

ALEXANDRE HENRIQUE DE MOURA DIAS

**ESTUDO DA INFLUÊNCIA DAS CARACTERÍSTICAS
QUÍMICAS E MICROESTRUTURAIS NAS PROPRIEDADES
MECÂNICAS DE SISTEMAS TOTALMENTE CERÂMICOS**



Tese apresentada à Faculdade de Odontologia, Campus de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista, como parte dos requisitos para obtenção do título de DOUTOR, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Área de Concentração em Prótese.

Orientador: Prof. Adj. Marco Antonio Bottino

**São José dos Campos
2002**

t 015

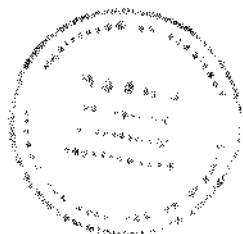
D 543 e

t 1566

Apresentação gráfica e normatização de acordo com:

BELLINI, A. B.; SILVA, E. A. **Manual de elaboração de monografias:**

estrutura do trabalho científico. São José dos Campos: FOSJC/UNESP, 2000.81f.



DIAS, A.H.M. Estudo da influência das características químicas e microestruturais nas propriedades mecânicas de sistemas totalmente cerâmicos. 2002. 128f. Tese (Doutorado em Odontologia Restauradora, Área de Concentração em Prótese) - Faculdade de Odontologia, Campus de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista. São José dos Campos.

DEDICATÓRIA

A **Deus** por me iluminar e dar força para vencer os desafios durante a minha existência.

Aos meus pais, **Almachio Dias Neto e Natriomar Maurício de Moura Dias**. Pelos exemplos de profissionais e a disposição de sempre ajudar, minha eterna gratidão.

A **Mônica Patrícia Alves Lira Dias**, minha esposa, pelo estímulo e dedicação, pela compreensão da minha ausência para dias de estudo e acima de tudo pela companhia sincera e amiga em todos os momentos desta jornada.

A **Thiago Henrique Lira Dias**, meu filho, pela sua presença marcante e a razão maior para continuar lutando pelos nossos objetivos.

A meu Avô Paterno (In memorian) **Francisco Olavo da Costa**. Pela sua dedicação a arte odontológica que mesmo de forma empírica foi e sempre será um estímulo a minha conduta profissional.

A meu Avô materno (In memorian) **Manoel Maurício do Nascimento**. Pelo seu exemplo de vida e a certeza da minha formação profissional ter realizado o seu sonho.

A minhas Avós **Maria Dias da Costa** (In memorian) e **Helena Moura do Nascimento**. Pelas palavras sinceras, a minha eterna gratidão.

Aos meus Irmãos **Ricardo Jorge de Moura Dias** e **Daniele de Moura Dias**. Pelo companheirismo e a crença na realização dos meus sonhos.

Aos meus tios e tias. Pela certeza que a realização deste trabalho representa um momento de satisfação.

As minhas tias, em especial, **Nadiomar Maurício Barreto** e **Nacimar Maurício do Nascimento**. Pela participação afetiva em todos os momentos da minha vida sempre torcendo pelo meu sucesso profissional.

AGRADECIMENTOS

Ao Orientador, meus sinceros agradecimentos pela maneira como conduziu a orientação e conclusão deste trabalho, sem o qual não teria chegado ao término e, principalmente pela paciência, compreensão e amizade estabelecida neste período.

À Faculdade de Odontologia de São José dos Campos
– Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – UNESP,
através de sua Diretora, Prof.^a Dr.^a **Maria Amélia Máximo de Araújo**.

Ao chefe do Departamento de Materiais Odontológico
e Prótese da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos –
UNESP, Prof.^o Dr. **Estevão Tomomitsu Kimpara** pelos conselhos e
ajuda durante a minha jornada nesta instituição.

Ao Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais – INPE,
através da Prof.^a Dr.^a **Maria do Carmo de Andrade Nono**. Pela valiosa
contribuição, empenho, convívio e amizade dispensada para a elaboração
e conclusão deste trabalho.

Ao Prof.^o **Clesito César Fachine**. Pela confiança,
incentivo e amizade.

Aos colegas do curso, **Arlindo, Karina**, pelo convívio
e companheirismo.

Ao colega **José Humberto Linhares Dutra**, pela
amizade sincera, pelo companheirismo e pela oportunidade dispensada
nestes anos em desenvolver a odontologia na sua clínica.

Aos colegas da clínica **SOESP** pelo carinho, amizade, incentivo e companheirismo.

Às secretárias da secção de pós-graduação, **Rosemary de Fátima Salgado Pereira e Erena Michie Hasegawa**, pelas informações e atenção prestadas.

Às secretárias **Suzana Cristina de Oliveira e Eliane Wenzel**, do departamento de Materiais Odontológicos e Prótese Dentária, pela atenção dispensada neste período.

Aos **professores da Disciplina de Prótese Parcial Fixa** da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – UNESP, pelo coleguismo e amizade.

Ao Prof.^o Dr. **Carlos Augusto Pavanelli** pela gentileza, disposição e colaboração na leitura e imagens desse trabalho.

Ao AMR/CTA, através dos engenheiros **Dalcy Roberto dos Santos e Rodolfo de Queiroz Padilha** pela contribuição durante a fase experimental deste trabalho.

A técnica **Maria Lúcia Brisson**, do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), pela disposição na obtenção das imagens no MEV.

Aos técnicos **Antônio Vaiano e Rômulo Gavazi** responsáveis pelo laboratório de Prótese Dentária Vaiazi, pela contribuição na parte experimental deste trabalho.

Ao Prof. **Ivan Balducci**, pela realização da parte estatística deste trabalho.

A Diretora Técnica de Serviços de Biblioteca e Documentação, **Ângela de Brito Bellini**, da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – UNESP, por realizar as correções com competência e muita dedicação.

Ao Conselho do Curso de Pós-graduação em Odontologia Restauradora, Área de Concentração Prótese, coordenada pela Prof.^a Dr.^a **Márcia Carneiro Valera Garakys**, pela oportunidade concedida.

À **Ivoclar** Ltda., através do técnico José Maurício Visconte, pelas informações técnicas, disposição e ajuda no desenvolvimento deste trabalho.

À **Wilcos do Brasil**, através do seu consultor técnico, Sr. Siegfried August Schneider, pelas informações técnicas e materiais fornecidos.

À **Ivoclar** Ltda, através de seu diretor geral, Herbert Mendes, pelas informações técnicas e materiais fornecidos.

À CAPES pelo apoio ao meu curso de Pós-Graduação.

E a todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para a realização deste trabalho.

MEUS SINCEROS AGRADECIMENTOS

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	11
LISTA DE TABELAS	15
LISTA DE QUADROS	16
LISTA DE ABREVIATURAS	17
RESUMO	19
1 INTRODUÇÃO	20
2 REVISÃO DA LITERATURA	24
3 PROPOSIÇÃO	62
4 MATERIAL E MÉTODO	63
4.1 Materiais.....	63
4.2 Método.....	65
4.2.1 Confecção dos corpos-de-prova.....	65
4.2.2 Caracterização das propriedades mecânicas das cerâmicas e das interfaces infra-estrutura/recobrimento estético cerâmico.....	74
4.2.3 Caracterização das cerâmicas sinterizadas.....	81
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	86
5.1 Caracterização química por EDX.....	86
5.2 Caracterização de compostos químicos por difração de raios X.....	90
5.3 Caracterização microestrutural por MEV.....	93
5.4 Ensaio de flexão	95
5.5 Ensaio de cisalhamento	106
5.6 Ensaio de ciclagem mecânica.....	112
5.7 Ensaio de Dureza.....	113
6 CONCLUSÃO	115
7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	116

APÊNDICE A	125
ABSTRACT	128

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1 - Matrizes em resina acrílica calcinável utilizada para confecção dos corpos-de-prova.....	66
FIGURA 2 - Matrizes adaptadas na base do anel (a) e os CPs obtidos após desincluído do anel e eliminados do revestimento.....	66
FIGURA 3 - Matrizes sob a base de gesso de revestimento alumina.....	68
FIGURA 4 - Dispositivo bi-partido para a confecção dos corpos-de-prova cilíndricos.....	68
FIGURA 5 - Orifícios obtidos no molde para aplicação da alumina.....	68
FIGURA 6 - dispositivo bi-partido sob placa de gesso de revestimento alumina.....	69
FIGURA 7 - Corpos-de-prova obtidos em Alumina.....	69
FIGURA 8 - Corpos-de-prova obtidos após infiltração do vidro.....	69
FIGURA 9 - Barra retangular: a) infra-estrutura.....	71
FIGURA 10 - Barra retangular: a) infra-estrutura e b) recobrimento estético cerâmico.....	71
FIGURA 11 - Desenho esquemático do corpo-de-prova: a) infra-estrutura e b) recobrimento estético cerâmico.....	72
FIGURA 12 - Desenho esquemático do corpo-de-prova concluído.....	73
FIGURA 13 - Dispositivo de resina acrílica calcinável, utilizado para a confecção do recobrimento estético cerâmico.....	73
FIGURA 14 - Desenho esquemático: a) infra-estrutura e b) recobrimento estético cerâmico.....	73
FIGURA 15 - Desenho esquemático do conjunto: a) infra-estrutura e b) recobrimento estético cerâmico.....	74

FIGURA 16 - Dispositivo utilizado no ensaio de flexão em quatro pontos	75
FIGURA 17 - Esquema do ensaio de flexão em quatro pontos e a distribuição de tensões sofrida pelo corpo-de-prova: a) sem recobrimento e b) com recobrimento	75
FIGURA 18 - Equação aplicada para cálculo da tensão de ruptura no ensaio de flexão para cada material	76
FIGURA 19 - Ensaio de ciclagem mecânica mostrando o sentido do impacto repetitivo na superfície do corpo-de-prova.....	77
FIGURA 20 - Dispositivo metálico para a realização do ensaio de cisalhamento	78
FIGURA 21 - Cilindro interno acoplado ao externo e o sentido da força de cisalhamento	79
FIGURA 22 - Equação aplicada para a determinação dos valores de microdureza Vickers.....	80
FIGURA 23 - Técnica de impressão Vickers para a medição da microdureza superficial da cerâmica.....	80
FIGURA 24 - Impressão Vickers na superfície do corpo-de-prova.....	80
FIGURA 25 - Diagrama esquemático para identificação das caracterizações químicas e microestruturais nas superfícies dos materiais cerâmicos	81
FIGURA 26 - Desenho esquemático do CP a ser utilizado nos ensaios para as caracterizações das cerâmicas	83
FIGURA 27 - Equação utilizada para a determinação da densidade do material	84
FIGURA 28 - Espectro obtido por EDX para o material cerâmico de infra-estrutura: IPS Empress 2	86
FIGURA 29 - Espectro de EDX do recobrimento estético cerâmico: Empress cerâmico	87
FIGURA 30 - Espectro de EDX para o material cerâmico de infra-estrutura: In Ceram Alumina	88

FIGURA 31 - Espectro de EDX do revestimento estético cerâmico: Vitadur Alfa	88
FIGURA 32 - Difratoograma de raios X da superfície do material de infraestrutura: IPS Empress 2	90
FIGURA 33 - Difratoograma de raios X da superfície do material de revestimento estético cerâmico: Empress cerâmico.....	91
FIGURA 34 - Difratoograma de raios X da superfície do material de infraestrutura: In Ceram Alumina.....	91
FIGURA 35 - Difratoograma de raios X da superfície do material de revestimento estético cerâmico: Vitadur Alfa.....	92
FIGURA 36 - Fotomicrografias obtidas por MEV para a superfície real do CP sinterizado de: a) IPS Empress 2 e b) Empress cerâmico	93
FIGURA 37 - Fotomicrografias obtidas por MEV para a superfície real do CP sinterizado de: a) In Ceram Alumina e b) Vitadur Alfa	93
FIGURA 38 - Fotomicrografia obtida por MEV da superfície polida de IPS Empress 2 mostrando os cristais de silicato de lítio recristalizados	94
FIGURA 39 - Esquema dos cinco números (<i>Box-Plot</i>) para os dados de tensão de flexão, segundo os diferentes tipos de materiais cerâmicos.....	96
FIGURA 40 - Gráficos de Weibull para dados de tensão de flexão (MPa) para os materiais cerâmicos estudados	99
FIGURA 41 - Fotomicrografias obtidas por MEV da superfície de fratura submetida ao ensaio de flexão: IPS Empress 2	102
FIGURA 42 - Fotomicrografias obtidas por MEV da superfície de fratura submetida ao ensaio de flexão: In Ceram Alumina.....	103
FIGURA 43 - Fotomicrografias obtidas por MEV da interface de fratura submetida ao ensaio de flexão: IP/EC.....	104
FIGURA 44 - Fotomicrografias obtidas por MEV da interface de fratura submetida ao ensaio de flexão: IC/VA.....	105

FIGURA 45 - Média e desvio padrão dos dados de resistência ao cisalhamento, segundo as condições experimentais.....	107
FIGURA 46 - Média e desvio padrão dos dados de tensão obtidos no ensaio de cisalhamento (MPa) para o fator interação: sistema cerâmico x ciclagem.....	108
FIGURA 47 - Fotomicrografia obtida por MEV da interface de fratura submetida ao cisalhamento: IPS Empress 2/Empress cerâmico.....	111
FIGURA 48 - Fotomicrografia obtida por MEV da interface de fratura submetida ao cisalhamento: In Ceram Alumina.....	111

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	- Estatística descritiva dos dados de tensão de flexão (MPa) obtidos, para os diferentes tipos de materiais cerâmico	96
Tabela 2	- Formação de conjuntos de mesmo desempenho, após o Teste de Comparação das médias (teste de Dunn, 5%)	97
Tabela 3	- Resultado da análise de Weibull para os dados de tensão de ruptura, segundo o material cerâmico	99
Tabela 4	- Estatística descritiva dos dados de tensão de cisalhamento (MPa) obtidos no teste, segundo as condições experimentais.....	106
Tabela 5	- Resultado da ANOVA para os dados obtidos, segundo as condições experimentais	107
Tabela 6	- Valores médios de microdureza superficial Vickers (Hv) para os materiais cerâmicos em estudo.....	113
Tabela 7	- Dados de cisalhamento (MPa), obtidos segundo as condições experimentais, da interface ceramo/cerâmica	125
Tabela 8	- Dados de flexão em 4 pontos (MPa), obtidos segundo as condições experimentais	126
Tabela 9	- Dados de densidade dos materiais de infra-estrutura cerâmica: IPS Empress 2, representados na tabela abaixo em g/cm ³	127

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 - Materiais cerâmicos comerciais utilizados neste trabalho	64
Quadro 2 - Ciclo de temperatura x forno de anel	66
Quadro 3 - Ciclo de temperatura x forno de injeção	67
Quadro 4 - Ciclo de temperatura x óxido de alumina.....	70
Quadro 5 - Ciclo de temperatura x Infiltrado de vidro	70
Quadro 6 - Ciclo de temperatura (IPS Empress 2 cerâmico).....	70
Quadro 7 - Ciclo de temperatura (Vitadur alfa).....	70
Quadro 8 - Composição química dos materiais cerâmicos (% em peso dos elementos) em estudo neste trabalho:.....	89

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

ASTM	American Society for Testing and Materials
Al	alumínio
Au	ouro
Ca	cálcio
C	carbono
CETL	coeficiente de expansão térmica linear
CP	corpo-de-prova
CPs	corpos-de-prova
EDX	Espectrometria por Energia Dispersiva
EC	Empress 2 cerâmico
Fig.	Figura
g	grama
g/cm ²	grama por centímetro quadrado
HF	ácido fluorídrico
H ₂ SO ₄	ácido sulfúrico
IC	In Ceram Alumina
IE	infra-estrutura
IP	IPS Empress 2
I	interface ceramo cerâmica
K	potássio
kgf/cm ²	quilograma força por centímetro quadrado
kN/mm ²	quilonewton por milímetro quadrado
La	lantânio
Li	lítio

MEV	microscópio eletrônico de varredura
mm	milímetro
MPa	megapascal
Na	sódio
N	Newton
O	oxigênio
p<0,05	probabilidade menor que 5 por cento
REC	recobrimento estético cerâmico
STC	sistema totalmente cerâmico
Si	silício
Ti	titânio
VA	Vitadur Alfa
Zn	zinco
α	alfa
β	beta
\pm	mais ou menos
μm	micrometro
%	por cento
$^{\circ}\text{C}$	grau Celsius

DIAS, A.H.M. Estudo da influência das características químicas e microestruturais nas propriedades mecânicas de sistemas totalmente cerâmicos. 2002. 128f. Tese (Doutorado em Odontologia Restauradora, Área de Concentração em Prótese) – Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista. São José dos Campos.

RESUMO

O propósito deste estudo foi analisar a influência das características químicas e microestruturais nas propriedades mecânicas dos materiais de infra-estrutura (A - IPS Empress 2 e B - In Ceram Alumina) e de recobrimento estético (C - Empress cerâmico e D - Vitadur Alfa) de sistemas totalmente cerâmicos. Para determinação dos valores dos parâmetros de propriedades mecânicas foram utilizados os ensaios de flexão em quatro pontos, cisalhamento (com e sem ciclagem) e microdureza superficial Vickers. As superfícies das cerâmicas foram analisadas por difração de raios X e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Após os ensaios mecânicos, as superfícies de fratura dos materiais A e B e as interfaces A/C e B/D foram analisadas quimicamente por EDX e microestruturalmente por MEV. Os resultados foram consistentes com a literatura, onde os materiais A e B são compostos de fases cristalinas e C e D são vítreos. Os valores médios de resistência à fratura por flexão foram coerentes com os compostos presentes nas cerâmicas e os desvios padrões foram relacionados à quantidade de defeitos microestruturais. Os tratamentos estatísticos não paramétrico de *Kruskal-Wallis* e *Weibull* destes dados mostraram uma diferença estatisticamente significativa do conjunto A/C em relação aos demais materiais, e do B/D com o material B. Não foi observada diferença significativa entre os valores de resistência à fratura obtida nos ensaios de cisalhamento estático e por ciclagem mecânica para um mesmo sistema. No ensaio sem ciclagem mecânica, verificou-se uma maior resistência adesiva para o sistema A/C, que foi associado à formação de interface química.

PALAVRAS-CHAVE: Cerâmica; interface; ceramo-cerâmica; propriedade mecânica; microestrutura; EDX; difração de raios X

1 INTRODUÇÃO

A Odontologia estética sempre buscou um material restaurador com propriedades semelhantes às do dente natural, tanto do ponto de vista estético-funcional, como em relação à durabilidade. Diversos materiais têm sido propostos, utilizados e pesquisados. A excelente estética das cerâmicas com suas características semelhantes às dos dentes naturais, e suas propriedades isolantes (baixa condutibilidade e difusibilidade térmicas e baixa condutibilidade elétrica) têm contribuído para a sua utilização na clínica diária e possibilitado o seu desenvolvimento tecnológico (Anusavice², 1998).

Há mais de 35 anos, as porcelanas feldspáticas têm sido empregadas em restaurações metalocerâmicas e mostram uma boa união ao metal (Anusavice², 1998). No entanto, alguns estudos (Malhotra & Maickel³⁶, 1980; Drummond et al.¹⁹, 1989; Carrier & Kelly⁸, 1995) têm revelado a susceptibilidade à fratura nesta interface e avaliado os fatores que podem influenciar a adesão do metal à porcelana.

! O estudo do comportamento nas interfaces entre cerâmica/metal e, recentemente, uma maior preocupação com relação à interface ceramo/cerâmica possibilitou a realização de um estudo comparativo do comportamento mecânico destas. Smith et al.⁵⁹, em 1992, concluíram que, nos dois sistemas, as falhas estão relacionadas com as tensões mecânicas na interface infra-estrutura/recobrimento estético cerâmico.!

Clinicamente, a fratura também pode estar relacionada com o desenho do *coping*, para ambos os materiais (Koutayas et al.³⁴, 2000). O comportamento mecânico observado nas coroas de porcelana pura até então utilizadas contribuiu para o desenvolvimento tecnológico de novos sistemas cerâmicos como: IPS Empress 2 (Ivoclar), In Ceram Alumina, Spinell, Zircônia (Vita Zahnfabrik), entre

outros. Estes novos materiais foram disponibilizados no mercado no final da década de 80 e início da década de 90, apresentando características estruturais distintas em relação às porcelanas de recobrimento estético e diferentes processos de obtenção laboratorial (Schmid et al.⁵², 1990; Seghi & Sorensen⁵⁵, 1995). Além disto, segundo os fabricantes, estas cerâmicas apresentam um melhor resultado estético e ausência de efeitos colaterais.

Embora, não existam estudos clínicos bem controlados comparando-se o comportamento das coroas totalmente cerâmicas e metalocerâmicas, as fraturas em coroas totalmente cerâmicas são consideradas por muitos cirurgiões-dentistas, um problema clínico maior do que a fratura em sistemas do tipo metal/cerâmica (Steiner et al.⁶⁰, 1997; Zeng et al.⁷¹, 1998). Decorrente disto, alguns estudos clínicos (Scotti et al.⁵³, 1995; Probst⁴⁷, 1996) evidenciaram a presença de fratura nos sistemas totalmente cerâmicos, em torno de 0 a 5%, durante um período de avaliação médio de dois a cinco anos. Entretanto, o pouco tempo de avaliação clínica destes sistemas cerâmicos implica a necessidade de outros estudos e uma observação contínua para se determinar a longevidade (Bieniek & Marx⁵, 1994).

As porcelanas são materiais frágeis e duros, que por não apresentarem deformação plástica, sofrem fratura na região elástica cuja deformação é muito pequena (Campbell⁶, 1989; Fiorino⁴⁶, 1990; Anusavice², 1998; Denry et al.¹⁶, 1998). A possível presença de microdefeitos no interior e na superfície do material cerâmico (Peters et al.⁴³, 1993), as tensões residuais e a susceptibilidade à corrosão induzida por tensão são fatores que têm interessado a comunidade científica na avaliação das suas influências no comportamento mecânico e no desempenho clínico (Wen et al.⁶⁶, 1999; Dias et al.¹⁸, 2002). Técnicas e ensaios para medições de resistência à fratura, dureza superficial e o módulo de elasticidade de sistemas totalmente cerâmicos têm sido desenvolvidos na tentativa de prever o comportamento clínico (Castellani et al.⁹, 1994; Myers et al.³⁸, 1994; White et al.⁶⁷, 1994; Apholt et al.³, 2001; Esquivel-Upshaw²⁰, 2001; Fischer et al.²³, 2001; Hwang & Yang²⁸, 2001; Kheradmandan et al.³³, 2001).

Na maioria das vezes, os testes para avaliar ou medir a resistência desses materiais são estáticos (Ban & Anusavice⁴, 1990). Entretanto, com o propósito de

avaliar o comportamento mecânico dos materiais restauradores dentais durante um determinado período de tempo, que simulasse as condições orais, alguns autores (Morena et al.³⁷, 1986; Ohyama et al.⁴¹, 1999; Dias et al.¹³, 2002) realizaram testes de ciclagem mecânica, com a finalidade de avaliar *in vitro* a susceptibilidade das cerâmicas aos esforços mecânicos cíclicos. Alguns trabalhos (Yoshinari & Derand⁷⁰, 1994; Chen et al.³¹, 1999) mostraram que a concentração de tensões repetidas na superfície entre a infra-estrutura e o recobrimento cerâmico pode afetar a durabilidade das coroas totalmente cerâmicas, reduzindo a sua resistência e induzindo falhas catastróficas.

Alguns estudos (Fischer et al.²¹, 1991; Nakamoto et al.³⁹, 1996; Holloway et al.²⁷, 1997; Denry et al.¹⁶, 1998) têm caracterizado a microestrutura de diferentes materiais cerâmicos por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Esta abordagem permite identificar e interpretar a microestrutura, os mecanismos de falhas superficiais (porosidades e fissuras) e os tipos de fraturas: friável e via interfaces entre fases. Além das características microestruturais inerentes aos sistemas cerâmicos, observa-se que a diferença acentuada do coeficiente de expansão térmico linear na interface entre a infra-estrutura e o recobrimento de materiais cerâmicos pode levar o desenvolvimento e propagação de microtrincas (Zeng et al.⁷¹, 1998). Desta forma, a compatibilidade térmica é um fator importante para proporcionar uma condição desejável de uma baixa tensão transitória e residual na porcelana formando uma adequada interface adjacente ao *coping*. O coeficiente de dilatação térmica da infra-estrutura deve ser ligeiramente maior do que às do recobrimento estético cerâmico para que tensões residuais axiais sejam minimizadas. Desta forma o recobrimento ficará em leve estado de compressão o que resultará em um aumento de sua dureza e aderência à cerâmica da infra-estrutura (Nono⁴⁰, 1990). Essa condição assegura o resfriamento da prótese sem que haja a formação imediata de trincas ou de fraturas tardias ocasionada pelas tensões residuais na porcelana (Anusavice², 1998).

Alguns estudos (Pidcock⁴⁴, 1989; Schmid et al.⁵², 1990; Nono⁴⁶, 1990; Denry et al.¹⁶, 1998; Tinschert et al.⁶³, 2000) têm sugerido a caracterização química, por meio de energia dispersiva de raios X (EDX) e difração de raios X,

para identificação dos elementos químicos e das fases cristalinas da cerâmica, respectivamente, pois acreditam que o comportamento mecânico pode estar diretamente relacionado aos elementos e compostos químicos presentes na cerâmica.

Baseado na revisão da literatura foi constatado a necessidade de uma melhor investigação com relação às propriedades mecânicas e aos mecanismos de adesão entre a infra-estrutura e o recobrimento cerâmico. Na odontologia este estudo é justificado devido às diferentes variáveis referentes à composição dos materiais, e ao processo de manufatura, a diferença do coeficiente de expansão térmica entre infra-estrutura e o recobrimento cerâmico e a natureza friável que podem influenciar a adesão ceramo-cerâmica e, conseqüentemente, o desempenho clínico destes.

As características químicas e microestruturais das cerâmicas podem influenciar nas propriedades mecânicas das cerâmicas e das interfaces. As análises das superfícies de fratura destes materiais por EDX, difração de raios X e microscopia eletrônica de varredura (MEV), possibilitam uma avaliação adequada destas características. Aliado a isto, observa-se que o relevante interesse da classe odontológica e da comunidade científica em estudar o comportamento dos sistemas livre de metal é também decorrente da alternativa e da possibilidade de substituição das infra-estruturas metálicas nos trabalhos protéticos otimizando não somente a estética, mas também evitando os problemas de biocompatibilidade, de corrosão, e outros, assim como, proporcionar à comunidade científica uma previsibilidade do comportamento clínico.

2 REVISÃO DA LITERATURA

Sherril & O'Brien⁵⁸ (1974) compararam a resistência de porcelanas feldspáticas e porcelanas aluminizadas e a influência do ambiente úmido. Foram confeccionados corpos-de-prova (CP) retangulares de porcelana feldspática para dentina (Trubyte Bioform VF/Dentsply), enquanto que, para as porcelanas aluminizadas foram primeiramente confeccionadas lâminas de 1,0mm de espessura de porcelana opaca para núcleo cerâmico (Vitadur-S, Opaque/Unitek) e, posteriormente, recobertas com porcelana para dentina (Vitadur-S, Dentin/Unitek). O teste de resistência transversa foi realizado através de um carregamento de três pontos a uma velocidade de 0,5mm/min., sendo que metade dos ensaios foi realizada com os corpos-de-prova submersos em água destilada. Os resultados indicaram que a porcelana aluminizada foi aproximadamente 40% mais resistente do que a porcelana feldspática e as amostras testadas a seco foram 27% mais resistentes do que as submersas em água.

* Malhotra & Maickell³⁶ (1980) num estudo *in vitro*, avaliaram a resistência ao cisalhamento nas restaurações metalocerâmica. As amostras de porcelana "Ceramco" fundidas sobre ouro foram submetidas ao teste de resistência à fratura e apresentaram valores entre 9.700psi a 12.000psi (66,8 – 82,7Mpa). Após a ruptura, a microestrutura da interface de coroas áuricas e a cerâmica foram observadas por meio de raios X, revelando-se os mecanismos de formação adesiva. Observaram que a migração de elementos como In, Sn e Fe para a superfície do metal forma uma camada de óxido, necessária, que induz aderência com a porcelana, levando a acreditar que a adesividade química associada à retenção existiu, para evidenciar um comportamento satisfatório nas restaurações metalocerâmicas.

Quinones et al.⁴⁸ (1985) estudaram a resistência ao cisalhamento entre as ligas não nobres (rexillium III, Pentillium, Co-Span, Bak-On-NP, Unibond) e as porcelanas (Vita VMK68, Ceramco e Will-Ceram). Foram confeccionados discos e, sob a superfície, foi aplicada a porcelana. A seguir, foi adaptado num suporte de alumínio e submetidos ao teste de cisalhamento na interface metal-porcelana, numa máquina de ensaio universal Instron (Canton), a uma velocidade de 0,2mm/min. O exame das superfícies de fraturas revelou a seguinte distribuição dos tipos de falhas: 43% na camada de óxido do metal, 22% na união metal-óxido metálico, 23% na porcelana e 8% na união porcelana-óxido metálico. Os valores de resistência adesiva metal-porcelana foram similares entre os materiais estudados.

Morena et al.³⁷ (1986) realizaram um estudo comparativo da resistência de três cerâmicas dentais: porcelana feldspática (Ceramco), porcelana aluminosa (Vitadur N) e grânulos finos de material de infra-estrutura policristalina (Cerestore). As amostras em forma de disco nas dimensões de 12,5mm x 2,0mm de espessura foram armazenadas num ambiente bucal simulado, contendo água destilada e saliva artificial mantidas à temperatura de 37°C. Estas foram submetidas ao teste de flexão bi-axial e observaram-se valores de resistência; 13,0, 42,1, 95,2(MPa), respectivamente. Este estudo indica que a porcelana feldspática apresenta menor valor, enquanto as porcelanas de grãos finos apresentaram maiores valores de resistência. Além disso, observaram que, em meio aquoso, há uma redução da resistência dos materiais cerâmicos, não havendo diferenças com relação às amostras que foram armazenadas em água e saliva artificial.

Piddock et al.⁴⁵ (1987) compararam a resistência de porcelanas de infra-estrutura aluminosa e Cerestore. Foram confeccionados quarenta discos de porcelana aluminosa, com diâmetro de 17,0mm e espessura de 0,6 e 1,1mm e sessenta discos de porcelana cerestore com 17,0mm de diâmetro e espessuras de 0,78, 1,18, 1,60(mm). A resistência de cada disco foi determinada pela carga centralmente localizada em cada amostra, a uma velocidade de 1mm/min., com endentador esférico de 5,0mm de diâmetro. As superfícies dos discos foram

examinadas pelo microscópio eletrônico de varredura. As médias dos valores de resistência shell (MPa) da porcelana aluminosa intacta com 0,6mm e 1,1mm de espessura foram 312,0 e 318,0 (MPa), e com folha de platina removida foram de 238,2 e 220,7 (MPa). Na porcelana Cerestore, foram obtidos os seguintes valores: 190,0, 164,3 e 150,8 (MPa), respectivamente. A resistência da porcelana Aluminosa apresentou uma menor dependência da espessura, quando a folha de platina foi removida, mas não quando a matriz estava intacta.

Oilo⁴² (1988) examinou a resistência à flexão, número, tamanho e forma de poros em sete diferentes porcelanas dentais. A resistência à flexão foi de aproximadamente 100MPa para as porcelanas aplicadas ao metal, 116MPa (Vitadur N), 150 MPa (HI-Ceram, Cerestore) e 240MPa (Dicor). A média do diâmetro dos poros foi de aproximadamente 10 μ m em todas as porcelanas, exceto Dicor, que apresentou uma média de tamanho do poro de 1 μ m. A densidade do poro variou de 36,5/mm² em uma das porcelanas para metal a 4.367/mm² na porcelana Cerestore. A média da área ocupada por poros foi de 10% para a maioria das porcelanas, exceto Vitadur N e Cerestore, 17,5% e 32%, respectivamente. Nenhuma correlação existiu entre a resistência à flexão e a frequência ou a área seccional dos poros.

★ Campbell⁶ (1989) afirma que as cerâmicas e porcelanas dentais são friáveis, podendo ocorrer fratura do espécime em dois ou mais pedaços antes de sofrer deformação plástica apreciável ou permanente. Baseado nisso, o objetivo deste estudo foi comparar o módulo de ruptura de três metalocerâmicas e cinco infra-estruturas totalmente cerâmicas, com e sem recobrimento de porcelana. Os espécimes foram confeccionados em forma de barra, nas dimensões de 20 x 2,5 x 2,5mm, segundo as recomendações do fabricante e, em seguida, foram submetidos a uma carga de fratura numa máquina de ensaio universal Instron. As infra-estruturas metálicas foram mais efetivas do que o material não metálico. A resistência à flexão dos materiais de jaqueta de porcelana aluminosa e Dicor não foram diferentes das porcelanas de recobrimento. As porcelanas de recobrimento quando aplicadas nos dois materiais não alteraram significativamente a resistência. Os valores de resistência das infra-estruturas não metálicas variaram entre 45% -

70%, quando comparados às metálicas. Estes resultados indicam que a menor resistência das restaurações totalmente cerâmicas pode ser mais adequada para regiões anteriores da boca onde o estresse é minimizado e o resultado estético é mais crítico. A rigidez da infra-estrutura é crítica na resistência a falha de uma porcelana de recobrimento, contudo não é esclarecido se isto é um resultado do desenho experimental ou uma realidade clínica. Acredita-se que a rigidez é influenciada pelo módulo de elasticidade e o desenho da infra-estrutura.

Campbell & Kelly⁷ (1989) avaliaram a influência de três preparos superficiais: glaze, ataque ácido e cerâmica fundida, na resistência à flexão da cerâmica de vidro (Dicor). Os espécimes foram confeccionados na forma de barras retangulares e submetidos ao ensaio de flexão de três pontos numa máquina de ensaio universal Instron (Canton). Os preparos nas superfícies não influenciaram na resistência. A remoção mecânica de uma fina camada na superfície da cerâmica e da porosidade resultou num significativo aumento na resistência. O MEV avaliou a microestrutura da superfície de fratura e revelou que a camada cerâmica apresentou 25 a 100µm de espessura. Os cristais apresentaram orientação perpendicular à superfície externa e foram observadas, nas superfícies fraturadas, áreas de resistência-limite associada à porosidade.

* Drummond et al.¹⁹ (1989), num estudo *in vitro*, empregaram o teste de cisalhamento para determinar a resistência da união de infra-estruturas metálicas: não-nobre-porcelana e nobre-porcelana, após os CPs em forma de discos terem sido armazenados em água destilada a 37°C durante quatro e doze meses. O objetivo deste estudo foi determinar se a idade do disco metal-opaco-porcelana em água destilada resultaria na redução da resistência do sistema metal-porcelana. As amostras em forma de disco foram confeccionadas em duas partes: metal e porcelana. Os discos foram divididos em três grupos: controle dos que não foram armazenados em água, quatro e 12 meses que correspondem ao período em que foi armazenado em água destilada a 37°C. A seguir, os discos foram adaptados num aparelho que permitiu que a carga fosse recebida na interface metal-opaco-porcelana. A seguir, foram submetidos ao teste de cisalhamento e observaram que o substrato nobre apresentou uma maior resistência de união em relação ao

substrato não-nobre. A superfície da fratura foi examinada visualmente e por meio do MEV, sendo revelada a ocorrência de fratura na interface opaco-metal no sistema não-nobre, enquanto no sistema nobre-porcelana, a fratura ocorreu entre o opaco-porcelana e na porcelana.

Piddock⁴⁴ (1989) estudou o efeito da concentração de alumina na difusibilidade da porcelana dental. Foram estudadas porcelanas de corpo e dentina (Vitadur N), misturas de corpo e dentina e porcelana de infra-estrutura (Vita Hi-Ceram). Foram confeccionados discos de porcelana, nas dimensões de 10,0 x 2,0mm. Os discos foram incluídos em resina acrílica, desgastados, polidos e submetidos a acabamento de 1µm, utilizando a técnica de preparação metalográfica. Cada amostra foi depositada com uma fina camada de carbono e analisada no MEV e a análise química foi determinada pelo EDX, onde os elementos de números atômicos menores que o sódio não foram detectados por esta técnica. A similaridade na composição da porcelana de dentina Vitadur N foi obtida. A fração volumétrica dos cristais de alumina nas porcelanas de corpo foi mensurada, usando um analisador de imagem. As composições químicas das porcelanas (Vitadur N-d, Vitadur N-c, Vitadur Hi-Ceram) foram: 13,4, 13,3, 25,1 (Al₂O₃), 72,6, 74,7, 56,0 (SiO₃), 11,3, 10,2, 11,2 (K₂O), 2,8, 1,9, 2,7 (CaO), respectivamente. As amostras foram submetidas também a emissão de pulso de luz de 100J com laser de Nd-vitreó durante 0,6ms, obtendo os seguintes dados de difusibilidade: Vitadur N-d 0,66mm³/s, Vitadur N-c 0,75mm³/s e porcelana Hi Ceram 1,74mm³/s.

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 dos materiais friáveis e, em seguida, foram confeccionadas amostras, nas dimensões de: 14,4 ± 0,1 x 2,0 ± 0,1, 29,8 ± 0,2 x 5,0 ± 0,4 x 4,3 ± 0,4 e 7,8 ± 0,1 x 3,3 ± 0,3, respectivamente. A média de resistência da porcelana opaca nos testes foi de 75,6, 52,4 e 23,8 (MPa), respectivamente. Os valores do teste de flexão em 4 pontos para a porcelana opaca foram significativamente inferiores, quando comparados 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 demonstram que a resistência do material não depende somente dos fatores geométricos, mas também das condições de preparo e de como são submetidas às amostras.

Nono⁴⁰ (1990) desenvolveu e caracterizou as cerâmicas de ZrO_2 tetragonal policristalina e estabilizadas com CeO_2 . Estas cerâmicas foram fabricadas utilizando mistura mecânica de óxidos de Ce e Zr para comparar as características dos pós e propriedades das cerâmicas resultantes e técnicas não-convencionais de obtenção de pós. Os pós e as respectivas cerâmicas sinterizadas foram especificadas em termos de suas características químicas e físicas, do seu estado de compactação e de suas propriedades mecânicas. As características químicas foram determinadas através do uso de análises químicas e as características físicas foram avaliadas a partir das fases presentes, tamanhos e formas de partículas, aglomerados e porosidade do pó. O estado de compactação foi analisado através dos resultados de porosidade e observações da superfície de fratura, usando MEV. As propriedades mecânicas foram analisadas a partir dos valores de resistência à flexão, de microdureza superficial e de tenacidade. Este estudo mostrou que as características químicas e físicas dos pós influenciaram decisivamente na qualidade da microestrutura da cerâmica sinterizada final.

Piorino⁴⁶ (1990) estudou as variáveis que afetam a avaliação do módulo de ruptura em ensaio de flexão. As amostras foram confeccionadas com vãos de 27 e 40 mm de comprimento, para ensaios de três e quatro pontos, respectivamente. Foram estudadas, no ensaio de flexão, variáveis, como o volume de material ensaiado, a geometria, configuração, atmosfera e velocidade de ensaio, além do acabamento superficial. Os módulos de ruptura e *Weibull* foram usados juntamente com a análise fratográfica 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 um corpo-de-prova a uma maior região de momento fletor máximo e minimizar o efeito das tensões de contato, deve ser preferida em relação à configuração de três pontos.

Schmid et al.⁵² (1990) avaliaram a compatibilidade térmica e química de sistemas de cerâmica pura: Vitadur-N/ Hi-Ceram, Vitadur-N/In Ceram, Vitadur-N/Dicor, NBK/Dicor, Vivodent/Dicor. Para verificar a interface, foram confeccionados corpos-de-prova em forma de tablete, nas dimensões de 14,0 X 2,0mm. Após a fratura, as superfícies foram analisadas por MEV, microsonda e avaliado os componentes por meio de análise termomecânica. Os resultados mostram bom contato na interface de todas as combinações investigadas. Não foram observadas evidências de difusão química na interface, exceto no sistema In Ceram Alumina, que ocorreu uma migração do potássio do Vitadur-N para o interior da fase vítrea do In Ceram Alumina. As análises termo-mecânicas mostraram uma boa compatibilidade térmica de todos os sistemas estudados.

Seghi et al.⁵⁶ (1990) analisaram a resistência à flexão relativa de dez materiais restauradores cerâmicos, sendo três porcelanas feldspáticas convencionais de baixa fusão e uma de alta fusão. Duas porcelanas reforçadas por alumina, duas cerâmicas vítreas reforçadas à base de sílica, uma cerâmica à base de sílica reforçada por fibras de zircônia e uma porcelana com cristalização controlada. Foram confeccionados corpos-de-prova retangulares, a partir de moldes de silicone, com as dimensões de 20 x 6,0 x 1,0mm e submetidos a testes de flexão em três pontos. A distância entre os pontos de apoio foi de 13,0mm e a velocidade 0,025mm/mín. Os resultados indicaram diferenças significativas de resistência à fratura entre os vários materiais. As cerâmicas reforçadas por alumina apresentaram os maiores valores de resistência, entretanto, segundo os autores, a sua natureza opaca impede o seu uso como material restaurador em trabalhos de fina espessura.

Fischer et al.²¹ (1991) investigaram a infra-estrutura e mostraram como é formada a textura do material In Ceram Alumina. Este material é composto de cristalitos idiomórficos envolvidos de óxido de alumina. O material atacado com ácido sulfúrico seletivamente dissolve a fase vítrea e revela os cristalitos. A composição química dos dois componentes do material de infra-estrutura é determinada pela análise de microsonda de Raman. Enquanto os cristalitos são de óxido de alumina (Al_2O_3) puro, o vidro consiste de La_2O_3 , SiO_2 , Al_2O_3 e CaO . As

mensurações da expansão térmica do vidro e infra-estrutura de óxido de alumina mostram o valor do vidro 5,1% menor do que aquele da estrutura de óxido de alumina (Al_2O_3). Estes resultados implicam pressão interna e contribuem para uma maior resistência do material.

* Smith et al.⁵⁹ (1992) realizaram um estudo comparativo do comportamento mecânico na interface metal-porcelana e ceramo-cerâmica. Foram confeccionadas 48 coroas e divididas em quatro grupos: a) dois grupos In Ceram Alumina: desenho do *coping* normal, *coping* com extensão lingual em torno de 2mm da crista incisal; b) dois grupos de metal-porcelana (Ni-Cr-Be e Vita VMK-68): camada de óxido normal (interface boa), camada de óxido acentuada (interface pobre). As coroas em forma de incisivo central foram embebidas numa resina epóxica, submetidas a uma carga de compressão numa velocidade de 0,5mm/min e a superfície da fratura foi analisada por meio de MEV. As cargas de fratura foram maiores na interface boa do que na pobre, mas ambos os grupos parecem apresentar falhas na interface metal-opaco causada pela camada de óxido como a origem comum. As cargas de fraturas foram menores na cerâmica (In Ceram Alumina) do que nas coroas metal-porcelana. As coroas In Ceram Alumina falharam pelo deslocamento do recobrimento ou pela falha no *coping* combinada com o deslocamento. As falhas de ambos In Ceram Alumina-porcelana e metal-porcelana parecem envolver o estresse ao cisalhamento na interface *coping*-recobrimento. As conclusões clínicas podem estar relacionadas ao desenho do *coping* para ambos os materiais.

Ching-Chen & William¹² (1993) realizaram um estudo *in vitro* para determinar os efeitos do coeficiente da porcelana de corpo e para infra-estrutura na resistência das coroas de infra-estrutura composta de magnésia e compararam a resistência à fratura destas com as porcelanas aluminosa e "Renaissance". Foram confeccionados nove espécimes em forma de coroa para cada grupo de coroas de porcelana. Quatro grupos de porcelana corpo/*coping* de magnésia, um grupo de coroas de porcelana aluminosa e um grupo de coroas Renaissance. As coroas cilíndricas foram submetidas ao teste de resistência diametral por meio de uma máquina de teste universal Instron a uma velocidade de 0,5mm/min. A média de

carga de fratura para as coroas de *coping*/magnésia com porcelanas de corpo: Will ceram, Ceramco II, Vita VMK 68, Crystar foi de 37kgf comparado com 32kgf para a Vita Hi-ceram/*coping* aluminoso e 28kgf para as coroas renaissance. Os autores concluíram que não há diferenças significantes na resistência das coroas de *coping*/magnésia em relação às porcelanas de corpo estudadas, nem tampouco entre a coroas de porcelana *coping*/magnésia e as de *coping*/aluminosa, e entre as coroas de renaissance e as coroas aluminosa. Contudo, as coroas de porcelana de *coping*/magnésia com porcelana de corpo Will-Ceram foram significativamente mais resistentes em relação às coroas renaissance.

Denry & Rosenstiel¹⁵ (1993) determinaram a característica química e a origem da camada cerâmica e avaliaram a dureza e a resistência à flexão da cerâmica de vidro Dicor, após a modificação pela adição de fluoreto de lítio. A caracterização química por meio da análise de difração de raios X foi utilizada e determinou que a fase cristalina da camada superficial é composta de Dissilicato de Magnésio de Cálcio $\text{CaMg}(\text{SiO}_3)_2$. A modificação da composição cristalina da camada cerâmica foi bem sucedida: promoveu a cristalização da mica e aumentou a resistência à fratura da cerâmica de vidro, a uma temperatura entre 950 ou 975°C. A resistência à flexão foi maior quando a temperatura de queima atingiu 1000°C.

Peters et al.⁴³ (1993) avaliaram o dano da porcelana *inlay* (MOD) pela utilização do cálculo de elementos finitos obtido pela teoria de distribuição de fissura. Um corte central no sentido mesio-distal de um pré-molar restaurado (Inlay-MOD) foi utilizado como modelo. As cargas foram aplicadas no sentido axial dos pré-molares e permitiram observar fissuras no estado inicial (60N), na fase de propagação (81N), com sub-áreas (92N) próximos ao ângulo áxio-pulpar e uma fissura completa quando aplicada carga de 112N, na superfície oclusal externa e interna. Os resultados simulando uma *inlay* MOD cerâmica mostram que o estado inicial da fenda começa na superfície oclusal interna próxima à linha do ângulo axio-pulpar. Este início é invisível na superfície externa e não pode ser detectado pelo clínico. A fase inicial da fenda na superfície interna começa quando submetida a 55-60% da carga necessária para alcançar a fratura completa.

O uso da técnica de elementos finitos para cálculo da fratura nas cerâmicas *inlays* submetidas a cargas oferece estudo detalhado do comportamento da fissura, incluindo modelagem tri-dimensional e situações de ciclagem mecânica.

Yen et al.⁶⁹ (1993) estudaram o efeito da alteração da topografia superficial por meio de ataque químico sob a resistência da porcelana feldspática e cerâmica de vidro fundível. Foram confeccionados quinze espécimes de cada material cerâmico, nas dimensões de 13,0mm x 8,0mm x 1,0mm e submetidos a cinco diferentes tempos de ataque ácido: controle, 30 seg., 1min., 2,5min., 5min. Uma superfície foi glazeada e simulada a superfície vestibular. Todos os espécimes foram armazenados em água por uma semana e submetidos ao teste de flexão de três pontos, sob uma temperatura de 37°C, a uma velocidade de 0,5mm/min. e uma carga de célula de 5KN. Não foram encontradas diferenças nas médias de resistência à flexão entre as superfícies atacadas e o grupo controle e nenhuma diferença significativa entre os tempos de ataque nos dois materiais. O MEV revelou a profundidade e dissolução seletiva das fases. Parece que o ataque químico melhora a retenção do recobrimento estético cerâmico sem significativa perda da resistência.

Bieniek & Marx⁵ (1994) estudaram a resistência à fratura de materiais cerâmicos, tais como: IPS Empress, In-Ceram e Vitadur alfa. Para o teste de flexão em três pontos, foram confeccionadas barras retangulares nas dimensões de 30,0 x 3,0 x 6,0 mm com distância entre vãos externos e internos de 24mm e 12 mm, a uma velocidade de carga de 0,5mm/min. Os valores de resistência à flexão foram de: 79,9, 250,6, 74,4 (MPa), respectivamente. A porcelana In Ceram Alumina apresentou resultados de resistência superior em relação aos outros materiais.

Castellani et al.⁹ (1994) avaliaram a resistência à fratura de três tipos de coroas totalmente cerâmicas e compararam com as coroas metal-cerâmicas. Na ausência de outros padrões de referências, os valores das restaurações metal-cerâmicas foram usados como parâmetros. Foram confeccionados espécimes dos seguintes materiais: metalo-cerâmica uniforme (liga de ouro-V Delta), cerâmica de vidro fundida (Dicor-Dentsply), porcelana aluminosa (Hi-Ceram-Vita) e



porcelana infiltrada por vidro (In Ceram Alumina-Vita) com dimensões aproximadas de 0,5mm de infra-estrutura e 1,5mm de recobrimento cerâmico, semelhante a um *abutment* de pré-molar. Os espécimes foram testados numa máquina de ensaio universal Instron (Canton, MA), a uma velocidade de 1mm/min. A média de fratura variou de no máximo 22,37Kgf (In Ceram Alumina) e no mínimo de 5,55Kgf (Dicor). Os espécimes de metalocerâmica demonstraram uma maior resistência à fratura do que Hi-Ceram e Dicor. Não existiram diferenças entre metalocerâmica e In Ceram Alumina. Os autores concluíram que as coroas totalmente cerâmicas exibiram falhas catastróficas, independentes dos valores de resistência. Os espécimes de metalocerâmica mostraram múltiplas fendas nas porcelanas e nas partículas cerâmicas que permaneceram aderidas ao metal. Os espécimes do In Ceram Alumina mostraram uma maior média de resistência à fratura do que os outros espécimes totalmente cerâmicos, mas não foram diferentes estatisticamente dos valores obtidos das amostras metalocerâmica.

Myers et al.³⁸ (1994) determinaram as características de estresse-corrosão da fadiga do material cerâmico termo-prensado (IPS Empress). 120 espécimes em forma de disco, nas dimensões de 12,0mm x 1,4mm, foram preparados para o teste de resistência à flexão. Para o teste de resistência seco, foram utilizados vinte espécimes. Os cem espécimes restantes foram divididos em grupos de vinte espécimes, empregando cinco frequências de stress (100,10,1.0,0.1,0.01 MPa/s). As amostras foram submetidas ao teste de flexão bi-axial, em meio aquoso a 37°C. Os valores médios de resistência à fratura foram de 135,7 MPa, em ambiente seco e 95,8, 92,4, 85,4, 75,0, 72,8 (MPa), em ambiente úmido, nas respectivas frequências. A análise de regressão linear(log) da resistência à fratura em relação ao tempo de vida foi avaliada para obter os parâmetros de fadiga. Baseados nestes resultados, a resistência foi de 135,7 MPa e os parâmetros de fadiga quando n=31 foram de 83,8 MPa, num período de 12 anos.

Thompson et al.⁶² (1994) estabeleceram um protocolo de análise fratográfica e compararam as características superficiais da fratura das restaurações cerâmicas que falharam com os espécimes confeccionados no

laboratório dos referidos materiais. Dez coroas Dicor e doze Cerestore fraturadas foram recuperadas e analisadas. Vinte discos de cada material foram fabricados como controle. A seguir, os discos foram submetidos à fratura e analisados as similaridades e/ou diferenças entre características fratógráficas de coroas clínicas fraturadas e os discos. Nas coroas Dicor, as falhas ocorreram ao longo da superfície interna e, nas coroas Cerestore, o início das falhas ocorreu na interface infra-estrutura/recobrimento ou no interior da infra-estrutura. O tamanho da fenda das coroas Dicor que falharam variou entre 127 a 272 μ m. A carga de fratura dos discos variou entre 65 a 94 MPa e para o Cerestore 15 a 68 MPa. Os autores concluíram que as fraturas das cerâmicas dentais são controladas primeiramente pela localização e pelo tamanho das falhas críticas e não pela espessura do espécime.

White et al.⁶⁷ (1994) com o propósito de determinar o módulo de ruptura da subestrutura com uma porcelana feldspática convencional, testaram dois sistemas: cerâmica prensável/ porcelana feldspática (Dicor MGC/Vitadur) e alumina reforçada/ porcelana feldspática (In Ceram/Vitadur N). Foram confeccionados dez espécimes por grupo de forma retangular com dimensões de 20 x 5 x 1mm. A seguir, foram submetidos a um teste de flexão de três pontos, utilizando uma velocidade de 1,25mm/min a uma distância de 10mm entre os apoios. Os valores médios aproximados do módulo de ruptura foram Dicor (DC) - 250 MPa, Vitadur N (VDN) - 80 MPa, In Ceram Alumina (IC) - 510 MPa, VDN/DC - 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 feldspática podem ser susceptíveis a falha quando a porcelana feldspática é submetida à força de tração.

Yoshinari & Dérand⁷⁰ (1994) realizaram um estudo comparativo de resistência à fratura sobre quatro sistemas de coroas totalmente cerâmicos: Vitadur, In Ceram Alumina, Dicor e IPS Empress. Foram confeccionadas vinte coroas cilíndricas com diâmetro de 8,8mm e altura de 7,9mm. As coroas foram cimentadas, de acordo com as recomendações do fabricante, sobre dentes bovinos

preparados. A seguir, foram submetidas à ciclagem mecânica num ambiente aquoso. Quando comparado com o grupo controle, observaram que a ciclagem diminuiu significativamente a resistência das coroas Vitadur. A média de carga à fratura das coroas cerâmicas cimentadas utilizando fosfato de zinco e após ciclagem mecânica nos materiais citados foram: (770)N, (1.060)N, (840)N, (891)N, respectivamente. Além disso, observaram que as coroas In Ceram Alumina apresentaram dois modos de fraturas: fratura completa (1.276)N e fratura com a infra-estrutura remanescente intacta (808)N.

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 de vidro na superfície do *coping*. A metodologia abrange dois grupos de coroas em forma de incisivo com recobrimento cerâmico: o grupo 1, com excesso de infiltrado de vidro removido da infra-estrutura e, o grupo 2, com uma fina camada de 0.1 a 0.3mm de excesso de vidro remanescente no *coping*. As coroas foram submetidas ao teste de resistência à compressão numa superfície plana a uma velocidade de 0,5mm/min. Todas as superfícies foram analisadas por meio de microscopia eletrônica de varredura. Os resultados mostraram que a carga de fratura foi significativamente maior para coroas tendo excesso de vidro, de acordo com o teste *t' student*. Os autores concluíram que o excesso de infiltrado de vidro não degrada a resistência das estruturas In Ceram Alumina. As coroas testadas foram resistentes quando apresentaram excesso de vidro na infra-estrutura.

Giordano et al.²⁴ (1995) analisaram a resistência à flexão dos componentes do sistema In Ceram Alumina avaliando a resistência da estrutura de alumina sinterizada e não infiltrada por vidro, do vidro para infiltração e da estrutura de alumina sinterizada e infiltrada por vidro fundido, comparando-as com a cerâmica feldspática convencional (VMK 68 – VITA) e a cerâmica para injeção Dicor (Dentsply). Foram obtidas quinze barras de cada grupo com as dimensões de 30,0 x 3,0 x 3,0mm, e submetidas ao teste de flexão de quatro pontos em uma máquina universal Instron (modelo 1125), a uma velocidade de 0,01pol/min. Os apoios foram posicionados à barra com distâncias internas de 10,0mm e distâncias

externas de 20,0mm. Os valores obtidos foram de $18,39 \pm 5,0$ MPa para a alumina sinterizada do In Ceram; $76,53 \pm 15,23$ MPa para o vidro de infiltração, e $236,15 \pm 21,94$ MPa para a base de alumina sinterizado e infiltrado do In Ceram. A cerâmica feldspática convencional auto-glazada obteve valores de $69,74 \pm 5,47$ MPa, tal como a cerâmica Dicor sem acabamento $71,48 \pm 7,17$ MPa. Uma elevação destes valores foi observada após o acabamento com pastas de polimento diamantadas, atingindo valores de $107,78 \pm 8,45$ MPa.

Scotti et al.⁵³ (1995) submeteram 45 pacientes, sendo 31 do sexo feminino e 14 do sexo masculino, com idade média de 44,2 anos a uma avaliação clínica. Foram preparados 63 dentes seguindo uma padronização quanto à espessura das paredes axiais, oclusal, e o término em chanfro ou ombro de 50° . A seguir, foram confeccionadas coroas com infra-estrutura de In Ceram Alumina, recobertas por cerâmica Vitadur N, por um mesmo técnico e cimentadas com ionômero de vidro, sobre os dentes preparados. A seguir, os pacientes retornaram a cada três meses no intervalo de nove meses e bianualmente durante o período de estudo. Durante a avaliação, foram examinadas: a presença de fendas na luz visível, as fraturas na faceta estética com ou sem exposição da infra-estrutura de In Ceram Alumina, a fratura na exposição do dente preparado, abrasão oclusal e sensibilidade do dente preparado ao calor. Os resultados, durante um tempo de avaliação médio de 37,6 meses, foram os seguintes: fratura de uma coroa expondo a infra-estrutura, 62,2% exibiu faceta de desgaste, indicando atividade parafuncional cêntrica e excêntrica. As conclusões evidenciam que os preparos utilizados foram adequados, a percentagem de pacientes com parafunção não afetou o sucesso e a fratura foi observada em apenas 1,6% das amostras.

Seghi et al.⁵⁷ (1995) selecionaram a técnica de endentação para determinar a resistência à fratura e dureza das porcelanas: reforçada com zircônia, reforçada com alumina, reforçada com leucita e, duas porcelanas baseadas em fluormica comparada com as feldspáticas. A cerâmica reforçada com alumina apresentou maiores valores de resistência à fratura, enquanto os outros materiais resultaram em valores mais moderados, mas estatisticamente significante comparado com as porcelanas feldspáticas. Os valores de dureza dos materiais cerâmicos com melhor

resistência à fratura foram substancialmente maiores ou menores do que o grupo controle e sugeriu uma ausência de correlação direta entre estas duas propriedades. A seleção do material restaurador apropriado depende da aplicação clínica e requer consideração de várias propriedades físicas incluindo a resistência a fratura.

Seghi & Sorensen⁵⁵ (1995) avaliaram a resistência à flexão de seis novos materiais cerâmicos dentais com componentes de reforço e duas porcelanas para controle, utilizando o teste de flexão de três pontos, pois consideraram este método simples, reproduzível e sensitivo para testar a resistência relativa dos materiais cerâmicos, e anteriormente usado por outros pesquisadores. Foram confeccionados corpos-de-prova com as dimensões aproximadas de 20,0mm x 1,0mm x 5,0mm; obtidos segundo as diferentes técnicas recomendadas pelos fabricantes. À distância de 12,0mm para o teste foi usada em todas as amostras para permitir uma razão maior do que 10:1, entre a distância e a espessura. As amostras foram carregadas em sua porção central entre os dois cilindros de suporte de tal forma que as superfícies polidas ou glazeadas fossem colocadas em máxima tensão. Foi utilizada para o teste uma máquina de ensaio universal (Instron, Canton, MA), utilizando uma velocidade de 0,25mm por minuto. A resistência à flexão ou o módulo de ruptura entre os diferentes sistemas cerâmicos foram os seguintes: Vita VMK 68 com reforço de leucita para controle (GL) $92,24 \pm 13,04$ MPa; IPS-Empress reforçado por leucita com polimento da superfície (EM1) $97,4 \pm 19,11$ MPa; Mark II reforçado por sanidinte (MKII) $121,67 \pm 13,30$ MPa; IPS-Empress com glaze superficial (EM2) $127,44 \pm 17,55$ MPa; Dicor MGC reforçado por lâminas de fluormica (MGC) $228,88 \pm 11,30$ MPa; In Ceram Spinell (ICS) $377,62 \pm 64,80$ MPa; In Ceram Alumina (IC) $446,42 \pm 63,97$ MPa; e In Ceram Zircônia (ICZ) $603,70 \pm 66,86$ MPa. O In Ceram Zircônia apresentou a maior média do módulo de ruptura dentre as porcelanas avaliadas.

Mackert Junior & Russel³⁵ (1996) investigaram o mecanismo de resistência que ocorre durante o processamento da cerâmica termo-prensada IPS Empress. Espécimes padrões contendo 0%, 25%, 50%, 75% e 100% de leucita foram preparados para análise de difração de raios X. Um padrão interno de óxido

de alumina (25%) foi utilizado para corrigir a diferença de potencial de absorção entre leucita e a matriz vítrea. O conteúdo de leucita foi de aproximadamente 42,3% em função do processamento termo-prensado e 45,4% quando submetida a duas queimas da porcelana de corante. A cristalização da leucita adicional durante o processamento de uma coroa totalmente cerâmica não é detrimental e parece ter um efeito resistente benéfico.

Kamposiora et al.³² (1996) realizaram uma análise através do método bi-dimensional de elementos finitos, observando a distribuição de tensões dentro de uma prótese parcial fixa de três elementos, realizados sobre preparos de coroa total em primeiro pré-molar e primeiro molar, com preparos de altura ocluso-gengival de 4,0mm, com inclinação de paredes de 6°, e término cervical em ombro com 1,5mm de largura, confeccionados em três diferentes materiais: liga áurica tipo III, cerâmica Dicor (Dentsply) e porcelana In Ceram Alumina(VITA) com diferentes alturas de conector (3,0mm e 4,0mm). Nos modelos computadorizados, uma carga de 10MPa foi aplicada no centro da prótese, a distribuição das tensões de Von Mises foram concentradas na região dos conectores, sendo que as tensões geradas para os conectores de 4,0mm foram 40% a 50% menores em relação aos conectores de 3,0mm, não havendo diferenças no padrão de tensões entre pré-molares e molares. Dentre os materiais analisados matematicamente, o In Ceram Alumina foi o que apresentou menor tensão interna e, segundo os autores, parece ser a melhor escolha para a confecção de próteses parciais fixas posteriores baseados na análise dos resultados bi-dimensionais de elementos finitos e nas estimativas de falha-limite para este material.

Nakamoto et al.³⁹ (1996) caracterizaram a microestrutura das cerâmicas Empress pelo agente ácido e observaram a superfície atacada por meio do MEV, em comparação com várias outras cerâmicas convencionais: Hi-Ceram, Vita VMK 68, Vintage. Foram selecionadas pastilhas utilizadas para técnica de corante T1 e O1 e para técnica de aplicação A2. Antes de aquecer, cada pastilha foi fraturada com um disco de diamante e as superfícies foram atacadas com dois agentes ácidos: 0,5% e 5% de ácido hidrófluorídrico e 10% bifluoreto de amônia. Para observar a microestrutura após termopressão, padrões de cera de 5 x 2mm

foram confeccionados, de acordo com recomendações do fabricante. Após a queima, as amostras foram acabadas, polidas e auto-glazeadas. Em seguida, as superfícies fraturadas foram atacadas com os mesmo agentes ácidos e observadas por meio de MEV. A distribuição dos cristais de leucita da cerâmica IPS Empress difere sensivelmente antes e após termo-pressão, entre cerâmicas de corante e aplicação e das cerâmicas convencionais. O tipo e a concentração dos agentes ácidos, e o tempo de exposição ao agente ácido influenciam na estrutura dos cristais de leucita.

Probster⁴⁷ (1996) realizou um estudo clínico durante quatro anos, no qual foram selecionados 18 pacientes, sendo 14 do sexo feminino e quatro do sexo masculino com idade média de 36,3 anos e que tinham dentes indicados para coroas com cobertura total. Os preparos dentais foram padronizados com instrumentos diamantados arredondados cilíndricos, ângulos internos arredondados e o término em ombro. As restaurações compostas pelo *coping* de alumina sinterizada e revestidas por cerâmica Vitadur N foram confeccionadas, no laboratório dental do clínico e cimentadas por um mesmo operador, com fosfato de zinco ou ionômero de vidro. As restaurações foram examinadas com espelho e explorador, no mínimo uma vez por ano, de acordo com os seguintes critérios: presença de uma ou mais fendas visíveis na restauração, fratura do *coping* com exposição da estrutura dentária preparada, formação de fenda na margem, cáries, desgaste oclusal ou abrasão. Os resultados deste estudo indicaram o risco total de falhas no período de observação para estas coroas como sendo zero. O autor considera as coroas In Ceram Alumina clinicamente aceitáveis para a região anterior e posterior, desde que tenham redução de estrutura dentária de 1 - 1,5mm axialmente e 1,5 - 2mm oclusalmente.

Uctasli et al.⁶⁴ (1996) avaliaram a resistência da cerâmica termo-prensável (IPS Empress – Ivoclar). A resistência de cada disco foi determinada pela aplicação de carga centralmente em cada amostra num diâmetro circular de 10mm, a uma velocidade de 0,5mm/min., com um endentador de 3mm, numa máquina de teste universal. As irregularidades dos discos foram eliminadas com brocas de borracha. Antes do teste, os espécimes foram mantidos secos à

temperatura ambiente de 20°C durante sete dias. Sete grupos de dez espécimes cada foram preparados com diferentes combinações de infra-estrutura, porcelana de corpo, incisal e glaze. Os valores médios dos sete grupos variaram entre 167 ± 18 e 81 ± 9 MPa. Após análise, os resultados demonstraram que não existiu diferença estatística entre os grupos, quando a porcelana de corpo estava em tensão. Entretanto, existiu uma diferença estatisticamente significativa quando comparados os grupos com infra-estrutura e porcelana incisal. As espessuras do *coping* e dos materiais incisais não modificaram a resistência do conjunto do espécime.

Wagner & Chu⁶⁵ (1996) compararam a resistência à flexão biaxial e a resistência à fratura por endentação entre três materiais cerâmicos livres de metal: In Ceram Alumina, Empress e Procera. Foram preparados dez espécimes em forma de disco, nas dimensões de 2 x 16mm para cada material, de acordo com as recomendações de cada fabricante. Os resultados revelaram diferenças estatisticamente significantes na resistência à flexão para os três materiais. As médias de resistência à flexão do Procera, In Ceram Alumina e Empress, foram 687 MPa, 352 MPa e 134 MPa, respectivamente. Não existiram diferenças estatisticamente significantes entre a resistência à fratura do Procera ($4,48 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$) e In Ceram ($4,49 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$). Contudo, ambas as cerâmicas têm maior resistência à fratura que o Empress (1,74 MPa).

Cattel et al.¹⁰ (1997) avaliaram a resistência transversa e a confiabilidade de quatro cerâmicas dentais (Cerinada/Den-Mat Corp., Corum/Ivoclar, Vitadur alfa/Vita Zahnfabrik, Empress/Ivoclar) e a microestrutura dos espécimes de fratura por meio de microscopia eletrônica de varredura. Foram confeccionadas 80 barras, nas dimensões de 27,0 x 6,0 x 2,0mm, de acordo com o padrão ISO 6872. Os espécimes foram submetidos ao teste de flexão de três pontos, utilizando uma carga de célula de 500N, velocidade de 0,5mm/min. As superfícies não glazeadas de cinco amostras de cada material foram polidas numa máquina automática (3µm), seguida por pasta diamantada 1µm. Após limpeza, os espécimes foram atacados por 20 seg. usando ácido hidrófluorídrico a 0,8%. Em seguida, foram cobertos com uma camada de ouro por 100seg e 40mA. A imagem foi observada

por meio de um microscópio eletrônico de varredura (Jeol Ltd, Welwyn Garden City, Hertfordshire, UK). Os espécimes de porcelana cerinada revelaram uma distribuição uniforme de cristais de leucita com uma média de $1\mu\text{m}$ de tamanho na matriz vítrea. Uma superfície fraturada transgranular e intergranular foi visível, com característica de fraturas macroscópicas e porosidade mínima. A porcelana Vitadur Alfa mostrou sinais indistintos de uma estrutura granular e as superfícies fraturadas exibiram um tipo de fratura vítrea com evidência de porosidade extensa, combinações de poros-fissuras e fratura orientada. Uma dispersão densa de cristais de leucita $1,6\mu\text{m}$ e áreas de cristais tipo dendrítica na matriz vítrea foram encontradas na porcelana Corum. Empress apresenta um agrupamento deslocado de cristais de leucita intercalado com cristais individuais ($1,5\mu\text{m}$) na matriz vítrea e sinais de microfratura mínima. As superfícies fraturadas foram intergranulares com características macroscópicas rugosas e pouca evidência de porosidade. Um difratômetro de raios X (Philips, UK) foi utilizado para determinar as diferentes fases presentes nos espécimes. Nas porcelanas Cerinada, Corum e Empress, foi identificada a presença da fase de leucita ($\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2$). A análise da porcelana Vitadur alfa revelou um vidro feldspático amorfo. Os autores concluíram que a cerâmica de vidro, Empress, não foi mais forte do que a porcelana cerinada ou mais confiável do que os outros materiais estudados. Distribuição uniforme de leucita e cristais ultra-finos pode estar associada a uma melhor resistência e confiabilidade.

Holloway et al.²⁷ (1997) avaliaram a espessura da camada superficial modificada após modificação do íon dual da porcelana dental de leucita reforçada. Espécimes de porcelana Optec HSP em forma de discos nas dimensões de $16,0 \times 1,3\text{mm}$ foram confeccionados, divididos em oito grupos: um grupo controle e os demais variaram o tratamento químico (com e sem), térmico ($750^\circ - 450^\circ$) e a carga de endentação ($0-78,5\text{N}$). Após endentação, as fissuras foram analisadas por meio de microscopia óptica e, em seguida, submetidas ao ensaio de flexão bi-axial a uma velocidade de $0,5\text{mm}/\text{min.}$, imerso em água, utilizando uma máquina de ensaio universal Instron (Modelo 4202). Após o tratamento de troca de íons dual, os espécimes seccionados foram embebidos e polidos com pasta abrasiva

diamantada, limpos e secos e revestidos por carbono, antes da análise química. Em média, vinte análises foram realizadas de cada espécime, utilizando espectroscopia dispersiva com comprimento de onda. A média da resistência à flexão para os grupos de troca iônica foi significativamente maior do que para o grupo controle, exceto quando a profundidade de espessura excedem 138 μ m. As análises de espectrometria dispersiva das áreas seccionadas mostraram que a média da quantidade de potássio na matriz vítrea foi significativamente menor para os espécimes tratados do que para o grupo controle. A média de espessura da camada modificada após troca iônica dual foi estimada em 140 μ m.

Steiner et al.⁶⁰ (1997) avaliaram os dados dilatométricos para previsão da compatibilidade ceramo-cerâmica nas porcelanas para infra-estrutura queimadas em alta expansão revestidas por porcelana IPS-Empress. Nove porcelanas feldspáticas foram utilizadas: Vita VMK-68, Vita Omega, Vita Omega 800, Vitadur Alfa, Ceramco II, Duceram, Optec-HSP, Will-Ceram e IPS-Empress sob infra-estrutura cerâmica IPS-Empress. Apenas Vitadur Alfa e IPS Empress foram desenvolvidas para queima sobre infra-estrutura cerâmica e Optec-HSP para ser usada na confecção de coroas unitárias simples. Para cada material, foram confeccionadas quatro barras nas dimensões de 32,0mm x 8,0mm x 8,0mm e retificadas com lixa de carborundum 800, sendo mensurado o paralelismo por meio de um micrômetro digital (Mitutoyo Kawasaki - Japão). A dilatometria padronizada através do cálculo da curva de calor e resfriamento de cada porcelana, de acordo com o protocolo da International Standard Organization (ISO – 9693), foi utilizada para obter o coeficiente de contração térmico e os dados foram avaliados para prever as fissuras. Dentro dos parâmetros deste estudo, podem ser encontradas as seguintes conclusões: as diferenças de coeficientes de expansão térmica entre 1,5 a 1,6 x 10⁻⁶ /°C resultaram em falha completa, as porcelanas IPS-Empress dentina, Duceram e Will-Ceram foram bem sucedidas quando queimadas sobre infra-estruturas IPS-Empress, não ocasionando fissuras e, baseado na curva de falha, uma tolerância segura no coeficiente de resfriamento parece ser menor do que 0,6 x 10⁻⁶ /°C para os sistemas ceramo-cerâmicos estudados.

White et al.⁶⁸ (1997) determinaram se as fadigas química estática e mecânica cíclica são independentes, ou se elas interagem para produzir uma maior ou menor resistência numa porcelana feldspática. A técnica de endentação foi utilizada para investigar a resposta das porcelanas feldspáticas às fadigas. Todos os espécimes foram confeccionados em ambiente seco, submetidos à ciclagem mecânica e testados a resistência em três ambientes: nitrogênio seco, natural e úmido. As superfícies foram analisadas por meio do MEV e não foi detectada fadiga química na exposição inicial à umidade, entretanto ocorreu uma pequena extensão da falha durante a fadiga mecânica cíclica, denominando o fenômeno de estresse-corrosão. Este experimento indica que as fadigas: química e mecânica cíclica reduziram significativamente a resistência dos espécimes, contudo eles agem independentemente.

Anusavice² (1998) menciona que a propagação de 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 é 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.

Correr Sobrinho et al.¹⁴ (1998) investigaram a influência da fadiga na resistência à compressão das cerâmicas In Ceram Alumina (Vita), Cerâmica prensável ótima (OPC - Jeneric Pentron) e IPS Empress 2 (Ivoclar - Vivadent) em ambientes secos e úmidos. Confeccionaram 26 amostras em forma de coroas de pré-molares medindo 8,0mm de diâmetro e 8,5mm de altura de cada sistema cerâmico. Após glazeadas, as coroas foram cimentadas com fosfato de zinco e colocadas num troquel com pressão firme, sendo removidos os excessos e submetida a uma carga estática de 49N que foi imediatamente aplicada à coroa por 10 minutos. As amostras de coroas foram divididas em três grupos; a) o grupo 1- dez amostras foram submetidas à fratura sem fadiga; b) o grupo 2 - oito

amostras foram submetidas à fadiga e testes de fratura em condições de ambiente seco; c) o grupo 3 – oito amostras foram submetidas à fadiga e fratura num ambiente úmido utilizando uma máquina de ensaio universal (Instron). Uma pré-carga de 20N foi aplicada no centro da superfície oclusal da coroa com uma ponta em forma de bola a uma velocidade 1,0mm/min. até a fratura. Os grupos 2 e 3 foram submetidos a um regime de fadiga de 10.000 ciclos, entre um mínimo de 20N e máximo de 300N aplicado a uma frequência de 1Hz. As superfícies de fratura foram examinadas por meio de microscopia eletrônica de varredura. Os resultados foram analisados estatisticamente, usando o teste de *Mann-Whitney* e indicaram que a resistência à fratura do In Ceram Alumina foi significativamente mais forte do que o IPS Empress 2. Não foi encontrada diferença entre In Ceram Alumina e OPC ; e OPC e IPS Empress 2. A resistência dos três sistemas cerâmicos diminuiu significativamente após fadiga em ambientes seco e úmido se comparada com amostras não submetidas à fadiga. In Ceram Alumina e OPC foram significativamente mais resistentes do que IPS Empress 2. Os autores concluíram que as diferenças significantes na resistência à fratura dos diferentes sistemas investigados podem estar relacionadas à natureza do material e ao ambiente no qual as amostras foram testadas.

Denry et al.¹⁶ (1998) investigaram os efeitos da modificação de íon com rubídio ou cério na microestrutura, padrão de fenda, resistência à flexão e o comportamento da expansão térmica de uma porcelana de leucita reforçada. Três barras de porcelana e 15 discos foram confeccionados com os pós de porcelana misturados com rubídio e nitrato de cério. A análise de difração de raios X foi avaliada antes e após 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. A expansão térmica foi mensurada pela dilatométrica. A microestrutura e o padrão de endentação Vickers foram investigados pelo microscópio eletrônico de varredura. Os resultados da difração de raios X mostram que, após troca de íon e queima, a leucita transformou-se em leucita rubídio e leucita cério. O coeficiente de contração térmico 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 mostrou-se 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 as modificações iônicas na porcelana de leucita reforçada também modificaram a microestrutura, os padrões de fendas e a resistência à flexão dos materiais estudados.

Höland²⁶ (1998) destacou as propriedades químicas, microestruturais e mecânicas do sistema IPS Empress 2. O material utilizado para infra-estrutura (cerâmica de vidro prensada – dissilicato de lítio) é composto basicamente de: SiO_2 (57 - 80%) e Li_2O (11 - 19%) e componentes adicionais. Enquanto, a cerâmica de vidro sinterizada (fluorapatita) é composta de: SiO_2 (45 - 70%), Al_2O_3 (5 - 22%), Na_2O (4 - 13%) e componentes adicionais. Microestruturalmente observa-se na cerâmica prensada a presença principalmente de cristais de dissilicato de lítio envolvido por matriz vítreos e nas cerâmicas sinterizadas finos cristais dispersos de apatita precipitada na matriz vítrea, sugerindo que estes cristais aumentam a biocompatibilidade da cerâmica vítrea. Com relação às propriedades de resistência a flexão encontram-se valores de 350 MPa e 80 MPa, respectivamente.

Rasmussen et al.⁴⁹ (1998) determinaram o efeito do alto conteúdo de leucita (tetragonal e cúbica) no coeficiente de expansão térmico, na resistência e na dureza. Para determinar a quantidade de leucita utilizaram uma curva de calibração de raios X, usando a técnica de difração de raios X. Os espécimes foram preparados com várias quantidades de CS_2O (0, 0,5, 1,0, 1,5, 2,0 MOL%) e foram testadas para determinar o conteúdo de leucita, microdureza (Vickers), resistência e coeficiente de expansão térmico, sobre duas temperaturas (30-500°C e 30-640°C). As superfícies fraturadas foram avaliadas por MEV. Para cada

propriedade, os espécimes dos grupos foram comparados por meio de análise estatística, usando análise de variância (ANOVA). O exame quantitativo de difração de raios X demonstrou que uma transformação da fase induzida do estresse ocorrida poderia ser revertida pelo tratamento térmico. Os resultados mostram que a adição de CS_2O tem um efeito significativo na dureza e resistência, de modo que diminuiu significativamente a dureza e a resistência de uma porcelana de alto conteúdo de leucita.

Sherrer et al.⁵⁰ (1998) compararam a resistência à fratura usando dois métodos de endentação e um teste de flexão com o intuito de estabelecerem um teste mecânico de fratura. Foram aplicados dois métodos de endentação a fratura, a resistência e o teste de flexão em 4 pontos sobre dois materiais cerâmicos: porcelana de baixa fusão (Duceram LFC) e porcelana feldspática (IPS Classic). Mediante os valores de resistência obtidos entre os métodos avaliados observou-se uma variação média de: 10 - 14%, 7 - 10%, 1 - 3%, respectivamente. Contudo nenhum dos procedimentos empregados demonstrou valores absolutos. Para os autores a decisão por qual método utilizar deve estar baseada no conhecimento das limitações conceituais e das dificuldades técnicas.

Strub & Beschnidt⁶¹ (1998) avaliaram a resistência à fratura de cinco diferentes sistemas de coroas totalmente cerâmicas: In Ceram Alumina, Empress - técnica de corante, Empress - técnica de estratificação, sistema feldspático Celay e sistema Celay In Ceram Alumina, antes e após ciclagem mecânica numa boca artificial. Os dentes incisivos mediais superiores foram extraídos e preparados com término em ombro reto (90°) e as coroas foram cimentadas com cimento dual. Metade dos espécimes foi colocada em ambiente artificial simulando a mastigação, submetidos à ciclagem térmica e todos os espécimes foram submetidos à fratura. A simulação da mastigação e a termociclagem reduziram significativamente a resistência à fratura de todos os sistemas de coroas testados. As coroas totalmente cerâmicas podem ser utilizadas nas restaurações anteriores, contudo, seria necessária uma maior avaliação clínica antes de introduzi-las como rotina.

Zeng et al.⁷¹ (1998) avaliaram as propriedades mecânicas dos materiais de

infra-estruturas cerâmicas (Procera, Vita In Ceram Alumina) combinadas com três porcelanas de recobrimento (Procera All Ceram, Vitadur N, Vitadur alfa) compostas de duas camadas, para simular a real condição para aplicação clínica. Foram confeccionados espécimes na forma de discos, nas dimensões aproximadas de 16,0 x 2,0mm. Os espécimes foram submetidos ao teste de flexão bi-axial, numa máquina de ensaio universal Instron (Modelo 1361). A tensão de flexão foi avaliada usando a equação de Shetty e de Timonshenko. Análises estatísticas de Weibull foram utilizadas para todos os dados de tensão e a informação foi usada para estimar a probabilidade de falha das porcelanas estudadas. O estresse da falha de porcelana alumina sinterizada é significativamente maior do que a alumina pré-sinterizada infiltrada por vidro como material de infra-estrutura dental sobre as mesmas condições de teste. As falhas das três porcelanas dentais são estatisticamente as mesmas. Os resultados mostram que a alumina densamente sinterizada e duas camadas de porcelana All Ceram têm interessante aplicação dental.

Chen et al.¹¹ (1999), num estudo *in vitro*, determinaram a resistência à compressão de várias coroas totalmente cerâmicas, com ou sem ciclagem mecânica prévia. Coroas molares foram confeccionadas, padronizadas numa máquina CAD-CAM (cerec II), software com materiais cerâmicos fundíveis (Vita Mark II e ProCAD) e também coroas termoprensadas IPS Empress lab 1 e IPS Empress lab 2. Grupos de quarenta coroas de cada material foram fabricados com uma superfície de acabamento polida ou glazeada. O grupo Vita Mark II foi submetido à ciclagem mecânica a uma frequência de 1Hz, carga de 200N, e n° de ciclos de 0, 10.000, 50.000, 100.000 ciclos. A seguir, todos os grupos foram submetidos a uma velocidade de carga de 0,5mm/min. até a fratura. Os resultados da carga de fratura das coroas ProCAD 2.120N, sem ciclagem mecânica prévia, foram estatisticamente significantes em relação às coroas Vita Mark (1.905N), mas não foi estatisticamente significativo em relação às coroas Empress. As coroas ProCAD glazeadas melhoraram significativamente a resistência à fratura, acima de 2.254 N. A ciclagem mecânica prévia reduziu significativamente a resistência das coroas totalmente cerâmicas, mas tem menos efeito nas coroas Cerec do que nas

coroas IPS Empress. As coroas Cerec ProCAD demonstraram significativamente maior resistência do que as coroas Vita Mark II, melhor resistência a ciclagem mecânica e menor probabilidade de falha do que as coroas Empress fabricadas no laboratório. As coroas ProCAD glazeadas apresentaram melhor resistência à ciclagem mecânica do que as superfícies polidas.

Derand & Vereby¹⁷ (1999) investigaram o desgaste e a dureza superficial de nove porcelanas dentais: Vitadur Alfa, Vita Omega, Procera, Empress, Finesse, Ducera Gold, Creation, Ceramco, Ti-Ceram. As amostras na forma de cilindros com 1,5mm x 5,0mm de altura foram confeccionadas e embutidas em resina acrílica. A seguir, foram submetidas a uma máquina de teste para desgaste e a um microdurômetro, para avaliar a dureza superficial. As endentações foram analisadas por meio do MEV, sendo observados três grupos: a) endentações mais profundas (600Hv); b) intermediárias (700Hv); c) endentações menos profundas (800Hv). A resistência ao desgaste foi menor na porcelana Finesse e maior na porcelana Creation, enquanto os valores de dureza superficial foram bastante similares para todas as porcelanas, variando entre 600-800Hv (Dureza Vickers).

Itinoche²⁹ (1999) desenvolveu, para o teste de cisalhamento na interface metal-resina um dispositivo cilíndrico com adaptação planificada em uma das paredes, contendo no seu interior, outro cilindro de mesmo formato justaposto, contendo um orifício de 4mm na superfície plana. A superfície plana do dispositivo externo, com 4mm de espessura, possui a mesma medida da porção metálica dos corpos-de-prova, com 4mm de diâmetro, assim, quando os corpos-de-prova foram introduzidos, a porção metálica situava-se no dispositivo externo e a porção do material estético, no dispositivo interno, ocorrendo a força de cisalhamento na interface metal/resina.

Jung et al.³⁰ (1999) examinaram a possibilidade de infra-estruturas cerâmicas de *spinell* e de alumina infiltrada de vidro resistirem 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 *spinell* 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, causam uma significativa degradação da resistência.

Ohyama et al.⁴¹ (1999) investigaram os efeitos da resistência à fratura dos materiais usados em coroas totalmente cerâmicas. A resistência à flexão biaxial dos espécimes foi mensurada quando submetidos a uma carga prévia e à ciclagem mecânica. Dois sistemas totalmente cerâmicos foram utilizados: porcelana de alumina com infiltrado de vidro (In Ceram Alumina) e porcelana feldspática com leucita reforçada (IPS Empress). Foram preparados discos laminados com diâmetro aproximado de 11,5mm e espessura de 1,2mm. Um grupo foi submetido à ciclagem mecânica, durante 100.000 ciclos em água a uma temperatura de 37°C, enquanto outro grupo não foi submetido à ciclagem. Após a fratura, as superfícies foram analisadas por meio da microscopia eletrônica de varredura. Os resultados evidenciaram que a resistência dos espécimes com e sem ciclagem mecânica foram aproximados. No sistema alumina, houve uma redução da resistência com a introdução de pré-ruptura, aproximando-se de todas as amostras fraturadas durante a ciclagem mecânica. Entretanto, no sistema leucita, não houve redução da resistência com a presença de pré-rupturas e nem foram observadas fraturas dos espécimes durante a ciclagem mecânica. Estes resultados sugerem que, embora o sistema alumina tenha maior resistência à flexão, é mais sensível a falhas e susceptível à fratura.

Scherrer et al.⁵¹ (1999) determinaram a resistência à fratura de uma porcelana dental pela análise fractográfica. Para o ensaio de flexão, foram confeccionados vinte corpos-de-prova de porcelana IPS Classic dentina (Ivoclar AG - Schaan - Liechtenstein) com as dimensões de 25,0 x 4,5 x 2,0mm³. As amostras foram distribuídas em dois grupos: a) mantida no ar em temperatura ambiente; b) manutenção em nitrogênio seco. As amostras foram polidas com discos de granulações (1200, 2400 e 4000) e, em seguida, por pastas diamantadas de polimento (6,3 e 1µm). O ensaio de flexão em 4 pontos foi realizado a uma

velocidade de 0,1mm/min e com uma distância entre os apoios de 10 e 20,0mm. As superfícies de fratura foram examinadas por meio de microscopia eletrônica de varredura (100 e 200x). Os resultados indicam que houve uma diferença significativa entre os espécimes testados no ar e no ambiente seco, contudo, na análise fractográfica, não foi observado crescimento de fenda.

Wen et al.⁶⁶ (1999) verificaram a resistência e a dureza de três tipos de restaurações totalmente cerâmicas: a) leucita reforçada por vidro (Empress - Ivoclar); b) vidro infiltrado com alumina sinterizada (In Ceram Alumina -Vita); c) alumina sinterizada de alta pureza e densidade (Procera - Nobel). Foram confeccionadas barras, nas dimensões de 25,0 x 10,0 x 6,0mm e, discos, nas dimensões de 13,0 x 1,2mm. Os espécimes foram submetidos a testes de resistência à flexão e dureza, respectivamente. Os valores de resistência à flexão foram 115, 433, 472 (MPa), respectivamente, enquanto a média de dureza foi 1,27, 4,83 e 3,84 (MPa), respectivamente. Os valores foram submetidos à análise estatística de variância (ANOVA). As superfícies de fratura foram analisadas por meio de MEV. Para tal, os espécimes fraturados foram somente polidos e, polidos e atacados (0,2 - 0,1mol de ácido hidrófluorídrico por 1 a 120 min.). Os autores concluíram que a análise por meio do MEV determinou as características de fratura dos materiais e interpretou a microestrutura e os mecanismos de falhas. A fratura do espécime de leucita exibiu lisura, uma superfície vítrea amorfa e ocorreram fraturas principalmente do tipo friável, tanto na matriz vítrea quanto na fase de leucita. No In Ceram Alumina, foram observadas falhas na superfície com estruturas não porosas e compactas e um modo de fratura do tipo friável e por separação de fases; já no Procera, apresentaram fraturas intergranulares. As restaurações totalmente cerâmicas b e c foram significativamente mais resistentes do que as restaurações compostas de leucita.

Chu et al.¹³ (2000) investigaram três métodos para reduzir a rugosidade superficial e melhorar a resistência das restaurações de porcelana. Foram confeccionados discos de porcelanas In Ceram Alumina/Vitadur Alfa e divididos em três grupos: a) grupo 1 – discos originais; b) grupo 2 – discos polidos; c) grupo 3 – discos reglazeados. A média dos valores de rugosidade foi mensurada por

meio de um perfilômetro. Os discos foram submetidos ao ensaio de flexão biaxial. Para o teste ANOVA one-way, não foram encontradas diferenças estatisticamente significante entre os grupos. Embora não exista diferença estatística, as superfícies de porcelana do grupo 3 melhoraram a textura superficial e a resistência à flexão dos materiais testados.

Fischer et al.²² (2000) desenvolveram um processo adequado, prova e cálculo da técnica de resistência química das cerâmicas odontológicas e avaliaram a eficiência deste método do ponto de vista mecânico. Foram realizadas modificações iônicas através da temperatura do vidro no sistema totalmente cerâmico IPS Empress, o qual apresenta uma matriz vítrea com alta proporção de cristais de leucita (35%). Os seguintes agentes de troca iônica têm sido utilizados: KNO_3 , NaNO_3 e Tuf-Coat (K_3HPO_4). A saliva artificial utilizada neste teste, e que simulava as condições da boca, continha os seguintes ingredientes: $\text{C}_3\text{H}_5\text{O}_3$, NaCl , NaOH e água destilada. Para os ensaios mecânicos (resistência, estresse residual e dureza) e químicos foram confeccionadas barras retangulares, nas dimensões de 42,0 x 4,0 x 4,0 mm. Os espécimes foram tratados com KNO_3 e Tuf-Coat a 450°C por 0,5, 1,5, 4 e 11h e pelo NaNO_3 a 360°C por 1, 1,5 e 2h. Os espécimes foram adicionalmente armazenados em saliva artificial por um mês. Para julgar a eficiência do procedimento de troca iônica, quatro critérios foram escolhidos: composição química por meio do mapeamento dos elementos químicos (EDX), estresse residual analiticamente estimado por meio de curvaturas, teste de resistência à flexão de quatro pontos e teste de ruptura dos espécimes cilíndricos com 10,0mm de diâmetro x 12,0mm de comprimento. O processo de troca iônica com um sal de potássio aumenta a confiabilidade da cerâmica IPS Empress. O tratamento de troca iônica de íons potássio, KNO_3 e Tuf-Coat, resulta num aumento da energia e também no aumento da dureza superficial. Os valores médios de flexão foram: 95, 204, 188 MPa e de ruptura foram: 88, 108, 94 MPa, para os espécimes não tratados, tratados com (KNO_3 450°C, 11h) e com (KNO_3 450°C, 11h e armazenado em saliva artificial por um mês), respectivamente. Maior limite de carga e uma maior distribuição do espectro de resistência são considerados desejáveis para aumentar a longevidade clínica dos sistemas

totalmente cerâmicos.

Haselton et al.²⁵ (2000) avaliaram a situação clínica de coroas In Ceram Alumina (Vita Zahnfabrik) no período de quatro anos. Dois protesistas devidamente calibrados examinaram oitenta coroas, 67% na região anterior e 26% na região posterior, em 41 pacientes, sendo 16 homens e 25 mulheres com idade média de 47,3 anos, na faixa etária entre 18 a setenta anos. Os critérios de análises estabelecidos foram: a integridade da junção entre a coroa e o dente, a cor, a cárie, o desgaste da coroa e dos dentes antagonistas e as fissuras visíveis nas coroas. Os resultados indicaram que 99% das coroas não modificaram a cor, somente 1% exibiu cáries secundárias, uma restauração exibiu sinais de desgaste, uma pequena fratura do recobrimento cerâmico foi vista na coroa de um primeiro pré-molar e um paciente substituiu uma coroa no molar, devido à fratura no *coping*. A avaliação clínica das restaurações apresentou uma média de 95% de sucesso durante este período.

Jung et al.³¹ (2000) examinaram o tempo de vida das restaurações dentais, limitadas pelo acúmulo de dano de contato durante a função bucal. O dano da endentação e a degradação da resistência dos contatos multi-ciclos com endentadores esféricos em água foram avaliados em quatro cerâmicas dentais: porcelana feldspática, cerâmica de vidro micacea (MGC), alumina infiltrada de vidro (In Ceram Alumina) e Zircônia tetragonal policristalina estabilizada por Ytria (Y-TZP). As barras foram confeccionadas nas dimensões de 25,0mm x 4,0mm x 3mm, polidas e examinadas por meio de microscopia eletrônica de varredura para análise da microestrutura. Como referência, alguns espécimes foram preparados na forma de discos com dimensões de 35,0 x 5,0mm. A seguir, foram submetidos ao ensaio de flexão e dureza Vickers, respectivamente. Quando submetidos a maiores números de ciclos de contatos, todos os materiais mostraram uma abrupta transição no modo de dano, consistindo num dano acentuado na área de contato ao lado e início de fissura radial ao lado. Esta transição do modo de dano não é observada quando comparada com o teste de carga estático, atestando um forte componente mecânico no mecanismo de fadiga. Fissuras radiais uma vez formada levam à rápida degradação nas propriedades de

resistência, sinalizando o tempo de vida do material. Nos contatos multiciclos examinados, há degradação da resistência dos materiais testados, após endentação das cargas de 200 a 3000N acima de 10^6 ciclos. A degradação ocorre na porcelana e MGC após 10^4 ciclos, com carga inferior a 200N e degradação comparável na alumina e Y-TZP requer carga maior do que 500N, bem acima da média de significância clínica. Neste estudo, a resistência das cerâmicas dentais é significativamente menor após carga multicicla do que carga uni-cíclica.

Koutayas et al.³⁴ (2000) avaliaram *in vitro* a influência do desenho e do modo de carregamento na resistência à fratura de próteses parciais fixas adesivas totalmente cerâmicas (P.P.F.A.T.C.). Foram obtidos quarenta e oito P.P.F.A.T.C, tendo um incisivo central superior como pântico, sendo que vinte e quatro possuíam dois retentores e um pântico (W2) e os outros vinte e quatro possuíam um único retentor e o pântico, simulando uma prótese de extremo livre (W1). Os corpos-de-prova foram divididos em sub-grupos de oito amostras e submetidos a um carregamento estático (quasi estático em um instrumento de testes universal Zwich 1445 – Germany) em direção ao longo eixo dos dentes pilares (0 grau) ou em ângulo de 45°, a uma velocidade de 2,0mm/min., até a fratura de um dos retentores. Para o teste de carregamento dinâmico, as amostras foram colocadas em um simulador de mastigação de duplo-eixo e sincronizado com uma ciclagem térmica de 5° à 55°C por sessenta segundos, utilizando uma carga de 50N ou 25N a 1,3 Hz, em um ângulo de 45° em relação ao longo eixo dos dentes. A resistência à fratura no carregamento estático, em um ângulo de 45°, variou entre 134N e 174N, enquanto que, para o ângulo de 0°, o carregamento foi ao redor de 233N, suportando, desta forma, melhor carga axial. No carregamento dinâmico de 25N, o retentor único suporta um número maior de ciclos de indução à fratura do que o desenho com dois retentores. Em ambos os testes de carregamento estático ou dinâmico, a maioria das fraturas (71,9%) foi observada exatamente na interface da infra-estrutura e do material de recobrimento.

Tinschert et al.⁶³ (2000) avaliaram a resistência à flexão de oito materiais cerâmicos: seis cerâmicas de infra-estrutura e duas cerâmicas de recobrimento estético. Foram confeccionadas trinta barras retangulares para cada material nas

dimensões de 30 x 3,2 x 1,7mm e submetidas ao ensaio de flexão de quatro pontos. Os maiores valores de resistência foram encontrados nas cerâmicas: Zircônia (913 MPa), In Ceram Alumina (429,3 MPa) e Vitadur Alfa (131,0 MPa), onde os valores médios de resistência foram estatisticamente significantes. Para os outros materiais cerâmicos, os valores médios de resistência variaram entre 60,7 a 86,3 (MPa), não apresentando diferença estatisticamente significantes, de acordo com o teste de comparação múltipla de Scheffé. Os resultados deste estudo demonstraram que a natureza crítica do processo de fabricação sob condições laboratoriais pode produzir falhas superficiais de resistência-limite e estes defeitos podem causar maiores falhas sobre condições císticas.

Apholt et al.³ (2001) examinaram a possibilidade de união de barras de In Ceram Alumina e In Ceram Zircônia. Além da forma convencional de obtenção da infra-estrutura cerâmica do sistema In Ceram Alumina pela técnica de *slip casting*, é possível obter infra-estruturas de coroas ou *copings*, pelo sistema computadorizado Cerec 2 (Siemens), através do desgaste de blocos cerâmicos pré-fabricados industrialmente (Vitablocks Mark II), e podem ser utilizados para a confecção de infra-estruturas: Cerec Vitablocks, In Ceram Alumina ou Zircônia. Entretanto, o comprimento máximo para a restauração a ser confeccionada pelo sistema Cerec 2 é de 17,0mm, desta forma, impossibilitando o seu uso para a obtenção de estruturas para próteses parciais fixas de três elementos, que possuem, em média, 22,0 a 24,0mm de comprimento. Para a realização do teste de resistência à flexão foram confeccionadas barras com as dimensões de 13,0 x 4,0 x 3,0mm, utilizando diferentes técnicas. Para o controle, foram utilizados cinco grupos de 15 amostras cada: a)(C1) In Ceram Alumina obtidos através de blocos desgastados pelo equipamento Cerec 2; b)(C2) In Ceram Alumina obtido pelo sistema de *slip casting* em laboratório próprio; c) (C3) In Ceram Alumina obtido pelo sistema *slip casting* no laboratório da empresa Vita; d)(C4) In Ceram Alumina obtido pelo corte dos blocos de alumina com o auxílio de fio de corte diamantado; e) (C5) In Ceram Zircônia obtidos através de blocos desgastados pelo equipamento Cerec 2. Para o grupo de teste, foram realizados cortes manuais com disco diamantado, primeiramente perpendicular ao longo eixo da barra, formando

um ângulo de 90° e separando de forma congruente as partes; o segundo corte foi realizado na porção central em ângulo de 45° em relação ao lado mais amplo de 4,0mm; e um terceiro corte, também na porção central em 45°, agora em relação à superfície mais estreita de 3,0mm, o último tipo de corte foi realizado na porção central, promovendo um arredondamento e alisamento das bordas. Foram preparados seis grupos teste: (T1) In Ceram Alumina obtidos através de blocos desgastados pelo equipamento Cerec 2 e separados em ângulo reto; (T2) In Ceram Alumina obtido pelo sistema de *slip casting* e separado em 90°; (T3) In Ceram Alumina usinado e cortado em 45° na superfície de 4,0mm; (T5) In Ceram Alumina usinado e com corte arredondado; e (T6) In Ceram Zircônia usinado e com corte arredondado. Todas as barras foram fixadas com o auxílio de uma morsa e mantendo uma distância de 0,50mm; as superfícies a serem unidas foram umedecidas com água destilada e a união realizada através do material *slip* correspondente, aplicado com o auxílio de um pincel fino. Os corpos-de-prova foram sinterizados em um forno especial Inceramat (VITA) e, posteriormente, infiltrado com vidro fundido. O teste de flexão de três pontos foi realizado utilizando uma máquina de ensaios universal (RM 50, Schenk-Trebel-Switzerland). A distância entre os apoios foi de 10,0mm e a carga aplicada no ponto central entre os suportes a uma velocidade de 0,5mm/min. A análise de variância *two-way* demonstrou diferenças significativas entre os materiais ($p < 0,001$) e forma de união ($p < 0,001$). A forma arredondada apresentou os maiores valores de resistência à flexão de $434,0 \pm 65,0$ MPa para as barras de In Ceram Alumina e $475,0 \pm 54,0$ MPa para as barras de In Ceram Zircônia. Os maiores resultados obtidos foram para as barras de In Ceram usinadas sem pontos de união para controle, o In Ceram Alumina apresentou $511,0 \pm 59,0$ MPa e o In Ceram Zircônia $624 \pm 58,0$ MPa. Não foram observadas diferenças significativas ($p < 0,05$) entre os grupos In Ceram Zircônia usinado e unido $475,0 \pm 54,0$ MPa; In Ceram Alumina convencional sem união $498,0 \pm 125,0$ MPa; e In Ceram Alumina usinado e sem união $511,0 \pm 59,0$ MPa.

Esquivel-Upshaw et al.²⁰ (2001) realizaram testes de resistência à fratura de três materiais cerâmicos: o IPS Empress (Ivoclar) porcelana feldspática

reforçada por cristais de leucita; In Ceram Alumina (VITA) e Procera AllCeram (Nobel biocare). Os corpos-de-prova foram confeccionados em forma de barra com dimensões aproximadas de 21,0 x 5,0 x 1,0 mm. As amostras foram uniformizadas com lixa 600, com tamanho de partículas equivalentes a 15 μ m, 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 13,55mm 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.²³ (2001) verificaram a possibilidade do uso de um método não destrutivo para estimar a resistência de materiais dentários cerâmicos. Baseados no alto custo e na relativa dificuldade de obtenção dos corpos-de-prova cerâmicos com precisão e superfícies lisas, os autores avaliaram a resistência através da obtenção do módulo de *Young* e a sua aplicação na lei de Hook válido para materiais em estado elástico linear. Apesar das cerâmicas odontológicas não serem caracterizadas desta forma o seu comportamento é similar. O módulo de elasticidade foi avaliado através da mensuração da frequência de ressonância, da densidade do material testado e das dimensões da amostra. A densidade é obtida pela razão entre peso e volume e os corpos-de-prova confeccionados possuíam uma forma geométrica simples, na forma de barra com as dimensões de 3,0 x 9,0 x 40,0mm. A indução da frequência de flexão por ressonância nos corpos-de-prova foi promovida pela colocação de uma bola metálica na extremidade da barra, enquanto a barra permanecia apoiada sobre dois finos rolos de borracha de 1,0mm de diâmetro. A frequência da ressonância foi medida por um sistema altamente sensível (Grindo Sonic, Mk4i, Lemmens, Köln, FRG) e os dados analisados através de um programa que calculava o módulo de *Young*. Para comparação dos resultados, foram realizados testes de resistência à flexão em quatro pontos em uma máquina de ensaios universal (Zwick zo30, ulm, FRG), os corpos-de-prova possuíam as medidas de 30,0 x 3,0 x 1,5mm e foram carregados mantendo-se os apoios externos a uma distância de 24,0mm e, na superfície

interna 12,0mm, a velocidade escolhida variou entre 0,5 e 1,0mm/min desde que a fratura ocorresse entre 5 e 15 segundos. A avaliação ocorreu em 13 materiais cerâmicos, sendo oito através da comparação dos resultados obtidos no teste de resistência à flexão e cinco baseados em dados da literatura, sendo os dados obtidos por análise direta, os seguintes: a) Cerec/Mark II (86,0 MPa); b) Duceram Opaker (59,0 MPa); c) Empress 1 (94,0 MPa); d) Empress 2 (272,0 MPa); e) In Ceram Alumina Celay (264,0 MPa); f) In Ceram Spinell (171,0 MPa); g) Optec OPC (87,0 MPa); h) Vita Omega Opaker (66,0 MPa), e os obtidos por análise indireta dos dados da literatura: a) Duceram LFC Transpa (113,0 MPa); b) Duceram Transpa (70,0 MPa); c) In Ceram Alumina (450,0 MPa); d) Vitadur Alpha Core (120,0 MPa); e) Vitadur Alpha Dentin (95,0 MPa). Através do método não-destrutivo, os valores de resistência à flexão alcançaram aproximadamente 39% dos valores medidos, exceto no caso do Empress 2 cujo valor diferiu em 60% em relação aos dados de resistência à flexão. O teste de estimativa de resistência para os materiais dentários cerâmico demonstrou-se possível, mas de baixa precisão de valores.

Hwang & Yang²⁸ (2001) compararam a resistência a fraturas *in vitro* de coroas totais anteriores de In Ceram Alumina, com infra-estrutura (*coping*), confeccionadas pela técnica convencional e através da usinagem de blocos cerâmicos pré-sinterizados pelo sistema Celay (Mikrona-Switzerland). Foram confeccionados dez modelos metálicos de aço inoxidável com preparo de incisivo central superior com término cervical em ombro com espessura de 1,0mm e ângulo de convergência entre as paredes de 6°. Os modelos foram duplicados com silicona de adição Extrude (Kerr) e vazados com gesso pedra (tipo IV-Silky Rock – Whip Mix). Quatro grupos de dez coroas anteriores foram obtidos: a) coroas de In-Ceram Alumina convencional; b) coroas de In Ceram Alumina obtidos pelo sistema Celay; c) coroas de In Ceram Spinell convencional; d) coroas de In Ceram Spinell obtidos pelo sistema Celay. As coroas foram cimentadas aos modelos mestres metálicos com o cimento resinoso Panavia TC (Kuraray), armazenadas durante 24h em água destilada a 37°C. O teste de resistência à fratura foi realizado com uma máquina de ensaio universal (Instron 4462, Canton – MA), as amostras

foram carregadas com dispositivo em forma de bola com 4,0mm de raio, aplicado a 1,5mm do centro da borda incisal em um ângulo de 30° em relação ao longo eixo, a uma velocidade de 0,5mm/min., até ocorrer a fratura. Os resultados demonstraram dentro dos limites do experimento que as coroas confeccionadas com as infra-estruturas usinadas pelo sistema Celay apresentaram maior resistência à fratura em relação às coroas obtidas pelo método convencional. Em ambas as situações as coroas de In Ceram Alumina apresentaram maior resistência à fratura do que as coroas de In Ceram Spinell.

* Kheradmandan et al.³³ (2001) avaliaram a resistência à fratura de quatro diferentes tipos de próteses parciais fixas adesivas de três elementos. Os materiais avaliados foram: a) próteses galvano-cerâmicas (AGC); b) próteses de In Ceram Alumina (vita) confeccionadas pelo equipamento Celay (Mikrona); c) próteses de dissilicato de lítio (Empress 2 – Ivoclar); d) próteses metalo-cerâmicas para controle. Foram confeccionados trinta e dois modelos com dentes naturais sem cáries. Os dentes extraídos foram colocados sobre uma membrana periodontal artificial (Anti-Rutsch-Lacj; Wenko-Wenselaar; Germany) de acordo com o protocolo do fabricante, cada incisivo foi recoberto por 2,0mm de cera abaixo do limite amelo cementário e embebido por uma resina borrachóide; a distância mesio-distal mantida entre os pilares foi de 8,5mm, com a posição dos pilares em relação ao plano horizontal foi de 180° e uma inclinação axial de 45°. Sobre estes dentes, foram realizados preparos de coroa total com 6° de convergência e altura de 4,0mm para os incisivos laterais e 6,0mm de altura para os incisivos centrais, com um recobrimento incisal e um término cervical em ombro com ângulos internos arredondados com espessura de 1,2mm ao redor de todo o dente. Para a obtenção dos modelos de trabalho, foram realizadas moldagens com polivinilsiloxano (Dimension Garant –ESPE). Os conectores para a infra-estrutura de metalo-cerâmica e eletrodeposição foram confeccionados com 3,0mm de altura e 2,0mm de largura, enquanto que, para as estruturas de cerâmica pura, foram usados 4,0mm em altura e largura. Todas as próteses foram cimentadas com cimentos resinosos Panavia 21 (Kuraray) e mantidas em solução salina por 24 horas. Os corpos-de-prova foram divididos em grupos de oito amostras e

submetidos a um carregamento dinâmico programado para 1.200.000 ciclos, utilizando cargas de 25N, 1,3Hz colocadas em um simulador de mastigação de duplo-eixo, em um ângulo de 45° em relação ao longo eixo dos dentes, e sincronizadas com uma ciclagem térmica de 5° à 55° por sessenta segundos. As amostras que não fraturaram foram submetidas a um carregamento estático (*quasi static*) em um instrumento de testes universal (Zwisch Z010/TN2S – Germany) em direção ao longo eixo dos dentes pilares a 0°, e uma velocidade de 2,0mm/min, até a fratura. Os resultados demonstraram que, tanto as próteses metalo-cerâmica, quanto às próteses de eletrodeposição não fraturaram durante o carregamento dinâmico realizado pelo simulador de mastigação, enquanto que ocorreram duas fraturas no grupo de dissilicato de lítio Empress 2 e cinco no grupo de Celay In Ceram Alumina. As próteses de cerâmica pura apresentaram fratura nos conectores tanto no carregamento estático como no dinâmico.

Segal⁵⁴ (2001) avaliou a sobrevida de 546 coroas totalmente cerâmicas de In Ceram Alumina. As coroas foram cimentadas com ionômero de vidro, sendo 32,4%, na região anterior e 67,6%, na região posterior e periodicamente examinada pelo mesmo dentista que realizou o trabalho clínico durante seis anos. As observações deste estudo determinaram que cinco coroas falharam: 2 (0,4%) falhas ocorreram na infra-estrutura e 3 (0,5%) falhas ocorreram no recobrimento cerâmico permanecendo a infra-estrutura intacta. Para o autor, o estabelecimento de um protocolo cuidadoso no preparo do dente e na cimentação da coroa resultou numa taxa de sucesso em torno de 99,1% para a região anterior e posterior.

Dias et al.¹⁸ (2002) avaliaram *in vitro* a influência da ciclagem mecânica na interface ceramo-cerâmica (Cergogold - Degussa). Foram confeccionados dez corpos-de-prova cilíndricos, contendo infra-estrutura com dimensões de 5mm de altura por 4mm de diâmetro, sendo a base com 5mm por 1mm de altura e corpo com 4mm de altura por 4mm de diâmetro. O recobrimento cerâmico apresenta as dimensões de 3 x 4mm. Os corpos-de-prova foram divididos em dois grupos: a) controle – sem ciclagem mecânica; b) com ciclagem mecânica, no sentido axial, carga de 5N, frequência de 20Hz, durante 50.000 ciclos. Em seguida, ambos os grupos foram submetidos à resistência ao cisalhamento numa máquina (MTS-810

Material Test System). O grupo controle e o grupo com ciclagem mecânica apresentaram valores médios de tensão de ruptura de 30,83 e 27,46 (MPa), respectivamente, e foram submetidos ao teste *t*'student. Os autores concluíram que não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos.

3 PROPOSIÇÃO

O propósito deste trabalho foi estudar a influência das características químicas e microestruturais nas propriedades mecânicas de dois sistemas totalmente cerâmicos: IPS Empress 2 e In Ceram Alumina - infra-estrutura e IPS Empress 2 e Vitadur Alfa – recobrimento estético cerâmico.

4 MATERIAL E MÉTODO

4.1 Materiais

- a) padrões de resina acrílica calcinável (labortec);
- b) placa de vidro;
- c) placa de acetato;
- d) silicona de adição (massa e fluida) – (Elite HD);
- e) espátula nº 7;
- f) esculpidor le cron;
- g) cera nº 7;
- h) forno Inceramat II (Vita Zahnfabrick);
- i) forno Vacumat 40 (Vita Zahnfabrick);
- j) forno EP 600 (Ivoclar);
- k) forno F100 (Ivoclar);
- l) forno EDGCON3000 (EDG);
- m) revestimento alumina (Vita Zahnfabrick);
- n) vidro de alumina (Vita Zahnfabrick);
- o) pó-líquido - porcelana Vitadur alfa (Vita Zanhfabrik);
- p) revestimento especial IPS Empress 2 (Ivoclar);
- q) anel de fundição (Ivoclar);

4.2 Método

4.2.1 Confeção dos corpos-de-prova(CP)

A confeção da parte correspondente à infra-estrutura dos corpos-de-prova cerâmicos foi realizada de acordo com as recomendações dos respectivos fabricantes.

4.2.1.1 IPS Empress 2 (IP)

Para este sistema, foram usinadas matrizes em resina acrílica calcinável nas dimensões estabelecidas para os ensaios de cisalhamento, flexão e dureza(Figura 1). As matrizes foram colocadas num conformador de anel (Figura 2a) e incluídas no revestimento especial (IPS Empress2 - Ivoclar), seguindo a proporção pó-líquido recomendada pelo fabricante. A manipulação do revestimento foi realizada na espatuladora à vácuo (polidental - São Paulo - Brasil), durante 1 minuto. Após inclusão, permaneceram por 1 hora, antes de serem colocadas num forno para anel, onde o revestimento sofreu o processo de expansão térmica e evaporação das resinas calcináveis (Anusavice²1998). Os anéis foram colocados num forno EDGCON 3000(EDG -São Carlos - Brasil), obedecendo ao ciclo de temperatura ambiente até 250°C, subindo 5°C/min., permanecendo por 30 minutos. Em seguida, elevou-se a temperatura até 850°C, subindo 5°C/min., permanecendo durante 1 hora, perfazendo um total de 4h e 15min.(Quadro 2). Em seguida, os anéis foram colocados num forno de injeção EP 600 sob pressão com controle eletrônico e submetido ao ciclo de temperatura preconizado para a técnica de estratificação: temperatura inicial de 700°C, elevando-se 60°C/min. até 920°C, permanecendo durante 20minutos(Quadro 3). Após o processo de injeção, a cerâmica foi resfriada até a temperatura ambiente e desincluída por meio de jateamento com óxido de alumínio a 100µm (Figura 2b). Os *sprues* (conduto de alimentação) foram separados com um disco fino de

diamante sob refrigeração com água, a fim de evitar o aquecimento excessivo e a possibilidade de produzir fraturas.



FIGURA 1 - Matrizes em resina acrílica calcinável utilizadas para confecção dos corpos-de-prova

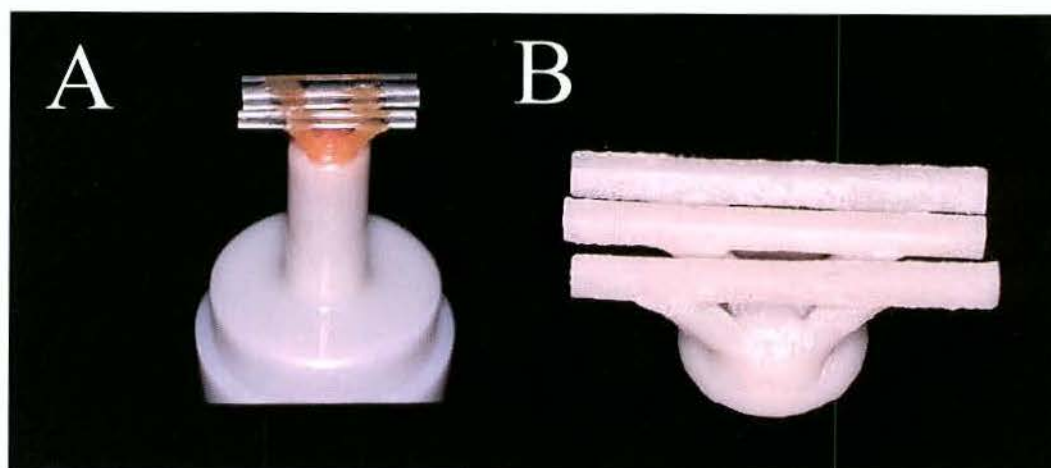


FIGURA 2 - Matrizes adaptadas na base do anel (a) e os corpos-de-prova obtidos após desincliído do anel e eliminados do revestimento

Quadro 2 - Ciclo de temperatura x forno de anel

Temperatura	Tempo de subida	Tempo de permanência	Tempo total
Ambiente - 250°C	5°C/min.	30 min.	255 min.
250°C - 850°C	5°C/min.	60 min.	(4,15h)

Quadro 3 - Ciclo de temperatura x forno de injeção

Temperatura	Tempo de subida	Tempo de permanência	Tempo total
700°C - 920°C	60°C/min.	20 min.	24 min.

4.2.1.2 In Ceram Alumina (IC)

As matrizes de resina acrílica calcinável foram colocadas sob uma base de gesso de revestimento alumina (Vita Zahnfabrick/Alemanha) (Figura 3). A base foi envolvida por cera utilidade e injetada silicona de adição Elite HD – regular (Zhermarck-Rovigo-Itália) sobre as matrizes. Em seguida, interpôs-se uma placa de acetato sobre as matrizes de resina. Após a polimerização, foram removidas a placa e as matrizes, obtendo orifícios no molde de silicona que foram utilizados para confecção dos corpos-de-prova na forma de barras e discos (Figura 4), enquanto para a confecção dos cilindros foi utilizado um dispositivo bi-partido (Figura 5) em resina acrílica sob uma placa de gesso, em cujos orifícios foi aplicado o óxido de alumina (Figura 6). Para a manipulação da alumina (Vita In-Ceram-alumina), utilizou-se a proporção de 38g de alumina, uma gota de aditivo e uma ampola de 5ml do líquido de mesclar, e, em seguida, misturou-se aos poucos num recipiente sob água gelada por 3 minutos, até misturar todo o pó. Após a mistura total, permaneceram por 7 minutos no ultra-som. A aplicação do óxido de alumina foi feita pela técnica do pincel, esperou-se a desidratação e após a remoção das matrizes em alumina, foram levadas ao forno Inceramat 2 (Vita Zahnfabrick/Alemanha) (Figura 7). O ciclo de temperatura inicia-se em torno de 20-45°C até 120°C, durante 6 horas e, em seguida, eleva-se à temperatura a 1120°C, durante 2 horas e permanece por 2 horas, até o término do ciclo (Quadro 4). A seguir, foram submetidas à infiltração do vidro no forno Inceramat 2 (Vita Zahnfabrick-Alemanha) elevando-se a temperatura inicial de 200°C até 1.100°C, por 30 minutos e, permanecendo por 4 horas (Quadro 5). Após infiltrado o vidro

(Figura 8), as superfícies dos CPs foram submetidas ao jateamento com óxido de alumínio ($100\mu\text{m}$) para retirar o excesso de vidro.

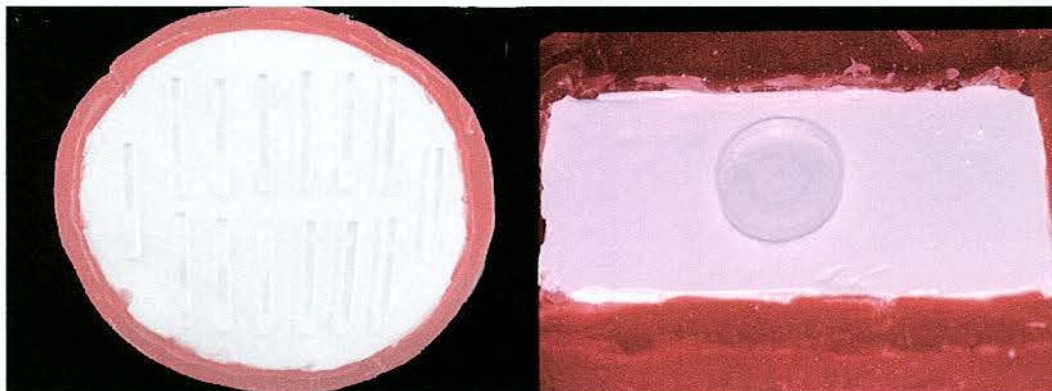


FIGURA 3 - Matrizes sob a base de gesso de revestimento alumina

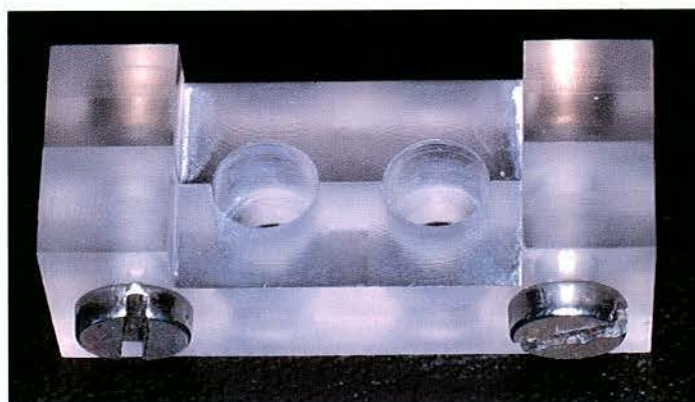


FIGURA 4 - Dispositivo bi-partido para a confecção dos corpos-de-prova cilíndricos

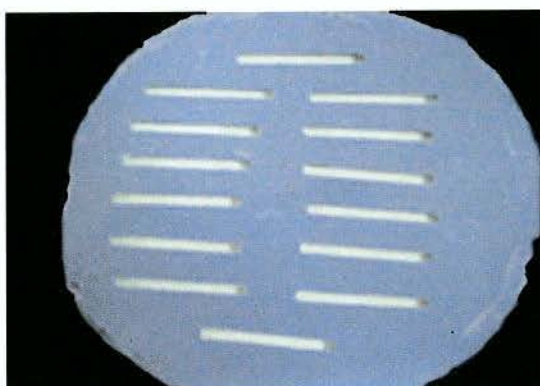


FIGURA 5 - Orifícios obtidos no molde para aplicação da alumina

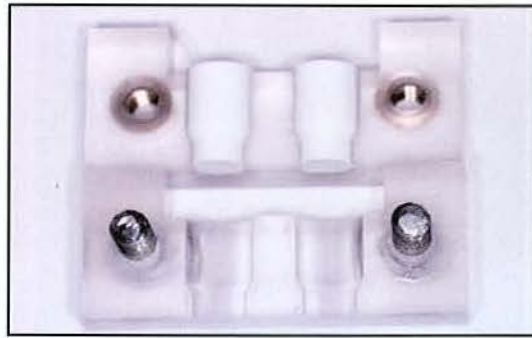


FIGURA 6 - dispositivo bi-partido sob placa de gesso de revestimento alumina

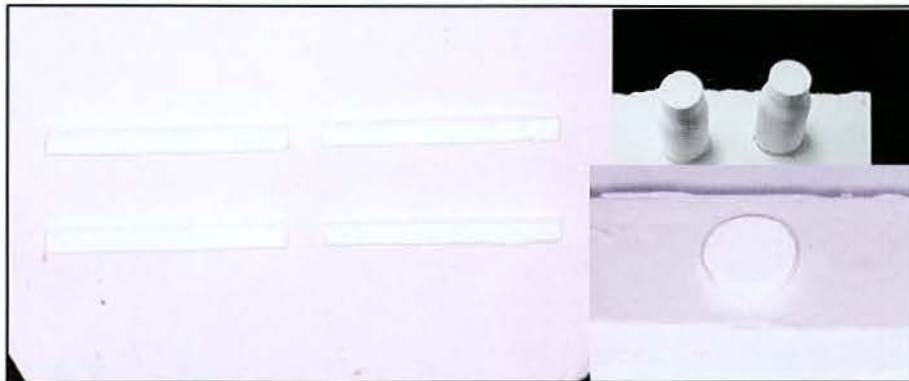


FIGURA 7 - Corpos-de-prova obtidos em Alumina

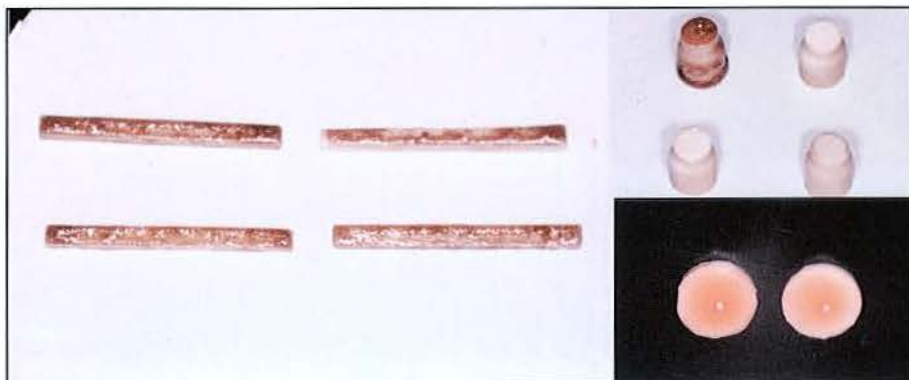


FIGURA 8 - Corpos-de-prova obtidos após infiltração do vidro

Quadro 4 - Ciclo de temperatura x óxido de alumina

Temperatura	Tempo de subida	Tempo de permanência
20-45°C - 120°C	6 horas	-
120°C - 1.120°C	2 horas	2 horas

Quadro 5 - Ciclo de temperatura x Infiltrado de vidro

Temperatura	Tempo de subida	Tempo de permanência
200°C - 1.100°C	30 minutos	4 horas

4.2.1.3 Aplicação do recobrimento estético cerâmico (REC)

Para a aplicação da porcelana foram obedecidas as normas recomendadas pelos fabricantes e a padronização da aplicação da porcelana foi realizada por uma única pessoa especializada. Após a obtenção da infra-estrutura, deu-se a aplicação das porcelanas de corpo: Empress 2 cerâmico (EC) e Vitadur Alfa (VA), de acordo com as recomendações do fabricante. O pó e o líquido foram misturados com uma espátula de vidro até se obter uma massa de consistência cremosa. A seguir, a massa de porcelana foi colocada sobre a parte correspondente de cada infra-estrutura e levada à queima nos fornos recomendados pelos fabricantes.

Quadro 6 - Ciclo de temperatura (Empress 2 cerâmico)

Temperatura inicial	Elevação de temperatura	Temperatura final
403°C	60°C/min. = 6,6min.	800°C

Quadro 7 - Ciclo de temperatura (Vitadur alfa)

Temperatura	Tempo de elevação	Temperatura de queima
600°C - inicia o vácuo	60°C/min. = 6min.	960°C

Em virtude da contração que ocorreu durante a etapa de queima do recobrimento estético cerâmico, foi realizada uma segunda queima para correção.

Para o ensaio de flexão em quatro pontos, foram confeccionadas 18 barras de perfil retangular para cada grupo. Os quatro grupos são: a) In Ceram Alumina (IC); b) In Ceram Alumina/Vitadur alfa (IC/VA); c) IPS Empress 2 (IP); d) IPS Empress2/Empress 2 cerâmico (IP/EC). Baseado nas normas da American Society for Testing Material (ASTM) 2001, as barras apresentaram as dimensões finais de aproximadamente 25,0mm de comprimento x 2,0mm de largura x 1,5mm de altura, correspondendo ao material de infra-estrutura (Figura 9) e 25,0mm x 2,0mm x 1,0mm correspondendo ao REC (Figura 10). Após a confecção das barras, as superfícies da infra-estrutura foram retificadas e, após a aplicação do REC, também foram submetidas à planificação numa máquina de retífica.

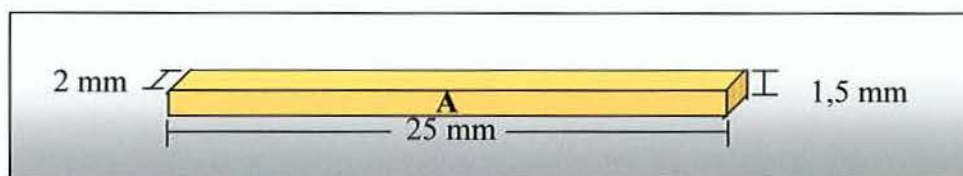


FIGURA 9 - Barra retangular: a) infra-estrutura

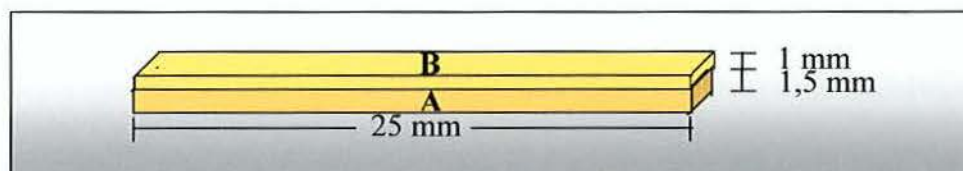


FIGURA 10 - Barra retangular: a) infra-estrutura e b) recobrimento estético cerâmico

Para o ensaio de cisalhamento foram confeccionados quarenta corpos-de-prova cilíndricos, sendo dez CPs para cada um dos quatro grupos: a) In Ceram Alumina/Vitadur alfa (IC/VA) com ciclagem mecânica; b) IC/VA sem ciclagem mecânica; c) IPS Empress 2 /Empress 2 cerâmico (IP/EC) com ciclagem mecânica; d) IP/EC sem ciclagem mecânica. A parte correspondente à infra-estrutura apresenta uma extremidade maior nas dimensões de 5,0mm de base x 5,0mm de comprimento, 1,0mm de estreitamento e uma extremidade menor de

2,0mm de comprimento x 4,0mm de diâmetro na base (Figura 11a). Esta extremidade maior do CP funciona como um *stop* dentro do dispositivo metálico, utilizado para o teste de resistência ao cisalhamento.

A parte correspondente ao REC apresenta superfícies de 4,0mm da base dos cilindros nos quais foi aplicada uma camada de 3,0mm de altura por 4,0mm de diâmetro de material estético cerâmico (Figura 11b).

Para a aplicação do REC sobre esta infra-estrutura foi utilizado um dispositivo de resina acrílica calcinável (Figura 13), sendo aplicado à massa cerâmica e realizada a segunda queima com o dispositivo no forno, o qual foi eliminado por evaporação e proporcionou uniformidade às superfícies, necessária para o referido ensaio.

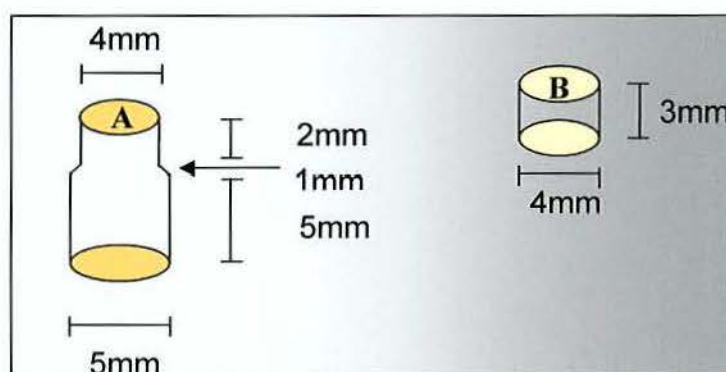


FIGURA 11 - Desenho esquemático do corpo-de-prova: a) infra-estrutura e b) recobrimento estético cerâmico

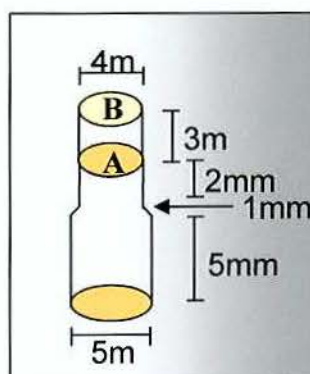


FIGURA 12 - Desenho esquemático do corpo-de-prova concluído

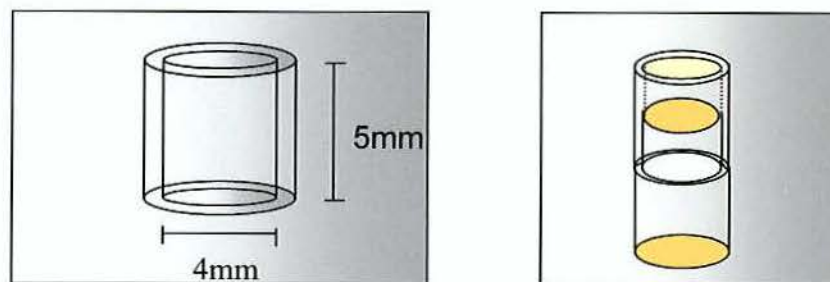


FIGURA 13 - Dispositivo de resina acrílica calcinável, utilizado para a confecção do recobrimento estético cerâmico

Para o ensaio de microdureza Vickers, foram utilizados apenas quatro CP com formato de disco, divididos em quatro grupos: a) IC; b) IC/VA; c) IP; d) IP/EC. Os discos apresentaram as dimensões aproximadas de 8,0mm x 1,2mm de infra-estrutura (Figura 14a) e 8,0mm x 1,0mm de REC (Figura 14b). Os discos dos grupos b e d, correspondem à Figura 15. A seguir, as amostras de cada grupo foram embutidas em resina acrílica e planificadas numa máquina de retífica, para verificar a dureza Vickers.

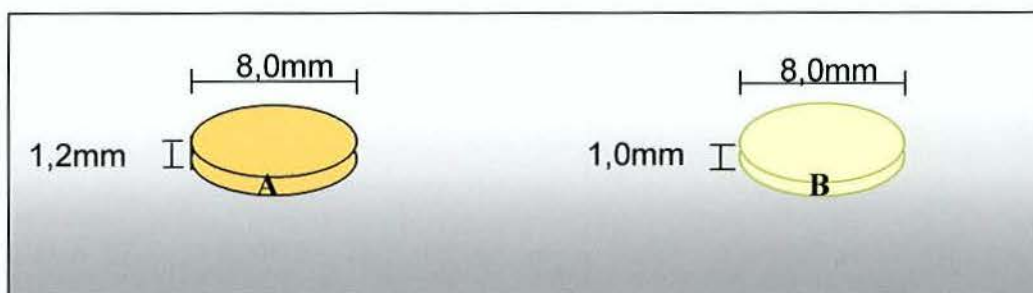


FIGURA 14 - Desenho esquemático: a) infra-estrutura e b) recobrimento estético cerâmico

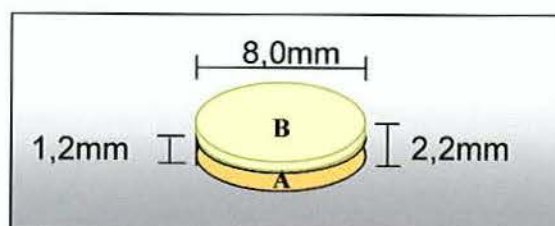


FIGURA 15 - Desenho esquemático do conjunto: a) infra-estrutura e b) recobrimento estético cerâmico

4.2.2 Caracterização das propriedades mecânicas das cerâmicas e das interfaces infra-estrutura/recobrimento estético cerâmico

4.2.2.1 Ensaio de flexão em quatro pontos

O ensaio de flexão em quatro pontos foi utilizado para a medição da resistência mecânica à fratura de cerâmicas de IE e REC. Dentre os métodos existentes, Nono⁴⁰, 1990; Piorino⁴⁶, 1990 destacam que o ensaio de flexão em quatro pontos é o que fornece valores mais confiáveis de tensão de ruptura para cerâmicas, devido a uma maior área de incidência da força aplicada, resultando em uma distribuição de tensões mais homogênea no corpo-de-prova. Na configuração do ensaio de flexão em quatro pontos, o CP é apoiado em dois pontos e a carga é aplicada em dois pontos, permitindo que um volume maior do corpo seja submetido ao carregamento e criando uma região, entre as cargas aplicadas, na qual a tensão e o momento fletor são máximos (Figuras 16 e 17). Desta forma, a tensão não é localizada, o que minimiza a influência dos defeitos internos e superficiais na tensão de ruptura do material.

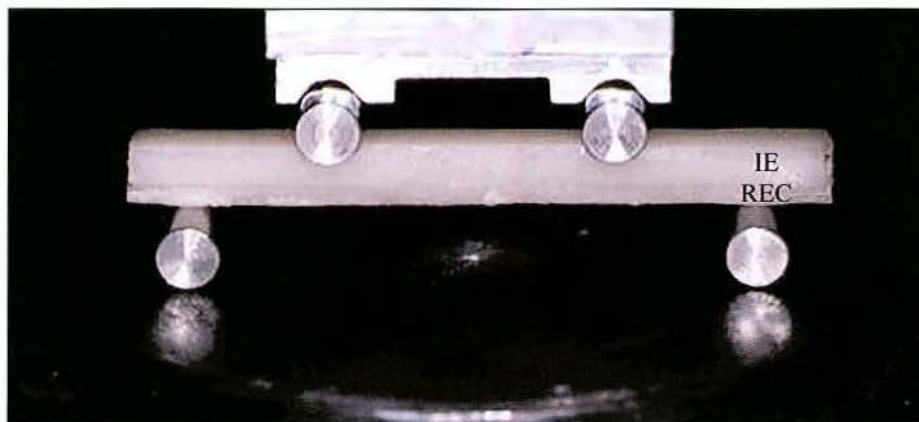


FIGURA 16 - Dispositivo utilizado no ensaio de flexão em quatro pontos

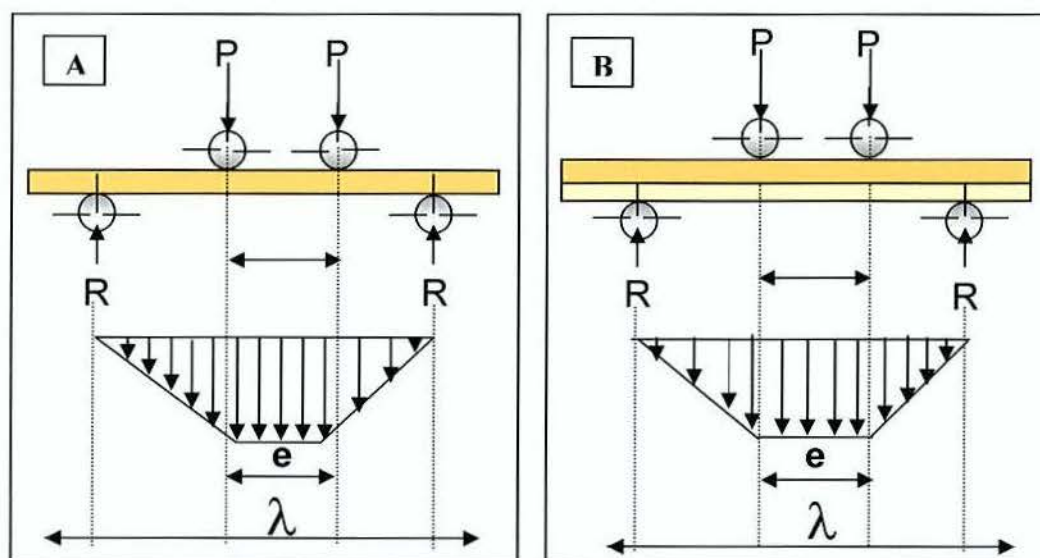


FIGURA 17 - Esquema do ensaio de flexão em quatro pontos e a distribuição de tensões sofrida pelo corpo-de-prova: a) sem recobrimento e b) com recobrimento

A tensão de ruptura, em flexão em quatro pontos, será obtida pela equação (Figura 18):

$$\sigma = \frac{2P}{3bh^2} (\lambda - e)$$

onde:

$$\begin{array}{ll} \sigma = \text{tensão de resistência à flexão (MPa)} & h = \text{espessura do corpo de prova (1,5mm)} \\ P = \text{carga aplicada (kgf)} & \lambda = \text{espaçamento dos apoios (20mm)} \\ b = \text{largura do corpo de prova (2mm)} & e = \text{espaçamento dos pontos de aplicação} \\ & \text{de carga (10mm)} \end{array}$$

FIGURA 18 - Equação aplicada para cálculo da tensão de ruptura no ensaio de flexão para cada material

Antes de serem submetidos ao ensaio de flexão, Os CPs em forma de barras foram analisados por meio de raios X (odontológico) com a finalidade de identificar a presença de macrofalhas (porosidades, fissuras), especificamente no espaçamento dos pontos de aplicação da carga ($e = 10,0\text{mm}$). A identificação de defeitos nesta área (e) elimina o CP do ensaio, porque este fato está associado ao processo de fabricação, possivelmente devido à incorporação de bolhas de ar durante a aplicação do material alumina, não sendo característica do material.

Após esta análise prévia, foram realizados ensaios de flexão em 18 corpos-de-prova, para cada material, sendo utilizada a velocidade de aplicação da carga de $0,5\text{mm/min}$. As superfícies dos CPs foram retificadas com o objetivo de diminuir a quantidade de defeitos superficiais e, desta forma, minimizar a influência destes na resistência à fratura dos materiais em estudo. Os CPs ensaiados (barras) apresentaram, após a etapa de retífica, as dimensões aproximadas de $25,0 \times 2,0 \times 1,5 \text{ mm}$, de acordo com a norma da ASTM¹. Estes ensaios foram realizados, utilizando a máquina de ensaios mecânicos universal Instron, modelo 4301^{*}, acoplada a um microcomputador, para o controle dos parâmetros do ensaio e obtenção de dados.

4.2.2.2 Ensaio dinâmico de compressão (ciclagem mecânica)

O objetivo deste ensaio foi determinar a resistência dos CPs na interface entre infra-estrutura cerâmica e o REC, depois de submetidos a aplicações de carga de compressão de valor constante (50N).

^{*} Laboratório de Ensaios Mecânicos, no AMR/IAE/CTA

O ensaio de ciclagem mecânica foi utilizado porque permite uma melhor simulação das condições orais (Ohyama et al.⁴¹1999), pois as cerâmicas são susceptíveis a tensões mecânicas e o teste de ciclagem mecânica é adequado e importante para avaliar a performance clínica das restaurações.

Os CPs foram divididos em seis grupos, sendo que a metade dos grupos (1,2 e 3) corresponde ao grupo controle e não serão submetidos à ciclagem mecânica, enquanto os grupos (4,5 e 6) foram submetidos à ciclagem mecânica.

Os CPs 3 e 4 foram fixados paralelamente a uma superfície plana em um meio aquoso (água destilada). A seguir, foram submetidos a uma carga de impacto no sentido axial, na superfície do recobrimento estético cerâmico. Para este ensaio, foi utilizada uma máquina de ensaio para fadiga-desgaste*, aplicando uma força de 50N, com uma frequência de 1Hz e 2×10^4 ciclos (Figura 19). A padronização da carga aplicada baseia-se no fato de representar cerca de 60% da carga de fratura de um dos materiais do conjunto. A frequência e o número de ciclos foram determinados por se adequar às condições clínicas e estão baseados nos trabalhos de Chen et al.¹¹, 1999; Ohyama et al.⁴¹, 1999.



FIGURA 19 - Ensaio de ciclagem mecânica, mostrando o sentido do impacto repetitivo na superfície do corpo-de-prova*

* Aparelho desenvolvido por Itinoche para tese de doutorado com auxílio da FAPESP - Processo nº 99/10957-1

4.2.2.3 Ensaio de cisalhamento

Este ensaio foi utilizado para a determinação da resistência adesiva na interface entre a infra-estrutura cerâmica e o REC de dois sistemas cerâmicos. O teste de cisalhamento consiste na resistência ao deslizamento de uma porção de um corpo sobre outro. Também pode ser produzida por uma ação torsional no material. É calculado pela divisão da força pela área paralela da direção da força (Anusavice², 1998)

Os ensaios para determinar a resistência ao cisalhamento foram realizados numa máquina universal marca Instron, modelo 4301*, com célula de carga de 500K. Para este ensaio, foi adaptado um dispositivo, em aço. Esta ferramenta tem um orifício no centro que será adaptado o conjunto do CP, sendo a interface submetida à ação de cisalhamento (Figura 20).



FIGURA 20 - Dispositivo metálico para a realização do ensaio de cisalhamento (Itinoche²⁹, 1999)

A superfície cilíndrica do dispositivo receberá o CP, incluída a porção cerâmica (infra-estrutura) e o recobrimento estético cerâmico. Quando adaptado

ao orifício do dispositivo, a porção do REC situar-se-á no cilindro interno e a porção da infra-estrutura cerâmica ficará na parte externa.

A carga uniaxial (F) deverá ser aplicada na interface, conforme mostrado na Figura 21. A força será aplicada em uma velocidade constante de 0,5 mm/min., até a ocorrência da fratura do corpo-de-prova.

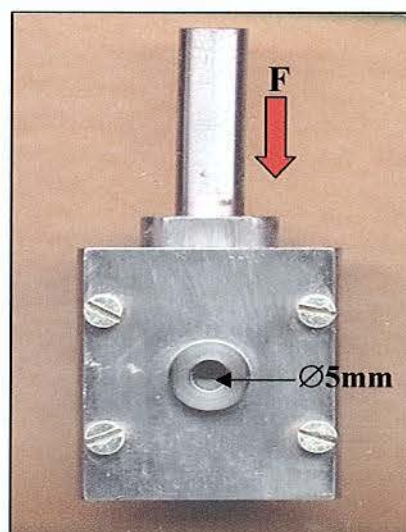


FIGURA 21 - Cilindro interno acoplado ao externo e o sentido da força de cisalhamento

4.2.2.4 Microdureza Superficial Vickers

Para este ensaio, foram confeccionados quatro corpos-de-prova em forma de discos, sendo um de cada grupo. Após a retífica da superfície, os CPs apresentaram as dimensões de 8,0mm x 1,2mm, correspondente à infra-estrutura e 8,0 x 1,0mm, correspondente ao REC. Neste caso, a retífica foi utilizada com o objetivo de minimizar os defeitos superficiais e, assim, aumentar a confiabilidade nos resultados. A seguir, foram embutidos em resina acrílica para garantir o paralelismo entre as superfícies superiores e inferiores.

A microdureza superficial das cerâmicas e das regiões de interface entre elas foi determinada pelo uso da técnica de penetração Vickers (Nono⁴⁰, 1990). Nesta técnica, a determinação da microdureza está baseada no tamanho da impressão causada na superfície do material pela carga aplicada no penetrador de diamante

* Laboratório do AMR/IAE/CTA

(Figura 23). Este penetrador tem formato piramidal, com secção quadrada. A microdureza do material foi calculada através da equação (Figura 22):

$$H_v = \frac{2P \operatorname{sen} \Theta / 2}{a^2}$$

onde: H_v = dureza Vickers (MPa)

P = carga aplicada pelo penetrador (kgf)

Θ = ângulo de inclinação do penetrador

a = metade do comprimento da diagonal da impressão (cm)

FIGURA 22 - Equação aplicada para a determinação dos valores de microdureza Vickers

Este ensaio foi utilizado porque apresenta os resultados mais reprodutíveis para materiais frágeis. Os valores obtidos de microdureza Vickers não foram submetidos à análise estatística pois os valores medidos apresentam dispersões muito pequenas o que lhes confere uma alta confiabilidade.

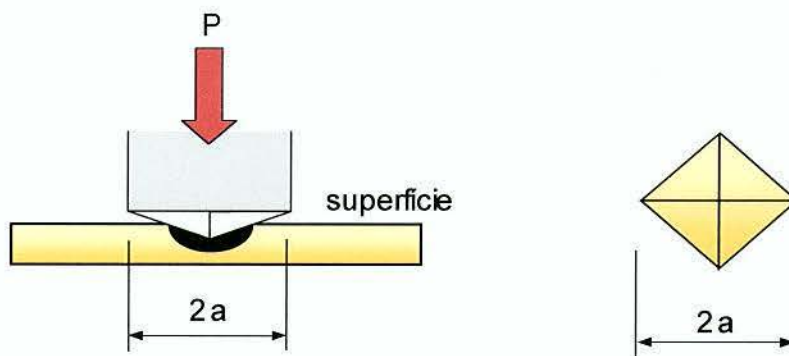


FIGURA 23 - Técnica de impressão Vickers para a medição da microdureza superficial da cerâmica

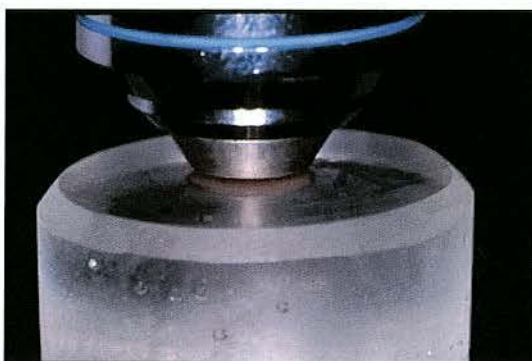


FIGURA 24 - Impressão Vickers na superfície do corpo-de-prova

As medições de microdureza foram realizadas em número de cinco vezes nas superfícies de cada material cerâmico (Figura 24), utilizando um microdurômetro da marca Wilson, modelo 4TTaBB*.

4.2.3 Caracterização das cerâmicas sinterizadas, conforme o diagrama abaixo (Figura 25)

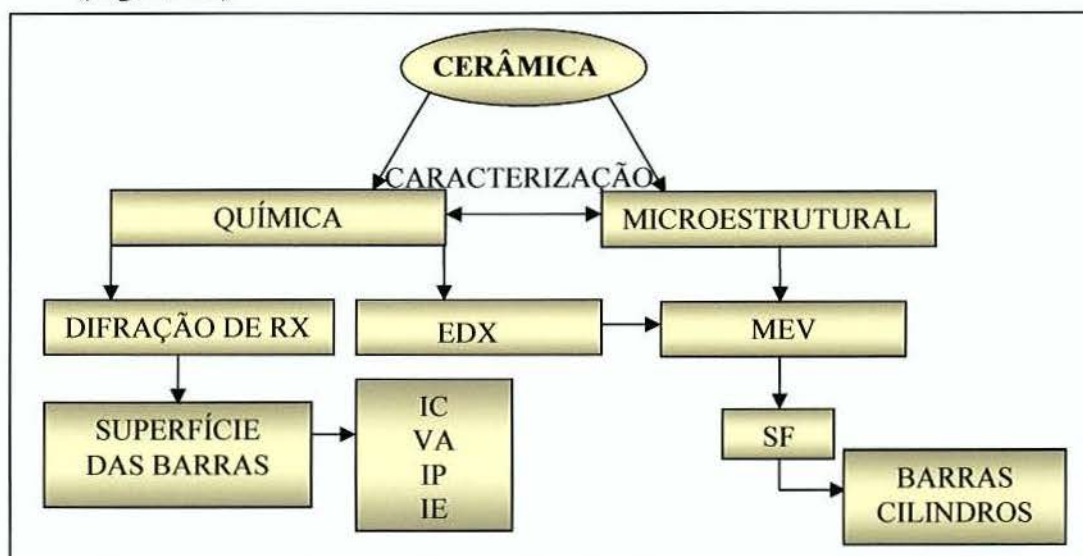


FIGURA 25 - Diagrama esquemático para identificação das caracterizações químicas e microestruturais nas superfícies dos materiais cerâmicos

4.2.3.1 Identificação de compostos químicos e das fases cristalinas por difração de raios X

A técnica de difração de raios X, baseada na Lei de Bragg, foi utilizada para a identificação dos compostos químicos e das fases cristalinas presentes nas cerâmicas sinterizadas de infra-estrutura e de REC. A identificação das fases foi feita pela comparação dos dados obtidos a partir dos difratogramas com os dados

* Laboratório do AMR/IAE/CTA

tabelados nas fichas JCPDS. O equipamento utilizado foi um difratômetro de raios X da marca Philips, modelo PW1380/80*.

4.2.3.2 Análise topográfica por microscopia eletrônica de varredura

Para a análise da microestrutura das cerâmicas sinterizadas, foi utilizado o MEV. Esta técnica permite uma excelente visualização topográfica das amostras, através de imagens de suas superfícies. A obtenção destas imagens é conseguida pelo princípio da reflexão do feixe de elétrons, que é projetado sobre a superfície da amostra. As cerâmicas sinterizadas necessitam de um recobrimento das superfícies a serem analisadas com uma fina camada condutora de metal não oxidável (50 a 100 Angstrom), depositados via vaporização ou *sputtering* iônico. Este recurso deve ser usado, pois a cerâmica não é boa condutora elétrica e, portanto, os elétrons não serão refletidos adequadamente. Neste trabalho o recobrimento foi feito com ouro 24 quilates.

As superfícies das amostras, depois de submetidas ao ensaio de flexão em quatro pontos, ciclagem mecânica e cisalhamento, foram observadas por meio de um microscópio eletrônico de varredura marca Jeol, modelo JMS 5310**, acoplado numa estação de trabalho para análise das condições de fratura e das interfaces, respectivamente. O objetivo foi verificar o estado de densificação da microestrutura (poros), os possíveis defeitos remanescentes após os ensaios mecânicos (trincas, descolamento do REC).

4.2.3.3 Análises químicas semi-quantitativas por EDX

As análises semi-quantitativas dos elementos químicos presentes nas cerâmicas de infra-estrutura e respectivos recobrimentos foram feitas utilizando a

* Alocado no LAS/CTE/INPE, em São José dos Campos.

** Laboratório Associado de Sensores e Materiais, no Centro de Tecnologias Especiais, no Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais - LAS/CTE/INPE.

técnica de EDX (Espectrometria por energia dispersiva ou Energy Dispersive Spectrometry - EDS), por mapeamento por área. A técnica de EDX é baseada na análise da energia característica emitida por cada elemento componente da tabela periódica, como resultado da incidência de um feixe de elétrons na superfície da amostra em análise. O dispositivo EDX está acoplado ao MEV citado no item (4.2.3.2).

4.2.3.4 Densidade - massa específica / volume

Os CPs para determinação da densidade e para o ensaio de flexão em quatro pontos foram os mesmos. Todos deverão ser na forma de barra de perfil retangular (Figura 12), com as dimensões finais de aproximadamente 25,0mm de comprimento, 2,0mm de largura e 1,5mm de altura. Foram obtidos pela sinterização dos pós ou pastilhas de infra-estrutura (IPS Empress 2 e In Ceram Alumina), de acordo com as temperaturas e tempos utilizados para a confecção de CP descritos nos itens 4.2.1.1 e 4.2.1.2. Após a sinterização, os CPs tiveram as suas superfícies planificadas para a minimização de defeitos superficiais e acerto de suas dimensões finais.

Para a medição das dimensões do corpo cerâmico, foi utilizado um paquímetro de precisão decimal (Mitutoyo-Japão). O valor da massa específica foi obtido a partir da média de medições em 36 CP, por meio de uma balança digital (Metler AE-160-Greifenser-Zurich-Switzerland). A densidade do material será dada pela massa específica sobre o volume dos CPs em forma de barra, de acordo com a Figura 26.

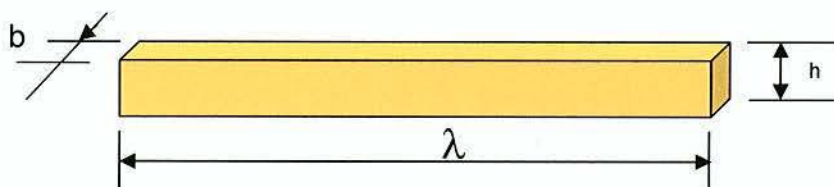


FIGURA 26 - Desenho esquemático do CP a ser utilizado nos ensaios para as caracterizações das cerâmicas

O cálculo da densidade específica das amostras será feito utilizando a seguinte equação:

$$D = m/v$$

$$V = \lambda \cdot h \cdot b$$

onde:

λ = comprimento (cm)

h = espessura (cm)

b = largura (cm)

m = massa (g)

FIGURA 27 - Equação utilizada para a determinação da densidade do material

4.2.3.6 Tratamento estatístico de dados

A variável dependente é a flexão (primeira parte de nosso estudo) e o cisalhamento (segunda parte de nosso estudo), medido operacionalmente pelos valores em (MPa) obtidos numa máquina de ensaio universal Instron 4301.

Em cada réplica, selecionamos de forma casual uma condição experimental para cada unidade experimental. Na primeira parte, referente ao teste de flexão, pelo teste não paramétrico de *Kruskal-Wallis*, e ainda, efetuamos a análise de distribuição de *Weibull* comumente indicada para materiais cerâmicos. Na segunda parte, referente ao teste de cisalhamento, pelo método estatístico paramétrico da análise de variância (ANOVA) a dois critérios fixos.

A idéia, na análise de variância, é comparar a variação devida aos níveis dos fatores com a variação devida ao acaso ou ao resíduo. Para a primeira parte, referente à flexão, os quatro níveis do fator material cerâmico são comparados entre si. Para a segunda parte de nosso estudo, referente ao cisalhamento, os níveis dos fatores a serem comparados são: a) tipo de material cerâmico; b) tipos de condição de ciclagem; c) interação entre o material e a ciclagem.

O objetivo do nosso experimento, ou seja, nossa hipótese em investigação, é identificar uma relação causal entre a variável independente e a variável dependente. Pretendemos rejeitar a hipótese de igualdade a favor da nossa hipótese em investigação. Com esta finalidade, aplicamos o teste estatístico para verificar se os dados oferecem suficiente evidência para rejeitarmos a hipótese de igualdade.

Por ora, convém recordar: em testes estatísticos, copiamos a estratégia matemática de prova por contradição. Começando com uma hipótese H_0 (hipótese de igualdade, ou nulidade) que se quer rejeitar, supomos que H_0 é verdadeiro e desenvolvendo argumentos de forma correta, se chegamos a uma contradição, então a hipótese H_0 deve ser falsa. Em estatística, copiamos este enfoque, mas em vez de atingir uma contradição, observamos um resultado improvável.

Os valores da estatística F , obtidos na aplicação do teste, indicam uma determinada probabilidade de ocorrência sob a hipótese de igualdade. Quando os valores de F obtidos corresponderem a probabilidades de ocorrência (ou valor de prova) que podemos caracterizar como improváveis, então, poderemos aceitar a nossa hipótese em investigação porque os dados amostrais apresentaram evidências suficientes para rejeitarmos a hipótese de igualdade. O princípio que direciona o nosso julgamento é o seguinte: "se uma observação é rara (ou improvável) sob determinada hipótese, então é prova contra esta hipótese".

O nível de significância adotado para rejeitarmos a hipótese de igualdade entre os efeitos produzidos pelos fatores, bem como os da interação entre esses fatores, foi o valor convencional de 5%.

Quando for possível rejeitar as hipóteses mencionadas nos casos acima, então, será efetuado: a) para a abordagem paramétrica, o teste de Tukey, ao nível de 5%; b) para a abordagem não paramétrica; o teste de Dunn, ao nível de 5%, para detectar em quais níveis deu-se a diferença.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Caracterização química por EDX

A caracterização química utilizando EDX permitiu a identificação dos elementos químicos presentes nos materiais cerâmicos.

Nas Figuras 28 e 29 são mostradas as curvas dos espectros dos elementos químicos presentes nas superfícies de fraturas dos materiais: IPS Empress 2 - IE e Empress - REC, respectivamente.

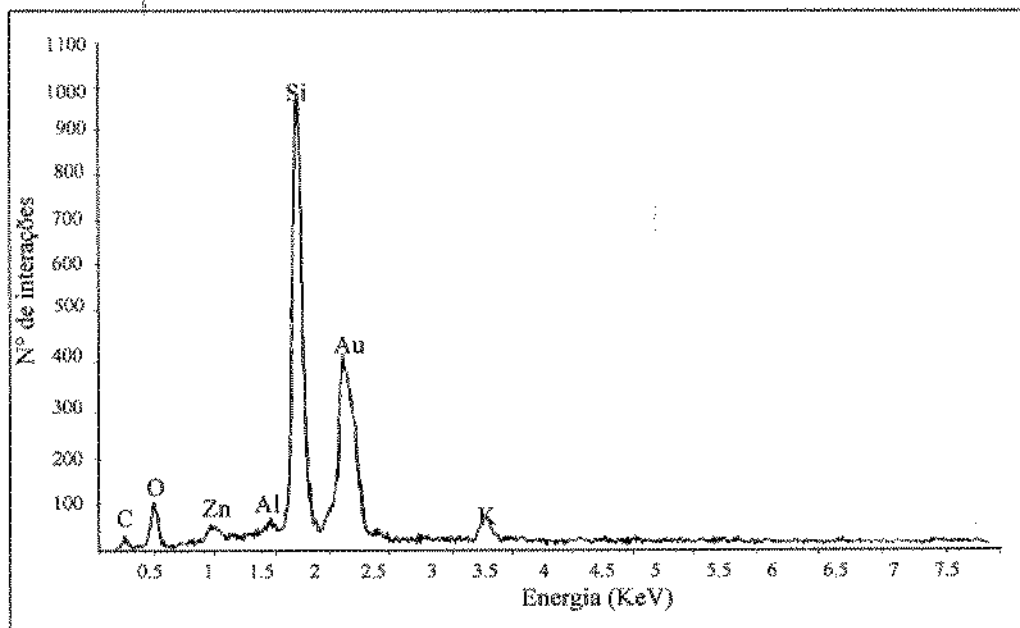


FIGURA 28 - Espectro obtido por EDX para o material cerâmico de infra-estrutura: IPS Empress 2

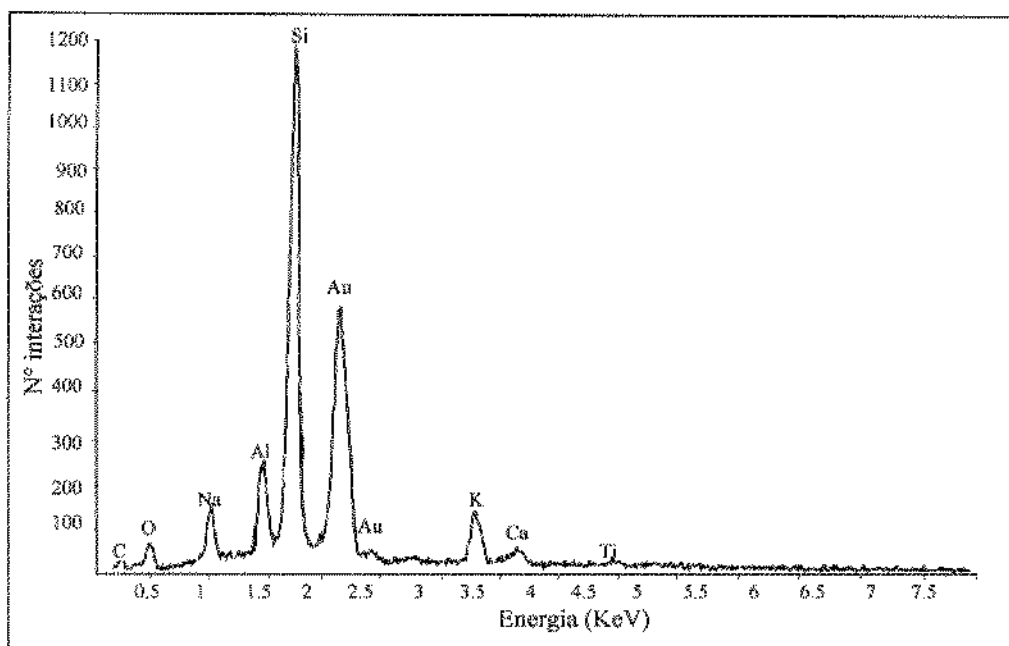


FIGURA 29 - Espectro de EDX do recobrimento estético cerâmico: Empress cerâmico

De acordo com os espectros acima, observa-se que os elementos Al, Si, K e O são comuns em ambos os materiais. No entanto, o IPS Empress 2 contém em sua composição química o elemento Zn e o Empress cerâmico os elementos Na, Ca e Ti. O elemento Au está presente em ambos os materiais pois foi depositado na forma de filme na superfície das cerâmicas para atuar como condutor de elétrons, uma vez que estes materiais são isolantes. Em microscopia eletrônica de varredura é necessário uma superfície condutora para que ocorra a interação com o feixe de elétrons e conseqüente geração de imagem. O C presente em ambos os materiais é proveniente do óleo da bomba do sistema de vácuo. Embora o IPS Empress 2 também apresente Li na sua composição, em virtude do seu baixo peso atômico este elemento químico não é detectável por espectrometria de espalhamento de raios X (EDX).

Nas Figuras 30 e 31 são mostradas as curvas dos espectros dos elementos químicos presentes nas superfícies de fratura dos materiais: In Ceram Alumina - IE e Vitadur Alfa - REC, respectivamente.

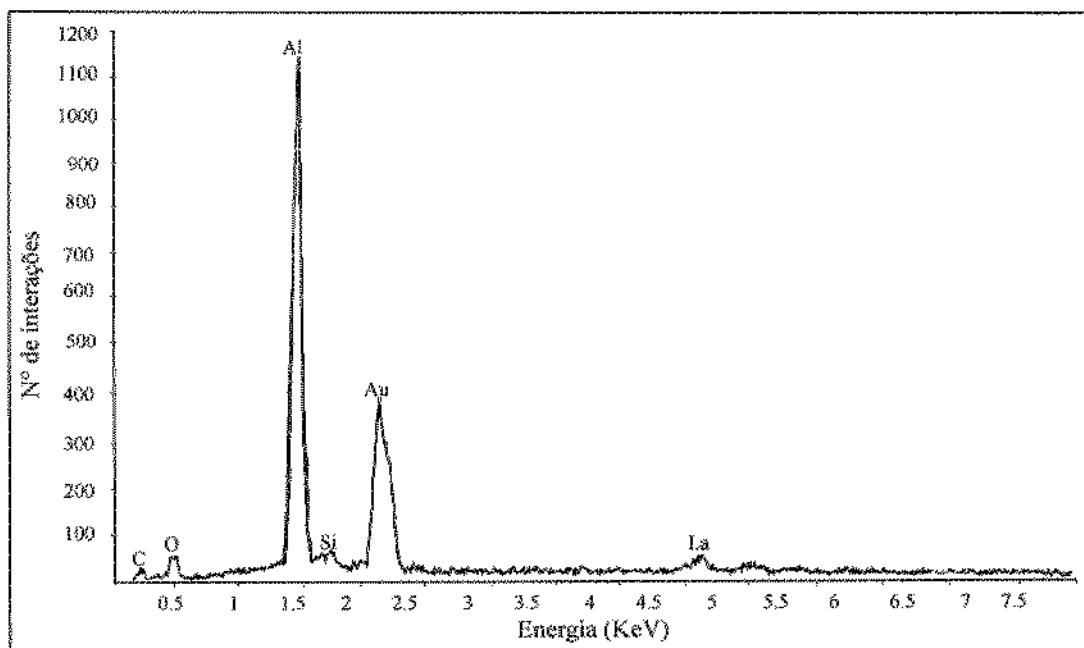


FIGURA 30 - Espectro obtido por EDX para o material cerâmico de infra-estrutura: In Ceram Alumina

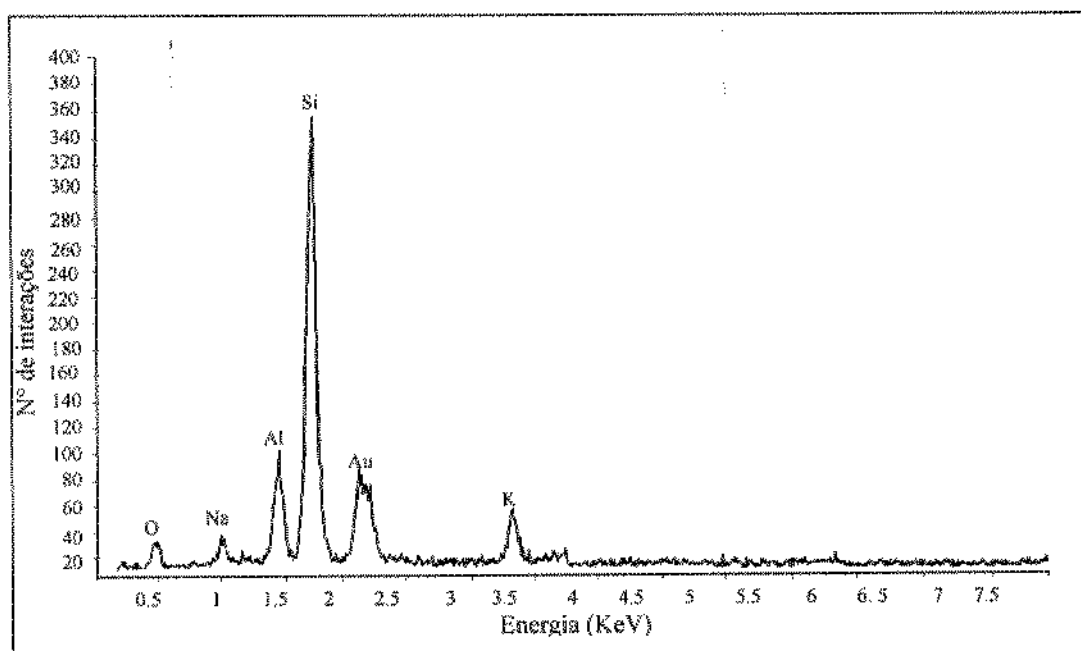


FIGURA 31 - Espectro de EDX do revestimento estético cerâmico: Vitadur Alfa

Nos espectros acima podem ser observados os espectros dos elementos Al, Si e O que são comuns em ambos os materiais, entretanto o In Ceram Alumina apresenta La e o Vitadur Alfa apresenta Na e K. As justificativas para a presença de Au e C são as mesmas discutidas anteriormente.

Os dados obtidos por análise dos espectros de EDX, mostrados nas Figuras 28 a 31, são evidenciados no Quadro 8.

Quadro 8 - Composição química dos materiais cerâmicos (% em peso dos elementos) em estudo neste trabalho:

Material	Elementos químicos (% em peso)								
	Si	Al	K	Na	Ca	La	Ti	Zn	O
IPS Empress 2	56,29	0,98	5,71	-	-	-	-	5,75	31,28
In Ceram Alumina	3,06	64,04	-	-	-	16,34	-	-	16,56
Empress cerâmico	51,34	7,79	10,32	6,36	3,72	-	1,87	-	18,60
Vitadur Alfa	53,21	10,73	10,76	2,72	-	-	-	-	22,58

Os resultados das análises químicas para o IPS Empress 2 comprovam a presença de silicatos devido à alta concentração de Si, O e outros elementos característicos das composições químicas de porcelanas dentárias (Na, K e Al). O La, Ti e Zn são característicos deste material. A composição química do In Ceram Alumina difere bastante na quantidade de Al e Si, uma vez que este material apresenta alta concentração de alumina (Al_2O_3), de acordo com a literatura. Neste caso, o Si faz parte do material para atuar como ligante das partículas de alumina. Este fato também foi observado por Bieniek & Marx⁵, 1994.

Com relação à análise dos materiais de recobrimento estético cerâmico vítreo Empress cerâmico e Vitadur Alfa, os resultados confirmam uma alta porcentagem de Si para ambos os casos e outros elementos que são característicos na composição de vidros. Estes dados são coerentes com os resultados encontrados por Schmid et al.⁵², 1990; Holland²⁶, 1998.

Para os materiais analisados, os resultados obtidos por EDX foram coerentes com os encontrados na literatura.

5.2 Caracterização de compostos químicos por difração de raios X

Nas Figuras 32 a 35 são mostrados os difratogramas de raios X dos materiais estudados neste trabalho.

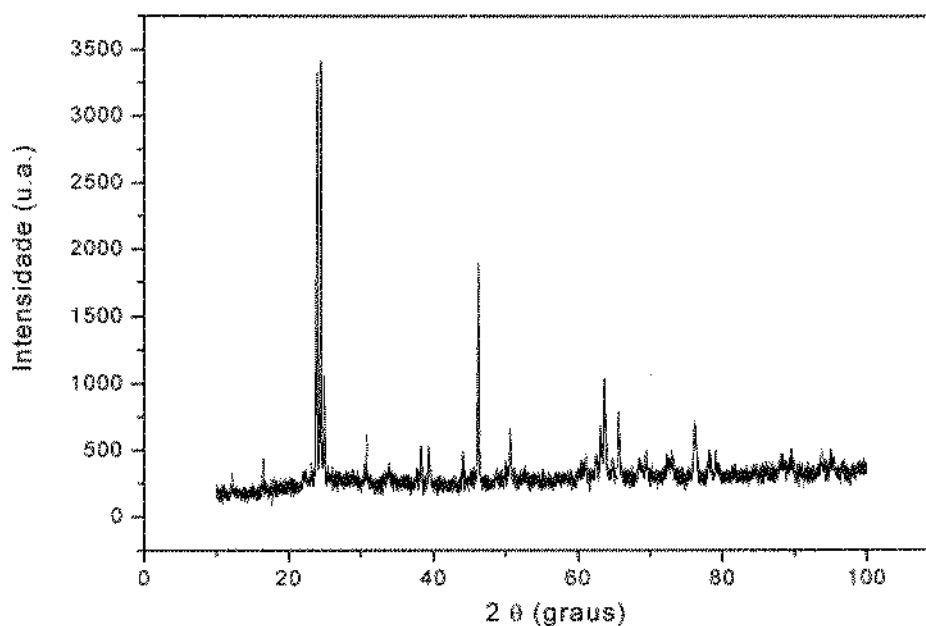


FIGURA 32 - Difratograma de raios X da superfície do material de infra-estrutura: IPS Empress 2

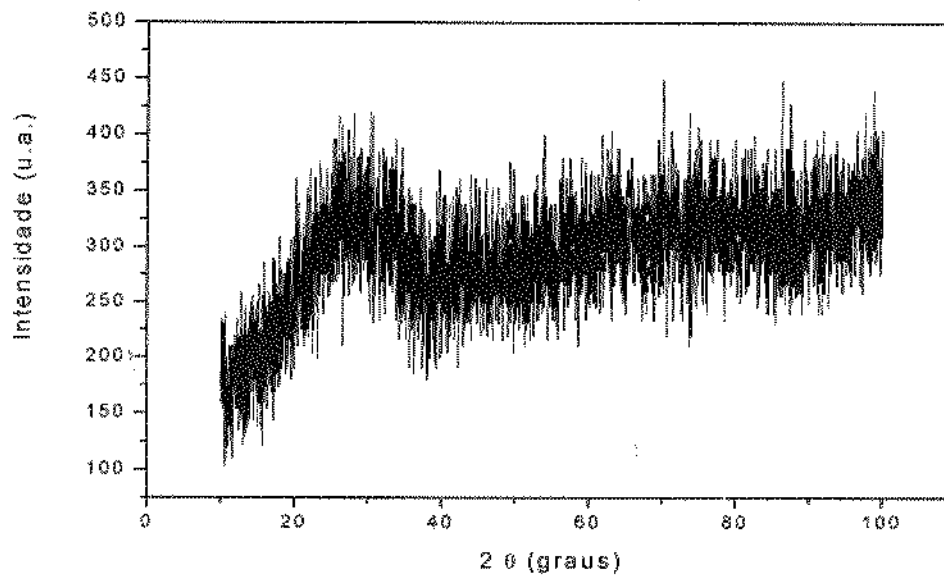


FIGURA 33 - Difratoograma de raios X da superfície do material de recobrimento estético cerâmico: Empres cerâmico

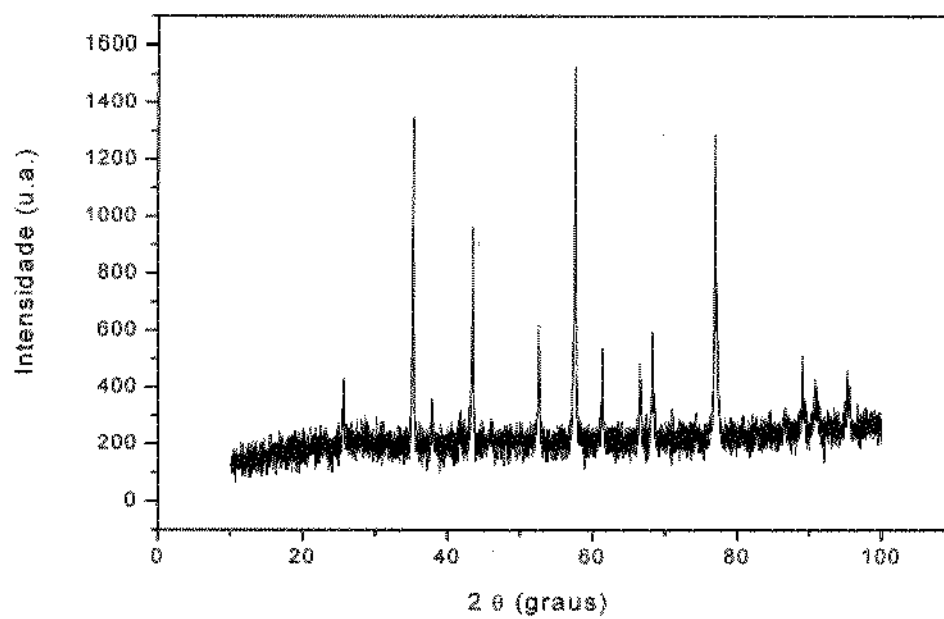


FIGURA 34 - Difratoograma de raios X da superfície do material de infra-estrutura: In Ceram Alumina

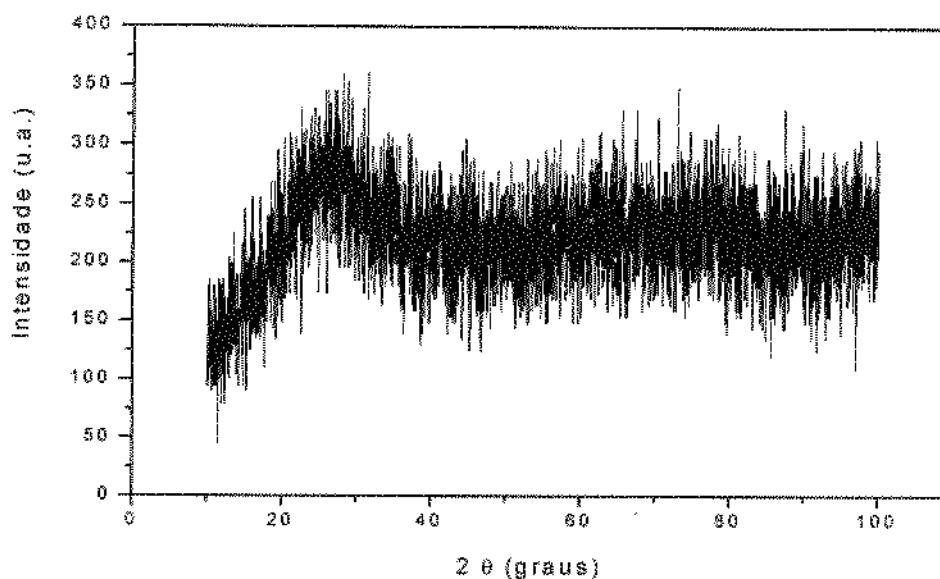


FIGURA 35 - Difratoograma de raios X da superfície do material de revestimento estético cerâmico: Vitadur Alfa

Comparando os difratogramas de raios X, observamos que a maioria dos picos de difração característicos são das fases cristalinas compostas de: dissilicato de lítio ($\text{Si}_2\text{O}_2 \cdot \text{Li}_2\text{O}$) para IPS Empress 2 e óxido de alumina ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) para o In Ceram Alumina.

Os materiais de revestimento estético Empress 2 cerâmico e Vitadur Alfa apresentaram difratogramas característicos de substâncias amorfas, ou seja, vítreas.

Denry & Rosenstiel¹⁵, 1993; Marckert & Russel³⁵, 1996; Rasmussen et al.⁴⁹, 1998 utilizaram em seus estudos as caracterizações químicas por difração de raios X para determinar a fase cristalina de diversos materiais cerâmicos. Baseado nestas investigações, o nosso estudo caracterizou as fases cristalinas das cerâmicas de infra-estruturas e, nos revestimentos estéticos cerâmicos, fases vítreas, corroborando com os resultados de Cattell et al.¹⁰, 1997 que revelaram tratarem-se de vidros feldspáticos.

A técnica de difração de raios X permite identificar fases cristalinas e amorfas presentes nos materiais, possibilitando a avaliação da influência destas fases nas suas propriedades mecânicas. 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.

5.3 Caracterização microestrutural por MEV

As microestruturas das superfícies reais dos CPs dos materiais estudados estão mostradas nas Figuras 36 e 37 (a e b).

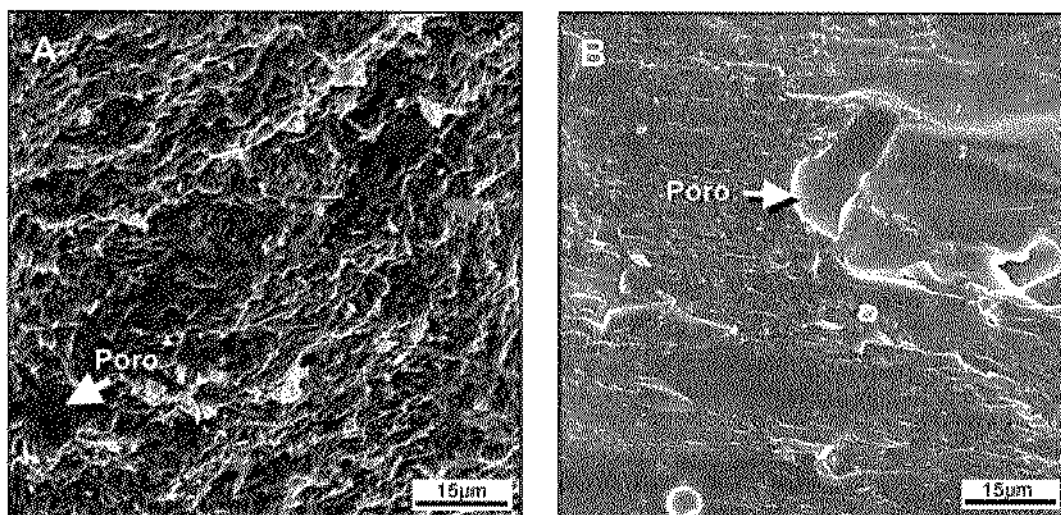


FIGURA 36 - Fotomicrografias obtidas por MEV para a superfície real do CP sinterizado de: a) IPS Empress 2 e b) Empress cerâmico

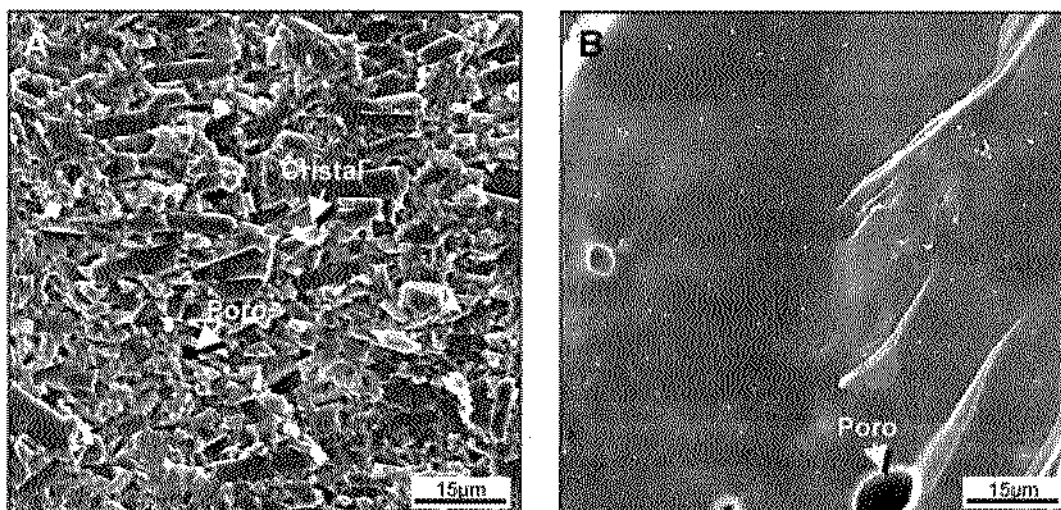


FIGURA 37 - Fotomicrografias obtidas por MEV para a superfície real do CP sinterizado de: a) In Ceram Alumina e b) Vitadur Alfa

Como pode ser observado nas fotomicrografias acima, os materiais cerâmicos de infra-estrutura apresentam microestruturas características de materiais cristalinos. Na Figura 36a, os cristais de silicato de lítio não são evidentes, em virtude da presença de fase vítrea na superfície do CP. No entanto, a superfície deste material adequadamente preparada permite visualizar os cristais de silicato de lítio (Figura 38), onde a fase vítrea foi dissolvida usando uma solução composta de 4% de HF e 30% de H₂SO₄ durante 10 s.

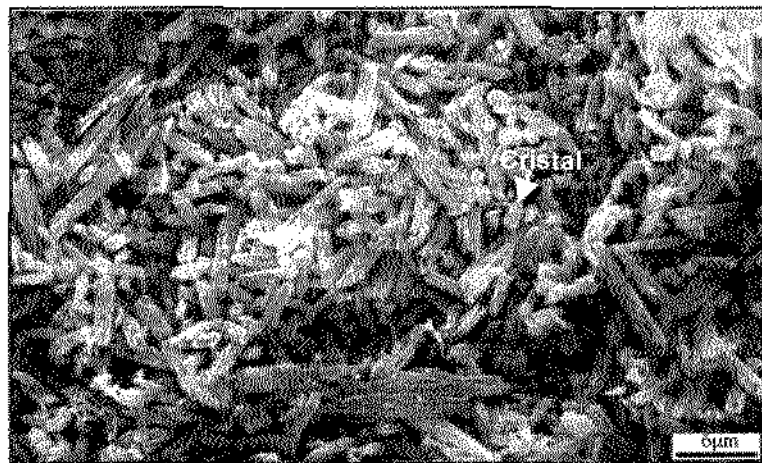


FIGURA 38 - Fotomicrografia obtida por MEV da superfície polida de IPS Empress 2 mostrando os cristais de silicato de lítio recristalizados²⁶

A microestrutura do In Ceram Alumina (Figura 37a) mostra claramente a presença dos cristais (grãos) de alumina, embora possa ser observada a presença de fase vítrea envolvendo os cristais em menor quantidade do que aquela presente no IPS Empress 2.

Ambos os materiais de recobrimento apresentam características de material amorfo ou vítreo (Figuras 36a e 37b). As porosidades observadas em todas as micrografias são defeitos inerentes ao processo de manufatura, embora o Empress cerâmico apresente um número maior de poros do que o Vitadur Alfa. Para minimizar estes defeitos, os CPs deveriam ter sido confeccionados por prensagem isostática. Entretanto, este tipo de processo de conformação não é o comumente empregado para a conformação destes materiais.

Os resultados das caracterizações dos materiais estudados por EDX, difração de raios X e por MEV mostram que as cerâmicas de infra-estrutura são policristalinas, formadas por cristais imersos em fase vítrea. O IPS Empress 2, conhecido por porcelana dentária, apresenta cristais de silicato de lítio envolvidos por fase amorfa composta de vidro feldspático, que atua como ligante entre os cristais. A composição química do recobrimento estético cerâmico indicado para o Empress 2 cerâmico é coerente com a fase vítrea da cerâmica de infra-estrutura, o que deverá permitir uma adequada dissolução da interface entre estes dois materiais resultando em um aumento da aderência entre ambos. A presença de Ti, provavelmente na forma de TiO_2 , na cerâmica de recobrimento estético deve conferir a este material a translucidez adequada. Por outro lado, a cerâmica de infra-estrutura In Ceram Alumina que é composta majoritariamente de alumina deverá apresentar uma maior resistência mecânica e microdureza superficial do que a de IPS Empress 2, uma vez que o $\alpha-Al_2O_3$ é mecanicamente mais resistente do que o $Si_2O_2 \cdot Li_2O$. No entanto, devido a uma menor quantidade de fase vítrea esta cerâmica apresenta um número maior de vazios (poros) em sua microestrutura. Comparativamente, as cerâmicas de recobrimento estético deverão apresentar diferentes valores de resistência mecânica, uma vez que o Empress Cerâmico apresenta um maior número de poros do que o Vitadur Alfa. Nos materiais frágeis a resistência mecânica está diretamente relacionada ao tamanho e ao número de defeitos presentes em sua microestrutura (Nono⁴⁰, 1990; Piorino⁴⁶, 1990).

5.4 Ensaio de Flexão

A estatística descritiva dos valores obtidos no teste de flexão, para os níveis do fator material cerâmico, é apresentada na Tabela 1 e representado pelo gráfico *Box-Plot* da Figura 39. Optamos por este tipo de gráfico porque coloca em evidência a metade principal da distribuição dos valores. É, geralmente, nesta

parte central (faixa inter-quartil, 25% a 75%) que se encontram os dados mais estáveis e mais importantes.

Tabela 1 - Estatística descritiva dos dados de tensão de flexão (MPa) obtidos, para os diferentes tipos de materiais cerâmicos

Estatística	Material			
	IPS Empress 2	Conjunto A*	In Ceram Alumina	Conjunto B*
Mínimo	164,75	37,16	210,98	83,24
1º quartil	176,80	49,71	262,59	106,24
Mediana	187,00	57,66	305,16	119,27
3º quartil	206,28	61,83	369,62	154,54
Máximo	242,44	67,92	415,25	185,11
Média	192,90	55,40	312,54	128,18
Desvio Padrão	20,97	9,49	60,82	31,14
C. V. (%)	10,87	17,14	19,46	24,30

* Conjunto A - IPS Empress 2/Empress cerâmico

** Conjunto B - In Ceram Alumina/Vitadur Alfa

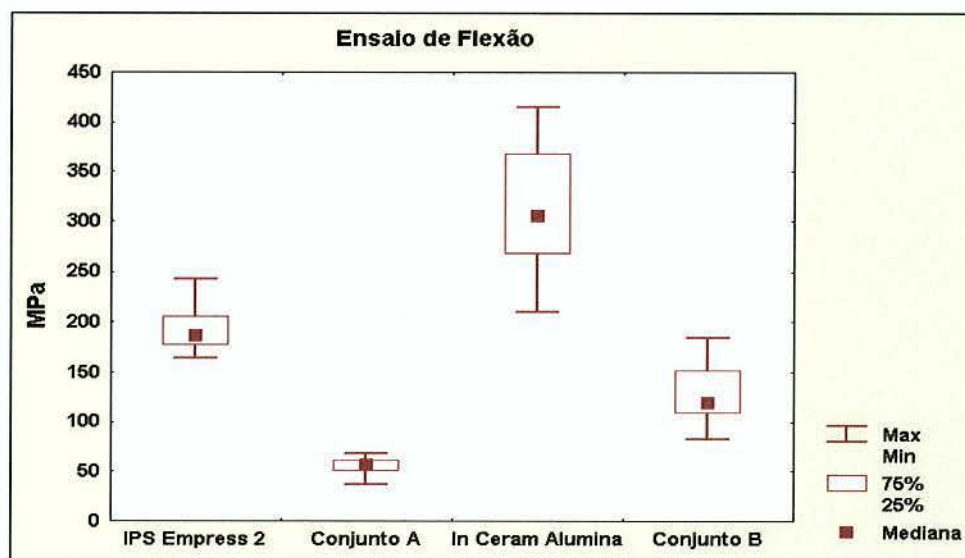


FIGURA 39 - Esquema dos cinco números (*Box-Plot*) para os dados de tensão de flexão, segundo os diferentes tipos de materiais cerâmicos

Através da Tabela 1 e da Figura 39, pode-se observar que os dados diferem em termos de variabilidade (faixa de valores: máximo – mínimo, desvio padrão, faixa interquartil: 3º quartil – 1º quartil). Por exemplo, o desvio padrão do

material In Ceram Alumina (valor igual a 60,82MPa) supera em mais de seis vezes o valor do conjunto A (valor igual a 9,49MPa). Devido ao fato de ter sido utilizado o ensaio de flexão em quatro pontos, esses valores são diretamente proporcionais à quantidade e/ou tamanho de defeitos presentes nos materiais. Pode ser observado que o material de infra-estrutura IPS Empress 2 apresenta menor desvio padrão que o In Ceram Alumina. O In Ceram Alumina, em virtude da menor quantidade de absorção de infiltrado de vidro presente no material, possui uma maior quantidade de poros e portanto apresenta a maior dispersão dos valores de tensão de ruptura. As diferentes dispersões nos conjuntos A e B são decorrentes da composição da microestrutura dos materiais envolvidos, ou seja, o IPS Empress 2 é composto majoritariamente de silicato de lítio policristalino e o In Ceram Alumina é composto por alumina alfa policristalina.

Como foi comprovado experimentalmente, o recobrimento estético cerâmico contribuiu para a diminuição das resistências mecânicas à flexão de ambos os conjuntos cerâmicos.

Para dados com tal variabilidade, a abordagem não paramétrica é a mais indicada. O resultado do teste de Kruskal-Wallis ($kw = 64,900$; $gl = 3$; $p\text{-valor} = 0,001$) possibilita-nos rejeitar a hipótese de mesmo valor mediano entre os materiais. O teste de comparação múltipla de Dunn (5%), vide Tabela 2, possibilita-nos concluir: a) o material In Ceram Alumina difere estatisticamente do conjunto A e do B; b) o material IPS Empress 2 apresenta um comportamento intermediário entre o In Ceram Alumina e o conjunto B; c) o conjunto A difere estatisticamente dos demais.

Tabela 2 - Formação de conjuntos de mesmo desempenho, após o Teste de Comparação das médias (teste de Dunn, 5%)

Cerâmica	Posto Médio	Grupos homogêneos	
In Ceram Alumina	63.222	A	
IPS Empress 2	44.889	A	B
Conjunto B**	28.389		B
Conjunto A*	9.500		C

* Conjunto A – IPS Empress2/Empress 2 cerâmico

** Conjunto B – In Ceram Alumina/ Vitadur Alfa

5. 4.1. Análise de Weibull

Mediante o programa computacional MINITAB for Windows (versão 13.1 2000, Minitab, Inc.) foi efetuada a análise de Weibull para os dados de tensão de flexão obtidos no teste. Os parâmetros dessa distribuição (forma e característica) foram obtidos pelo método dos mínimos quadrados.

A descrição da distribuição de Weibull é dada pela fórmula $P_f = 1 - \exp [-(\text{tensão}/\text{tensão característica})^m]$, onde P_f é a probabilidade de ruptura, e m é o módulo de Weibull que indica a dispersão dos dados.

Temos por objetivo, com essa análise, mediante o valor de m e das tensões correspondentes aos percentis de 1% e 5% avaliar a confiabilidade do material.

É apresentado a seguir, através da Figura 40 e Tabela 3, o resultado dessa análise.

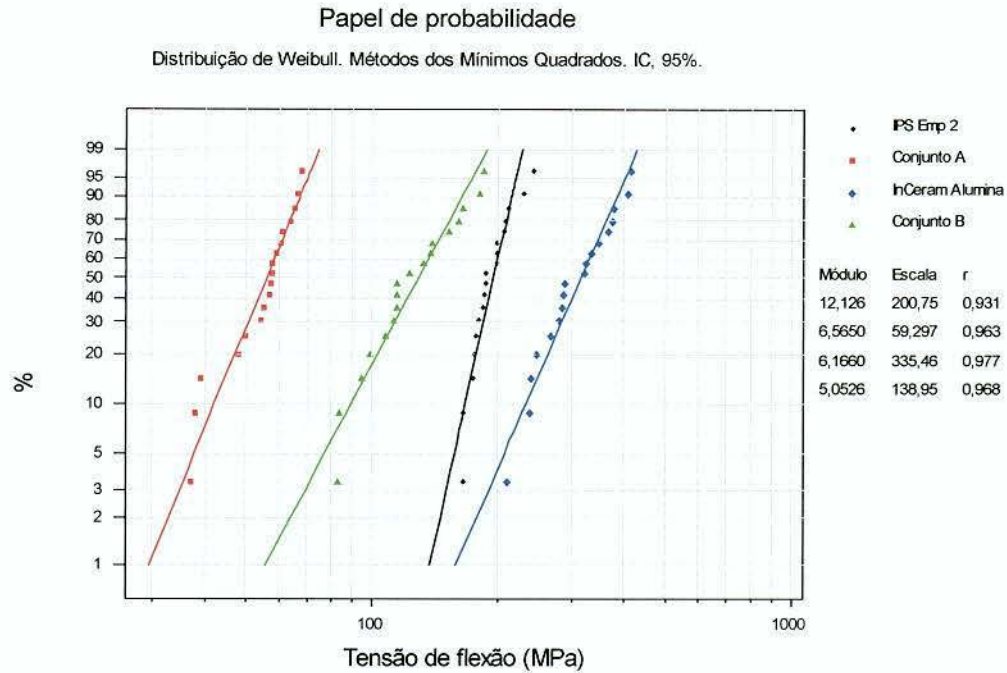


FIGURA 40 - Gráficos de Weibull para dados de tensão de flexão (MPa) para os materiais cerâmicos estudados

Através da figura acima, foi elaborada a Tabela 3 que reúne os parâmetros da distribuição de probabilidade, segundo os materiais estudados.

Tabela 3 - Resultado da análise de Weibull para os dados de tensão de ruptura, segundo o material cerâmico

IPS Empress 2		Conjunto A*		In Ceram Alumina		Conjunto B*	
m	σ_0	m	σ_0	m	σ_0	m	σ_0
12,12	200,75	6,56	59,29	6,16	335,46	5,05	138,95
$\sigma_{1\%}$	$\sigma_{5\%}$	$\sigma_{1\%}$	$\sigma_{5\%}$	$\sigma_{1\%}$	$\sigma_{5\%}$	$\sigma_{1\%}$	$\sigma_{5\%}$
137,37	157,13	29,42	37,71	159,08	207,22	55,90	77,19

* Conjunto A – IPS Empress 2/Empress cerâmico

**Conjunto B – In Ceram Alumina/Vitadur Alfa

m = módulo; σ_0 = resistência característica

Pôde-se verificar que:

a) todos os materiais apresentam módulos característicos que diferem do módulo 3,5, que é característico da curva normal de probabilidade. Assim, verifica-se que a distribuição dos valores de tensão de ruptura apresenta uma forma assimétrica;

b) o material de infra-estrutura In Ceram Alumina apresentou o melhor ajuste para o módulo de Weibull, pois mostra um valor do coeficiente de determinação (ou poder explicativo do modelo igual a 0,954), enquanto o IPS Empress 2 o menor ajuste igual a 0,866;

c) o maior módulo e menor variabilidade é apresentado pelo IPS Empress 2, enquanto o conjunto B (In Ceram Alumina/Vitadur Alfa) apresenta menor módulo e maior dispersão dos valores;

d) a maior tensão mediana (335,46 MPa) é apresentada pelo In Ceram Alumina, enquanto o conjunto A (59,29 MPa) apresenta a menor tensão.

Os resultados estatísticos observados nos materiais estudados mostram que o In Ceram Alumina apresentou o maior valor de resistência à flexão e demonstrou significância estatística em relação aos conjuntos A e B, enquanto o IPS Empress 2 apresentou valores intermediários entre o conjunto B e o In Ceram Alumina, e apresenta diferenças estatisticamente significantes em relação ao conjunto A.

Zeng et al.⁷¹, 1998; Ban & Anusavice⁴, 1990 atribuem importância às cerâmicas na odontologia devido às suas propriedades mecânicas e de estabilidade química, entre elas, a resistência à ruptura é a mais comumente empregada, sendo que o ensaio³ de flexão tem sido bastante utilizado para mensurá-lo, devido principalmente à maior facilidade de avaliação do que o teste de tração. Assim, Campbell & Kelly⁷, 1989; Seghi et al.⁵⁶, 1990; Bieniek & Marx⁵, 1994; Giordano

et al.²⁴, 1995; Uctasli et al.⁶⁴, 1996 desenvolveram estudos para avaliar a resistência à flexão de materiais cerâmicos.

Em virtude de existirem diferentes tipos de ensaio de flexão, quanto à forma de distribuição de tensões no CP e diferentes velocidades de aplicação das forças, os resultados disponíveis na literatura apresentam valores diferentes para este parâmetro de resistência mecânica (Piorino⁴⁶, 1990; Nono⁴⁰, 1990).

Embora Seghi et al.⁵⁶, 1990; Chu et al.¹³, 2000; Apholt et al.³, 2001 tenham encontrado valores de resistência à flexão superiores a 400MPa para o sistema cerâmico In Ceram Alumina, outros estudiosos Bieniek & Marx⁵, 1994; Giordano et al.²⁴, 1995; Wagner & Chu⁶⁵, 1996 encontraram valores coerentes com os obtidos neste estudo, confirmando que os valores de resistência são relativos e não absolutos.

Campbell⁶, 1989; Zeng et al.⁷¹, 1998; Esquivel-Upshaw et al.²⁰, 2001 ressaltaram as diferenças significantes de resistência à flexão entre os materiais cerâmicos e correlacionaram esta condição à composição do material, o método do teste, entre outros fatores. Para comparar a tensão de ruptura das cerâmicas dentais Zeng et al.⁷¹, 1998, afirmaram que se deve especificar o tipo de ensaio, as condições de superfície, as dimensões dos CPs, e considerar a área efetiva do teste. Nono⁴⁰, 1990; Piorino⁴⁶, 1990; Ban & Anusavice⁴, 1990 corroboraram com estas afirmativas, acrescentando que a influência do método de ensaio por tensão de ruptura não depende só de fatores geométricos dos CPs, mas também das condições de seu preparo e dos parâmetros de ensaio.

Para o sistema IPS Empress 2, mesmo havendo poucos trabalhos na literatura avaliando a sua resistência à flexão, Holland²⁶, 1998; Fischer et al.²³, 2001; observaram valores superiores a 272 MPa. Contudo, Uctasli et al.⁶⁴, 1996; Esquivel-Upshaw et al.²⁰, 2001 também avaliaram este material e observaram valores de resistência parecidos com os valores de resistência (192MPa) obtidos neste estudo.

Embora o sistema In Ceram Alumina apresente uma resistência superior em relação ao sistema IPS Empress 2, verifica-se que o segundo apresenta uma maior estabilidade numérica, ou seja, há uma menor dispersão de valores de

resistência, levando a acreditar que deve estar relacionado aos defeitos na microestrutura, como mostra a ocorrência na Figura 33a.

Para Zeng et al.⁷¹, 1998, é importante que se considere que os materiais de infra-estrutura e recobrimento estético cerâmico têm diferentes, módulos elásticos e coeficientes de expansão térmica. Campbell⁶, 1989 ressaltou em seu estudo que as médias de resistência dos materiais de recobrimento estético cerâmico apresentaram-se estatisticamente inferiores aos materiais de infra-estrutura. Este fato também foi observado neste estudo, onde as médias dos valores de resistência mecânica à flexão para o Empress cerâmico e Vitadur Alfa foram 55,4 e 128,18 MPa respectivamente, bastante inferiores aos materiais de infra-estrutura. Estes materiais são compostos de fase vítrea que geralmente são muito frágeis e, na ausência de tratamentos térmicos e/ou processamentos especiais, apresentam valores de resistência mecânica inferiores aos materiais policristalinos.

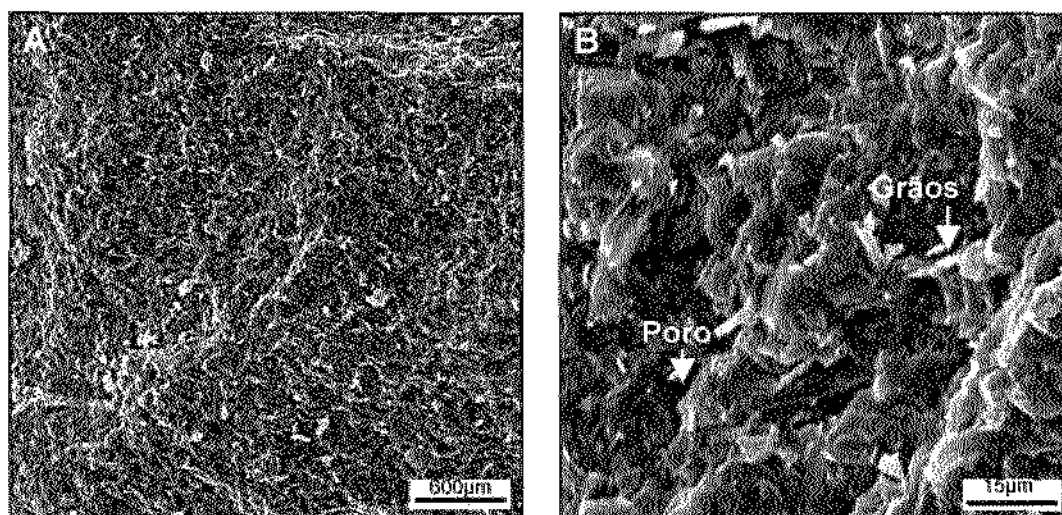


FIGURA 41 - Fotomicrografias obtidas por MEV da superfície de fratura submetida ao ensaio de flexão: IPS Empress2

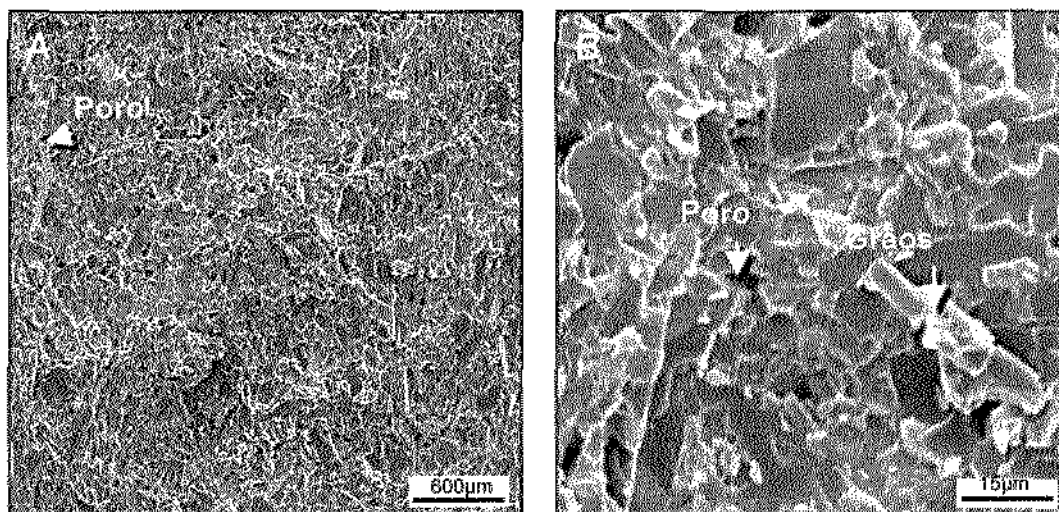


FIGURA 42 - Fotomicrografias obtidas por MEV da superfície de fratura submetida ao ensaio de flexão: In Ceram Alumina

O sistema IPS Empress 2 tem apresentado menor valor de resistência. Esquivel-Upshaw et al.²⁰, 2001 creditam este fato à composição do material e associam o aumento da tensão mecânica entre os cristais à fase vítrea recristalizada de dissilicato de lítio. Baseado na Figura 41 a e b, pode-se observar a presença de cristais grandes e pequenos indicando que há uma boa recristalização desta fase vítrea.

O In Ceram Alumina é composto majoritariamente por policristais (ou grãos) de alumina (Figura 42b), que apresenta valores altos dos parâmetros de propriedades mecânicas, contribuindo para a maior resistência à flexão desta cerâmica de infra-estrutura. No entanto, esta cerâmica torna-se economicamente viável devido à diminuição de sua temperatura de sinterização de 1600°C para 1120°C. Para isto é necessário utilizar uma infiltração por vidro que minimiza a porosidade (Oilo⁴², 1988). Para Esquivel-Upshaw et al.²⁰, 2001, o vidro atua como ligante entre os cristais de alumina. Entretanto a presença desta fase vítrea na alumina diminui todos os valores dos parâmetros de resistência mecânica, quando comparados aos valores obtidos para a cerâmica de alumina sem fase vítrea (sinterizadas via fase sólida em alta temperatura).

No sistema IPS Empress 2, Esquivel-Upshaw et al.²⁰, 2001, identificaram cristais de dissilicato de lítio, o que também foi relatado por Holland²⁶, 1998 e observado na nossa pesquisa mediante a caracterização por difração de raios X (Figura 32).

As fotomicrografias apresentadas nas Figuras 43 e 44 (a e b) mostram as interfaces formadas entre as cerâmicas de infra-estruturas de seus respectivos recobrimentos estéticos cerâmicos.

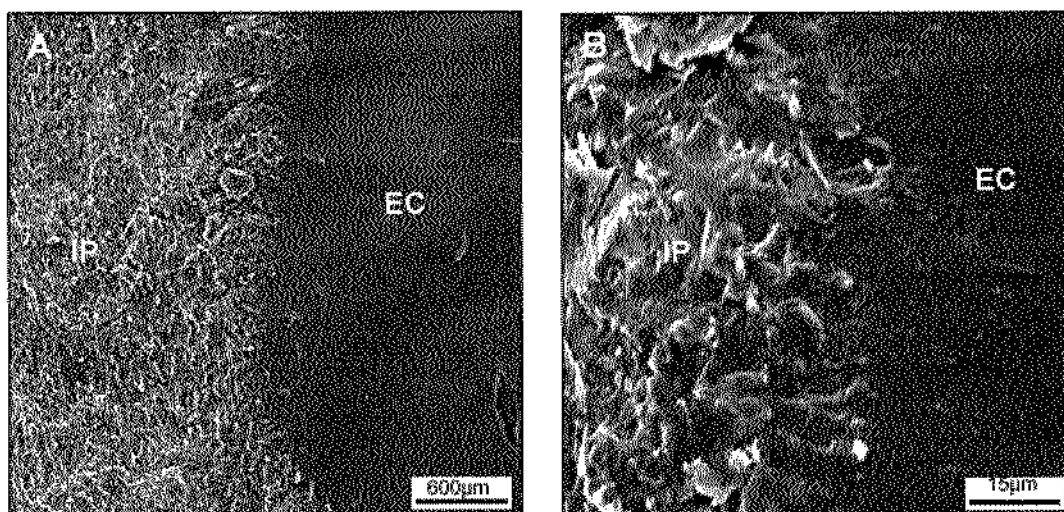


FIGURA 43 - Fotomicrografias obtidas por MEV da interface de fratura submetida ao ensaio de flexão: IP/EC

Não foi possível a análise química por EDX das interfaces devido às proximidades de posicionamento dos picos dos espectros dos elementos considerados essenciais para as análises. Para se detectar a ocorrência de um processo de difusão de um elemento químico do recobrimento estético cerâmico na cerâmica de infra-estrutura, é necessário a realização de uma análise pontual deste. No entanto, a detecção dos elementos químicos presentes em ambas as interfaces não foram possíveis uma vez que apresentavam valores semelhantes de energia.

Embora não existam dados para avaliar quimicamente a interface IP/EC (Figura 43), baseado nas análises por EDX, é provável que tenha ocorrido uma

difusão de elementos químicos, haja vista que se observa uma interpenetração das fases envolvidas, evidenciadas por uma região de dissolução das fases vítreas em contacto.

No entanto, para o IC/VA (Figura 44b) observa-se uma separação entre o recobrimento e a infra-estrutura, com uma definição clara da localização da interface. Além disto, observa-se que os poros da cerâmica da infra-estrutura não foram totalmente preenchidos pela fase vítrea da cerâmica de revestimento estético. Estas duas ocorrências contribuem para a diminuição da aderência entre estes dois materiais, esclarecendo o melhor comportamento da interface IP/EC em relação ao IC/VA.

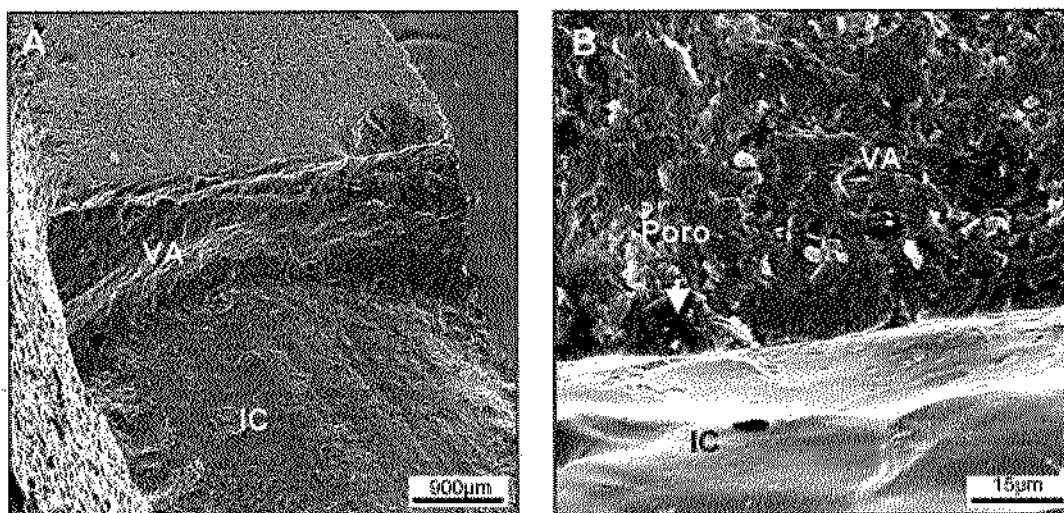


FIGURA 44 - Fotomicrografia obtida por MEV da interface de fratura submetida ao ensaio de flexão: IC/VA.

Para Giordano et al.²⁴, 1995, a porcelana de revestimento estético pode limitar a resistência da restauração. Este fato, pode ser observado microestruturalmente na Figura (36a), onde se observa, nas superfícies de fratura do conjunto IC/VA um descolamento do REC na região da interface com a infra-estrutura de In Ceram Alumina. Chu et al.¹³, 2000 avaliam que a menor resistência da porcelana de revestimento modifica o comportamento do estresse do conjunto. O fato deste material ser composto de fase vítrea que é mais frágil, devido à

presença de falhas (porosidades) internas e superficiais mostradas nas Figura 36b, 29a e b e à diferença de retração térmica em relação a cerâmica de infra-estrutura durante o resfriamento do conjunto, gera tensões mecânicas na interface IE/REC, resultando em uma menor capacidade de aderência.

5.5 Ensaio de cisalhamento

A estatística descritiva dos dados obtidos no teste de cisalhamento, segundo as condições experimentais, é apresentada na Tabela 4 e representado na Figura 45.

Tabela 4 - Estatística descritiva dos dados de tensão de cisalhamento (MPa) obtidos no teste, segundo as condições experimentais

Estatística	Grupos			
	In Ceram Alumina		IPS Empress 2	
	sem ciclagem	com ciclagem	sem ciclagem	com ciclagem
N	10	10	10	10
Mínimo	28,82	23,08	49,23	42,27
Máximo	54,90	104,02	130,16	104,26
Média	40,43	45,06	82,04	68,15
Desvio Padrão	7,25	27,96	23,81	20,70
C. V. (%)	17,94	62,06	29,02	30,37

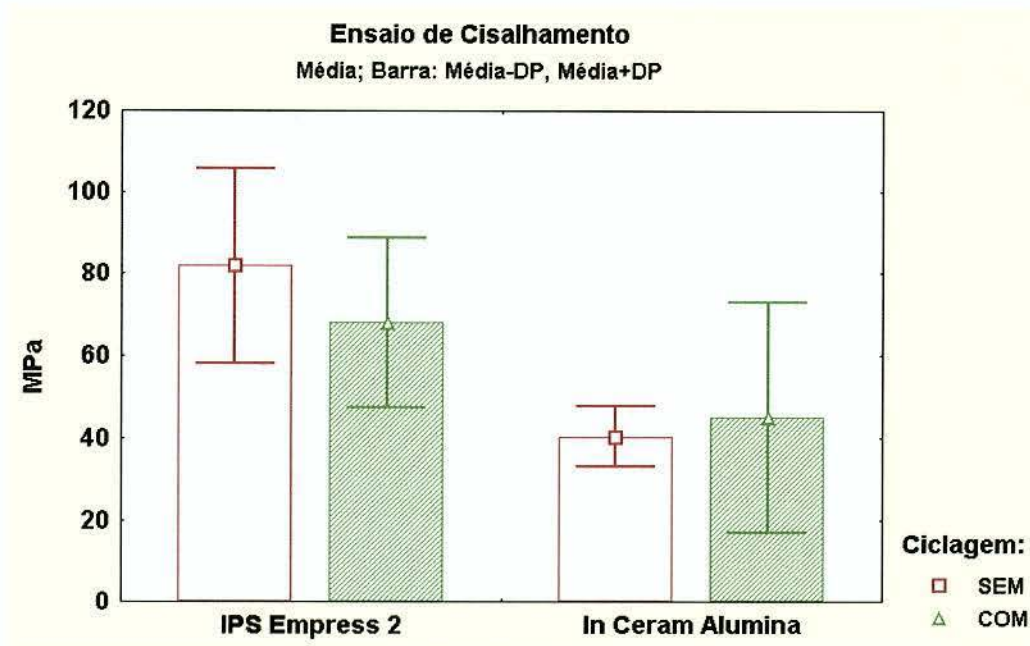


FIGURA 45 - Média e desvio padrão dos dados de resistência ao cisalhamento, segundo as condições experimentais.

Os dados obtidos foram submetidos ao teste estatístico da análise de variância (ANOVA, dois fatores), mediante o programa computacional STATISTIC for Windows (Analytical Software, Inc., versão 7.0, 2000), vide Tabela 5.

Tabela 5 - Resultado da ANOVA para os dados obtidos, segundo as condições experimentais

Fonte de variação	Graus de Liberdade	Soma dos Quadrados	Quadrado Médio	Razão F	Probabilidade
Ciclagem	1	214,18	214,18	0,47	0,498
Materiais	1	10465,2	10465,2	22,87	0,000*
Interação	1	856,92	856,92	1,87	0,1797
Resíduo	36	16474,1	457,61		
Total	39	28010,5			

* $p < 0,05$

Na Tabela 5, verifica-se a não possibilidade de rejeição das hipóteses de igualdade de efeito em relação à: a) ciclagem (com ciclagem: média igual a 56,611 e desvio padrão igual a 26,718; sem ciclagem: média igual a 61,240 e

desvio padrão igual a 27,370) e b) interação ciclagem versus material. Verifica-se também a possibilidade de rejeição da hipótese de igualdade de efeito entre os materiais (IPS Empress 2: média igual a 75,101 e desvio padrão igual a 22,855; In Ceram Alumina: $42,751 \pm 20,027$). Os valores de média e de desvio padrão foram apresentados na Tabela 4.

As considerações acima podem ser melhor visualizadas na Figura 46 onde são mostradas as médias dos valores de tensão.

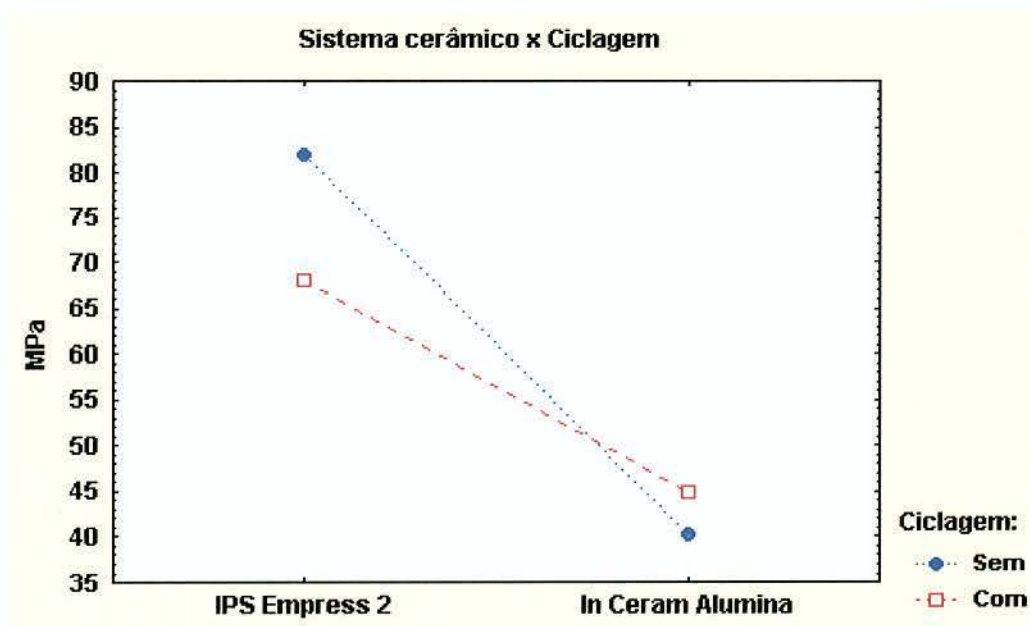


FIGURA 46 - Média e desvio padrão dos dados de tensão obtidos no ensaio de cisalhamento (MPa) para o fator interação: sistema cerâmico × ciclagem

Pode-se observar, através da Figura 38 acima, que o IPS Empress 2 difere do In Ceram Alumina, que de acordo com os dados apresentados na Tabela 5, o efeito tipo de material (composição química, tipo e quantidade de compostos e de fases cristalinas presentes) revelou-se significativo estatisticamente. O sistema IPS Empress 2, quando não submetido à ciclagem, teve a maior resistência ($82,04 \pm 23,81$) quando comparado com o sistema In Ceram Alumina ($45,06 \pm 27,96$)

independentemente do efeito ciclagem mecânica. Como foi mencionado anteriormente, este resultado é decorrente da presença de uma interface IE/REC mais coerente tanto quimicamente quanto mecanicamente.

A aderência de recobrimentos estéticos cerâmicos com outros materiais de infra-estrutura têm sido objetivo de várias pesquisas na tentativa de avaliar o comportamento mecânico destas interfaces. Neste sentido, Quinones et al.⁴⁸, 1985; Drummond et al.¹⁹, 1989 por meio de testes de cisalhamento observaram que dependendo dos substratos e das ligações químicas e/ou mecânicas existentes na interface dos materiais estudados poderiam resultar em adesões mecanicamente mais resistentes. Fato este verificado também por Malhotra & Maickell³⁶, 1980 onde relatam que a presença de elementos químicos adequados nas superfícies dos materiais envolvidos (IE e REC) pode promover a aderência química que geralmente é mais eficaz do que a mecânica. A aderência mecânica que é resultante de ancoramentos nas rugosidades e nos poros superficiais dos materiais envolvidos apresenta menores valores de resistência mecânica quando comparados à adesão química. Desta forma, a contribuição dos defeitos superficiais para a resistência de adesão é pequena e de baixa confiabilidade. Os resultados obtidos neste trabalho são coerentes com o discutido acima, uma vez que o sistema IPS Empress 2 apresenta uma maior evidência de aderência química e mecânica.

Steiner et al.⁶⁰, 1997 obtiveram melhor adesão quando a diferença de coeficiente de expansão térmica era menor entre os dois materiais. Para Campbell⁶, 1989, a topografia superficial alterada por ataque químico, para aumento dos pontos de ancoramento mecânico, também aumentava a aderência entre a infra-estrutura e o recobrimento estético cerâmico. Sob estes aspectos, os resultados deste trabalho mostraram que os comportamentos de aderência são dependentes das características químicas e microestruturais das superfícies envolvidas para a formação das respectivas interfaces. As superfícies de fratura resultante do teste de cisalhamento na interface do sistema IPS Empress 2 mostraram, por observações em MEV, a adesão do material de recobrimento estético na infra-estrutura, conforme mostra Figura 46. Como já discutido anteriormente,

existe evidências da ocorrência de formação de interface química entre estes materiais, conferindo uma resistência mecânica nesta interface maior do que para o revestimento estético cerâmico, resultando na predominância de fratura no material vítreo (REC).

Considerando a resistência mecânica na interface ceramo-cerâmica, foram encontrados resultados interessantes por Smith et al.⁵⁹, 1992, que compararam a resistência à fratura de sistemas totalmente cerâmicos e metalocerâmicos e observaram valores inferiores nos primeiros. Castelani et al.⁹, 1994 não verificaram diferença estatística significativa em estudo semelhante. Os resultados deste trabalho de pesquisa mostraram coerência com os valores de resistência à compressão de Castelani et al.⁹, 1994, que parece também ser adequada segundo relatos de Scotti et al.⁵³, 1995; Probst et al.⁴⁷, 1996; Hasselton et al.²⁵, 2000 a um bom comportamento de resistência à fratura para aplicação clínica.

Baseado nas superfícies de fraturas próximas ou na região das interfaces dos STC verifica-se que o tipo de fratura está relacionada com o grau de aderência entre os materiais estudados. Steiner et al.⁶⁰, 1997 tem ressaltado a compatibilidade ceramo-cerâmica do sistema IPS Empress, em consequência, da menor diferença de contração térmica linear. Este fato associado à quantidade e tamanho de vazios (poros) presentes nas interfaces e no interior do material de recobrimento, pode estar influenciando o comportamento do descolamento parcial do REC em relação à IE deste sistema, conforme observado neste trabalho e mostrado na Figura 47.

De acordo com Koutayas et al.³⁴, 2000, 71% das fraturas ocorridas no sistema In Ceram Alumina foram na interface com o recobrimento estético cerâmico. Para Smith et al.⁵⁹, 1992; Castelani et al.⁹, 1994 as fraturas ocorreram de forma que houve um descolamento completo da porcelana de recobrimento em relação à infra-estrutura, no sistema In Ceram Alumina. Esta observação também foi encontrada no presente estudo, conforme observado na Figura 48.

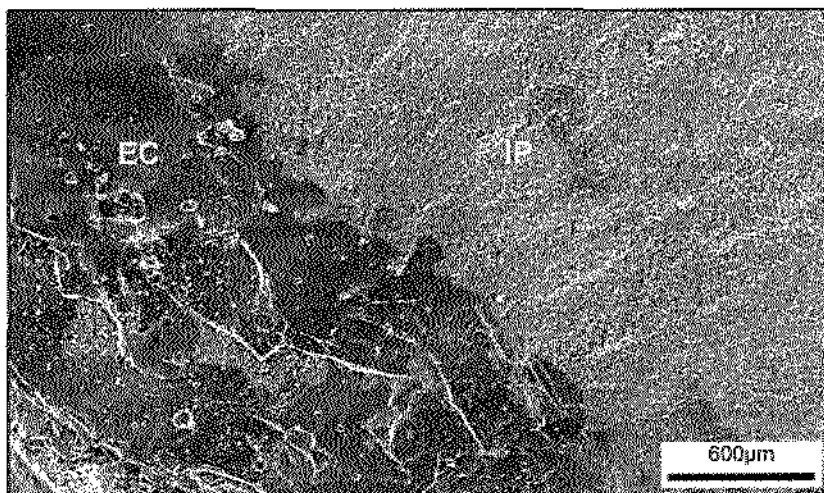


FIGURA 47 - Fotomicrografia obtida por MEV da interface de fratura submetida ao cisalhamento: IPS Empress 2/ Empress cerâmico

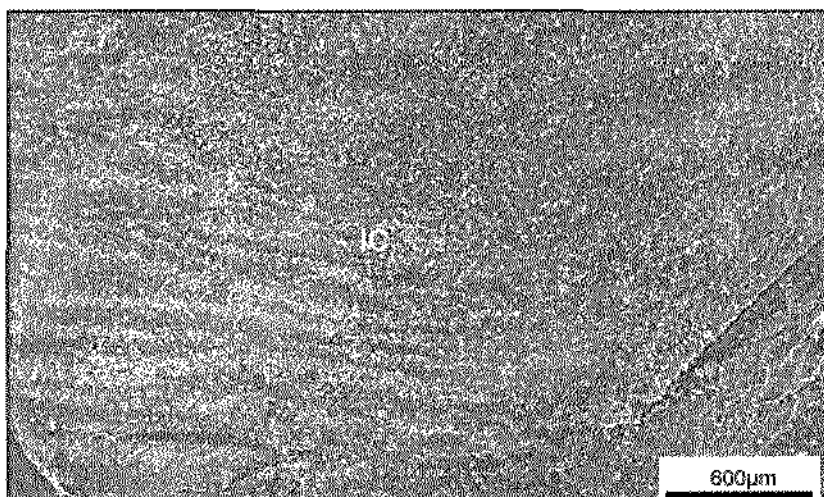


FIGURA 48 - Fotomicrografia da interface de fratura submetida ao cisalhamento: In Ceram Alumina/ Vitadur Alfa

A composição química do revestimento estético cerâmico indicado para o IPS Empress 2 é coerente com a fase vítrea da cerâmica de infra-estrutura, permitindo uma adequada dissolução da interface entre estes dois materiais resultando em um aumento da aderência entre ambos. No entanto, a presença de

poros no material vítreo de recobrimento pode gerar fragilidade e resultar na ruptura deste.

O In Ceram Alumina que é composto majoritariamente de alumina que apresentou uma maior resistência mecânica e microdureza superficial do que a do IPS Empress 2, uma vez que o α - Al_2O_3 é mecanicamente mais resistente do que o $\text{Si}_2\text{O}_2 \cdot \text{Li}_2\text{O}$. No entanto, devido a uma menor quantidade de fase vítrea esta cerâmica apresenta um número maior de vazios (poros) em sua microestrutura e, conseqüentemente em sua superfície. Como foi observado, a interface IE/REC neste sistema apresentou características que resultam em uma aderência mais fraca, comprovando o comportamento da fratura na interface como mostrado na Figura 48. Isto também foi evidenciado no estudo de Beniek & Marx⁵, 1994.

5.6 Ciclagem mecânica

Yoshinari & Dérand⁷⁰, 1994; Ohyama et al.⁴¹, 1999 ressaltaram a fragilidade dos materiais cerâmicos e susceptibilidade a esforços mecânicos, como fatores que estimularam avaliação da influência da fadiga dinâmica na sua resistência. Na opinião de White et al.⁶⁸, 1997, o teste dinâmico simula condições orais e de certa forma permite prever a sobrevida das restaurações e os resultados podem ser influenciados por variáveis como: carga, número de ciclos, método de teste empregado. Quando realizamos teste semelhante não observamos influência na resistência ao cisalhamento da interface, talvez pelo número inferior de ciclos a que submetemos os corpos-de-prova e em relação à área de aplicação da carga.

Considerando possíveis variáveis relativas ao teste empregado observa-se nos estudos de Correr Sobrinho¹⁴, 1998; Chen et al.¹¹, 1999; Jung et al.³¹, 2000, que quando utilizaram compressão após fadiga dinâmica, houve redução significativa da resistência à fratura de coroas totalmente cerâmicas. Entretanto, Kheradmandan et al.³³, 2001 não somente observaram redução da resistência após fadiga dinâmica, como verificaram presença de falha abaixo de 10^5 ciclos em algumas coroas. Jung et al.³⁰, 1999; Ohyama et al.⁴¹, 1999, constataram que ciclagem mecânica não influenciava na resistência à fratura das infra-estruturas de

IPS Empress 2 e In Ceram Alumina quando submetidos a 10^5 ciclos. Quando realizamos ciclagem de 2×10^3 ciclos, não encontramos diferença significativa na resistência ao cisalhamento, embora tenhamos considerado somente a área de interface entre a infra-estrutura e o material de recobrimento.

Nossos resultados foram coerentes com os obtidos por Dias et al.¹⁸, 2002 quando avaliaram a influência da fadiga dinâmica por meio de ensaio de cisalhamento. Os parâmetros de avaliação foram semelhantes e as diferenças estatísticas não foram significantes entre os CPs submetidos ou não à ciclagem mecânica. Os contatos cíclicos nas superfícies dos materiais de recobrimento estético cerâmicos não foram suficientes para desenvolver propagação de fendas até o nível das interfaces.

5.7 Ensaio de dureza

Os valores médios obtidos pelo teste de microdureza superficial Vickers são mostrados na Tabela 6.

Tabela 6 - Valores médios de microdureza superficial Vickers para os materiais cerâmicos em estudo

N	Material				
	IPS Empress 2	Conjunto A*	In Ceram Alumina	Conjunto B*	
E d e n t i f i c a d o s	1	585,2	541,8	735,6	670,7
	2	559,8	559,8	722,1	654,7
	3	536,9	536,0	792,1	675,3
	4	538,9	541,8	780,3	684,9
	5	530,2	530,2	777,4	666,0
Média		550,2	541,92	761,5	670,3

* Conjunto A - IPS Empress 2/Empress cerâmico

** Conjunto B - In Ceram Alumina/Vitadur Alfa

Baseado na Tabela 6 observa-se que os materiais de IE (IPS Empress 2 e In Ceram Alumina) apresentaram valores de microdureza superiores aos respectivos materiais de recobrimento estético cerâmico (Conjunto A e B). Este resultado é coerente com as composições químicas destas cerâmicas e fases policristalinas ou vítreas.

White et al.⁶⁸, 1997; Derand & Vereby¹⁷, 1999; Jung et al.³⁰, 1999 tem destacado que a microdureza superficial Vickers pode sofrer influência das características da microestrutura do material como a presença de poros e fissuras. Nono⁴⁰, 1999:relatou em seu estudo que dependendo do teor de fase cristalina os materiais cerâmicos podem apresentar um determinado valor de microdureza superficial Vickers. Considerando os aspectos microestruturais mostrados nas Figuras 36 e 37 (a e b) e químicos conforme os difratogramas (Figuras 32 a 33), observa-se que os maiores valores de microdureza superficiais estão coerentes com os materiais que apresentam fase cristalina e os menores estão relacionados à fase vítrea. Parece que os grânulos ou cristais aumentam a resistência da cerâmica, enquanto que o alto conteúdo de vidro e as macroporosidades observadas favorecem a menor resistência ao penetrador Vickers.

Observamos que quando se avalia um sistema cerâmico onde duas superfícies diferentes têm que se unir, as variáveis inerentes a estas superfícies deverão ser consideradas: semelhança química, aspecto microestrutural e comportamento mecânico. A realização dos ensaios de flexão e cisalhamento atendeu a necessidade de avaliar estes aspectos, enquanto o ensaio de dureza avaliou apenas a resistência superficial dos materiais estudados.

Embora o comportamento mecânico do teste de cisalhamento demonstre uma maior resistência adesiva na interface do sistema IPS Empress 2/Empress cerâmico, parece que os resultados obtidos por meio do teste de flexão assemelham-se melhor a realidade clínica devido a maior resistência da infraestrutura do In Ceram Alumina e do conjunto B (In Ceram Alumina/Vitadur Alfa). Em virtude destes fatos, recomenda-se o sistema mais resistente nas regiões que necessitem uma maior concentração de tensão, e em áreas de menor tensão é possível optar por um dos dois sistemas.

6 CONCLUSÃO

Através da metodologia e do tratamento estatístico empregado para avaliar a influência das caracterizações químicas e microestruturais nas propriedades mecânicas de resistência, pode-se concluir que:

- a) as propriedades mecânicas mostraram ser dependentes da composição e compostos químicos presentes e dos defeitos estruturais (poros e falhas);
- b) dentro do parâmetro de resistência à flexão, observou-se que os materiais de infra-estrutura In Ceram Alumina e o IPS Empress 2 não apresentaram diferenças estatisticamente significantes;
- c) a resistência ao cisalhamento do sistema IPS Empress 2 foi superior estatisticamente em relação ao sistema In Ceram Alumina;
- d) o conjunto In Ceram Alumina/Vitadur Alfa e o IPS Empress 2/Empress cerâmico quando submetidos ou não a ciclagem mecânica não apresentaram diferenças estatisticamente significantes na interface cisalhada;
- e) as caracterizações químicas e microestruturais são coerentes com os resultados de resistência à flexão, cisalhamento e dureza.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS*

- 1 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **Standard test method for flexural strength of advanced ceramics at ambient temperature.** Committee C-28, 2001. p. 226-32. (Designation C 1161-94. Reapproved 1996).
- 2 ANUSAVICE, K.J. Materiais de acabamento e polimento. In. **Philip's materiais dentários.** 10. ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 1998. Cap. 30, p. 394-405.
- 3 APHOLT, W. et al. Flexural strength of Cerec 2 machined and jointed In-Ceram Alumina and In-Ceram Zirconia bars. **Dent Mater**, v. 17, n.3, p. 260-7, 2001.
- 4 BAN, S.; ANUSAVICE, K.J. Influence of test method on failure stress of brittle dental materials. **J Dent Res**, v. 69, n.12, p. 1791-99, 1990.
- 5 BIENIEK, K.W.; MARX, R. Die mechanische belastbarkeit neuer vollkeramischer kronen-und brückenmaterialien. **Schweiz Monatsch Zahnmed**, v.104, n.3, p.284-9, 1994.
- 6 CAMPBELL, S.D. A comparative strength study of metal ceramic and all-ceramic esthetic materials: modulus of rupture. **J Prosthet Dent**, v. 62, p.

*Baseado em:

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Rio de Janeiro. **Informação e documentação: referências, elaboração, NBR6023.** Rio de Janeiro, 2000. 22p.

176-9, 1989.

- 7 CAMPBELL, S.D.; KELLY, J.R. The influence of surface preparation on the strength and surface microstructure of a cast dental ceramic. **Int J Prosthodont**, v. 2, n.5, p. 459-66, 1989.
- 8 CARRIER, D.D.; KELLY, J.K. In-Ceram failure behavior and core veneer interface quality as influenced by residual infiltration glass. **J Prosthodont**, v.4, n.4, p. 237-42, 1995.
- 9 CASTELLANI, D. et al. Resistance to fracture of metal ceramic and all-ceramic crowns. **Int J Prosthodont**, v.7, n.2, p.149-54, 1994.
- 10 CATTEL, M.J.; CLARKE, R.L.; LYNCH, E.J.R. The transverse strength, reliability and microstructural features of four dental ceramics - Part I. **J Dent**, v.25, n.5, p.399-407, 1997.
- 11 CHEN, H.Y. et al. Effects of surface finish and fatigue testing on the fracture strength of CAD CAM and pressed-ceramic crowns. **J Prosthet Dent**, v. 82, n.4, p.468-75, 1999.
- 12 CHING-CHEN, L.; WILLIAM, J.O. Strength of magnesia-core crown different body porcelains. **Int J Prosthodont**, v.6, n.1, p.60-4, 1993.
- 13 CHU, F.C.S.; FRANKEL, N.; SMALES, R.J. Surface roughness and flexural strength of self-glazed, polished, and reglazed In-Ceram/Vitadur alpha porcelain laminates. **Int J Prosthodont**, v.13, n.1, p.66-71, 2000.
- 14 CORRER SOBRINHO, L. Investigation of the dry and wet fatigue properties of three all-ceramic crown systems. **Int J Prosthodont**, v.11, n.3,

- p.255-62,1998.
- 15 DENRY, I.L.; ROSENSTIEL, S.F. Flexural strength and fracture toughness of dicor glass-ceramic after embedment modification. **J Dent Res**, v.72, n.3, p.572-6, 1993.
 - 16 DENRY, I.L.; HOLLOWAY, J.A.; ROSENSTIEL, S.F. Effect of ion exchange on the microstructure, strength, and thermal expansion behavior of a leucite-reinforced porcelain. **J Dent Res**, v.77, n.4, p.583-8, 1998.
 - 17 DERAND, P.; VEREBY, P. Wear of low-fusing dental porcelains. **J Prosthet Dent**, v. 81, n.4, p.460-3, Apr.1999.
 - 18 DIAS, A.H.M. et al. A influência da ciclagem mecânica na união infraestrutura cerâmica-revestimento cerâmico. **Pós-Grad Rev Fac Odontol São José dos Campos**, v.5, n.1, p.64-8, jan./abril.2002.
 - 19 DRUMMOND, J. L. et al. Shear testing of the porcelain-metal bond. **J Dent Res**, v.63, n.12, p.1400-01, 1989.
 - 20 ESQUIVEL-UPSHAW, J.F. et al. Resistance to staining, flexural strength, and chemical solubility of core porcelains for all-ceramic crowns. **Int J Prosthodont**, v. 14, n.3, p.284-8, 2001.
 - 21 FISCHER, J. et al. Gefügebildung der dentalkeramischen kernmasse in-ceram un thermische dehnung ihrer einzelkomponenten. **Dtsch Zahnarztl Z**, v.46, n.7, p.461-3, 1991.
 - 22 FISCHER, H. et al. Improved reliability of leucite reinforced glass by ion exchange. **Dent Mater**, v.6, n.4, p.120-8, 2000.

- 23 FISCHER, H. et al. Nondestructive estimation of the strength of dental ceramic materials. **Dent Mater**, v.7, n.4, p.289-95, 2001.
- 24 GIORDANO, R.A. et al. Flexural strength of an infused ceramic, glass ceramic, and feldspathic porcelain. **J Prosthet Dent**, v. 73, n.5, p.411-18, May, 1995.
- 25 HASSELTON, D.R. et al. Clinical assessment of high-strength all-ceramic crowns. **J Prosthet Dent**, v. 83, n.4, p.396-401, 2000.
- 26 HOLLAND, W. Material science fundamentals of the IPS Empress 2 glass-ceramic. **Ivoclar-Vivadent Report**, v.12, p.3-10, 1998.
- 27 HOLLOWAY, J.A.; DENRY, I.L.; ROSENSTIEL, S.F. Surface layer characterization after dual ion exchange of a leucite-reinforced dental porcelain. **Int J Prosthodont**, v. 10, n.2, p.136-41, 1997.
- 28 HWANG, J.W.; YANG, J.H. Fracture strength of copy-milled and conventional In-Ceram crowns. **J Oral Rehabil**, v. 28, n.1, p.678-83, 2001.
- 29 ITINOCHE, M.K. **Estudo da resistência ao cisalhamento entre ligas metálicas e materiais compostos para revestimento estético: cerômero e polímero de vidro.** 1999.78f. Dissertação (Mestrado em Odontologia; área de concentração em Prótese Parcial Fixa) – Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista. São José dos Campos.
- 30 JUNG, Y.G. et al. Contact damage resistance and strength degradation of glass-infiltrated alumina and spinel ceramics. **J Dent Res**, v.78, n.3, p.804-

- 14, 1999.
- 31 JUNG, Y.G. et al. Lifetime-limiting strength degradation from contact fatigue in dental ceramics. **J Dent Res**, v.79, n.2, p.722-31, 2000.
- 32 KAMPOSIORA, P. et al. Stress concentration in all-ceramic posterior fixed partial dentures. **Quintessence Int**, v.27, n.10, p.701-6, 1996.
- 33 KHERADMANDAN, S. et al. Fracture strength of four different types of anterior 3-unit bridges after thermo-mechanical fatigue in the dual-axis chewing simulator. **J Oral Rehabil**, v.28, n.4, p.361-9, 2001.
- 34 KOUTAYAS, S.O. et al. Influence of design and mode of loading on the fracture strength of all-ceramic resin-bonded fixed partial dentures: an in vitro study in a dual-axis chewing simulator. **J Prosthet Dent**, v.83, n.5, p.540-7, May, 2000.
- 35 MACKERT JUNIOR, J.R.; RUSSEL, C.M. Leucite crystallization during processing of a heat-pressed dental ceramic. **Int J Prosthodont**, v.9, n.3, p. 261-5, 1996.
- 36 MALHOTRA, M.L.; MAICKEL, L.B. Shear bond strength in porcelain-metal restorations. **J Prosthet Dent**, v. 43, n.4, p.397-400, 1980.
- 37 MORENA, R. et al. Fatigue of dental ceramics in a simulate oral environment. **J Dent Res**, v. 65, n.7, p.993-7, 1986.
- 38 MYERS, M.L. et al. Fatigue failure parameters of IPS-Empress porcelain. **Int J Prosthodont**, v.7, n.6, p.549-3, 1994.

- 39 NAKAMOTO, H. et al. Microstructure of etched "IPS Empress" heat – pressed ceramics observed by SEM. *J Nihon Univ Sch Dent*, v.38, n.1, p.31-6, 1996.
- 40 NONO, M.C.A. **Cerâmicas de zircônia tetragonal policristalina do sistema CeO_2-ZrO_2 (Ce-TZP)**. 1990. 139f. Tese (Doutorado em Ciências, área de materiais, processos e dinâmica de sistemas) – Instituto Técnico Aeronáutico, Centro de Tecnologia Aeronáutica, São José dos Campos-SP.
- 41 OHYAMA, T. et al. Effects of cyclic loading on the strength of all-ceramic materials. *Int J Prosthodont*, v.12, n.1, p.28-37, 1999.
- 42 OILO, G. Flexural strength and internal defects of some dental porcelains. *Acta Odontol Scand*, v.46, n.5, p.313-22, 1988.
- 43 PETERS, M.C.R.B.; DEVREE, J.H.P.; BREKELMANS, W.A.M. Distributed crack analysis of ceramic inlays. *J Dent Res*, v.72, n.11, p.1537-42, 1993.
- 44 PIDDOCK, V.; MARQUIS, P.M.; WILSON, H.J. Effect of alumina concentration on the diffusivity of dental porcelain. *J Dent*, v.17, n.6, p.290-4, 1989.
- 45 PIDDOCK, V. et al. The mechanical strength and microstructure of all-ceramic crowns. *J Dent*, v.15, n.4, p.153-8, 1987.
- 46 PIORINO, F.N. **Sobre as variáveis que afetam a avaliação do módulo de ruptura em ensaios de flexão**. 1990. 146f. Dissertação (Mestrado em Ciências, Área de Engenharia dos Materiais) – Universidade Federal de São Carlos, São Paulo.

- 47 PROBSTER, L. Four year clinical study of glass-infiltrated, sintered alumina crowns. **J Oral Rehabil**, v. 23, n.3, p.147-51, 1996.
- 48 QUINONES, E.E.; VERMILYEA, S.G.; GRISWOLD, W.H. Apparent bond strength of nonnoble alloy-porcelain combinations. **J Prosthet Dent**, v.54, n.3, p.359-61, 1985.
- 49 RASMUSSEN, S.T.; GROH, C.L.; O'BRIEN, W.J. Stress induced phase transformation of a cesium stabilized leucite porcelain and associated properties. **Dent Mater**, v.14, n.3, p.202-11, 1998.
- 50 SCHERRER, S.S.; DENRY, J.L.; WISKOTT, A.A. Comparison of three fracture toughness testing techniques using a dental glass and a dental ceramic. **Dent Mater**, v.14, n.4, p.246-55, 1998.
- 51 SCHERRER, S.S. et al. Fracture toughness(K_{Ic}) of a dental porcelain determined by fractographic analysis. **Dent Mater**, v.15, n.5, p.342-8, 1999.
- 52 SCHMID, M. et al. Chemical and thermal compatibility of all-ceramic systems. **Dtsch Zahnarztl Z**, v.45, n.8, p.505-8, 1990.
- 53 SCOTTI, R. et al. A clinical evaluation of In-Ceram crowns. **Int J Prosthodont**, v.8, n.4, p.320-3, 1995.
- 54 SEGAL, B.S. Retrospective assessment of 546 all-ceramic anterior and posterior crowns in a general practice. **J Prosthet Dent**, v.85, n.6, p.544-50, June, 2001.
- 55 SEGHI, R.R.; SORENSEN, J.A. Relative flexural strength of six new

- ceramic materials. **Int J Prosthodont**, v.8, n.3, p.239-46, 1995.
- 56 SEGHI, R.R.; DENRY, J.L.; ROSENSTIEL, S.F. Relative flexural strength of dental restorative ceramics. **Dent Mater**, v.6, n.2, p.181-4, Aug. 1990.
- 57 SEGHI, R.R. et al. Relative fracture toughness and hardness of new dental ceramics. **J Prosthet Dent**, v.74, n.2, p.145-50, 1995.
- 58 SHERRIL, C.A.; O'BRIEN, W.J. Transverse strength of aluminous and feldspatic porcelain. **J Dent Res**, v.53, n.3, p.683-90, May-June, 1974.
- 59 SMITH, T.B.; KELLY, J.R.; TESKE, J.A. Fracture behavior of In-Ceram and PFM Crowns. **J Dent Res**, v.71, sp. Iss., p.32, 1992. (Abstract 1722).
- 60 STEINER, P.J.; KELLY, J.R.; GIUSEPPETTI, A.A. et al. Compatibility of ceram-ceramic systems for fixed prosthodontics. **Int J Prosthodont**, v.10, n.4, p.375-80, 1997.
- 61 STRUB, J.R.; BESCHNIDT, S.M. Fracture strength of 5 different all-ceramic crown systems. **Int J Prosthodont**, v.11, n.6, p.602-9, 1998.
- 62 THOMPSON, J.Y. et al. Fracture surface characterization of clinically failed all-ceramic crowns. **J Dent Res**, v.73, n.12, p.1824-32, Dec. 1994.
- 63 TINSCHERT, J. et al. Structural reability of alumina, feldspar, leucite, mica and zirconia-based ceramics. **J Dent**, v.28, n.7, p.529-35, 2000.
- 64 UCTASLIS, S. et al. The strength of a heat-pressed all-ceramic restorative material. **J O Rehabil**, v.23, n.4, p.257-61, 1996.

- 65 WAGNER, W.C.; CHU T. M. Biaxial flexural strength and indentation fracture toughness of three new dental core ceramics. **J Prosthet Dent**, v.76, n.2, p.140-4, Aug.1996.
- 66 WEN, M.Y. et al. Comparative mechanical property characterization of 3 all-ceramic core materials. **Int J Prosthodont**, v.12, n.6, p.534-41, 1999.
- 67 WHITE, S. N. et al. Moduli of rupture of layered dental ceramics. **Dent Mater**, v. 10, n.1, p.52-8, 1994.
- 68 WHITE, S. N. et al. Relationship between static chemical and cyclic mechanical fatigue in a feldspatic porcelain. **Dent Mater**, v. 13, n.2, p.103-10, 1997.
- 69 YEN, T.W. et al. Effect of acid etching on the flexural strength of a feldspatic porcelain and a castable glass ceramic. **J Prosthet Dent**, v.70, n.3, p.224-33, 1993.
- 70 YOSHINARI, M.; DÉRAND, T. Fracture strength of all ceramic crowns. **Int J Prosthodont**, v.7, n.4, p.329-37, 1994.
- 71 ZENG, K. et al. Evaluation of mechanical properties of dental ceramic core materials in combination with porcelains. **Int J Prosthodont**, v.11, n.2, p.183-9, 1998.

Apêndice A - Resultados obtidos dos testes de cisalhamento e flexão em quatro pontos e da densidade dos materiais cerâmicos estudados.

Tabela 7 - Dados de cisalhamento (MPa), obtidos segundo as condições experimentais, da interface ceramo/cerâmica

Corpos-de prova (N)	IPS Empress 2		In Ceram Alumina	
	Sem ciclagem	Com ciclagem	Sem ciclagem	Com ciclagem
1	96,53	75,99	38,50	47,80
2	73,45	51,26	41,79	23,08
3	89,82	78,35	40,03	27,30
4	92,47	59,39	44,24	104,02
5	49,23	58,17	39,80	24,12
6	60,94	93,17	44,66	37,48
7	74,30	104,26	30,90	41,89
8	130,16	43,93	54,90	86,77
9	58,09	74,79	28,82	28,14
10	95,44	42,27	40,72	30,05

Tabela 8 - Dados de flexão em 4 pontos (MPa), obtidos segundo as condições experimentais

Corpos-de-prova (N)	IPS Empress 2	Empress cerâmico	In Ceram Alumina	Vitadur Alfa
1	198,62	67,92	347,87	115,11
2	186,67	54,33	321,65	139,56
3	229,85	61,18	248,37	181,44
4	165,03	55,18	367,84	165,48
5	174,86	57,24	284,85	83,24
6	205,81	63,81	377,73	115,22
7	187,34	57,75	325,47	138,17
8	179,91	57,58	210,98	99,45
9	198,12	57,96	267,33	114,67
10	242,44	65,39	374,95	132,74
11	211,12	50,23	409,03	123,32
12	207,68	66,50	288,68	83,83
13	183,21	59,07	281,23	94,77
14	177,29	37,16	415,25	161,35
15	175,33	37,96	241,49	108,50
16	199,18	48,17	287,94	152,27
17	185,06	38,99	335,75	112,93
18	164,75	60,90	239,39	185,11

Tabela 9 - Dados de densidade dos materiais de infra-estrutura cerâmica: IPS Empress 2, representados na tabela abaixo em g/cm^3

Corpos-de-prova (N)	D=m/v g/cm^3	
	IPS Empress 2	In Ceram Alumina
1	2,2	3,7
2	2,4	3,4
3	2,4	3,6
4	2,5	3,7
5	2,2	3,8
6	2,3	3,7
7	2,4	3,7
8	2,4	3,8
9	2,4	3,7
10	2,4	3,6
11	2,4	3,6
12	2,4	3,7
13	2,4	3,7
14	2,4	3,8
15	2,4	3,2
16	2,5	3,2
17	2,4	3,6
18	2,4	3,4

DIAS, A.H.M. The influence of chemistry and microstructural characterization in the mechanical propriety of ceramics all sistemas. 2002. 128f. Tese (Doutorado em Odontologia Restauradora, Área de Concentração em Prótese) Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista. São José dos Campos.

ABSTRACT

The purpose of this study was to analyze the influence of chemical and microestructural characteristics in the mechanical properties of infrastructure materials (A - IPS Empress 2 and B - In Ceram Alumina) and of aesthetic revestiment (C - ceramic Empress and D - Vitadur Alfa) of systems all ceramic. In order to determine the parameters values for mechanical properties involving 4 points flexural of test in four points were used, shear bond strength (with and without cyclic loading) and Vickers superficial microhardness. The ceramic surfaces were analyzed trough X-ray diffraction and scanning electron microscopy (SEM). After the mechanical test, the fracture surfaces of the materials A and B and the interfaces A/C and B/D were analyzed chemically by EDS and microstruturally by SEM. The results complied with the literature, where A and B materials consists of crystalline phases and C and D are vitreous. The average flexure fracture strength values were consisten with the present compositions in the ceramic and the standard deviations were related to amount of microstrutural defects. Non parametric statistical treatament refering to Kruskal-Wallis and Weibull and involving these e data evidenced a signicant difference in the A/C group compared to the remaining materials, and of B/D group compared to B material. It was not evidenced significant difference between the fracture strength values originated form the test of static shear bond strength and cyclic loading for one same system. In the test without cyclic loading, evidenced greater adhesive strength for the A/C system and this was associated to the formation of chemical interface.

KEY WORDS: Ceramic; interface; ceram-ceramic; mechanical property; microstructure; EDS; X - ray diffraction

Autorizo a reprodução xerográfica deste trabalho.

São José dos Campos, 29 de novembro de 2002.



Alexandre Henrique de Moura Dias