Glass Powder (VITA Zahnfabrik H. Rauter GmbH & Co.KG, Bad Säckingen – Germany) para Alumina e Zircônia respectivamente, por um técnico especializado em um laboratório de prótese dental (Cogo e Spagnol Ltda., Araraquara / SP - Brasil) e levados ao forno CERAMSINTER Alumini (EDG Equipamentos e controle Ltda., São Carlos / SP - Brasil) (Figura 17), para cocção com os parâmetros indicados nos Quadros 3 e 4. Concluído o processo de sinterização, os excessos de vidro foram removidos com jato de óxido de alumínio de 50 μm a uma pressão de 6 bar⁶⁵ e realizada a cocção de controle do vidro conforme indicado no Quadro 5. Finalmente as amostras foram guardadas em recipiente plástico com tampa, devidamente identificado, e contendo um pouco de algodão para evitar provável movimentação e danos.



FIGURA 17 – Forno CERAMSINTER utilizado para sinterização via fase líquida

Quadro 3 – Parâmetros utilizados no forno CERAMSINTER Alumini para sinterização via fase líquida do grupo G1 (Alumina)

Velocidade aquecimento	Temperatura 01	Velocidade de aquecimento	Temperatura 02	Patamar
20°C / min	200°C	30°C / min	1.100°C	2:00 min

Quadro 4 – Parâmetros utilizados no forno CERAMSINTER Alumini para sinterização via fase líquida do grupo G3 (Zircônia)

Velocidade aquecimento	Temperatura 01	Velocidade de aquecimento	Temperatura 02	Patamar
20°C / min	200°C	30°C / min	1.140°C	2:30 min

Quadro 5 – Parâmetros utilizados no forno CERAMSINTER Alumini para cocção de controle do vidro dos grupo G1 e G3

Pré-secagem Temperatura 01	Velocidade de aquecimento	Temperatura 02	Patamar
600°C	80°C / min	1.000°C	5:00 min

4.2 Via fase sólida

Todos os corpos-de-prova pré-selecionados para os grupos G2 e G4 foram sinterizados no forno automático VITA ZYrcomat[®] T (VITA Zahnfabrik H. Rauter GmbH & Co.KG, Bad Säckingen – Germany), (Figura 18) específico para esse tipo de cerâmicas, do laboratório de próteses dental Alberto (Alberto serviços e comércio de próteses dentária Ltda., São Paulo / SP – Brasil) por um período total de 7 horas e 50 minutos até uma temperatura de 1.530°C. Os parâmetros utilizados no forno foram idênticos para ambas as cerâmicas, seguindo a recomendação do fabricante^{64,66}. Da mesma forma que nos grupos anteriores, as amostras foram guardadas em recipiente plástico com tampa, devidamente identificado, e contendo um pouco de algodão para evitar provável movimentação e danos.



FIGURA 18 – Forno ZYrcomat[®] T utilizado para sinterização via fase sólida.

5. ENSAIO DE RESISTÊNCIA À FLEXÃO

Antes de realizar o ensaio de resistência à flexão em três pontos; todas as dimensões dos corpos-de-prova foram verificadas novamente, com o mesmo paquímetro citado anteriormente (Figura 16), para eliminar aqueles que estivessem fora dos padrões desejados (barras de 25 x 5 x 2 mm). Seguidamente, cada corpo-de-prova foi colocado na máquina de Ensaio Universal MTS[®] (Material Test System 810 – MTS Systems Corporation – Minesota, EUA) num dispositivo compostos por uma mesa com dois apoios cilíndricos de 1,6 mm de diâmetro, distantes 20 mm entre si (Figuras 19 e 20). Seguidamente, a célula de carga de 10 kN com ponta ativa de forma cilíndrica de 3,2 mm diâmetro aplicou força no centro da porção superior do corpo-de-prova com velocidade de 0,5 mm/min. até o momento da fratura. Todo o processo foi controlado por um computador gerenciado pelo programa Test Star II para TestWorks[®]4 (MTS System Corporation, Minesota, EUA) (Figuras 21, 22)

5.1 Módulo de ruptura

Como recomendado pela norma ISO³⁰ 6872 (International Organization for Standardization), o módulo de ruptura (M) foi calculado após o ensaio de flexão em três pontos com a seguinte equação:

$$M = \frac{3WL}{2bd^2}$$

Onde: **W** = força máxima na fratura (N); **L** = distância entre os apoios (mm); **b**= largura do corpo-de-prova (mm); **d** = espessura do corpo-de-prova (mm).



FIGURA 19 – Máquina de ensaios Universal MTS®.

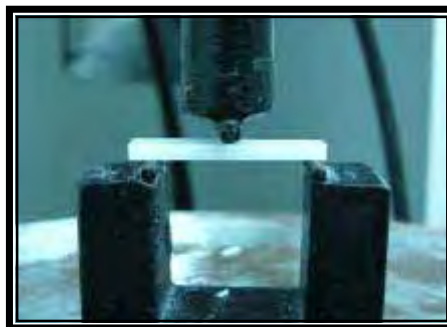


FIGURA 20 – Corpo-de-prova posicionado para o ensaio de flexão em 3 pontos.



FIGURA 21 – Computador interligado a máquina de Ensaio Universal.



FIGURA 22 – Programa de Computador TestWorks® 4.

6. ANÁLISE DA DUREZA SUPERFICIAL

Uma das metades de cada corpo-de-prova, fraturado no ensaio de resistência à flexão, foi incluída em um tubo de PVC de aproximadamente 1,5 cm de altura e 2,5 cm de diâmetro com acrílico auto-polimerizante JET (Artigos Odontológicos Clássico Ltda., São Paulo, Brasil) a fim de facilitar a manipulação das mesmas no preparo das amostras e na análise da dureza (Figura 23).

As superfícies cerâmicas foram regularizadas com lixa d'água de granulação 240, 400, 600, 1.200, 1.500 e 2.000 (Norton[®], Brasil), montadas numa politriz STRUERS modelo D10[®] (Panambra Indústria e técnica S.A., São Paulo, Brasil), (Figura 24), a 600 rotações por minuto cada uma sob abundante refrigeração com água; (Figura 25) a superfície foi lavada com água corrente pelo tempo de 15 segundos entre as seqüências de lixa. Finalmente, todas as superfícies foram secas com leves jatos de ar comprimido e polidas com disco de feltro duro impregnado com pasta diamantada para cerâmicas Brinell N^o 519 (Renfert GmbH, Hilzingen – Germany) numa peça reta BELTEC 23100 acoplada a um motor de bancada BELTEC LB-100 (Beltec Indústria e comércio de equipamentos odontológicos Ltda., Araraquara / SP - Brasil).

A dureza superficial das cerâmicas foi determinada pela técnica de penetração Vickers (HV) em um Microdurômetro BUEHLER (Lake Bluff, Illinois – USA Model Nº 1600-360) (Figura 26), com carga de 1 Kg por 30 seg⁵². Em cada amostra foram realizadas oito marcas ao longo de cada corpo-de-prova com intervalos mínimos de 90 µm e observadas com 40x de aumento.



FIGURA 23 – Corpo-de-prova incluído no tubo de PVC.



FIGURA 24 – Máquina Politriz DP-10[®].



FIGURA 25 – Superfície dentinária sendo regularizada com abundante refrigeração a água.



FIGURA 26 – microdurômetro BUEHLER

7. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

Oito fragmentos cerâmicos (dois de cada grupo de trabalho) escolhidos aleatoriamente após o ensaio de flexão, foram colocados por 20 minutos em uma cuba de ultra-som com água destilada com a finalidade de remover partículas soltas decorrentes da fratura. Seguidamente, os fragmentos foram secos com jato de ar comprimido, e desidratados em um dessecador a vácuo durante 48 horas, para a remoção completa de toda umidade contida em seu interior (Figura 27); para na seqüência serem metalizados recebendo uma fina camada (50 a 100 Angstron), de ouro 24 quilates depositados via vaporização (Figura 28). O microscópio utilizado foi o MEV-FEG XL30 (Philips, Holanda) com detectores SE / BSE e aumentos de 1.000, 3.000 e 10.000 x do laboratório de caracterização estrutural do departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos – UFSC, São Carlos / SP.



FIGURA 27 –
Fragmentos cerâmicos
dentro do dessecador.



FIGURA 28 – Fragmentos cerâmicos
a serem metalizados com ouro.

8. ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA (EDS)

A identificação de elementos químicos por espectroscopia de energia dispersiva (Energy Dispersive Spectrometry - EDS) foi realizada utilizando o detector EDS INCAx-Singht modelo 6650 (INCA system, Oxford Instruments, High Wycombe, England) acoplado ao microscópio mencionado anteriormente configurado para contraste químico (BSE). Para esta etapa do experimento foram utilizados os mesmos oito fragmentos cerâmicos utilizados na etapa anterior.

9. DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX)

A identificação de compostos químicos por difração de raios X (DRX) foi realizada somente em um fragmento de cerâmica de cada grupo de trabalho e para tal, foi utilizado o aparelho Rigaku-Rotaflex modelo RU-200B (Rigaku Américas Corporation, Japan) do laboratório de Cristalografia do Instituto de Física de Universidade de São Paulo – USP / São Carlos. A identificação das fases foi feita pela comparação dos dados obtidos a partir dos difractogramas com os dados tabelados nas fichas JCPDS.

10. METODOLOGIA ESTATÍSTICA

Empregou-se a análise de variância para as avaliações dos grupos experimentais quanto à resistência à flexão e dureza. Essas análises foram complementadas pelo teste de Tukey de comparações múltiplas de médias, todas ao nível de significância de 5%. Determinaram-se também intervalos de confiança de 95% para as médias populacionais.

Na análise da resistência à flexão se determinou o módulo de Weibull⁶⁸ (m), para cada grupo experimental. O coeficiente m fornece um julgamento da homogeneidade do material e, portanto, da dispersão de seus valores de resistência. Quanto maior esta constante, maior é a confiabilidade do material, pois a dispersão das medidas é menor.

RESULTADO

Resultado

1. ENSAIO DE RESISTÊNCIA À FLEXÃO

Na Tabela 1A do Anexo 1 estão detalhados todos os valores obtidos no ensaio de resistência à flexão. Estes resultados podem ser mais bem visualizados no Gráfico 1, onde estão representados os valores de resistência à flexão de todos os corpos-de-prova de cada bloco e seus respectivos grupos de trabalho.

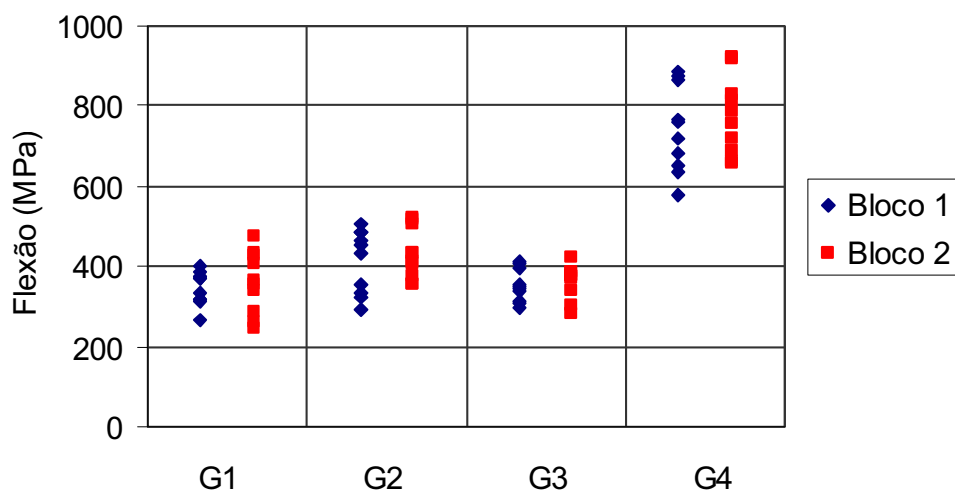


GRÁFICO 1 - Representação gráfica dos valores de resistência à flexão de cada bloco cerâmico e seus respectivos grupos de trabalho.

Para a avaliação estatística dos resultados foi empregado análise de variância de dois fatores: material e bloco, com o fator bloco “aninhado” em material. O sumário desta análise encontra-se na Tabela 1 e aponta evidência de diferença significativa ($p < 0,05$) entre as médias de material (grupos de trabalho) e não para os blocos ($p > 0,05$). Assim, para identificar as médias diferentes, aplicou-se o teste de Tukey, cujos valores p são mostrados na Tabela 3A do Anexo 2.

Tabela 1 - Sumário da análise de variância sobre a resistência à flexão

Efeito	Graus de Liberdade	Média quadrática	F	p
Material ⁺	3	749459,3	348,27	<0,001 *
Bloco ⁺⁺	4	2152,0	0,41	0,803
Resíduo	72	5286,6		

⁺ efeito fixo ⁺⁺ efeito aleatório (“aninhado”)
* efeito significativo

Na Tabela 2 são dadas as médias e desvio padrão da resistência à flexão em MPa. A média de resistência à flexão, acompanhada por letras iguais não foram consideradas significativamente diferentes pelo teste de Tukey ao nível de significância de 5%. Nesta tabela podemos observar que: as médias dos grupos G1 e G3 são equivalentes e significativamente menores do que as outras médias de

resistência; já a média dos materiais processados por sinterização via fase sólida são maiores, com a média somente um pouco maior para o G2 e a média cerca do dobro das outras para o G4.

Também são dados na Tabela 2, os módulos de Weibull, junto com as semi-amplitudes dos intervalos de confiança de 95% relativos aos valores populacionais. Os módulos de Weibull foram determinados com boa precisão e adotou-se como critério para a comparação deles o quanto os intervalos se sobrepõem. Então, há equivalência entre os módulos referentes aos grupos G1 e G2, enquanto os módulos obtidos para os grupos G3 e G4 são significativamente maiores e diferentes entre si, ainda que o módulo de Weibull atribuído ao grupo G3 seja maior do que o do grupo G4 apenas quase uma unidade e meia maior.

Tabela 2 - Estatísticas descritivas da resistência à flexão, em MPa, de acordo com os grupos experimentais (valores com letras iguais na linha não são significativamente diferentes)

Estatística	Grupos			
	G1	G2	G3	G4
Média	351,7 ^a	421,9 ^b	356,3 ^a	758,4 ^c
Desvio padrão	62,2	71,3	41,5	102,3
Módulo de Weibull	6,9 ^a	7,1 ^a	10,4 ^c	9,0 ^b
I.C.(95%)	0,7	0,8	1,0	1,2

No Gráfico 2 esta representada a média e intervalos de confiança de 95% para as médias populacionais. Quanto maior a sobreposição dos intervalos, menor será a evidência de diferença entre as médias.

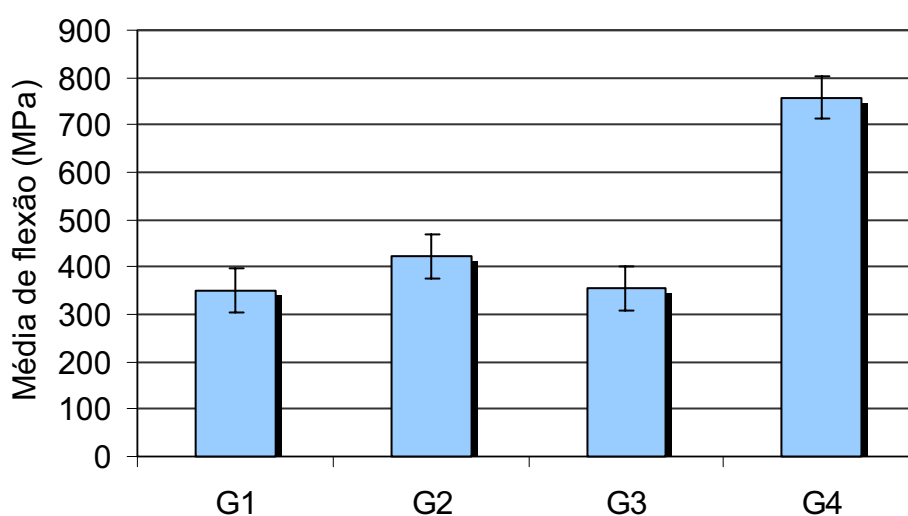


GRÁFICO 2 - Representação gráfica de médias de resistência à flexão e intervalos de confiança de 95% para as médias populacionais (barra vertical).

2. ANÁLISE DA DUREZA SUPERFICIAL

2.1 Análise estatística

Também foi empregado análises de variância de dois fatores: material e bloco, com o fator bloco “aninhado” em material. O

sumário desta análise, encontra-se na Tabela 3 e apontam evidência de diferença significativa entre as médias de material (grupos de trabalho) e blocos ($p < 0,05$). Para identificar as médias diferentes, aplicou-se o teste de Tukey, cujos valores p são mostrados na Tabela 4A do Anexo 2.

Tabela 3 - Sumário da análise de variância sobre a dureza superficial Vickers

Efeito	Graus de Liberdade	Média quadrática	F	p
Material ⁺	3	2916221,9	65,08	0,001 *
Bloco ⁺⁺	4	44811,9	31,49	<0,001 *
Resíduo	72	1422,9		

⁺ efeito fixo ⁺⁺ efeito aleatório ("aninhado")
 * efeito significativo

O Gráfico 3 representa os valores de dureza Vickers de cada bloco cerâmico e seus respectivos grupos de trabalho; já na Tabela 2A do anexo 1, podem-se observar todos os valores obtidos na análise da dureza superficial Vickers em todos os corpos-de-prova de cada grupo de trabalho.

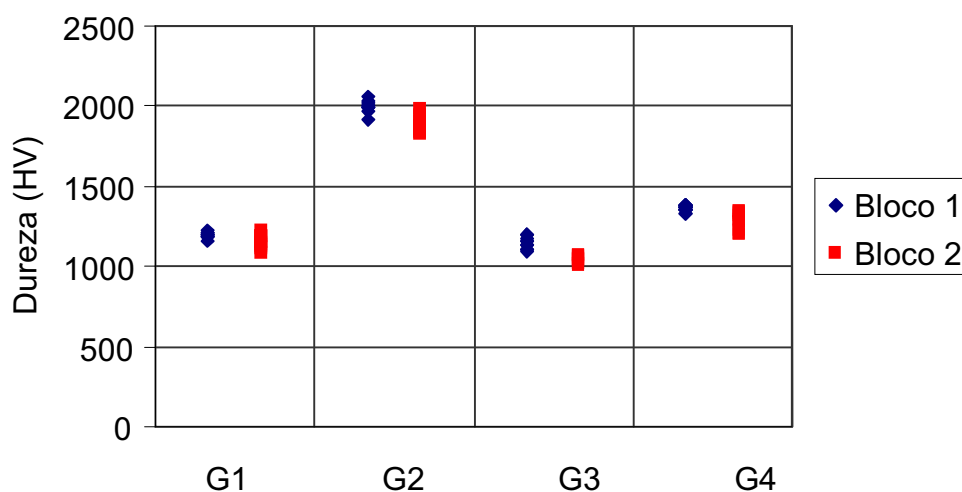


GRÁFICO 3 - Representação gráfica dos valores de dureza Vickers de cada bloco cerâmico e seus respectivos grupos de trabalho.

Na Tabela 4 são dadas as médias e desvio padrão da dureza Vickers, em HV. A média dureza Vickers, acompanhada por letras iguais não foram consideradas significativamente diferentes pelo teste de Tukey ao nível de significância de 5%. Nessa tabela podemos observar que: todas as médias foram consideradas significativamente diferentes, sendo as do grupo G2 e G4 (sinterização via fase sólida) maiores quando comparadas com as do grupo G1 e G3 (sinterização via fase líquida). Esses resultados podem ser melhor visualizados no Gráfico 4, onde está representada a média e intervalos de confiança de 95% para as médias populacionais. Quanto maior a sobreposição dos intervalos, menor será a evidência de diferença entre as médias. Nota-se, então, que as médias amostrais têm bastante precisão e podem ser

considerados em seus valores absolutos. Entretanto, é interessante ponderar a relevância da diferença entre essas médias na prática.

Tabela 4 - Estatísticas descritivas da dureza Vickers, de acordo com os grupos experimentais (valores com letras iguais na linha não são significativamente diferentes)

Estatística	Grupos			
	G1	G2	G3	G4
Média	1173,3 ^b	1936,6 ^d	1094,6 ^a	1321,4 ^c
Desvio padrão	34,9	43,5	31,0	40,2

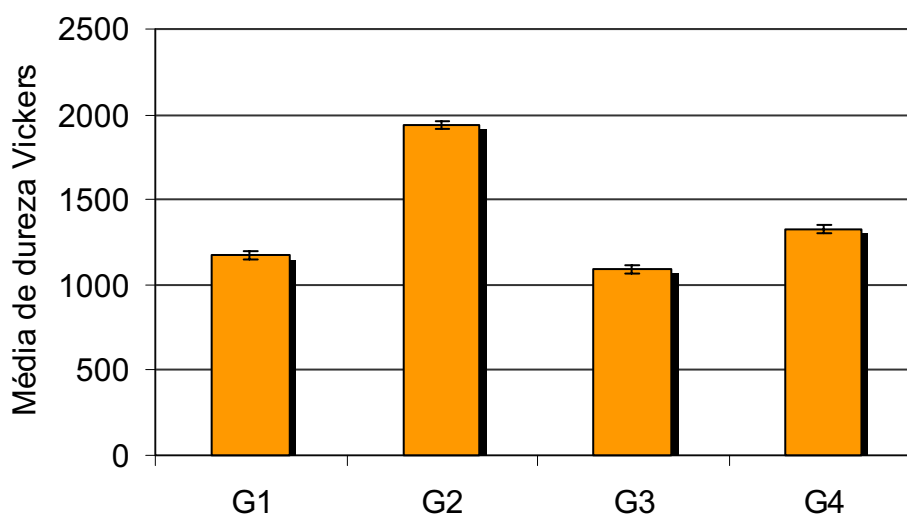


GRÁFICO 4 - Representação gráfica de médias de dureza Vickers (HV) e intervalos de confiança de 95% para as médias populacionais (barra vertical).

2.2 Análise visual das marcas de dureza

As Figuras 29 à 32, foram obtidas diretamente do Microdurômetro BUEHLER com 40x de aumento logo após a análise da dureza superficial Vickers nos diferentes grupo de trabalho. Nelas podemos observar a superfície do substrato pós-polimento e o formato da marca deixada pela ponta de diamante. Destaca-se a Figura 32 pela sua lisura superficial (grupo G4) e as marcas de dureza superficiais ligeiramente menores nas Figuras 30 e 32 (grupos G2 e G4) que representam maiores valores de dureza superficial. Quanto menor a marca de dureza, maior o valor de dureza Vickers.



FIGURA 29 – Superfície pós-polimento e marca deixada pelo diamante na cerâmica In-Ceram® Alumina (Grupo G1)



FIGURA 30 – Superfície pós-polimento e marca deixada pelo diamante na cerâmica In-Ceram® AL (Grupo G2)

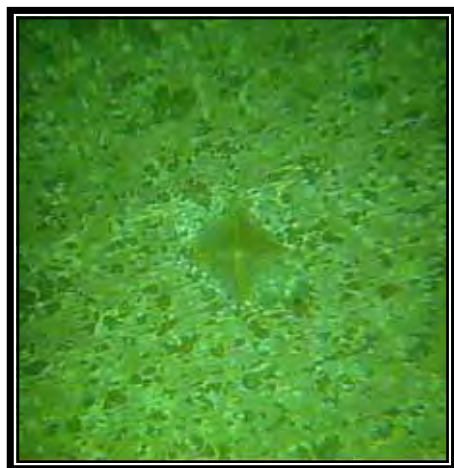


FIGURA 31 – Superfície pós-polimento e marca deixada pelo diamante na cerâmica In-Ceram® Zircônia (Grupo G3)



FIGURA 32 – Superfície pós-polimento e marca deixada pelo diamante na cerâmica In-Ceram® YZ (Grupo G4)

3. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

Foi realizada na superfície da interface fraturada para todos os corpos de prova selecionados. As Figuras 33 e 34 correspondem ao grupo G1 “verde”, onde foi possível observar diversos espaços vazios e partículas de diferentes tamanhos que aparentaram estar soltas entre si.

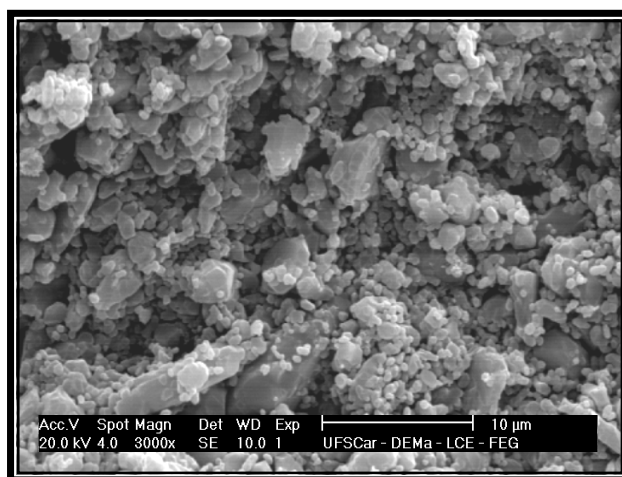


FIGURA 33 – Interface fraturada da amostra “verde” do grupo G1.

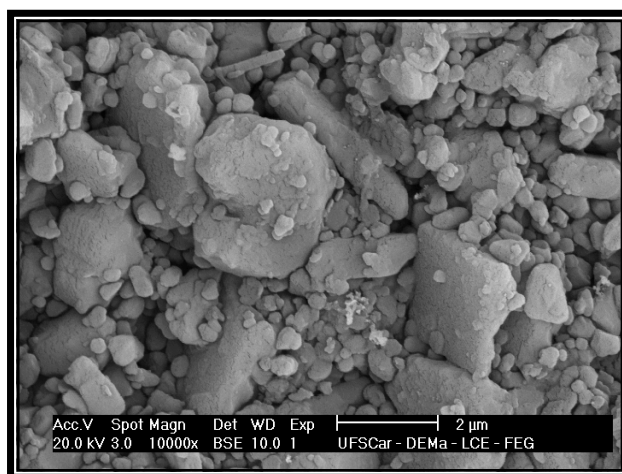


FIGURA 34 – Aumento da interface fraturada da amostra “verde” do grupo G1.

As Figuras 35 e 36 correspondem ao grupo G1 depois da sinterização via fase líquida por infiltrado vítreo; que preencheu parcialmente os espaços entre as partículas e, provou fusão entre as partículas vítreas e os cristais de óxido de alumínio formando uma massa irregular, com presença de fendas e poros.

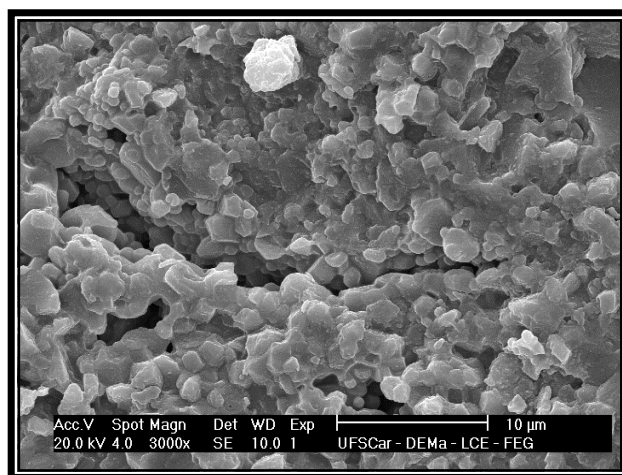


FIGURA 35 – Interface fraturada do grupo G1 depois da sinterização.

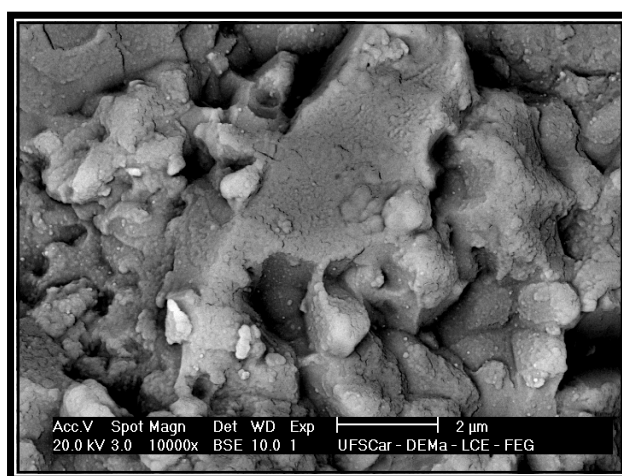


FIGURA 36 – Aumento da interface fraturada do grupo G1 depois da sinterização.

O espécime “verde” do grupo G2, caracterizou-se por apresentar partículas menores (Figura 37), de formato alongado e aparentemente estar soltas entre si (Figuras 38).

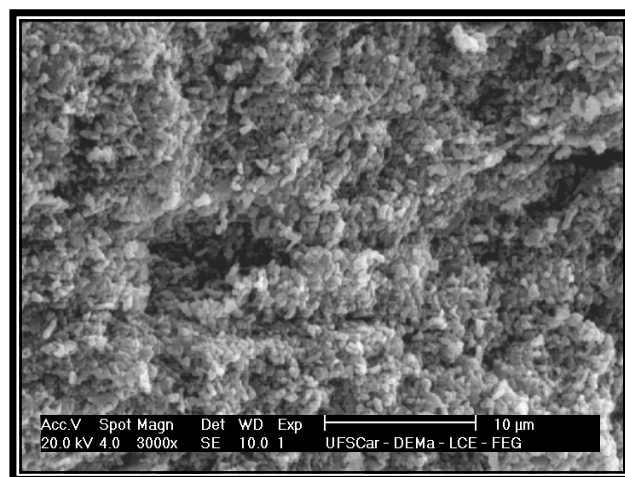


FIGURA 37 – Interface fraturada do grupo G2 “verde”.

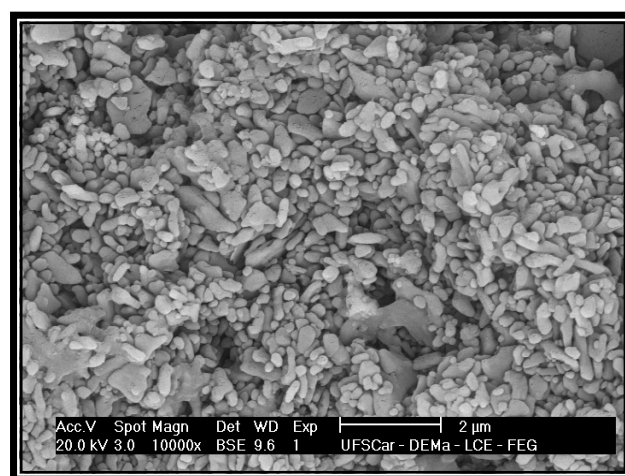


FIGURA 38 – Aumento da interface fraturada do grupo G2 “verde”.

Depois da sinterização, via fase sólida, do grupo G2, observou-se densificação da estrutura onde os cristais adquiriram forma pentagonal de maior tamanho (crescimento dos cristais), apresentando-se bem próximos, sem presença de fendas ou poros (Figuras 39 e 40).

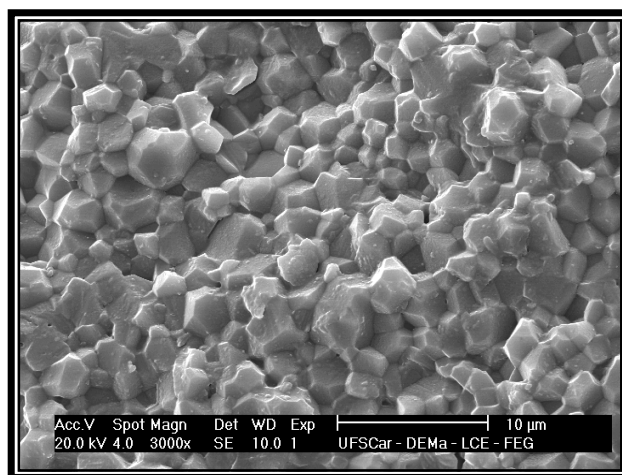


FIGURA 39 – Interface fraturada do grupo G2 depois da sinterização.

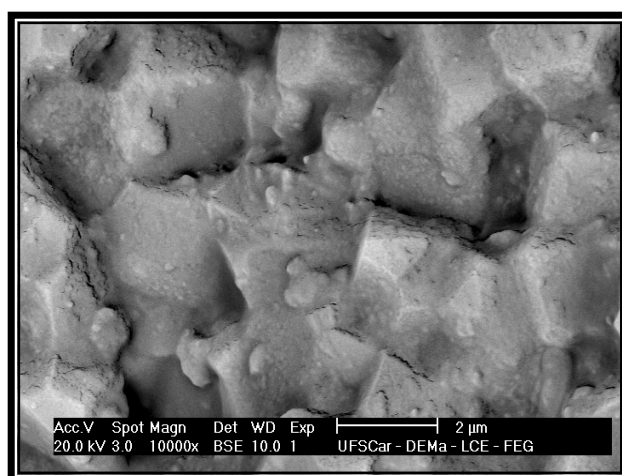


FIGURA 40 – Aumento da interface fraturada do grupo G2 depois da sinterização.

No grupo G3 amostra “verde” observámos cristais de formato irregular (Figura 41 e 42), de maior tamanho que nos grupos anteriores e com presença de várias fendas e poros entre eles.

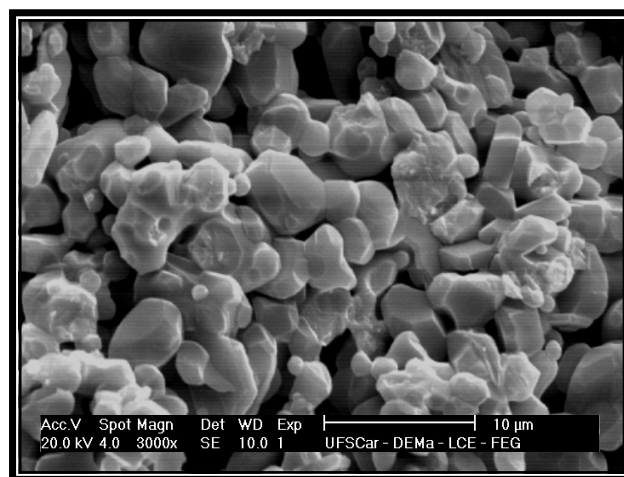


FIGURA 41 – Interface fraturada do grupo G3 “verde”.

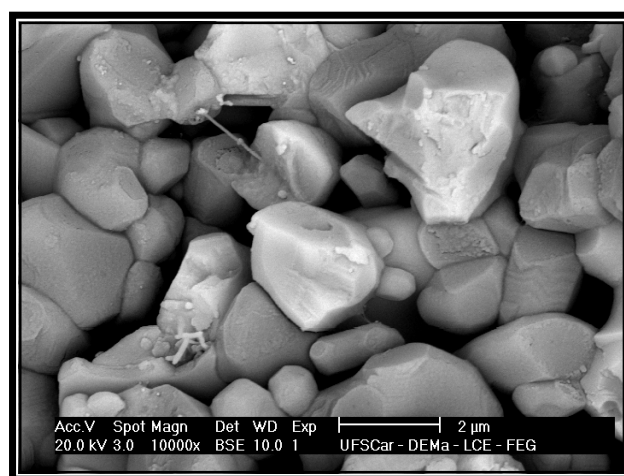


FIGURA 42 – Aumento da interface fraturada do grupo G3 “verde”.

Depois da sinterização do grupo G3 (via fase líquida por infiltrado vítreo) observámos fusão entre as partículas cerâmicas e vítreas, resultando em preenchimento dos espaços com poucas fendas e poros (Figuras 43 e 44).

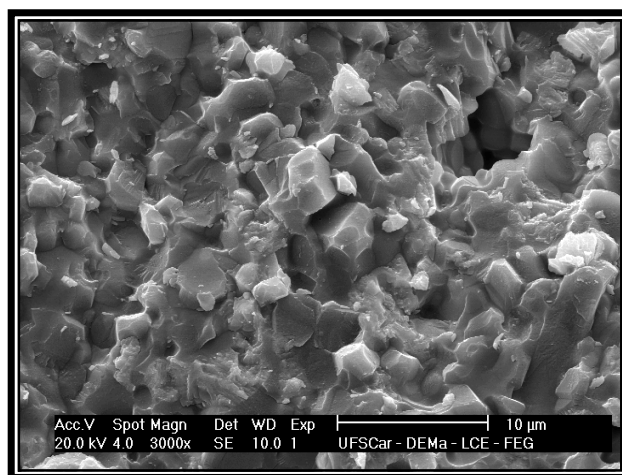


FIGURA 43 – Interface fraturada do grupo G3 depois da sinterização.

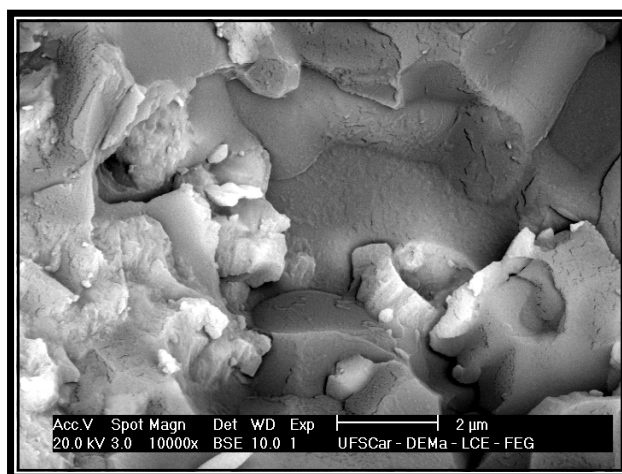


FIGURA 44 – Aumento da interface fraturada do grupo G3 depois da sinterização.

A amostra “verde” do grupo G4 com 3.000x de aumento (Figura 45); apresentou características similares ao do grupo G2 “verde” respectivamente. Mas o aumento de 10.000x mostrou uma superfície irregular, com partículas diminutas com formato esférico, bem próximas umas das outras (Figura 46).

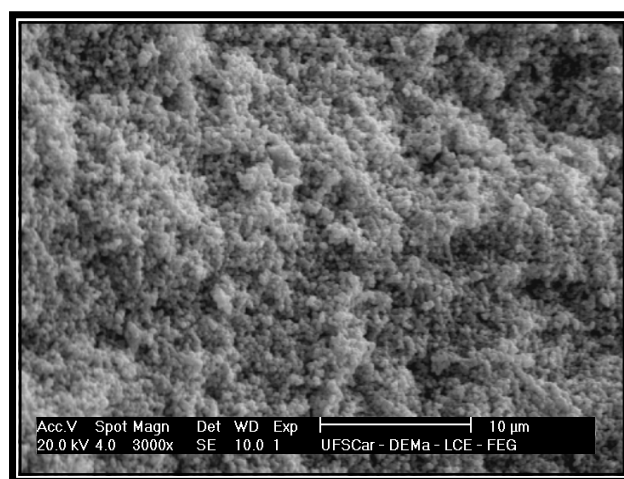


FIGURA 45 – Interface fraturada do grupo G4 “verde”.

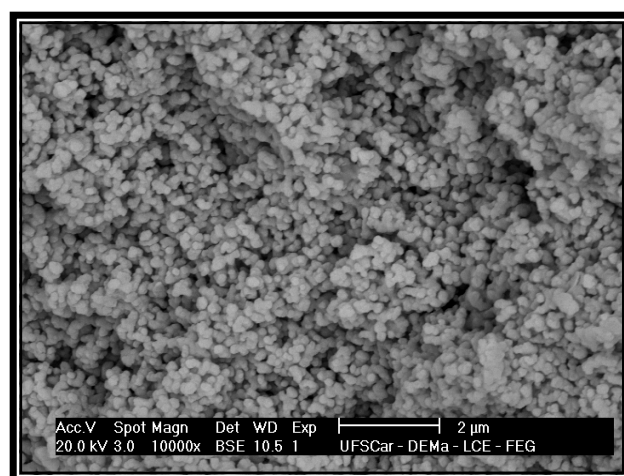


FIGURA 46 – Aumento da interface fraturada do grupo G4 “verde”.

As Figuras 47 e 48 correspondem ao grupo G4 depois da sinterização via fase sólida, que provocou densificação da estrutura com completa fusão das partículas cerâmicas, resultando em superfície amorfa com mínimos poros ou fendas.

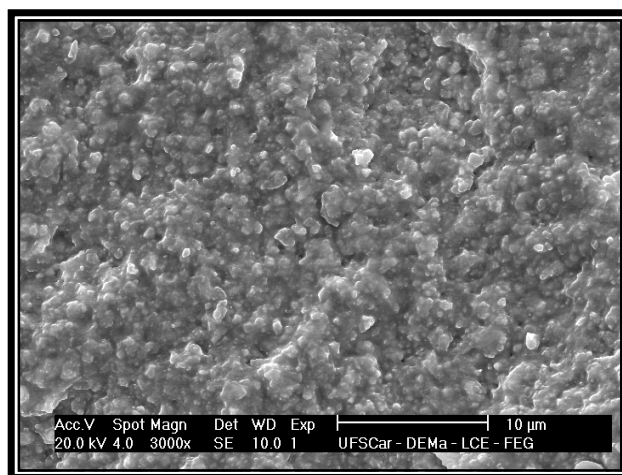


FIGURA 47 – Interface fraturada do grupo G4 depois da sinterização.

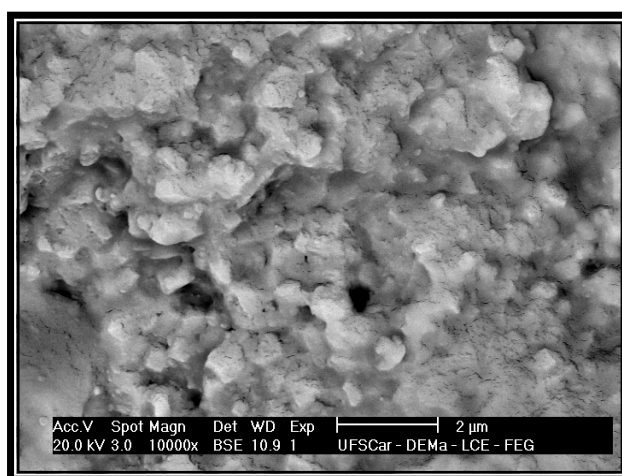


FIGURA 48 – Aumento da interface fraturada do grupo G4 depois da sinterização.

4. ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA (EDS)

Todas as porcentagens dos elementos químicos encontrados nos corpos-de-prova dos grupos de trabalho e as suas respectivas amostras “verdes”, estão detalhados nas Tabelas 5A e 6A do Anexo 3.

A Figura 49 corresponde à superfície da fratura corpo-de-prova do grupo G1 “verde” e nela podemos observar os pontos (A) e (B) onde foi realizada a identificação dos elementos químicos por EDS. Os resultados estão no Gráfico 5, onde podemos verificar a presença significativa de alumínio, oxigênio e carbono no ponto (A) e de alumínio e oxigênio no ponto (B).

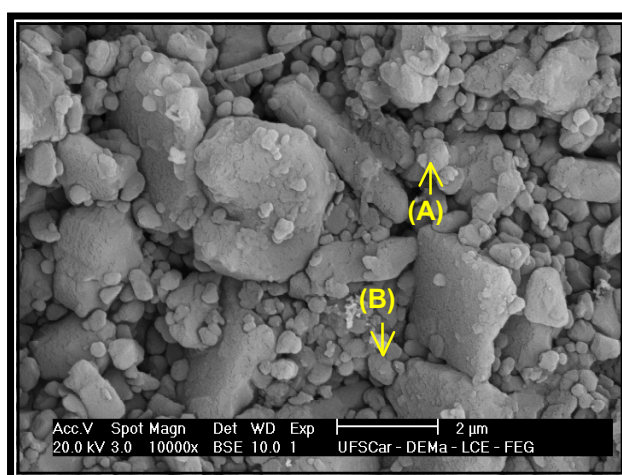


FIGURA 49 – Pontos utilizados para EDS na amostra “verde” do grupo G1.

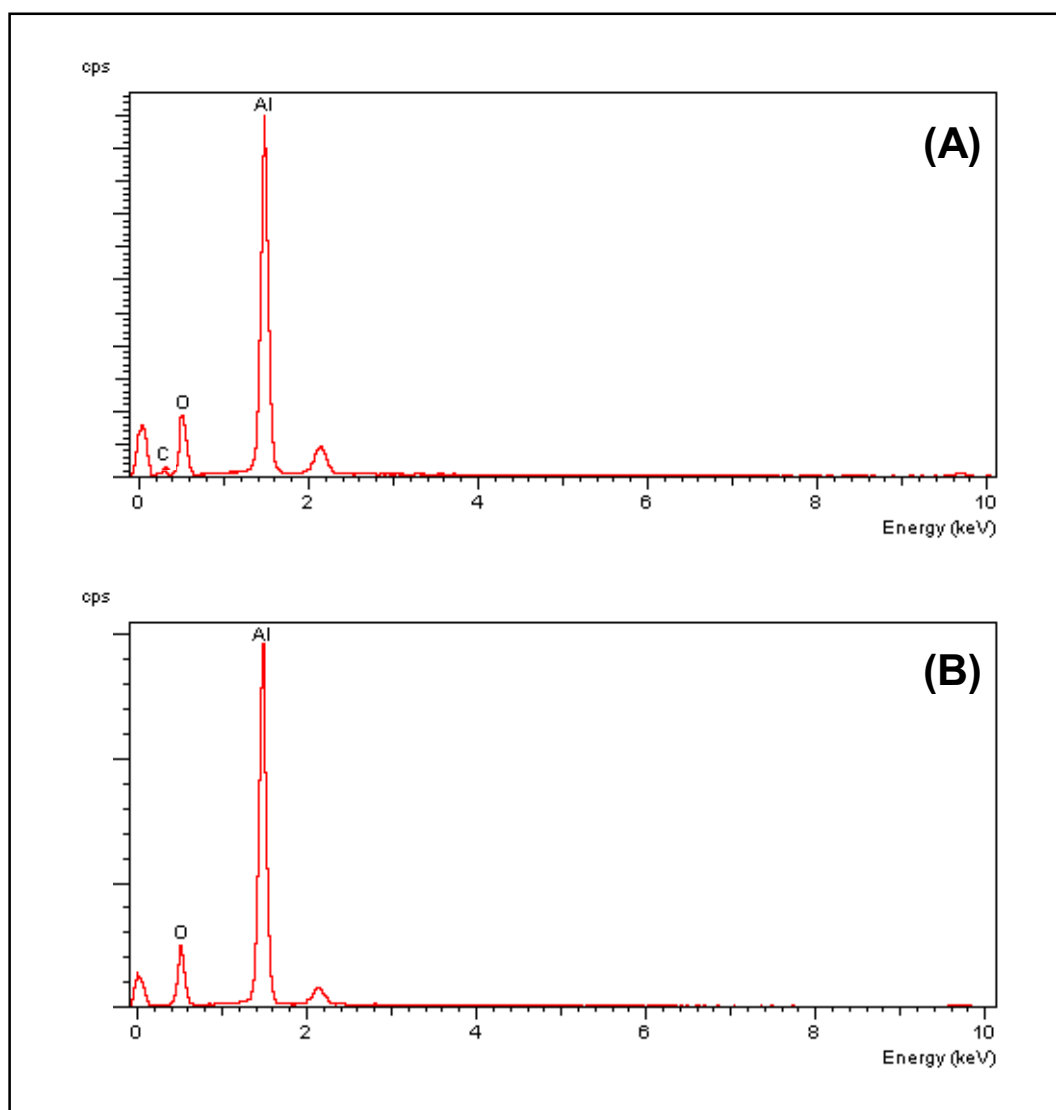


GRÁFICO 5 – Identificação dos elementos químicos encontrados por EDS nos pontos (A) e (B) do corpo-de-prova “verde” do grupo G1.

A Figura 50 corresponde à superfície da fratura do corpo-de-prova do grupo G1 após tratamento por infiltrado vítreo e nela podemos observar os pontos (A) e (B), onde foi realizada a identificação dos elementos químicos por EDS. Os resultados estão no Gráfico 6, onde podemos verificar a presença significativa de alumínio tanto no ponto (A) como no ponto (B), além da presença de oxigênio, cromo, sódio, cálcio, lantânio e silício respectivamente.

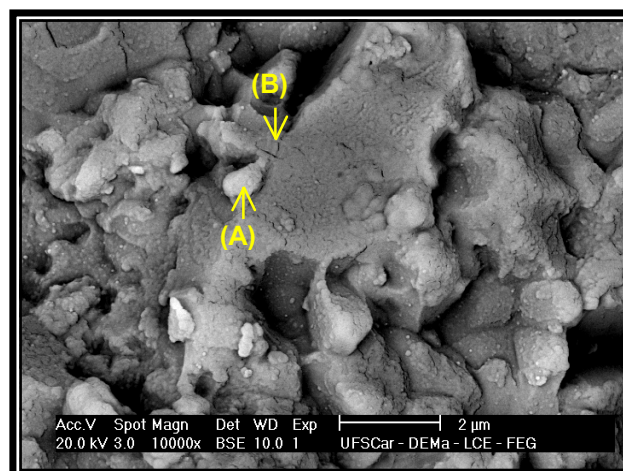


FIGURA 50 – Pontos utilizados para EDS, após sinterização, amostra do grupo G1.

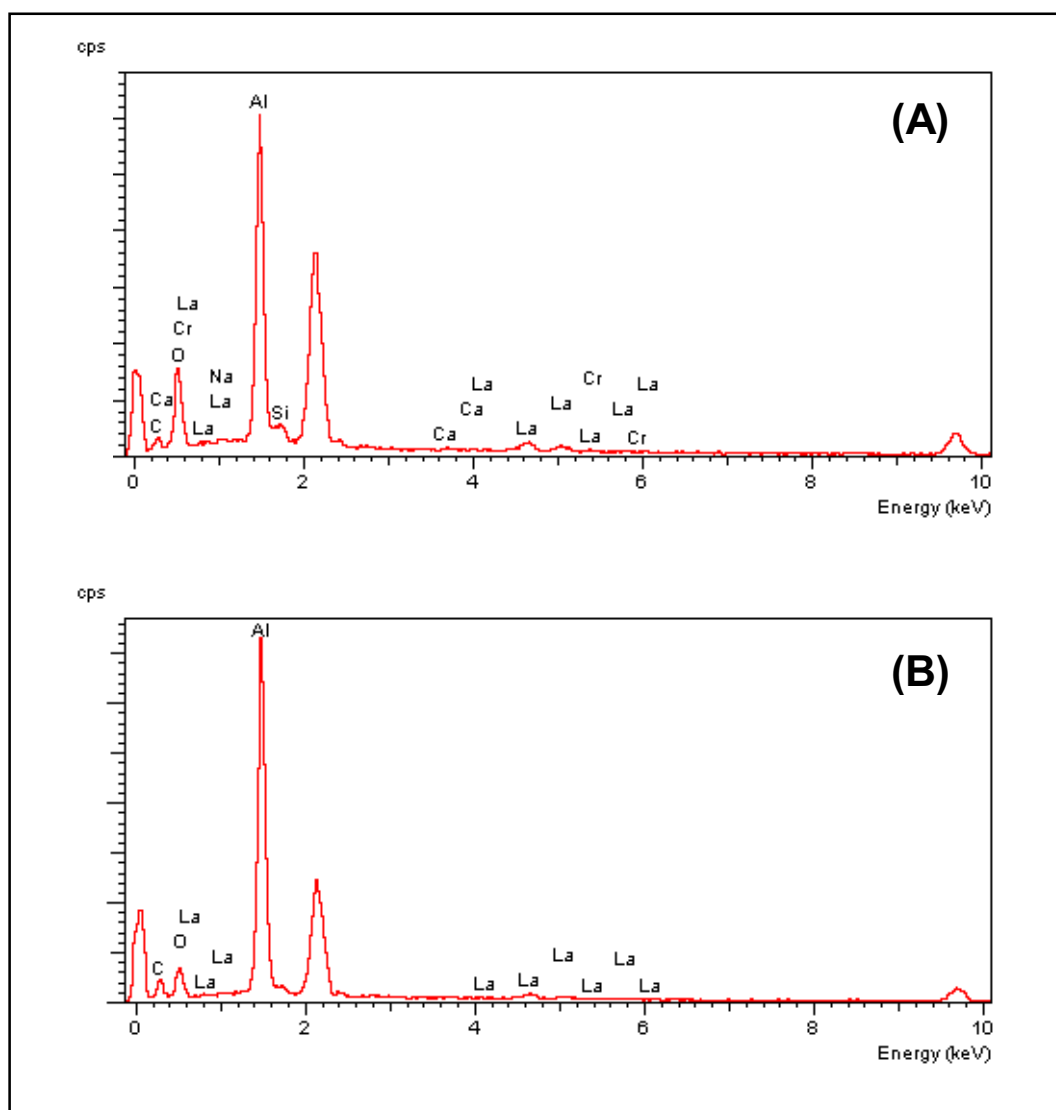


GRÁFICO 6 – Identificação dos elementos químicos encontrados por EDS no corpo-de-prova do grupo G1, após sinterização via fase líquida por infiltrado vítreo. Destaca-se a presença significativa de alumina em (A) e (B).

A Figura 51 corresponde à superfície da fratura do corpo-de-prova do corpo-de-prova do grupo G2 “verde” e nela podemos observar os pontos (A) e (B) onde foi realizada a identificação dos elementos químicos por EDS. Os resultados estão no Gráfico 7, onde podemos verificar a presença exclusiva de alumínio, oxigênio e carbono no ponto (A) e de alumínio e oxigênio no ponto (B).

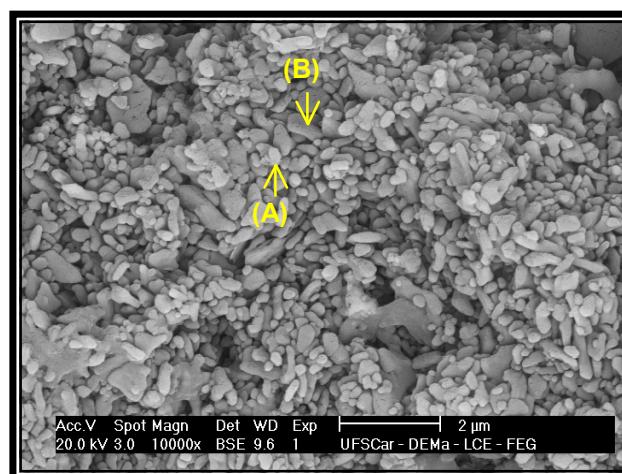


FIGURA 51 – Pontos utilizados para EDS na amostra “verde” do grupo G2.

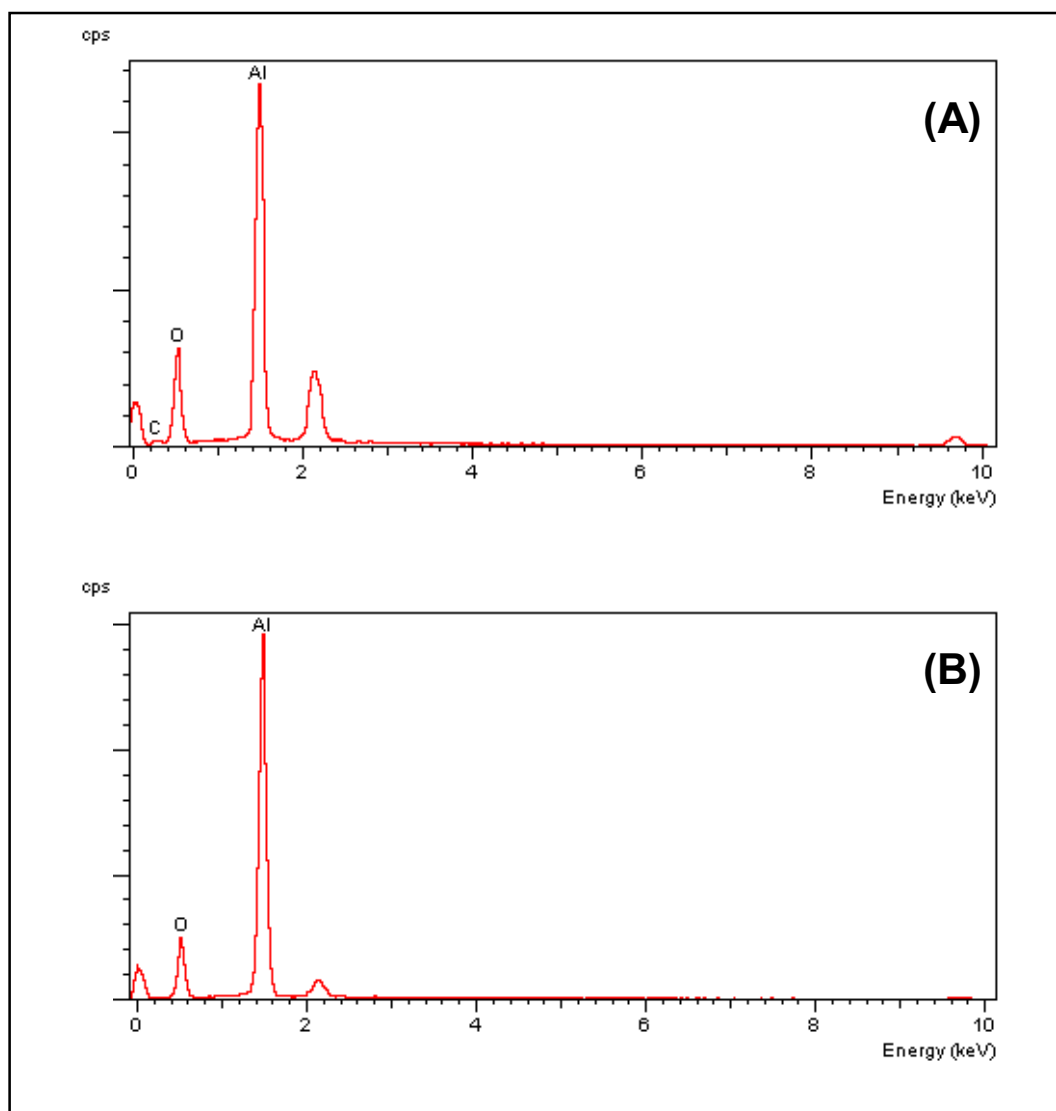


GRÁFICO 7 – Identificação dos elementos químicos encontrados por EDS nos pontos (A) e (B) do corpo-de-prova “verde” do grupo G2.

A Figura 52 corresponde à superfície da fratura corpo-de-prova do grupo G2 após sinterização densa e nela podemos observar os pontos (A) e (B), onde foi realizada a identificação dos elementos químicos por EDS. Os resultados estão no Gráfico 8, onde também podemos verificar a presença exclusiva de alumínio, oxigênio e carbono no ponto (A) e de alumínio e oxigênio no ponto (B).

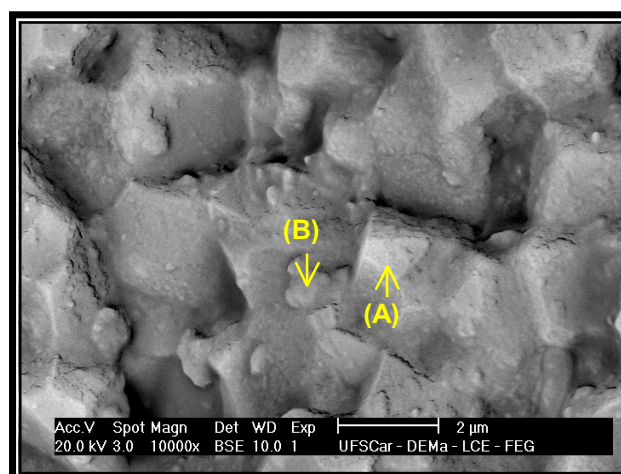


FIGURA 52 – Pontos utilizados para EDS, após sinterização, amostra do grupo G2.

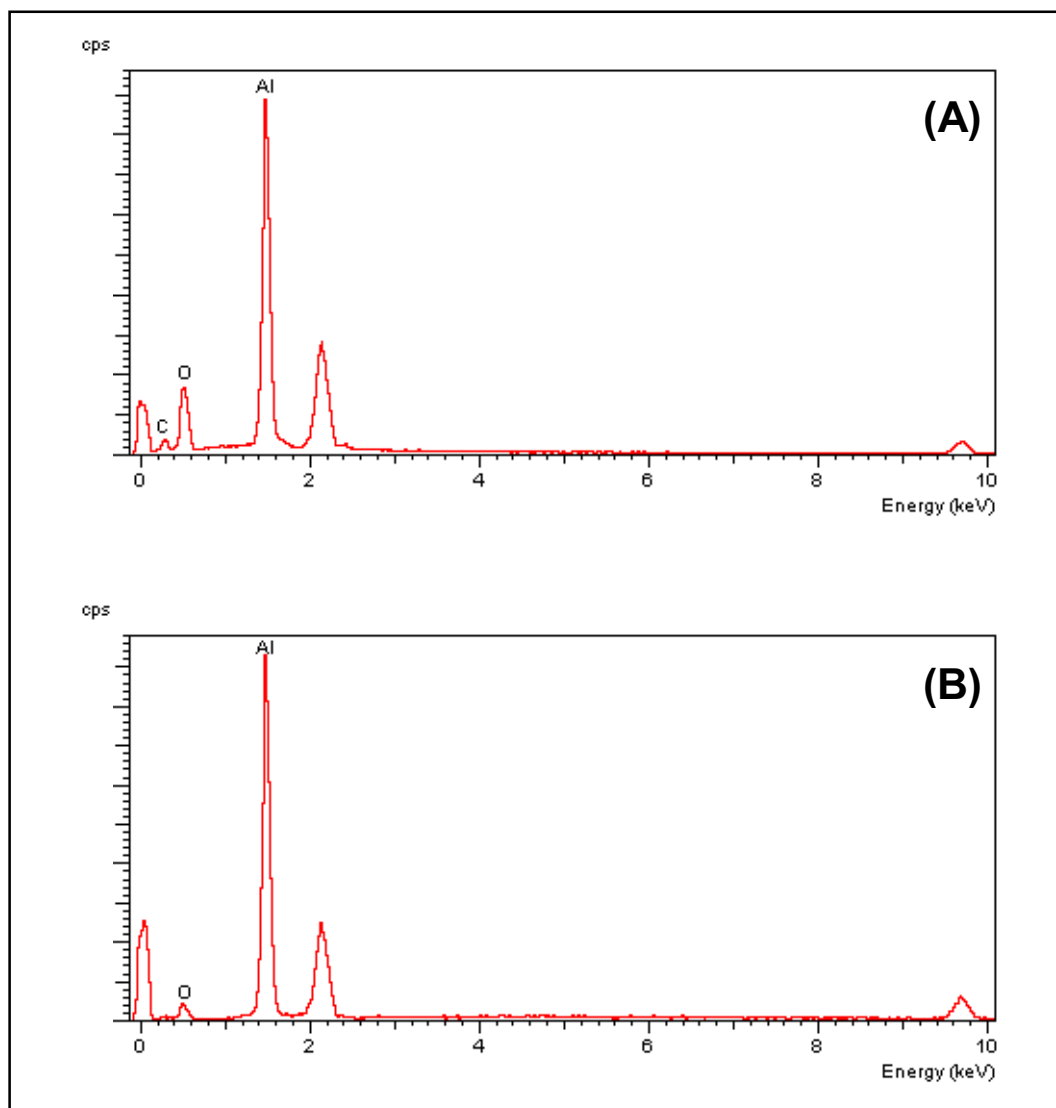


GRÁFICO 8 – Identificação dos elementos químicos encontrados por EDS nos pontos (A) e (B) do corpo-de-prova do grupo G2 após sinterização via fase sólida.

A Figura 53 corresponde à superfície da fratura corpo-de-prova do grupo G3 “verde” e nela podemos observar os pontos (A) e (B), onde foi realizada a identificação dos elementos químicos por EDS. Os resultados estão no Gráfico 9, onde podemos destacar como principal elemento químico presente no ponto (A) o zircônio; além de alumínio, cério, carbono e oxigênio. Já no ponto (B), o alumínio se destacou como principal elemento químico além de zircônio, cério e oxigênio.

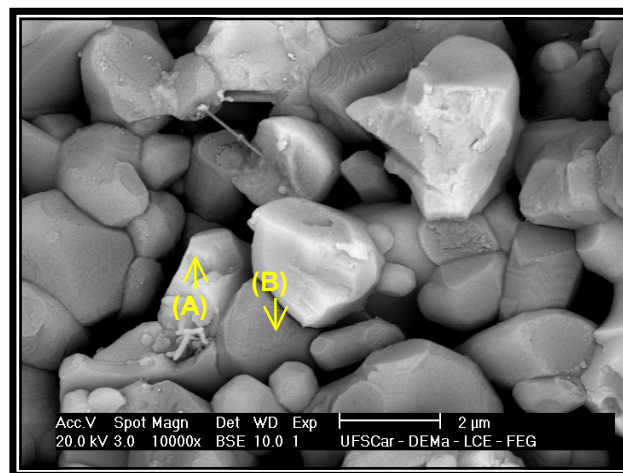


FIGURA 53 – Pontos utilizados para EDS na amostra “verde” do grupo G3.

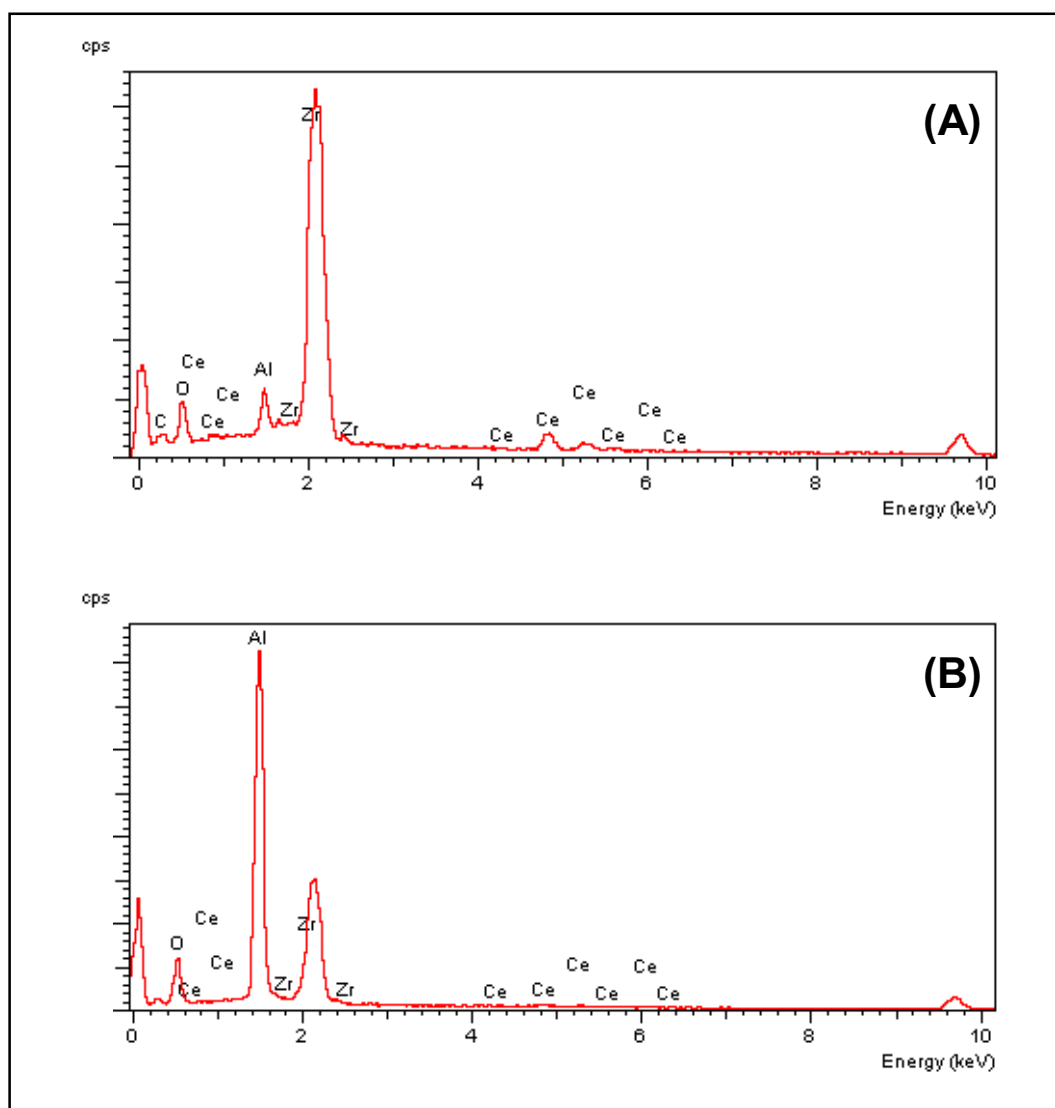


GRÁFICO 9 – Identificação dos elementos químicos encontrados por EDS no grupo G3 “verde”, destacando-se a presença de zircônio em (A) e alumínio em (B).

A Figura 54 corresponde à superfície da fratura do corpo-de-prova do grupo G3 após tratamento por infiltrado vítreo e nela podemos observar os pontos (A) e (B), onde foi realizada a identificação dos elementos químicos por EDS. Os resultados estão no Gráfico 10, onde também podemos destacar como principal elemento químico presente no ponto (A) o zircônio além de cério, lantânio, alumínio, cálcio e oxigênio. No ponto (B) destaca-se a presença de alumínio, oxigênio, cálcio, carbono, lantânio e zircônio.

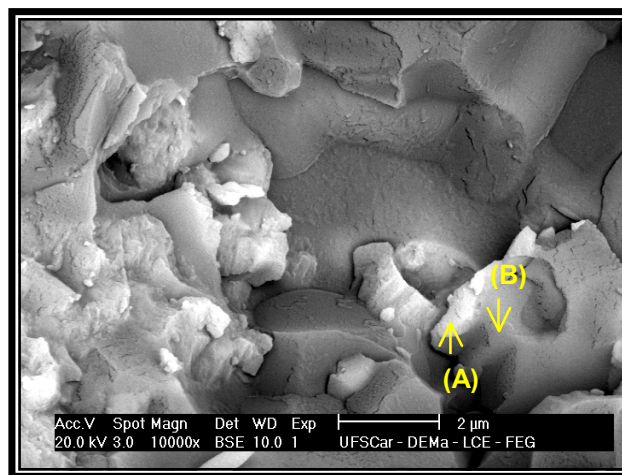


FIGURA 54 – Pontos utilizados para EDS, após sinterização, amostra do grupo G3.

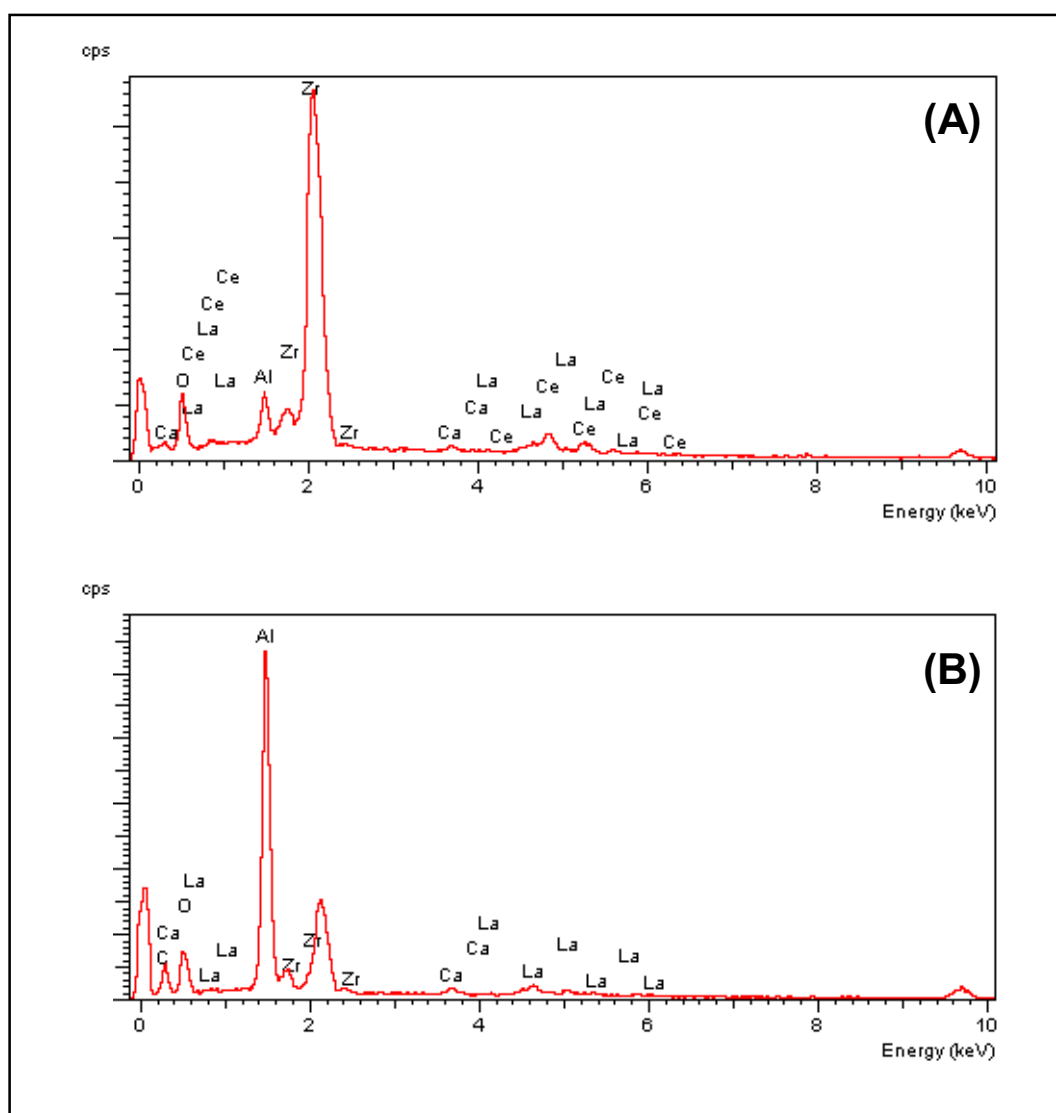


GRÁFICO 10 – Identificação dos elementos químicos encontrados por EDS nos pontos (A) e (B) que caracteriza o corpo-de-prova do grupo G3 após sinterização por infiltrado vítreo.

A Figura 55 corresponde à superfície da fratura do corpo-de-prova do corpo-de-prova do grupo G4 “verde” e nela podemos observar os pontos (A) e (B), onde foi realizada a identificação dos elementos químicos por EDS. Os resultados estão no Gráfico 11, onde podemos verificar a presença zircônio, ítrio e oxigênio no ponto (A) e somente zircônio e oxigênio no ponto (B).

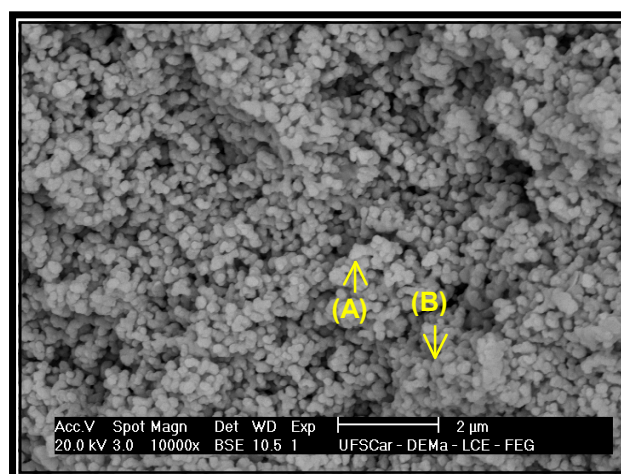


FIGURA 55 – Pontos utilizados para EDS na amostra “verde” do grupo G4.

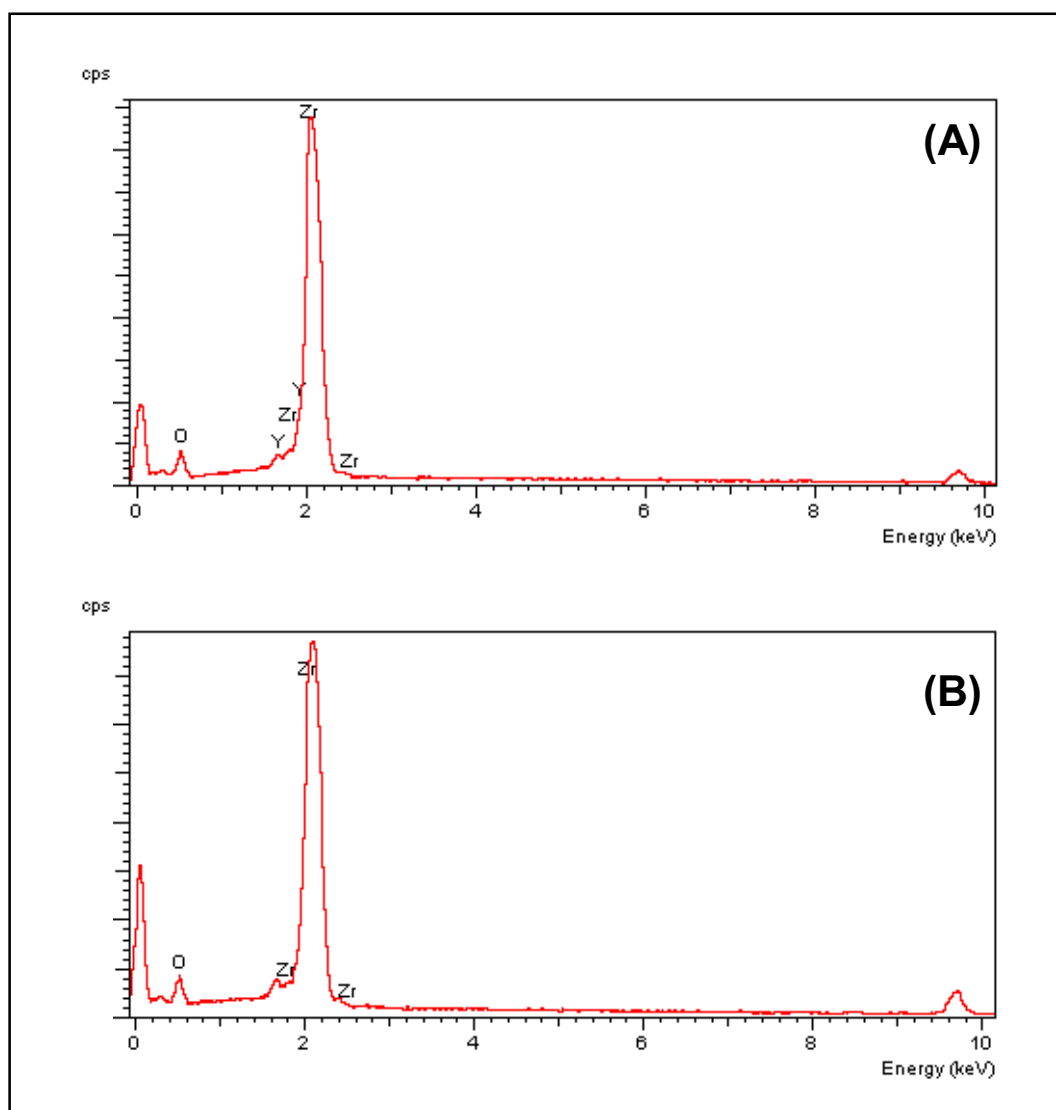


GRÁFICO 11 – Identificação dos elementos químicos encontrados por EDS nos pontos (A) e (B) do corpo-de-prova “verde” do grupo G4.

A Figura 56 corresponde à superfície da fratura corpo-de-prova do grupo G4 após sinterização densa e nela podemos observar os pontos (A) e (B), onde foi realizada a identificação dos elementos químicos por EDS. Os resultados estão no Gráfico 12, onde também podemos verificar a presença exclusiva de zircônio, ítrio e oxigênio tanto nos pontos (A) e (B).

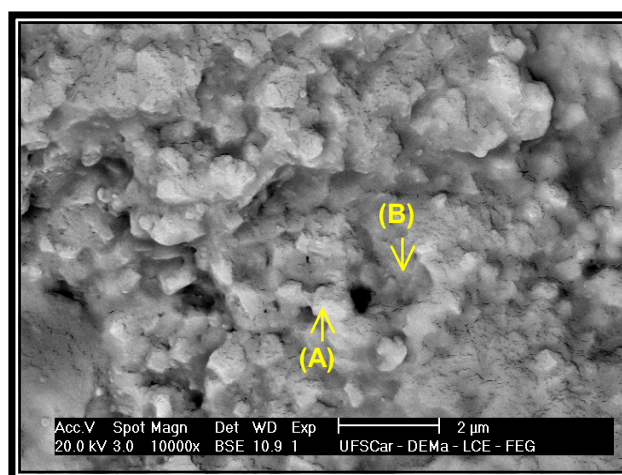


FIGURA 56 – Pontos utilizados para EDS, após sinterização, amostra do grupo G4.

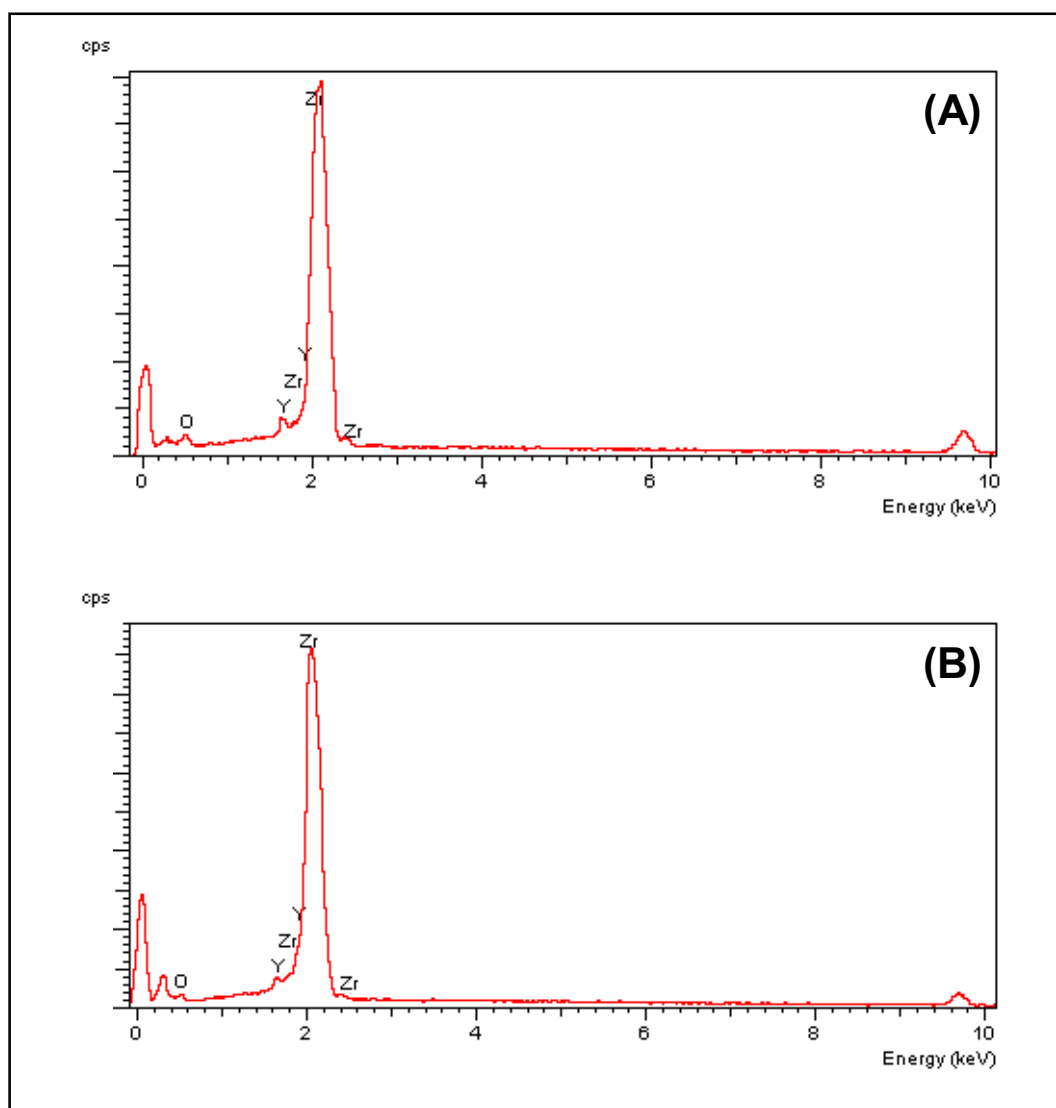


GRÁFICO 12 – Identificação dos elementos químicos encontrados por EDS nos pontos (A) e (B) que caracteriza o corpo-de-prova do grupo G4, após sinterização via fase sólida.

5. DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX)

O Gráfico 13 a seguir é um resumo comparativo para o grupo G1. Nele podemos observar que o padrão do óxido de alumínio (Al_2O_3) coincide como padrão da amostra, tanto no estado “verde” como pós infiltrado vítreo, o que significa que não houve mudanças, no que se refere aos compostos químicos. As caracterizações químicas detalhada para este grupo estão nos Gráficos 1A e 2A do anexo 4.

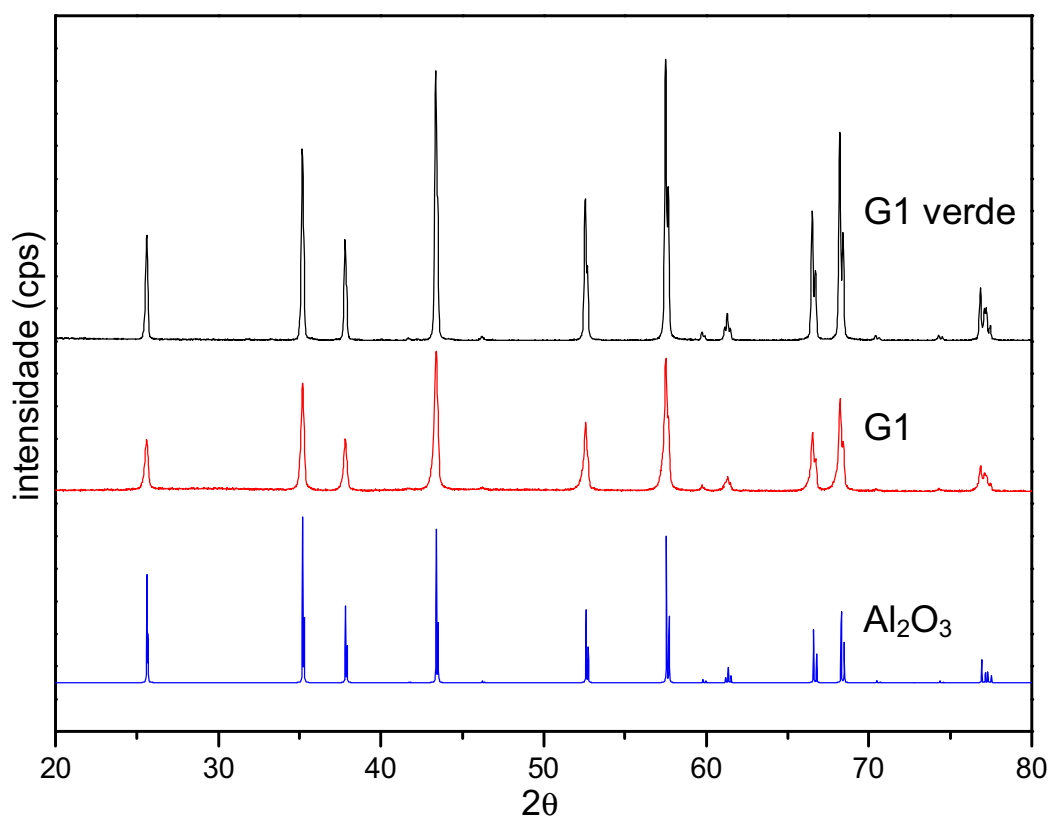


GRÁFICO 13 – DRX comparativo entre os padrões das amostras do grupo G1 com o óxido de alumínio.

O Gráfico 14 compara as amostra “verde” e sinterizada do grupo G2; e também podemos observar que elas estão caracterizadas pela presença de óxido de alumínio (Al_2O_3). As caracterizações químicas detalhada para este grupo estão nos Gráficos 3A e 4A do Anexo 4.

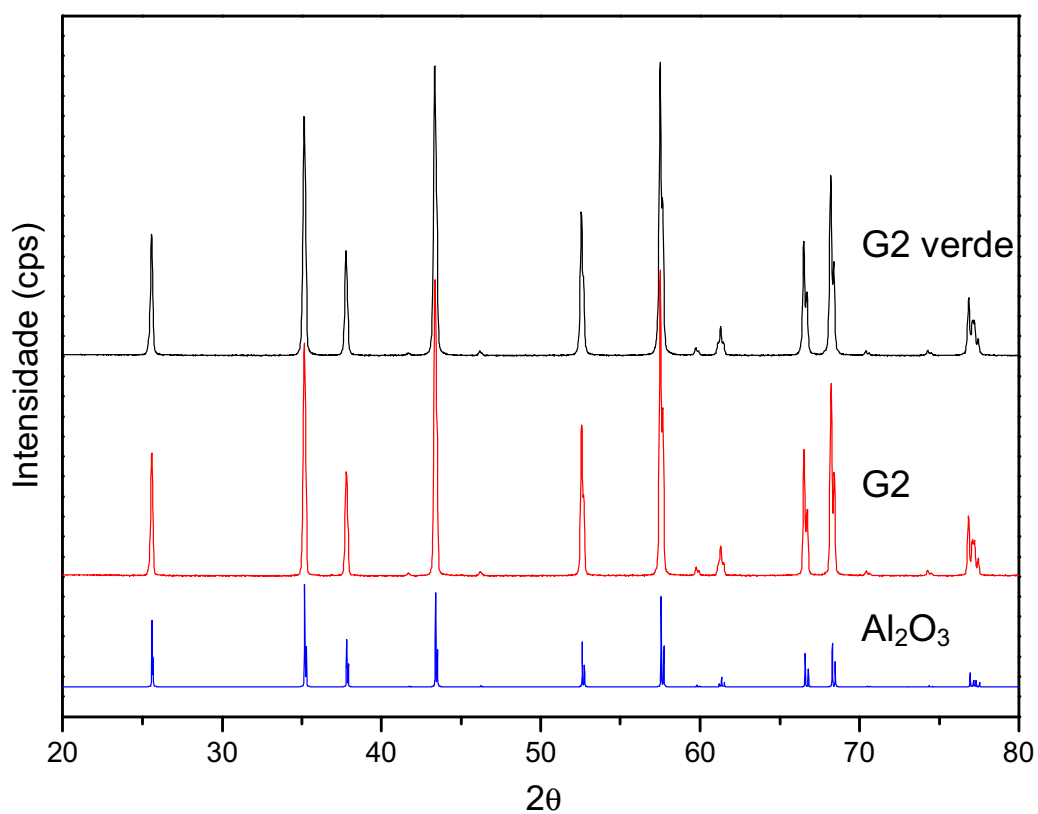


GRÁFICO 14 – DRX comparativo entre os padrões das amostras do grupo G2 com o óxido de alumínio.

O Gráfico 15 compara as amostra “verde” e sinterizada do grupo G3. Nele podemos observar a presença de diferentes óxidos de zircônio estabilizados por cério ($\text{Zr}_{0,92}\text{Ce}_{0,08}\text{O}_2$), ítrio ($\text{Zr}_{0,758}\text{Y}_{0,242}\text{O}_2$) e lantânio ($\text{Zr}_{0,9}\text{La}_{0,1}\text{O}_{1,95}$). Também, pode-se destacar a presença de óxido de alumínio (Al_2O_3). As caracterizações químicas detalhadas para este grupo estão nos Gráficos 5A e 6A do Anexo 4.

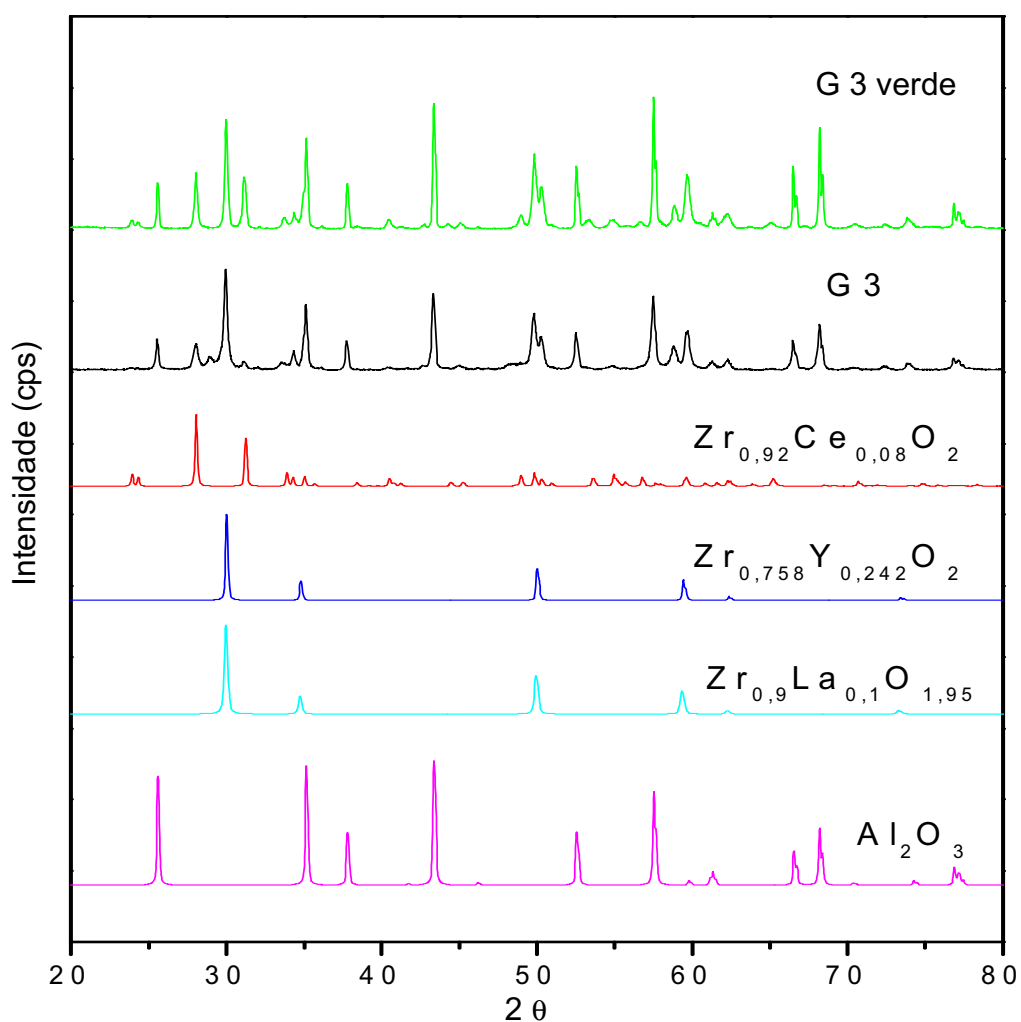


GRÁFICO 15 – DRX comparativo entre os padrões das amostras do grupo G3 com os compostos químicos mais representativos.

O Gráfico 16 compara as amostra “verde” e sinterizada do grupo G4. Podemos constatar neste grupo, a presença de óxido de háfnio (HfO_2), e óxidos de zircônio estabilizados por alumínio ($\text{Zr}_{0,9}\text{Al}_{0,1}\text{O}_{1,95}$) e ítrio ($\text{Zr}_{0,92}\text{Y}_{0,08}\text{O}_{1,96}$); assim também como a ausência de óxido de alumínio. As caracterizações químicas detalhadas para este grupo estão nos Gráficos 7A e 8A do Anexo 4.

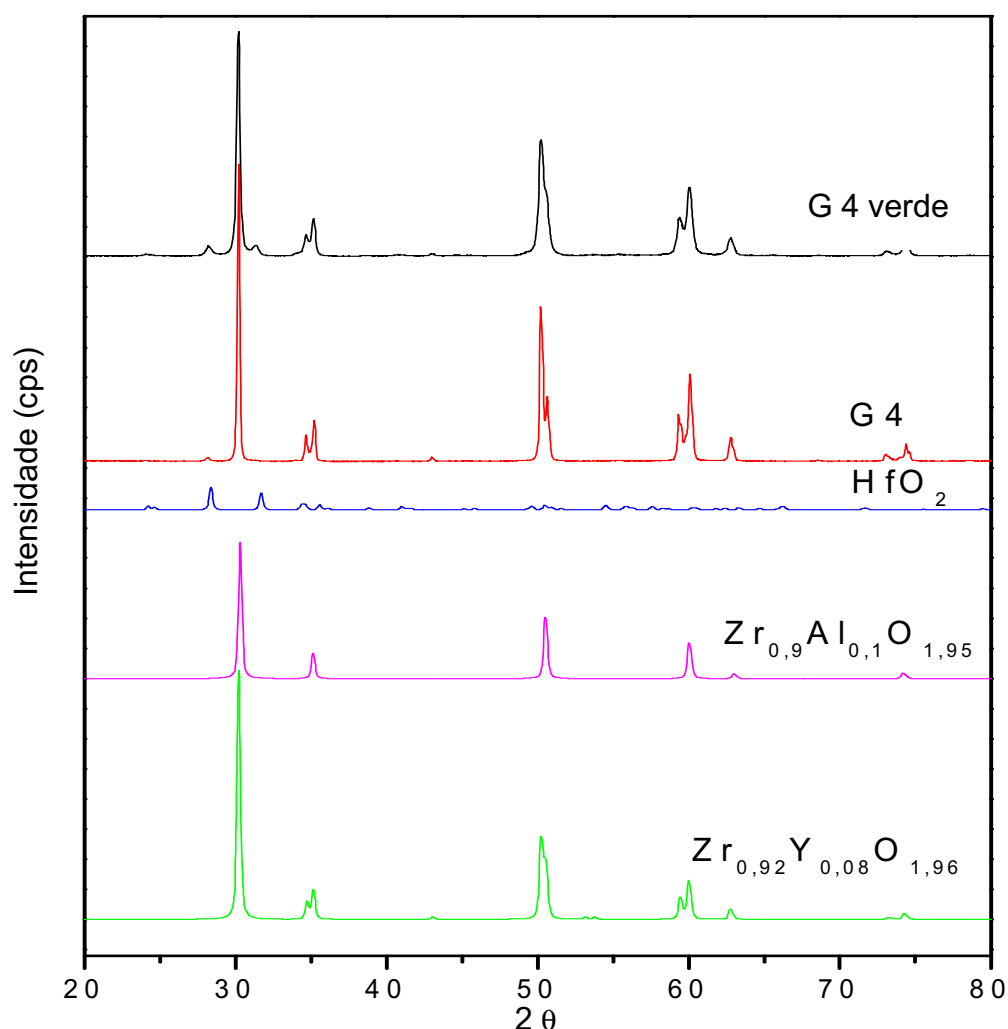


GRÁFICO 16 – DRX comparativo entre os padrões das amostras do grupo G4 com os compostos químicos mais representativos.

DISCUSSÃO

Discussão

Ao longo dos anos, diversos ensaios mecânicos têm sido desenvolvidos na tentativa de prever o comportamento clínico das restaurações dentais; dentre elas a resistência à flexão tem se destacado, em especial quando a intenção é avaliar infra-estruturas livres de metal e suas respectivas cerâmicas de cobertura. Na literatura pesquisada, foram encontrados dois tipos de testes de resistência à flexão para materiais cerâmicos: O teste uniaxial que pode ser em três pontos^{3,11,18,23-25,28,34,35,49,52,54,56,70-72}, ou em quatro pontos^{4,21,22,46,63}, e o teste biaxial, que inclui diversas modalidades, entre elas a *ring-on-ring*⁷⁴, *ball-on-ring*¹² e *piston-on-three-ball* são as mais comuns^{26,31,40,67,69,75}. Nos testes em três e quatro pontos, os espécimes são confeccionados em forma de barra, variando simplesmente o número de apoios onde será aplicada a carga (um ou dois respectivamente). No teste biaxial *ring-on-ring*, o espécime em forma de disco, é suportado por um anel metálico, que recebe em sua porção central, a carga por um outro anel. O teste biaxial *ball-on-ring* é semelhante ao *ring-on-ring*, porém a aplicação da carga no corpo-de-prova é realizada por uma esfera de aço; e no teste biaxial *piston-on-three-ball*, o espécime em forma de disco, é suportado por três esferas de aço equidistantes entre si, recebendo uma carga central. Em nosso trabalho optamos pela utilização do teste em três pontos por acreditarmos ser o que melhor determina a resistência à flexão, devido à pequena área

da superfície do espécime submetida ao estresse de tensão determinando valores mais reais⁴, assim também como pela simplicidade de realização do ensaio, fabricação dos corpos-de-prova e ser largamente utilizado na literatura^{3,11,18,23-25,28,34,35,49,52,54,56,70-72}. No entanto, Zeng et al.⁷⁵ afirmaram que o teste biaxial *ring-on-ring* seria o mais indicado por possuir maior área do espécime sujeita ao estresse, e assim; a tensão máxima e o coeficiente de variação seriam sempre menores em relação aos outros métodos; mas sabemos que além do tipo de ensaio utilizado, outros fatores podem influenciar a resistência à flexão das cerâmicas, como o tamanho do corpo-de-prova, a distância entre os apoios, a variação de composição, o desenvolvimento de estresse residual e compressivo, a técnica de processamento, a distribuição da matriz vítrea pela fase cristalina e a quantidade de defeitos internos dos corpos-de-prova^{2,56,61,62}; o que tornaria crítica a comparação entre resultados, pois muitas vezes detalhes importantes da metodologia são omitidos pelos autores, dificultando a comparação. Sendo assim, os nossos resultados de resistência à flexão puderam ser comparados com alguns trabalhos encontrados na literatura^{3,11,18,24,25,34,35,49,52,55,70,71} por utilizarem de metodologias semelhantes.

Entre os ensaios mecânicos, o de dureza Vickers tem sido amplamente utilizado^{12,13,16,20,21,24,26,46,52,55} para determinar a dureza de materiais cerâmicos, por oferecer vantagens como: existência de uma

escala contínua de dureza que permite medir todas as gamas de valores de dureza numa única escala; deformação nula do penetrador por ser de diamante; não inutilizar o corpo-de-prova pelas impressões serem extremamente pequenas, além deste ensaio aplicar-se a materiais de qualquer espessura, e também ser usado para medir dureza superficial. Neste método, a ponta ativa do aparelho, que é um diamante piramidal de base quadrangular, causa uma impressão ou marca na superfície do corpo-de-prova, na qual são medidas as diagonais. A média destas diagonais, relacionada com a carga aplicada, é então convertida em número de dureza na escala Vickers (HV). Em nosso estudo, este ensaio não foi realizado nas cerâmicas verdes, por que nos testes preliminares resultaram em corpos de prova porosos e muito frágeis, dificultando a identificação e conseqüente medição das marcas do penetrador. Nos corpos-de-prova sinterizados, observamos que os valores de dureza não acompanharam a mesma ordem dos valores de resistência à flexão, evidenciando que a relação entre as duas propriedades mecânicas não é a mesma para todos os grupos de trabalho. Esta realidade foi também observada em estudos anteriores^{42,52,55,67} quando os resultados de dureza superficial foram comparados aos das resistências à flexão, à tração diametral e à fratura de sistemas totalmente cerâmicos. Por outro lado, quando tentamos identificar possíveis relações entre as médias de dureza de todos os grupos de trabalho, pudemos observar que diferenças estatísticas foram encontradas entre si; mas quando agrupados e

comparados segundo o método de sinterização; detectamos que os corpos-de-prova que foram submetidos à sinterização via estado sólido apresentaram as maiores médias de dureza (1.936,6 HV para o grupo G2 e 1.321,4 HV para o grupo G4), levando-nos a acreditar que a dureza superficial não está só relacionada à composição como afirmam alguns autores^{5,38} e sim também ao tipo de sinterização utilizada.

A mudança na composição de um material cerâmico é um dos principais fatores para a melhora de suas propriedades mecânicas, pois o aumento do conteúdo cristalino é acompanhado do aumento da resistência à fratura^{2,16,24,25,36,50,52}. Exemplo disto, temos o sistema In-Ceram[®], onde a substituição de parte da alta concentração de óxido de alumínio (Al_2O_3) na formulação original, por óxido de magnésio (MgAl_2O_4), deu origem a uma cerâmica menos resistente (In-Ceram[®] Spinell); e a substituição por óxido de zircônia ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{ZrO}_2$) proporcionou significativa melhora nas características mecânicas (In-Ceram[®] Zircônia), e recentemente a incorporação de óxido de Ítrio (Y_2O_3), resultou em valores extremamente elevados de resistência à flexão^{3,22,36,37,53,63,69} (In-Ceram[®] YZ). Esta melhora é explicada segundo Tinschert et al.⁶³, devido a adição de cristais elevar o módulo de elasticidade do material, e consequentemente a resistência à flexão do mesmo, além dos cristais limitarem a propagação de fraturas pela estrutura interna da cerâmica. Este fato foi abordado por Denry et al.¹⁶ (1998), quando modificaram o

conteúdo químico de materiais cerâmicos e observaram que a variação da concentração de determinados elementos, poderia interferir nos parâmetros da resistência mecânica das cerâmicas; o que não aconteceu em nossa pesquisa, pois os grupos G1 e G2 apresentaram a mesma concentração química de óxido de alumínio e resultados de resistência à flexão e dureza estatisticamente diferentes. Para Serghi et al.⁵⁶ a modificação química com óxido de alumínio aparenta ser a mais adequada para melhorar a resistência à flexão das cerâmicas; porém em nosso estudo tal fato não pode ser confirmado por que o grupo G4 que registrou a maior média de resistência à flexão (758,4 MPa) não apresentou óxido de alumínio em sua composição, como foi constatado pela análises por difração de raios X correspondente; levando-nos a concluir que o aumento da resistência flexural não esta diretamente relacionada ao óxido de alumínio contido na cerâmica, como sugerido por Serghi et al.⁵⁶ e sim provavelmente ao tipo de sinterização, pois quando comparado o grupo G1 com o grupo G2, e o grupo G3 com o grupo G4, observamos que os melhores resultados de resistência à flexão se deram nos grupos G2 e G4 que foram submetidos ao processo de sinterização densa.

O desenvolvimento de estresse residual, não foi avaliado em nosso estudo, pois nos restringimos a trabalhar somente com infra-estruturas cerâmicas sem recobrimento; mas sabemos que este fator esta

ligado a diferença acentuada do coeficiente de expansão térmico linear na interface entre a infra-estrutura e o recobrimento de materiais cerâmicos e que pode levar o desenvolvimento e propagação de micro-trincas no processo de fabricação de restaurações totalmente cerâmicas⁷⁴. Por tal motivo, coeficiente de dilatação térmica da infra-estrutura deve ser ligeiramente maior do que as do recobrimento estético cerâmico para que as tensões residuais axiais sejam minimizadas; assim o recobrimento ficará em leve estado de compressão o que resultará em um aumento de sua dureza e aderência à cerâmica de infra-estrutura³⁸. Essa condição assegura o resfriamento da prótese sem que haja a formação imediata de trincas ou de fraturas tardias ocasionadas pelas tensões residuais na porcelana².

Considerando, que o método de processamento também pode influenciar nas propriedades mecânicas do material, os trabalhos de Tinschert et al⁶³. (2000) e Hwang, Yang²⁹ (2001) procuraram investigar a hipóteses de que o sistema de usinagem (CAD/CAM) produz uma menor variação nos valores de resistência à flexão; mas Aphold et al.³ (2001) não encontraram diferenças significantes entre o sistema In-Ceram Alumina processado pela técnica da barbotina ou em blocos para usinagem. Entretanto, os primeiros materiais exibiram maior coeficiente de variação e maior quantidade de defeitos internos, podendo apresentar falhas prévias em relação ao segundo por propagação de fendas. Esses

defeitos internos estariam diretamente relacionados à resistência mecânica das restaurações cerâmicas, pois quanto maior a quantidade de porosidades e fendas, menor é a resistência mecânica destas^{5,38,56}.

Acreditamos que o melhor desempenho mecânico, obtido nas recentes pesquisas^{6,29,34,60,63} com blocos cerâmicos (CAD/CAM), seja devido ao fato destes serem conformados por compactação (uniaxial ou isostática), que consiste na prensagem do pó em um molde, originando um “compactado verde” no formato desejado e com resistência suficiente para o manuseio. É necessário que a compactação seja criteriosa, para minimizar o gradiente de densidade, devido às próprias características do processo e ao estado de aglomeração dos pós. Na etapa de compactação, as partículas do pó devem ficar tão próximas quanto possível, visando a redução da porosidade residual a verde. Pressões altas de compactação podem introduzir defeitos na microestrutura, como falhas de empacotamento de partículas (regiões mais densas e regiões menos densas), já pressões muito baixas fazem com que o bloco cerâmico não atinja a densidade a verde prevista^{5,17}.

Segundo Hwang, Yang²⁹ (2001) e Tinschert et al.⁶³ (2000) estas cerâmicas produzidas industrialmente, são mais confiáveis por possuírem maiores módulos de Weibull (m); e considerando que a maioria dos estudos são in vitro, este parâmetro parece representar melhor as

características do material; pois ele qualifica a distribuição de defeitos internos, podendo prever a confiabilidade do material⁶⁸, enquanto os valores numéricos dos testes mecânicos expressam apenas a resistência limite. Sendo assim, em nossa pesquisa, a cerâmica do grupo G1 pode mostrar falha sob condições clínicas de carga mastigatórias moderadamente baixas, já que apresentou os menores valores de módulo de Weibull (6.9) além das menores médias dos valores de resistência à flexão (351,7 MPa), fato que coincide com o trabalho de Chong et al.¹¹.

Dentro do método de conformação das cerâmicas, concordamos com Silva, Alves Júnior⁵⁷ (1998) em que a sinterização é a etapa mais importante, pois é nesta que a massa de partículas já conformada ganha resistência mecânica e adquire quase todas suas propriedades finais; no entanto é necessário diferenciar técnica de sinterização e tipo de sinterização, que segundo Silva, Alves Júnior⁵⁸ (1998), técnica de sinterização pode ser entendida como o método usado na prática para se obter a sinterização de um dado sistema, ou seja, a forma adotada para se conseguir as condições necessárias para a ocorrência de sinterização (sinterização em forno resistivo; sinterização em fornos a vácuo; sinterização reativa; sinterização por microondas; sinterização por laser; sinterização por plasma); e o tipo de sinterização como a forma com a qual a sinterização procede, ou seja, a cinética de sinterização, que é caracterizada pelos mecanismos operantes

responsáveis pelo fechamento da porosidade (sinterização por fase sólida; sinterização por fase líquida; sinterização ativa ou sinterização rápida).

No procedimento de infiltração, a matriz cerâmica já conformada é levada ao forno e “pré-sinterizada” por um tempo suficiente para que o sistema seja submetido apenas ao primeiro estágio da sinterização via estado sólido resultando em uma cerâmica porosa. Posteriormente, é adicionada a fase vítrea, por um processo de aplicação do vidro suspenso em um líquido, acompanhada de tratamento térmico para fusão do vidro (fase líquida) e conseqüente penetração nos poros da cerâmica por pressão capilar causando densificação⁵⁷. Evans, O’Brien¹⁹ (1999), observaram na microscopia eletrônica de varredura uma sinterização incompleta das infra-estruturas não infiltradas, permitindo a formação de defeitos internos que tornou o material mais frágil. Contudo, quando é aplicado o vidro, este ocupa os espaços intersticiais e atua como ligante entre os cristais, diminuindo a quantidade de fendas e irregularidades de superfície que representam sítios de propagação de fraturas, aumentando significativamente a resistência do material^{18,19,21,22}, entretanto em nosso estudo, a presença desta fase vítrea nos corpos-de-prova de alumina (grupo G1) e zircônia (grupo G3) diminui os valores de resistência à flexão e dureza, quando comparados aos valores obtidos para os corpos-de-prova de alumina (grupo G2) e zircônia (grupo G4) sem

fase vítrea. Acreditamos que esta variação esteja relacionada à presença de poros resultantes de possíveis falhas de empacotamento durante a etapa de conformação industrial dos blocos cerâmicos, que não foram preenchidos pela fase vítrea; ou devido ao pó de vidro, agente formador de fase líquida, possuir partículas muito grandes que resultaram em uma distribuição heterogênea no interior dos corpos cerâmicos, dificultando o preenchimento de todos os poros.

Finalmente, gostaríamos de salientar que o teste mecânico utilizado neste estudo é considerado estático, ou seja, mostra valores de resistência em situação imediata após a aplicação do mesmo; e para prever a confiabilidade dos materiais aqui testados, foi determinado o módulo de Weibull; porém, acreditamos que as pesquisas clínicas sejam excelente complemento, para avaliar o desempenho dos sistemas cerâmicos por meio de estudos longitudinais, tendo como base os resultados obtidos nos estudos mecânicos in vitro.

CONCLUSÃO

Conclusão

De acordo com a metodologia e condições experimentais do presente estudo, foi possível concluir que:

- A composição química das amostras não foi alterada por nenhum dos tipos de sinterização utilizados.
- A média da resistência à flexão do In-Ceram[®] Alumina (grupo G1) e In-Ceram[®] Zircônia (grupo G3), que foram sinterizados via fase líquida, foram significativamente menores que as do In-Ceram[®] AL (grupo G2) e In-Ceram[®] YZ (grupo G4),
- Todas as médias da dureza Vickers foram significativamente diferentes, sendo as do grupo G2 e G4 (sinterização via fase sólida) maiores quando comparadas com as do grupo G1 e G3 (sinterização via fase líquida),
- A sinterização via fase sólida demonstrou ser mais eficiente para se obter densificação máxima dos compostos cerâmicos, resultando em elevados valores de resistência à flexão e dureza.

REFERÊNCIAS

Referências*

1. Andersson M, Odén A. A new all-ceramic crown. A dense-sintered, high-purity alumina coping with porcelain. *Acta Odontol Scand.* 1993; 51: 59-64.
2. Anusavice KJ. Cerâmicas odontológicas. In: Anusavice KJ. Phillip's materiais dentários. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan; 2005. p. 619-68.
3. Apholt W, Bindl A, Lüthy H, Mörmann WH. Flexural strength of Cerec 2 machined and jointed InCeram-Alumina and InCeram-Zirconia bars. *Dent Mater.* 2001; 17: 260-7.
4. Ban S, Anusavice KJ. Influence of test method on failure stress of brittle dental materials. *J Dent Res.* 1990; 69: 1791-9.
5. Beck H. Estudo de cerâmicas de $\text{CeO}_2\text{-ZrO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ consolidadas por infiltração e sinterização na presença de vidro visando aplicações estruturais [dissertação de mestrado]. São José dos Campos: Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais; 2006.
6. Bindl A, Mörmann WH. An up to 5-year clinical evaluation of posterior In-Ceram CAD/CAM core crowns. *Int J Prosthodont.* 2002; 15: 451-6.
7. Bohjalian A, Froner EE, Zanetti AL, Santos VA. Resistência à fratura de sistemas cerâmicos Empress I, II e In-Ceram. *RGO.* 2006; 54: 185-90.
8. Carrier DD, Kelly JR. In-Ceram failure behavior and core-veneer interface quality as influenced by residual infiltration glass. *J Prosthodont.* 1995; 4: 237-42.

* De acordo com o estilo Vancouver. Disponível em: http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

9. Chai J, Takahashi Y, Sulaiman F, Chong KH, Lautenschlager EP. Probability of fracture of All-Ceramic crowns. *Int J Prosthodont*. 2000; 13: 420-4.
10. Chevalier J, Deville S, Münch E, Jullian R, Lair F. Critical effect of cubic phase on aging in 3 mol% yttria-stabilized zirconia ceramics for hip replacement prosthesis. *Biomaterials*. 2004; 25: 5539-45.
11. 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.
12. Curtis AR, Wright AJ, Fleming GJP. The influence of simulated masticatory loading regimes on the bi-axial flexure strength and reliability of a Y-TZP dental ceramic. *J Dent*. 2006; 34: 317-25.
13. Curtis AR, Wright AJ, Fleming GJP. The influence of surface modification techniques on the performance of a Y-TZP dental ceramic. *J Dent*. 2006; 34: 195-206.
14. Denry IL. Recent advances in ceramics for dentistry. *Crit Rev Oral Biol Med*. 1996; 7: 134-43.
15. Denry IL, Holloway JA. Microstructural and crystallographic surface changes after grinding zirconia-based dental ceramics. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater*. 2006; 76: 440-8.
16. Denry IL, Holloway JA, Rosenstiel S. Effect of ion exchange on the microstructure, strength, and thermal expansion behavior of a leucite-reinforced porcelain. *J Dent Res*. 1998; 77: 583-8.
17. Dias AHM, Myahita E, Nono MCA, Bottino MA. Avaliação mecânica e microestrutural da interface ceramo-ceramica. *Cienc Odontol Bras*. 2005; 8: 31-8.
18. Esquivel-Upshaw JF, Chai J, Sansano S, Shonberg D. Resistance to staining, flexural strength, and chemical solubility of core porcelains for All-Ceramic crowns. *Int J Prosthodont*. 2001; 14: 284-8.

19. Evans DB, O'Brien WJ. Fracture strength of glass infiltrated-magnesia core porcelain. *Int J Prosthodont*. 1999; 12: 38-44.
20. Fischer H, Dautzenberg G, Marx R. Nondestructive estimation of the strength of dental ceramic materials. *Dent Mater*. 2001; 17: 289-95.
21. Fischer H, Weiß R, Telle R. Crack healing in alumina bioceramics. *Dent Mater*. 2008; 24: 328-32.
22. Giordano 2nd RA, Pelletier L, Campbell S, Pober R. Flexural strength of an infused ceramic, glass ceramic, and feldspathic porcelain. *J Prosthet Dent*. 1995; 73: 411-8.
23. Guazzato M, Albakry M, Quach L, Swain MV. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of a glass-infiltrated alumina/zirconia-reinforced dental ceramic. *Dent Mater*. 2005; 21: 454-63.
24. 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.
25. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II Zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater*. 2004; 20: 449-56.
26. Guazzato M, Albakry M, Swain MV, Ironside J. Mechanical properties of In-Ceram alumina and In-Ceram zirconia. *Int J Prosthodont*. 2002; 15: 339-46.
27. Guazzato M, Proos K, Quach L, Swain MV. Strength, reliability and mode of fracture of bilayered porcelain/zirconia (Y-TZP) dental ceramics. *Biomaterials*. 2004; 25: 5045-52.
28. Guazzato M, Quach L, Albakry M, Swain MV. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of Y-TZP dental ceramic. *J Dent*. 2005; 33: 9-18.

29. Hwang JW, Yang JH. Fracture strength of copy-milled and conventional In-Ceram crowns. *J Oral Rehabil.* 2001; 28: 678-83.
30. International Organization for Standardization. ISO 6872: dental ceramics. Geneva: ISO; 1995.
31. Itinoche KM, Özcan M, Bottino MA, Oyafuso D. Effect of mechanical cycling on the flexural strength of densely sintered ceramics. *Dent Mater.* 2006; 22: 1029-34.
32. Jung YG, Peterson IM, Pajares A, Lawn BR. Contact damage resistance and strength degradation of glass-infiltrated alumina and spinel ceramics. *J Dent Res.* 1999; 78: 804-14.
33. Luthardt RG, Holzhüter MS, Rudolph VH, Walter MH. CAD/CAM-machining effects on Y-TZP zirconia. *Dent Mater.* 2004; 20: 655-62.
34. Lüthy H, Filser F, Loeffel O, Schumacher M, Gauckler LJ, Hammerle CHF. Strength and reliability of four-unit all-ceramic posterior bridges. *Dent Mater.* 2005; 21: 930-7.
35. Magne P, Belser U. Esthetic improvements and in vitro testing of In-Ceram alumina and spinell ceramic. *Int J Prosthodont.* 1997; 10: 459-66.
36. McLean JW, Hughes TH. The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides. *Br Dent J.* 1965; 119: 251-67.
37. McLean JW, Odont D. Evolution of dental ceramics in twentieth century. *J Prosthet Dent.* 2001; 85: 61-6.
38. Nono MCA. Cerâmicas de zircônia tetragonal policristalina no sistema $\text{CeO}_2\text{-ZrO}_2$ (Ce-TZP) [tese de doutorado]. São José dos Campos: Instituto Tecnológico de Aeronáutica; 1990.
39. Oh NS, Kim DJ, Ong JL, Lee HY, Lee KW. Properties and cyclic fatigue of glass infiltrated tape cast alumina cores produced using a water-based solvent. *Dent Mater.* 2007; 23: 442-9.
40. Ohyama T, Yoshinari M, Oda Y. Effects of cyclic loading on the strength of All-Ceramic materials. *Int J Prosthodont.* 1999; 12: 28-37.

41. Oilo G. Flexural strength and internal defects of some dental porcelains. *Acta Odontol Scand*. 1988; 46: 313-22.
42. Oliva EA. Influência do método de processamento, sinterização convencional ou injeção a vácuo, na resistência à flexão e dureza de porcelanas feldespáticas [tese de doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2006.
43. Pagani C, Miranda CB, Bottino MC. Avaliação da tenacidade à fratura de diferentes sistemas cerâmicos. *J Appl Oral Sci*. 2003; 11: 69-75.
44. Papanagiotou HP, Morgano SM, Giordano RA, Pober R. In vitro evaluation of low-temperature aging effects and finishing procedures on the flexural strength and structural stability of Y-TZP dental ceramics. *J Prosthet Dent*. 2006; 96: 154-64.
45. Perillo SL. Comparação dos valores da microdureza Vickers de cerâmicas e cerômetros com o esmalte dental humano [tese de doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2002.
46. Piorino FN. Sobre as variáveis que afetam a avaliação do módulo de ruptura em ensaios de flexão [dissertação de mestrado]. São Carlos: Universidade Federal de São Carlos; 1990.
47. Pröbster L. Compressive strength of two modern all-ceramic crowns. *Int J Prosthodont*. 1992; 5: 409-14.
48. Raigrodski AJ, Chiche G J, Potiket N, Hochstedler JL, Mohamed SE, Billiot S, et al. The efficacy of posterior three-unit zirconia-oxide-based ceramic fixed partial dental prostheses: a prospective clinical pilot study. *J Prosthet Dent*. 2006; 96: 237-44.
49. Rizkalla AS, Jones DW. Mechanical properties of commercial high strength ceramic core materials. *Dent Mater*. 2004; 20: 207-12.
50. Rosenblum MA, Schulman A. A review of all-ceramic restorations. *J Am Dent Assoc*. 1997; 128: 297-307.

51. Sailer I, Fehér A, Filser F, Gauckler LJ, Lüthy H, Hammerle CHF. Five-year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures. *Int J Prosthodont*. 2007; 20: 383-8.
52. Schalch MV. Resistência à flexão, resistência à tração diametral e dureza de sistemas cerâmicos para infra-estruturas [dissertação de mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia de Araraquara; 2003.
53. Scherrer SS, De Rijk WG, Belser UC. Fracture resistance of human enamel and three all-ceramic crown systems on extracted teeth. *Int J Prosthodont*. 1996; 9: 580-5.
54. Seghi RR, Daher T, Caputo A. Relative flexural strength of dental restorative ceramics. *Dent Mater*. 1990; 6: 181-4.
55. Seghi RR, Denry IL, Rosenstiel SF. Relative fracture toughness and hardness of new dental ceramics. *J Prosthet Dent*. 1995; 74: 145-50.
56. Seghi RR, Sorensen JA. Relative flexural strength of six new ceramic materials. *Int J Prosthodont*. 1995; 8: 239-46.
57. Silva AGP, Alves Junior C. A sinterização rápida: sua aplicação, análises e relação com as técnicas inovadoras de sinterização. *Cerâmica*. 1998; 44: 225-32.
58. Silva AGP, Alves Junior C. Teoria de sinterização por fase sólida; uma análise crítica de sua aplicação *Cerâmica*. 1998; 44: 171-6.
59. Sinmazışık G, Öveçoğlu ML. Physical properties and microstructural characterization of dental porcelains mixed with distilled water and modeling liquid. *Dent Mater*. 2006; 22: 735-45.
60. Snyder MD, Hogg KD. Load-to-fracture value of different all-ceramic crown systems. *J Contemp Dent Pract*. 2005; 6: 54-63.
61. Sobrinho LC, 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.

62. Strub JR, Beschmidt SM. Fracture strength of 5 different All-Ceramic crown systems. *Int J Prosthodont*. 1998; 11: 602-9.
63. Tinschert J, Zvez D, Marx R, Anusavice KJ. Structural reliability of alumina-, feldspar-, leucite-, mica- and zirconia-based ceramics. *J Dent*. 2000; 28: 529-35.
64. Vita All-Ceramics, Vita In-Ceram® 2000 AL cubes for inLab®, Aluminium oxide blocks for high-temperature sintering. Working Instructions fabrication of crown / bridge frameworks. Bad Säckin: VITA Zahnfabrik; 2005.
65. Vita All-Ceramics, Vita In-Ceram® for inLab®, Spinell for inLab®, Alumina for inLab®, Zirconia for inLab®, porously sintered oxide ceramics blocks for glass infiltration. Directions for use, Fabrication of de substructures. Bad Säckingen: VITA Zahnfabrik; 2006.
66. Vita Cerámicas sin metal, Vita In-Ceram® YZ cubes for CEREC®. Instrucciones de uso para la elaboración de estructuras de coronas y puentes. Bad Säckingen: VITA Zahnfabrik; 2004.
67. Wagner WC, Chu TM. Biaxial flexural strength and indentation fracture toughness of three new dental core ceramics. *J Prosthet Dent*. 1996; 76: 140-4.
68. Weibull W. A statistical distribution function of wide application. *J Appl Mech*. 1951; 9: 293-7.
69. 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.
70. White SN, Caputo AA, Li ZC, Zhao XY. Modulus of rupture of the procera all-ceramic system. *J Esthet Dent*. 1996; 8: 120-6.
71. White SN, Caputo AA, Vidjak FM, Seghi RR. Moduli of rupture of layered dental ceramics. *Dent Mater*. 1994; 10: 52-8.
72. White SN, Miklus VG, McLaren EA, Lang LA, Caputo AA. Flexural strength of a layered zirconia and porcelain dental all-ceramic system. *J Prosthet Dent*. 2005; 94: 125-31.

73. Yilmaz H, Aydin C, Gul BE. Flexural strength and fracture toughness of dental core ceramics. *J Prosthet Dent.* 2007; 98: 120-8.
74. 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.
75. Zeng K, Odén A, Rowcliffe D. Flexure tests on dental ceramics. *Int J Prosthodont.* 1996; 9: 434-9.

ANEXO

Anexo 1

Tabela 1A - Valores de resistência à flexão, em MPa, obtidos nas amostras confeccionadas para cada grupo de trabalho

Amostra	Bloco	Grupos			
		G1	G2	G3	G4
1	1	374,4	322,7	307,7	886,6
2	1	316,5	293,9	340,2	580,2
3	1	384,6	462,7	314,5	634,9
4	1	312,0	335,6	395,4	873,2
5	1	372,1	486,7	343,8	652,7
6	1	399,0	505,8	299,3	720,5
7	1	316,2	450,7	353,0	864,7
8	1	368,4	431,1	347,4	682,5
9	1	264,4	353,8	408,4	764,1
10	1	331,2	485,9	410,2	760,9
11	2	434,7	518,7	299,8	788,8
12	2	426,8	377,0	386,5	921,8
13	2	261,6	430,0	385,7	814,5
14	2	246,6	507,1	375,9	659,9
15	2	339,6	515,5	376,8	828,5
16	2	364,8	411,5	419,9	657,3
17	2	354,7	434,2	337,9	756,4
18	2	287,0	405,4	375,1	718,0
19	2	404,4	355,5	367,4	686,4
20	2	475,1	354,5	280,6	916,9

Tabela 2A - Valores de dureza superficial Vickers, em HV, obtidos nas amostras confeccionadas para cada grupo de trabalho

Amostra	Bloco	Grupos			
		G1	G2	G3	G4
1	1	1196,2	1996,8	1127,1	1360,3
2	1	1214,0	2052,1	1139,0	1378,2
3	1	1158,5	1910,3	1171,2	1384,6
4	1	1190,9	2009,6	1097,4	1384,1
5	1	1211,6	2035,5	1107,0	1366,6
6	1	1194,1	2022,3	1112,6	1333,3
7	1	1224,3	2000,3	1161,5	1357,3
8	1	1189,6	1988,8	1201,9	1371,4
9	1	1183,8	1985,9	1196,4	1368,7
10	1	1203,6	1970,5	1158,8	1353,9
11	2	1141,2	1876,2	1037,8	1197,8
12	2	1114,7	1903,4	1070,4	1198,2
13	2	1079,7	1854,6	1000,9	1219,3
14	2	1131,4	1832,2	1046,6	1274,1
15	2	1185,7	1934,0	1062,3	1337,4
16	2	1143,1	1825,5	1069,6	1339,3
17	2	1230,3	1860,3	1017,1	1291,4
18	2	1188,5	1974,3	1058,3	1277,1
19	2	1104,2	1855,5	1018,4	1324,6
20	2	1181,1	1844,9	1038,0	1310,2

Anexo 2

Tabela 3A - Valores p do teste de Tukey para a comparação de médias de resistência à flexão

Material		Material			
		{1}	{2}	{3}	{4}
G1	{1}		0,016	0,997	<0,001
G2	{2}	0,016		0,028	<0,001
G3	{3}	0,997	0,028		<0,001
G4	{4}	<0,001	<0,001	<0,001	

Tabela 4A - Valores p do teste de Tukey para a comparação de médias da dureza superficial Vickers

Material		Material			
		{1}	{2}	{3}	{4}
G1	{1}		<0,001	<0,001	<0,001
G2	{2}	<0,001		<0,001	<0,001
G3	{3}	<0,001	<0,001		<0,001
G4	{4}	<0,001	<0,001	<0,001	

Anexo 3

Tabela 5A – Elementos químicos encontrados por EDS nas amostras
“verdes” e suas respectivas porcentagens (% em peso),
segundo os grupos de trabalho e as áreas analisadas

Elementos químicos	Porcentagem em peso (%)							
	G1 verde		G2 verde		G3 verde		G4 verde	
	Área		Área		Área		Área	
	(A)	(B)	(A)	(B)	(A)	(B)	(A)	(B)
Al	58,68	61,23	50,91	59,87	3,14	42,45	-	-
C	1,01	-	0,61	-	3,01	-	-	-
Ca	-	-	-	-	-	-	-	-
Ce	-	-	-	-	9,37	1,90	-	-
Cr	-	-	-	-	-	-	-	-
La	-	-	-	-	-	-	-	-
Na	-	-	-	-	-	-	-	-
O	40,31	38,77	48,48	40,13	25,00	32,44	21,08	26,83
Si	-	-	-	-	-	-	-	-
Y	-	-	-	-	-	-	5,54	-
Zr	-	-	-	-	59,47	23,21	73,38	73,17
TOTAL*	100	100	100	100	100	100	100	100

*Margem de erro de 0,01

Tabela 6A – Elementos químicos encontrados por EDS e suas respectivas porcentagens (% em peso), segundo os grupos de trabalho e as áreas analisadas

Elementos químicos	Porcentagem em peso (%)							
	G1		G2		G3		G4	
	Área		Área		Área		Área	
	(A)	(B)	(A)	(B)	(A)	(B)	(A)	(B)
Al	42,54	56,03	45,24	81,13	3,21	41,23	-	-
C	9,37	15,45	15,26	-	-	13,63	-	-
Ca	0,41	-	-	-	0,77	1,20	-	-
Ce	-	-	-	-	8,75	-	-	-
Cr	0,29	-	-	-	-	-	-	-
La	8,35	4,91	-	-	2,73	4,59	-	-
Na	0,53	-	-	-	-	-	-	-
O	33,75	23,61	39,49	18,87	26,62	27,77	13,06	4,53
Si	4,76	-	-	-	-	-	-	-
Y	-	-	-	-	-	-	1,38	6,35
Zr	-	-	-	-	57,93	11,58	85,56	89,12
TOTAL*	100	100	100	100	100	100	100	100

*Margem de erro de 0,01

Anexo 4

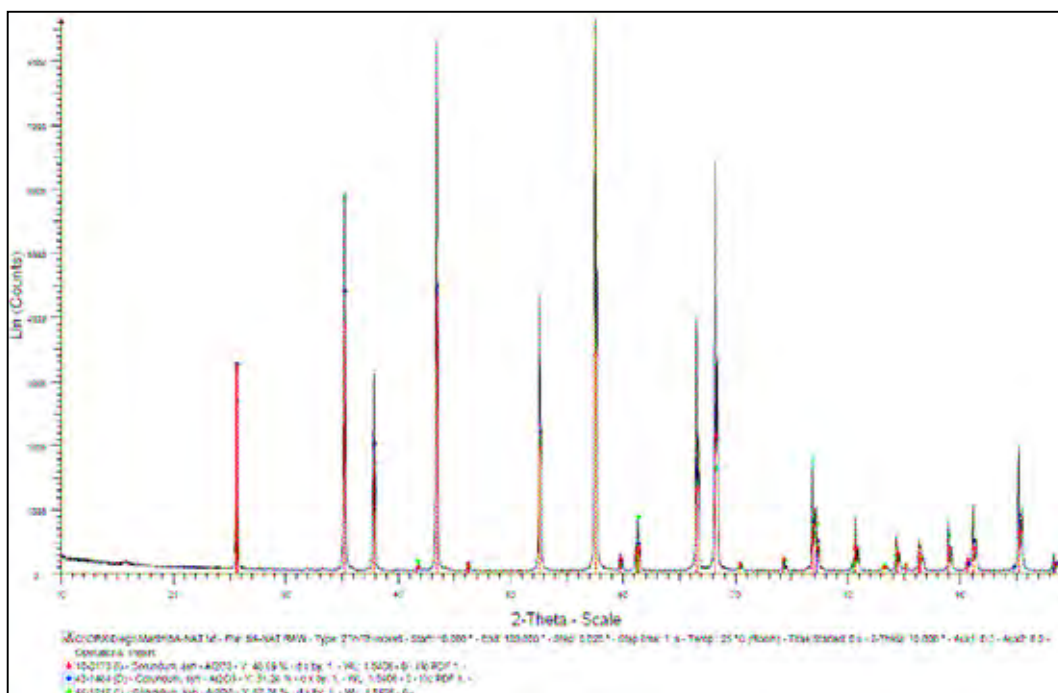


GRÁFICO 1A – DRX da cerâmica “verde” do grupo G1.

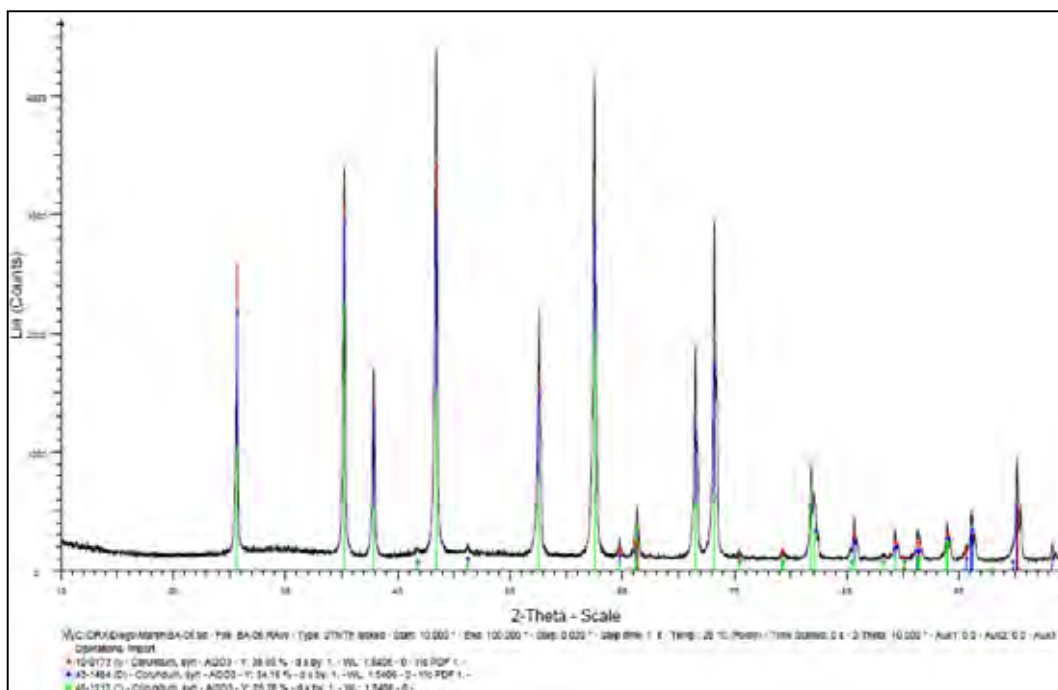


GRÁFICO 2A – DRX da cerâmica sinterizada do grupo G1.

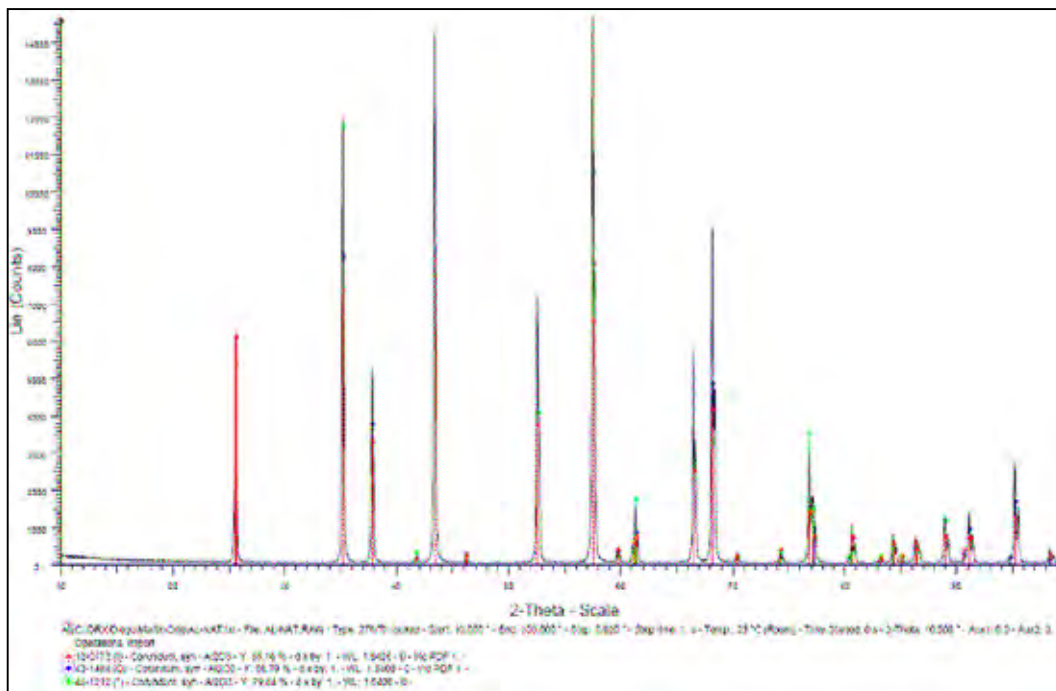


GRÁFICO 3A – DRX da cerâmica “verde” do grupo G2.

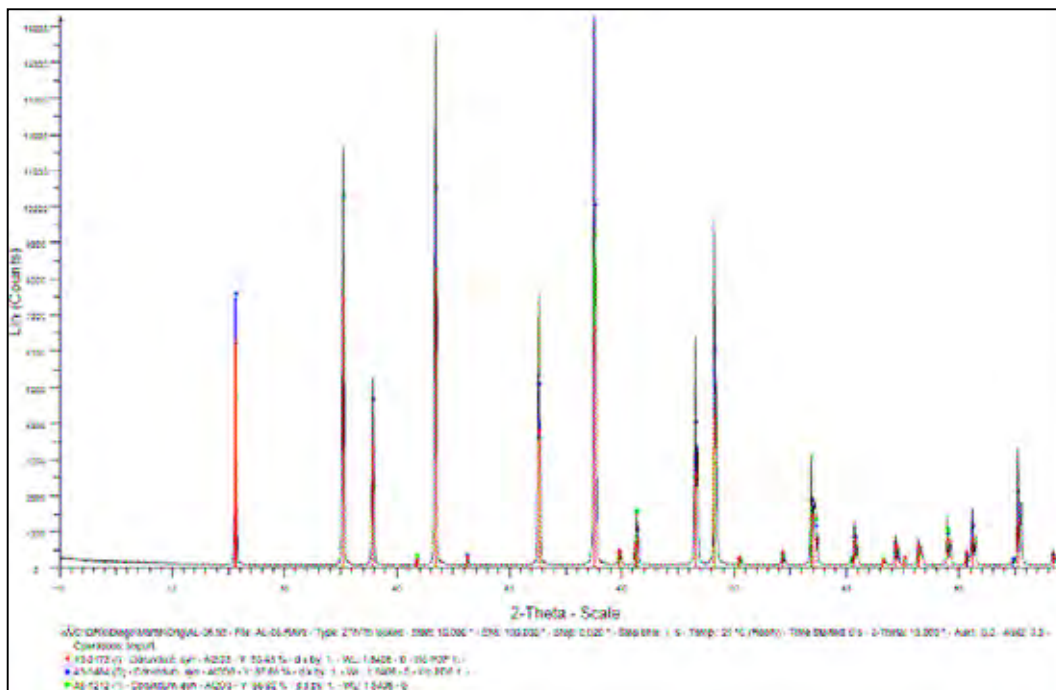


GRÁFICO 4A – DRX da cerâmica sinterizada do grupo G2.

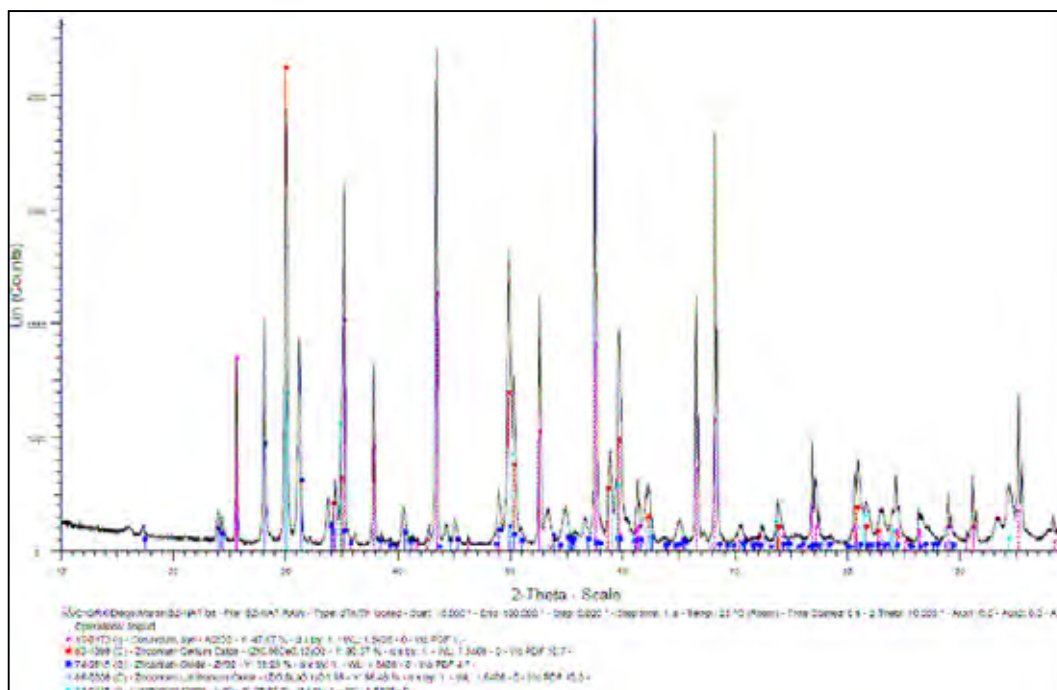


GRÁFICO 5A – DRX da cerâmica “verde” do grupo G3.

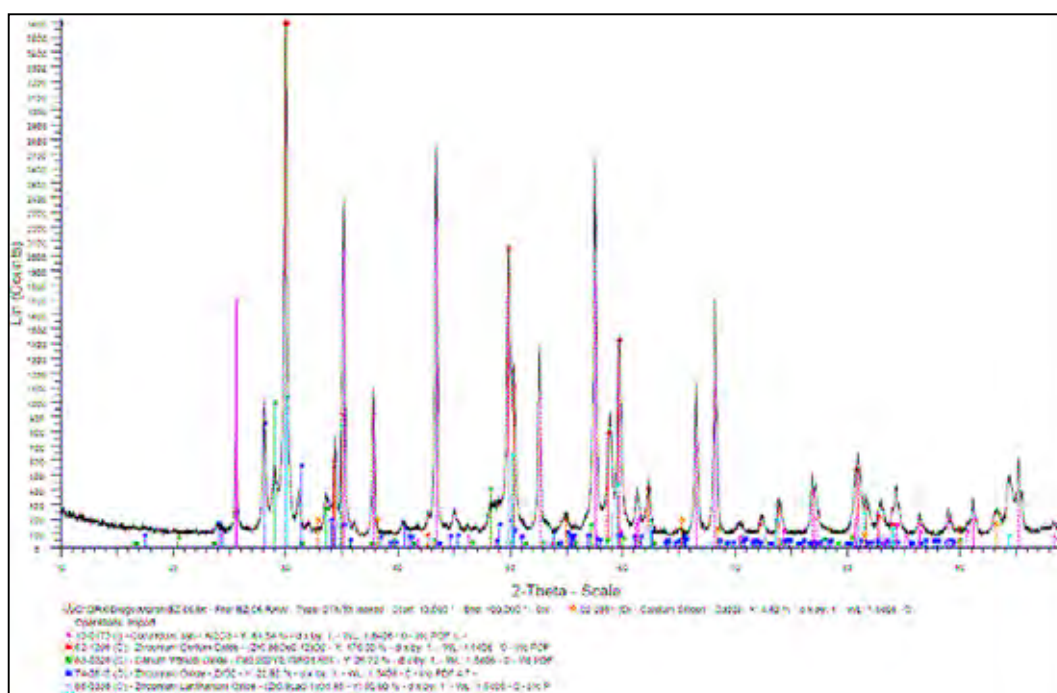


GRÁFICO 6A – DRX da cerâmica sinterizada do grupo G3.

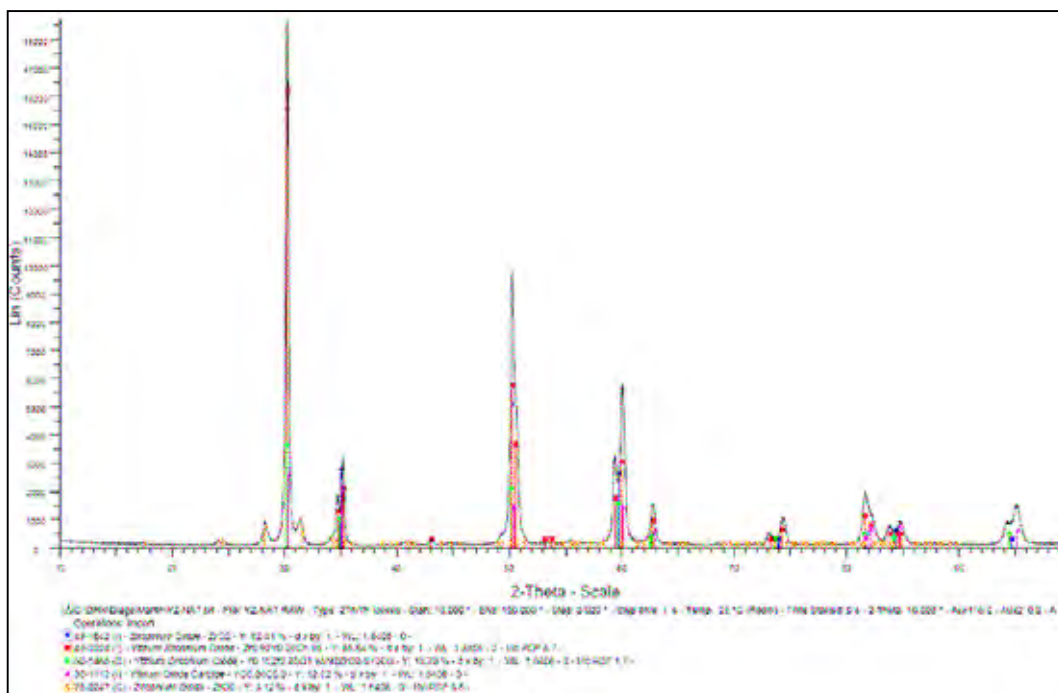


GRÁFICO 7A – DRX da cerâmica “verde” do grupo G4.

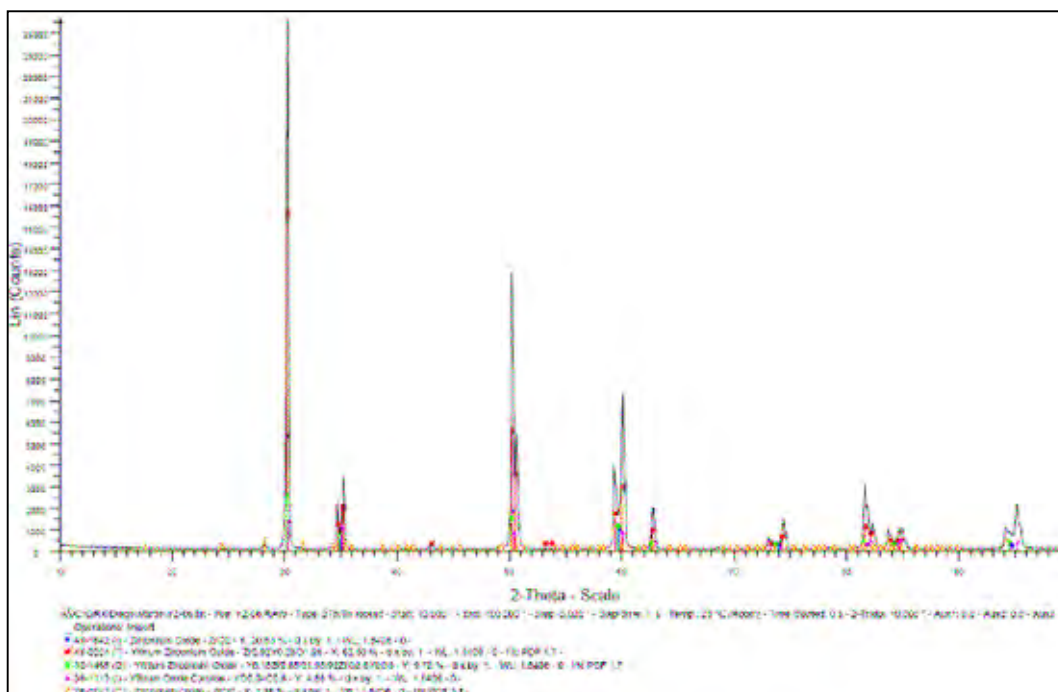


GRÁFICO 8A – DRX da cerâmica sinterizada do grupo G4.

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

Araraquara, 18 de Setembro de 2008.

MARTIN ANTÚNEZ DE MAYOLO KREIDLER