KAREN AKEMI FUKUSHIMA

**Efeito do envelhecimento por ciclagem mecânica sobre a resistência à flexão
de cerâmicas odontológicas**

São Paulo

2011

KAREN AKEMI FUKUSHIMA

**Efeito do envelhecimento por ciclagem mecânica sobre a resistência à flexão
de cerâmicas odontológicas**

Versão Corrigida

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, para obter o título de Mestre, pelo Programa de Pós-Graduação em Odontologia.

Área de Concentração: Materiais Dentários

Orientador: Prof. Dr. Paulo Francisco Cesar.

São Paulo

2011

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Catálogo-na-Publicação
Serviço de Documentação Odontológica
Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo

Fukushima, Karen Akemi

Efeito do envelhecimento por ciclagem mecânica sobre a resistência à flexão de cerâmicas odontológicas [versão corrigida] / Karen Akemi Fukushima; orientador Paulo Francisco Cesar. -- São Paulo, 2011.

88p. : fig., tab., graf.; 30 cm.

Dissertação -- Programa de Pós-Graduação em Odontologia. Área de Concentração: Materiais Dentários. -- Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo.

Versão corrigida de acordo com sugestões da Banca Examinadora em 22/07/2011

1. Materiais cerâmicos – Envelhecimento – Resistência dos materiais. 2. Materiais dentários. I. Cesar, Paulo Francisco Cesar. II. Título.

Fukushima KA. Efeito do envelhecimento por ciclagem mecânica sobre a resistência à flexão de cerâmicas odontológicas. Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Odontologia.

Aprovado em: / /2011

Banca Examinadora

Prof(a). Dr(a). _____ Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Prof(a). Dr(a). _____ Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Prof(a). Dr(a). _____ Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Dedico este trabalho às pessoas que, com um amor incondicional, sempre me apoiaram e acreditaram em mim, a minha família.

Mãe, obrigada por sempre estar ao meu lado, me apoiando e me aconselhando. Para mim você é um exemplo de mulher, de mãe, de esposa, de profissional e de pessoa. Obrigada por me ensinar a importância de estudar e de ser independente, por me animar e nunca me deixar desistir, pelas broncas, por tudo! Tenha certeza de que hoje eu vejo como tudo o que você fez, foi pensando na nossa família. Meu amor por você é incondicional.

Pai, você é o meu herói! Obrigada por sempre estar ao meu lado, por fazer todas as minhas vontades, por me ensinar a batalhar e me sacrificar pelas coisas que eu quero, por sempre cuidar de nós! Agradeço por me ensinar a ser uma pessoa íntegra, a ter valores e a colocar a família sempre em primeiro lugar. Para mim, você é uma inspiração, a cada dia que passa eu admiro mais a pessoa que você é. Amo você de mais.

Lumi, obrigada por você ser a irmã que é! Obrigada pelo companheirismo, pela amizade, pelo carinho, pela confiança. E por agüentar o meu mau humor. Você é uma pessoa especial, nunca perca esse teu jeitinho meigo de ser! Te amo, minha irmã.

Obrigada a todos vocês por sempre respeitarem e apoiarem as minhas escolhas, por sempre estarem ao meu lado e por acompanharem cada passo da minha jornada, este trabalho eu dedico a vocês.

AGRADECIMENTOS

À Deus, por me permitir viver tudo isso.

Ao meu orientador Prof. Dr. **Paulo Francisco Cesar**, não existem palavras para expressar a minha gratidão. Primeiramente obrigada por me aceitar como sua aluna de iniciação científica, foi durante aqueles três anos que eu aprendi a amar a pesquisa, graças a você eu pude conhecer, trabalhar e compartilhar ótimos momentos não só com pessoas maravilhosas, mas também com pesquisadores de tão alto nível. Obrigada por plantar em mim o gosto em participar dos congressos, eu nunca imaginei conhecer lugares tão maravilhosos quanto os que eu visitei nas viagens que fiz e que farei e isso só foi e será possível graças às portas que foram abertas para mim através de você. Acima de tudo isso, muito obrigada pela sua orientação, através dela, eu pude vislumbrar o tipo de pesquisadora que eu quero ser e o que eu preciso fazer para alcançar os meus objetivos.

Ao Prof. Dr. **Humberto Naoyuki Yoshimura**, pela contribuição em toda minha formação científica, sempre somando conhecimento, ajudando nas dificuldades e por abrir as portas dos laboratórios do IPT desde a minha iniciação científica até a realização deste trabalho.

À Profa. Dra. **Carla Castiglia Gonzaga**, pelos conhecimentos transmitidos, pelo incentivo, apoio para a realização deste trabalho, obrigada por me permitir acompanhar você no laboratório durante o seu doutorado, pela paciência ao me ensinar a fazer polimento, pelas conversas, pelas dicas, pelos ótimos momentos que passamos juntas, mas acima de tudo isso, muito obrigada pela amizade.

À Profa. Dra. **Márcia Borba**, muito obrigada pelo apoio, amizade, pelas conversas, pelas viagens, pelos conselhos, saiba que eu admiro de mais a profissional que você se tornou.

À Profa. Dra. **Grace Mendonça**, pelo companheirismo, pela ajuda, por passar a aula da qualificação comigo, por sempre estar com um sorriso no rosto e principalmente pela amizade que construímos no breve tempo que passou no departamento.

À Dra. **Catia Fredericci**, por toda amizade, apoio e por possibilitar o uso de laboratórios do IPT para a realização deste trabalho.

Ao Prof. Dr. **Walter Gomes Miranda Jr. (Waltão)**, obrigada pela companhia durante os almoços, pelas conversas, pela amizade. Saiba que a cada dia que passo ao seu lado fazem de mim um ser humano melhor.

Aos Professores do Departamento de Materiais Dentários da FOUSP, **Rosa Miranda Grande, Alyne Simões Gonçalves, Antônio Muench, Carlos Eduardo Francci, Fernando Neves Nogueira, Igor Studart Medeiros, Josete Barbosa Cruz Meira, Leonardo Elloy Rodrigues Filho, Paulo Eduardo Capel Cardoso, Rafael Yagüe Ballester, Roberto Ruggiero Braga e Victor Elias Arana-Chavez**, que contribuíram muito na minha formação pessoal, profissional e acadêmica.

Aos amigos **Antônio Carlos Lascala (Antony) e Rosa Cristina Nogueira (Rosinha)**, obrigada pelo apoio, por toda ajuda, pelo companheirismo, pela parceria, pelos almoços, mas principalmente pela amizade, esta dissertação também é um pouquinho de vocês.

Aos funcionários do Departamento de Materiais Dentários, **Douglas e Elidamar Bastos**, pela atenção, por todo auxílio prestado e companheirismo.

Aos alunos de iniciação científica da FOUSP, **Vanessa Carvalho, Stephanie Favero, Kelli Nunes e Ranulfo Miranda** pelo companheirismo no laboratório e pela amizade oferecida.

Ao técnico em prótese dentária **Filipe**, pela grande ajuda na confecção dos espécimes utilizados neste trabalho.

À Profa. Dra. **Tomie Nakakuki** de Campos e ao Departamento de Prótese pela disponibilização da máquina de ciclagem mecânica.

Ao estagiário didático do Departamento de Prótese **Emerson Nakao**, pelo empenho e ajuda na realização da ciclagem mecânica.

À amiga **Cristina Yuri Okada**, obrigada por me ensinar a amar a pesquisa, pela amizade, apoio, pela companhia nas viagens, por me ensinar tanto durante a minha iniciação científica e por ser esta pessoa tão especial.

Aos mais que amigos, companheiros do grupo de cerâmicas, **Marcelo Mendes Pinto**, por todos os momentos juntos no laboratório e por ter um enorme coração. Ao **Vinícius Rosa**, por ter me acolhido em sua casa lá em Ann Arbor, por cuidar de mim nas nossas viagens juntos, pelas conversas, pelos conselhos e principalmente pela amizade. Ao **Maico de Araújo Dutra**, obrigada pelo apoio, pela amizade, pelas pipocas e pela grande ajuda na finalização desta dissertação.

À amiga **Luciana Bertozzi Fitipaldi de Melo**, obrigada pelo apoio, pela parceria, pelo companheirismo, por sempre acreditar em mim, por me entender, mas principalmente pela amizade de tantos anos. Você sabe que não importa o que aconteça, você sempre será uma amiga mais que especial.

À minha grande amiga chorona **Tamara Tedesco**, obrigada pelo apoio, pelas conversas, pela parceria e principalmente por ser esta pessoa tão especial, saiba que a sua amizade é um privilégio para mim.

À amiga **Renata Medeiros**, pela amizade, parceria, apoio, ajuda e por tornar os meus dias mais alegres, principalmente esses últimos. Obrigada pelos jantares, por me ouvir e por ter se tornado esta amiga tão especial.

À amiga **Amanda Verna**, pela amizade e pelo apoio durante as etapas finais desta dissertação.

A todos os amigos da Pós-Graduação, obrigada pelo companheirismo, apoio e amizade que fizeram desta etapa da minha vida muito especial. Ao amigo **Breno Mont'Alverne Haddade Silva**, pela amizade, pelas conversas e pelo apoio. Às amigas **Luana de Campos**, **Helena Burlamaqui Pinheiro**, **Letícia Boaro**, **Luciana Katy** e **Bruna Rozzetti Silva**, obrigada pela ajuda, pela amizade e pelos bons momentos que passamos juntas. Aos amigos **Fernando Maeda**, **Lucas Pabis**, **Ricardo Sgura**, **Maurício Neves**, **Bruno Reis**, **Emerson Martins**, **Vinícius Gajewski**, **Eduardo Inada** e **Andreas Koren**, obrigada pelos almoços, pela companhia, pelas risadas, pela ajuda e principalmente pela amizade. Ao amigo **André De Vito**, obrigada pela amizade, pelas conversas, pela pipoca,

pelo companheirismo e por ser esta pessoa tão especial. Aos mais novos professores do departamento **Carina Castellan** e **Marcelo Poloniato**, obrigada pelas conversas e pela amizade.

À minha família, pelo amor incondicional. Em especial aos meus pais, **Lucia Aiko Fugita Fukushima** e **Mampeï Fukushima**, pela luta de uma vida que me trouxeram até aqui. Aos meus padrinhos queridos, **Nobuko Fugita** e **Cláudio Yoshio Fugita** por estarem sempre por perto me apoiando e amando. Aos meus avós, **Kaoru Fugita** (*in memoriam*), **Yai Caoru** (*in memoriam*), **Jinha Fukushima** (*in memoriam*) e **Hanae Fukushima**, pela construção dos princípios passados a mim através dos meus pais.

Aos amigos e funcionários do Instituto de Pesquisa Tecnologia (IPT) pela colaboração e por disponibilizar o seu laboratório para que essa pesquisa fosse realizada.

À bibliotecária **Glauci Elaine Damasio Fidelis** do SDO/FOUSP, pelo apoio, ajuda e correções na finalização desta dissertação.

Às agências de fomento **FAPESP**, **CAPES** e **CNPq** pelo suporte financeiro que permitiu a realização desta pesquisa.

“Deus nos fez perfeitos e não escolhe os capacitados, capacita os escolhidos. Fazer ou não fazer algo, só depende de nossa vontade e perseverança.”

- Eu sei como ele conseguiu.

Todos perguntaram: - Pode nos dizer como?

- É simples, respondeu o Einstein.

- Não havia ninguém ao seu redor, para lhe dizer que não seria capaz.

Albert Einstein

RESUMO

Fukushima KA. Efeito do envelhecimento por ciclagem mecânica sobre a resistência à flexão de cerâmicas odontológicas [dissertação]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2011. Versão Corrigida.

Os objetivos deste trabalho foram: 1) avaliar o efeito do envelhecimento por ciclagem mecânica (1 milhão de ciclos a uma frequência de 2 Hz) sobre a resistência à flexão biaxial de três materiais cerâmicos utilizados para a construção infra-estruturas de próteses parciais fixas: a) uma zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP); b) uma alumina policristalina (AL) e c) um compósito de alumina e zircônia infiltrado por vidro (ICZ) e 2) determinar a influência da tensão gerada durante a ciclagem sobre a degradação da resistência das cerâmicas estudadas, já que para cada material a ciclagem foi realizada com dois níveis diferentes de tensão. Material e método: Espécimes em forma de disco (12 mm x 2 mm e 12 mm x 1 mm) foram confeccionados conforme as recomendações dos fabricantes. A resistência à flexão desses materiais foi determinada por meio do ensaio de flexão biaxial. Para o grupo controle de todos os materiais estudados (espécimes de 1 mm de espessura), foi realizada estatística de Weibull para determinação da resistência característica (σ_0) e módulo de Weibull (m). Após o envelhecimento por ciclagem mecânica, realizado para todos os materiais nas duas espessuras, os espécimes foram fraturados e os valores obtidos foram comparados com seus respectivos grupos controle. Resultados: O valor de m foi estatisticamente semelhante para todos os materiais, o ICZ (12,2) apresentou o maior valor comparado ao do Y-TZP (9,0) e do AL (8,4). Os valores de resistência característica, σ_0 , apresentaram diferenças significantes para todos os materiais, 828 MPa para a Y-TZP, 405,8 MPa para a AL e 328 MPa para o ICZ. Não houve diferenças estatisticamente significantes entre as resistências medidas para os grupos controle e ciclado para nenhum dos materiais nas duas espessuras avaliadas. Conclusão: O envelhecimento por ciclagem mecânica não causou alterações significativas nos valores de resistência à flexão de nenhuma das cerâmicas testadas. O aumento no nível de tensão aplicada na ciclagem mecânica não gerou um aumento na degradação da resistência dos materiais estudados.

Palavras-chave: cerâmicas odontológicas, resistência à flexão, envelhecimento mecânico.

ABSTRACT

Fukushima KA. Effect of aging by mechanical cycling on the flexural strength of dental ceramics [dissertation]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2011. Versão Corrigida

The objectives of this study were: 1) To evaluate the effect of aging by mechanical cycling (1 million cycles at a frequency of 2 Hz) on the biaxial flexural strength of three dental ceramics used as framework materials for fixed partial dentures (FPDs): a) yttria partially stabilized zirconia tetragonal polycrystals (Y-TZP), b) alumina polycrystals (AL) and c) alumina-based zirconia-reinforced glass infiltrated ceramic (ICZ) and 2) determine the influence of stress level generated during mechanical cycling on the flexural strength degradation of the studied ceramics. Materials and Methods: Disc-shaped specimens (12 mm x 2 mm and 12 mm x 1 mm) were prepared according to manufacturer's recommendations. The flexural strength of these materials was determined by biaxial flexure test for the control group of all materials. The Weibull statistics was performed to determine the characteristic strength (σ_0) and Weibull modulus (m). After mechanical aging, the specimens were fractured and the values obtained were compared with their respective control groups. Results: No statistically significant differences were founded between the strength obtained for the control and cycled groups for any of the materials in the two thicknesses tested. The m value was similar for all materials, ICZ (12.2) which showed the highest value, followed by the Y-TZP (9) and AL (8.4). The values for characteristic strength (σ_0) showed significant differences for all materials, 828 MPa for Y-TZP, 405.8 MPa for AL and 328 MPa for ICZ. Conclusion: Aging by mechanical cycling did not cause significant changes in the values of flexural strength for all the ceramics tested. The increase in the stress level during cyclic loading did not cause an increase in the strength degradation of the materials studied.

Keywords: dental ceramics, flexural strength, mechanical aging.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 2.1 - Micrografias (MEV) representativas dos materiais estudados. A) Y-TZP; B) AL e C) ICZ [19].....	24
Figura 2.2 - Interação da trinca com a microestrutura (Mecanismos de tenacificação)[42]	27
Figura 2.3 - Velocidade de propagação da trinca (V) em função dos valores de tenacidade à fratura (K_I) em diferentes ambientes[33].....	31
Figura 2.4 - Imagem esquemática da interação entre as moléculas de água e as moléculas de óxido presentes na ponta da trinca	32
Figura 2.5 - Curva v - K_I representando as regiões I, II e III. Os esquemas a, b e c mostram como ocorrem as interações entre as moléculas do ambiente e da cerâmica [33].....	32
Figura 2.6 - Exemplo de uma seqüência mastigatória completa em função do tempo	36
Figura 2.7 - Variação da tensão aplicada com tempo. (a) Ciclo de tensão reverso. (b) Ciclo de tensão repetido. (c) Ciclo de tensão irregular aleatória	38
Figura 4.1 – Blocos de CAD-CAM dos diferentes materiais utilizados. (a) Blocos de Y-TZP de ~15,0 x 14,0 x 40,0 mm; (b) Blocos de AL de ~15,5 x 19,0 x 40,0 mm; (c) Bloco de ICZ de ~14,0 x 15,0 x 40,0 mm	42
Figura 4.2 – Seqüência de preparação dos espécimes para todos os materiais. (a) Corte das fatias de material cerâmico em vista frontal [67]; (b) corte em vista lateral [67]; (c) usinagem da fatia para conformação do disco; (d) acabamento das bordas do disco	44
Figura 4.3 - Material ICZ nas diferentes fases de confecção dos corpos-de-prova. (a) vidro à base de lantânio; (b) vidro misturado à água destilada; (c) vidro aplicado na superfície do disco de alumina/zircônia; (d) disco após o ciclo de infiltração do vidro; (e) disco após a remoção dos excessos e (f) disco finalizado após o polimento	45

Figura 4.4 - Fornos utilizados na confecção dos espécimes de ICZ. (a) Forno utilizado para o ciclo de limpeza e (b) forno para a infiltração do vidro	46
Figura 4.5 - Politriz semi-automática (Ecomet II, Buehler)	47
Figura 4.6 – Configuração do material AL nas diferentes etapas da confecção dos espécimes. (a) Fatia após o corte do bloco de CAD-CAM; (b) disco antes da sinterização e (c) disco após a sinterização	48
Figura 4.7 - Forno utilizado para a sinterização dos materiais Y-TZP e AL	49
Figura 4.8 - Dispositivo de flexão biaxial em diferentes vistas [68]	50
Figura 4.9 - Simulador de ciclos mastigatórios (Vista geral)	52
Figura 4.10 - Simulador de mastigação (vista aproximada)	53
Figura 4.11 – Dispositivo utilizado para a realização da ciclagem mecânica	53
Figura 5.1 - Imagens representativas dos padrões macroscópicos de trincas encontrados nos diferentes grupos dos materiais estudados	67
Figura 5.2 - Imagem em estereomicroscópio da superfície de fratura de um espécime de 2 mm do material Y-TZP do grupo controle. A flecha indica a origem do defeito	70
Figura 5.3- Imagem em estereomicroscópio da superfície de fratura de um espécime de 2 mm do material Y-TZP do grupo ciclado. A flecha indica a origem do defeito	70
Figura 5.4 - Imagem em estereomicroscópio da superfície de fratura de um espécime de 1 mm do material Y-TZP do grupo controle. A flecha indica a origem do defeito	71
Figura 5.5 - Imagem em estereomicroscópio da superfície de fratura de um espécime de 1 mm do material Y-TZP do grupo ciclado. A flecha indica a origem do defeito	71

Figura 5.6 - Imagem em estereomicroscópio da superfície de fratura de um espécime de 2 mm do material AL do grupo controle. A flecha indica a origem do defeito	72
Figura 5.7 - Imagem em estereomicroscópio da superfície de fratura de um espécime de 2 mm do material AL do grupo ciclado. A flecha indica a origem do defeito	72
Figura 5.8 - Imagem em estereomicroscópio da superfície de fratura de um espécime de 1 mm do material AL do grupo controle. A flecha indica a origem do defeito	73
Figura 5.9 - Imagem em estereomicroscópio da superfície de fratura de um espécime de 1 mm do material AL do grupo ciclado. A flecha indica a origem do defeito	73
Figura 5.10 - Imagem em estereomicroscópio da superfície de fratura de um espécime de 2 mm do material ICZ do grupo controle. A flecha indica a origem do defeito	74
Figura 5.11 - Imagem em estereomicroscópio da superfície de fratura de um espécime de 2 mm do material ICZ do grupo ciclado. A flecha indica a origem do defeito	74
Figura 5.12 - Imagem em estereomicroscópio da superfície de fratura de um espécime de 1 mm do material ICZ do grupo controle. A flecha indica a origem do defeito	75
Figura 5.13 - Imagem em estereomicroscópio da superfície de fratura de um espécime de 1 mm do material ICZ do grupo ciclado. A flecha indica a origem do defeito	75
Gráfico 5.1 - Gráfico de Weibull mostrando os resultados de resistência à flexão dos espécimes de 1 mm do grupo controle. Os valores de m para cada material estão posicionados ao lado das curvas.....	57
Gráfico 5.2 - Gráfico representando os resultados de resistência à flexão e desvio padrão dos grupos experimentais dos diferentes materiais com 2 mm de espessura.....	60

Gráfico 5.3 - Gráfico representando os resultados de resistência à flexão e desvio padrão dos grupos experimentais dos diferentes materiais com 1 mm de espessura.....	60
Gráfico 5.4 - Gráfico representando o coeficiente de variação dos grupos experimentais dos diferentes materiais dos espécimes de 2 mm	61
Gráfico 5.5 - Gráfico apresentando o coeficiente de variação dos grupos experimentais dos diferentes materiais dos espécimes de 1 mm	61
Gráfico 5.6 - Gráfico comparando a dispersão nos valores de resistência à flexão dos grupos controle e ciclados dos espécimes de 2 mm de Y-TZP.....	62
Gráfico 5.7 - Gráfico comparando a dispersão nos valores de resistência à flexão dos grupos controle e ciclados dos espécimes de 2 mm de AL.....	62
Gráfico 5.8 - Gráfico comparando a dispersão nos valores de resistência à flexão dos grupos controle e ciclados dos espécimes de 2 mm de ICZ	63
Gráfico 5.9 - Gráfico comparando a dispersão nos valores de resistência à flexão dos grupos controle e ciclados dos espécimes de 1 mm de Y-TZP.....	63
Gráfico 5.10 - Gráfico comparando a dispersão nos valores de resistência à flexão dos grupos controle e ciclados dos espécimes de 1 mm de Y-TZP.....	64
Gráfico 5.11- Gráfico comparando a dispersão nos valores de resistência à flexão dos grupos controle e ciclados dos espécimes de 1 mm de ICZ	64
Gráfico 5.12- Resistência à flexão em função do número de pedaços dos espécimes fraturados do grupo controle dos diferentes materiais dos espécimes de 2 mm	68
Gráfico 5.13- Resistência à flexão em função do número de pedaços dos espécimes fraturados do grupo ciclado dos diferentes materiais dos espécimes de 2 mm	68
Gráfico 5.14 - Resistência à flexão em função do número de pedaços dos espécimes fraturados do grupo controle dos diferentes materiais dos espécimes de 1 mm	69

Gráfico 5.15- Resistência à flexão em função do número de pedaços dos espécimes fraturados do grupo ciclado dos diferentes materiais dos espécimes de 1 mm69

LISTA DE TABELAS

Tabela 4.1 - Materiais utilizados nesta pesquisa.....	41
Tabela 4.2 - Ciclos de sinterização e infiltração de vidro do material ICZ	46
Tabela 4.3 - Seqüência de polimento dos espécimes	47
Tabela 4.4 - Ciclo de sinterização dos materiais YZ e AL	49
Tabela 4.5 - Valores de tensão (MPa) aplicada nos espécimes de cada grupo, nas diferentes espessuras durante ciclagem mecânica.....	54
Tabela 4.6 - Número de corpos-de-prova de cada material em função dos ensaios mecânicos a serem realizados	55
Tabela 5.1 - Valores de resistência à flexão média (σ) e valores dos parâmetros de Weibull, σ_0 (resistência característica), com seus respectivos desvios-padrão e m (módulo de Weibull) com seus respectivos intervalos de confiança de 95%. Para um mesmo parâmetro, valores seguidos da mesma letra são estatisticamente semelhantes, $p > 0,05$	57
Tabela 5.2 - Valores de tensão máxima aplicada durante a ciclagem dos grupos ($\sigma_{m\acute{a}x}$), valores médios, mínimos e máximos de resistência à flexão, desvio padrão (DP), coeficiente de variação (CV), e valores de p para os diferentes grupos experimentais dos espécimes de 2 mm.....	58
Tabela 5.3 - Valores de tensão máxima aplicada durante a ciclagem dos grupos ($\sigma_{m\acute{a}x}$), valores médios, mínimos e máximos de resistência à flexão, desvio padrão (DP), coeficiente de variação (CV), e valores de p para os diferentes grupos experimentais dos espécimes de 1 mm.....	59

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	19
2	REVISÃO DA LITERATURA	22
2.1	Cerâmicas odontológicas	22
2.2	Tenacidade à Fratura	24
2.3	Resistência Mecânica dos Materiais Cerâmicos	28
2.4	Crescimento de trincas subcrítico (SCG)	29
2.5	Simulação da mastigação in vitro	33
2.6	Fadiga dos materiais	37
3	PROPOSIÇÃO	40
4	MATERIAL E MÉTODOS	41
4.1	Preparação dos espécimes	42
4.1.1	Compósito infiltrado com vidro	42
4.1.2	Cerâmicas policristalinas (Y-TZP e AL)	48
4.2	Ensaio mecânicos	50
4. 2. 1	Determinação da resistência à flexão (grupo controle)	50
4. 2. 2	Determinação do efeito do envelhecimento por ciclagem mecânica na resistência à flexão	51
4.3	Análise Fractográfica	55
4.4	Forma de análise dos resultados	55
5	RESULTADOS	56
6	DISCUSSÃO	76
7	CONCLUSÕES	81
	REFERÊNCIAS	82

1 INTRODUÇÃO

Os materiais cerâmicos vêm sendo amplamente utilizados na odontologia para a construção de uma grande variedade de restaurações, tais como as “onlays”, “inlays”, coroas unitárias e próteses parciais fixas [1-3]. Esse aumento na utilização das cerâmicas pode ser atribuído à sua excelente estética e biocompatibilidade, além da possibilidade de posicionar o término cervical da restauração na mesma altura da gengiva marginal livre, sem haver comprometimento estético e evitando a invasão do espaço biológico. Outras vantagens das cerâmicas são a baixa condutibilidade térmica, alta resistência ao desgaste e excelente estabilidade química e de cor [4, 5].

Em decorrência do aumento na utilização desses materiais e das taxas de sucesso clínico satisfatórias, diversos sistemas cerâmicos foram introduzidos no mercado e, conseqüentemente, ocorreu uma rápida evolução tecnológica dos mesmos. Em um estudo clínico de três anos, foram avaliadas 61 próteses parciais fixas (PPFs) de três elementos de um compósito de alumina infiltrado por vidro (sistema In-Ceram Alumina, ICA) que apresentaram taxas de sucesso de 100% na região anterior e de 83% na região posterior, sendo que a fratura de sete dessas próteses ocorreu na região de conector [6]. Alguns estudos clínicos apresentaram uma taxa de sucesso de PPFs do sistema ICA variando de 88 a 92% após 5 anos e de 94% para PPFs feitas com um compósito de alumina e zircônia infiltrado com vidro (In-Ceram Zircônia, ICZ) após três anos, onde a principal causa de falhas foi o lascamento da porcelana de cobertura [7-10]. Outro estudo clínico mostrou índices de fratura de aproximadamente 0,5% ao ano para PPFs com infra-estrutura de Y-TZP. O problema mais freqüentemente apresentado por esse material também foi o lascamento da cerâmica de cobertura [11, 12].

Os materiais cerâmicos fraturam com pouca ou nenhuma deformação plástica quando as tensões concentradas ao redor de um defeito pré-existente atingem um nível crítico, fazendo com que uma trinca se propague de forma instável (fratura catastrófica). Entretanto, quando esses defeitos presentes nas cerâmicas se encontram em meio aquoso, podem apresentar um crescimento lento, se forem submetidos a tensões abaixo do nível crítico. Esse fenômeno é denominado crescimento subcrítico (ou lento) de trinca (*slow crack growth* – SCG)

[13-15]. O SCG é principalmente caracterizado pelo coeficiente de susceptibilidade ao crescimento subcrítico (n), que é adimensional e indica a susceptibilidade do material ao crescimento de defeitos que o levará à falha. Uma vez que o valor de n é conhecido, é possível prever a degradação na resistência dos materiais sujeitos ao SCG[16].

O SCG pode ser estudado por meio de diferentes métodos, os diretos e os indiretos. Os métodos diretos são pouco populares para se testar materiais odontológicos devido a sua complexidade e a necessidade de se utilizarem espécimes de grandes dimensões. Por esses motivos, os métodos indiretos são os mais utilizados, sendo que se baseiam em ensaios para a determinação da resistência à flexão dos materiais. As técnicas mais utilizadas são o ensaio de fadiga dinâmica, fadiga estática e fadiga cíclica [17]. Alguns trabalhos que avaliaram o SCG para o ICA encontraram valores de n de 31 por meio da fadiga dinâmica e 21 pela fadiga cíclica. Já para o material ICZ foram encontrados valores de 54 e 21, respectivamente para os métodos de fadiga dinâmica e cíclica. Para a Y-TZP os valores de n encontrados foram de 76 para fadiga dinâmica, 29 por meio de cálculos matemáticos a partir da distribuição de Weibull obtida por fadiga cíclica e 25 por meio de curvas de SCG também obtidas pela fadiga cíclica [2, 3, 16, 18, 19].

Devido aos problemas citados acima, houve a necessidade de se estudar como os materiais cerâmicos se comportam após serem submetidos a condições que os levam a apresentar o SCG. Simulações da mastigação em laboratório são indicadas para compreender esse fenômeno nas cerâmicas dentárias, pois o objetivo desse tipo de ensaio é gerar tensões cíclicas de magnitude clinicamente relevante sem fraturar o espécime. Dessa forma, é possível criar uma condição *in vitro* de envelhecimento dos materiais mais aproximada da situação de uso clínico das próteses dentárias. Uma vantagem importante desse tipo de simulação *in vitro* é o fato de que são evitados os longos períodos de interrupção dos ciclos mastigatórios que ocorrem entre as refeições. Entretanto, para ter relevância clínica, o desenvolvimento de um ambiente oral artificial exige três requisitos básicos: a) presença de umidade (saliva artificial ou água), b) temperatura semelhante à da cavidade bucal e c) as forças e os movimentos encontrados na mastigação humana [20].

Um estudo avaliou a influência da simulação de regimes mastigatórios na em discos de Y-TZP em uma máquina de ensaios universais e não observou

diferença significativa nos valores de resistência entre os grupos submetidos à simulação de ciclos mastigatórios e o grupo controle (sem ciclagem). Os autores sugeriram que a carga e número de ciclos utilizados não foram suficientes para induzir o acúmulo de uma quantidade suficiente de danos (SCG) para produzir uma redução significativa da resistência. Entretanto, ao aumentar o número de ciclos 10^4 de para 10^5 , com carga de 80 N (tensão de 64 MPa), houve redução do módulo de Weibull como resultado do crescimento subcrítico de microtrincas [21]. Outro trabalho avaliou os materiais ICZ e alumina policristalina (Procera Allceram) em forma de disco, realizando um protocolo de ciclagem mecânica de 20.000 ciclos a uma frequência de 1Hz, com uma carga de 50N (33 MPa) em uma simuladora da mastigação. Esses autores não encontraram diferenças estatisticamente significantes entre a resistência mecânica dos espécimes submetidos à ciclagem e os não ciclados, mostrando que seria necessária uma combinação no aumento na tensão aplicada durante a ciclagem mecânica, na frequência e no número de ciclos realizados [22].

Analisando-se os trabalhos descritos acima, é possível notar que o efeito da aplicação de cargas mastigatórias sobre a resistência das cerâmicas ainda precisa ser estudado com maior profundidade, pois embora esses trabalhos tenham aplicado tensões mastigatórias clinicamente relevantes, o número de ciclos realizados não foi significativo do ponto de vista clínico. Alguns autores já demonstraram que 1 ano de utilização funcional de um material equivale a 10^6 ciclos mastigatórios, mostrando que para uma caracterização de relevância e aplicação clínica, são necessários estudos que avaliem tempos maiores de ciclagem [23-25].

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Cerâmicas odontológicas

Um dos primeiros sistemas cerâmicos desenvolvidos para a confecção de PPFs foi o compósito de alumina infiltrado por vidro (Sistema InCeram Alumina, ICA). Introduzido em 1990, este material é recomendado para a utilização na região anterior em casos envolvendo até três elementos. O processamento de peças protéticas construídas com esse material envolve inicialmente a produção de uma infra-estrutura de alumina parcialmente sinterizada, com partículas do pó de tamanho médio variando de 1 a 20 μm , cuja fração corresponde a aproximadamente 65% da área do material. Essa estrutura parcialmente sinterizada apresenta um alto grau de porosidade ($\sim 3\%$), sendo que a sua resistência final somente é alcançada por meio da infiltração de um vidro à base de óxido de lantânio [26]. O arcabouço pré-sinterizado de alumina pode ser produzido pela técnica da colagem (“slip-cast”) ou a partir de blocos pré-sinterizados por prensagem a seco (“dry-press”) usináveis em sistema CAD-CAM. Na literatura são encontrados valores de resistência à flexão para esses materiais variando de 236 a 600 MPa e tenacidade à fratura entre 3,1 e 4,6 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ [7, 18, 26, 27].

Após o início da utilização clínica do sistema ICA, descobriu-se que as suas propriedades mecânicas poderiam ser melhoradas adicionando-se 35% de zircônia parcialmente estabilizada por óxido de cério ao arcabouço pré-sinterizado de alumina, resultando na cerâmica à base de alumina infiltrada por vidro e reforçada com zircônia (In-Ceram Zircônia, ICZ). Nesse compósito cerâmico, os grãos de alumina e zircônia têm tamanhos de aproximadamente 2,5 μm e 1,3 μm , respectivamente [19, 27-29]. A cerâmica ICZ é indicada para a confecção de coroas unitárias e PPFs posteriores, podendo ser processada pelas mesmas técnicas usadas para o ICA [30]. O sistema ICZ apresenta em sua microestrutura um mecanismo de tenacificação que é uma combinação de mecanismos relacionados aos cristais de alumina e zircônia. Os cristais de alumina são responsáveis por deflexão de trincas e bloqueio das trincas (“contact shielding”). Já os cristais de

zircônia são responsáveis pelos mecanismos de transformação de fase e nucleação de micro-trincas (“microcrack toughening”). Para este material, os valores médios encontrados na literatura foram de 421 a 800 MPa para resistência à flexão e valores entre 6,0 e 8,0 MPa•m^{1/2} para tenacidade à fratura [31, 32].

A alumina policristalina é uma cerâmica amplamente utilizada em tratamento protéticos por combinar boa resistência, alta tenacidade à fratura, alta resistência ao desgaste, boa biocompatibilidade e excelente estabilidade química [33]. Esse material possui um tamanho médio de grão de 2,3 µm e fração de poros de 0,2%, sendo indicado na confecção de coroas unitárias (anteriores e posteriores) e PPFs de até 3 elementos. A alumina policristalina é normalmente comercializada sob a forma de blocos pré-sinterizados para CAD-CAM e possui valores médios de resistência à flexão de 487 a 699 MPa e tenacidade à fratura entre 4,5 e 6,0 MPa•m^{1/2} [7, 19].

A zircônia policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP) é uma das cerâmicas dentárias mais recentemente introduzidas no mercado para a confecção de infra-estruturas de PPFs. A Y-TZP foi inicialmente utilizada na área médica como uma opção de material para as próteses de reposição de cabeça de fêmur. Somente nos anos 90 é que a utilização da Y-TZP se iniciou na Odontologia, sendo que pode ser utilizada tanto para a confecção de restaurações anteriores, quanto posteriores. Esse material apresenta em sua microestrutura cristais de zircônia com tamanho médio de 0,7 µm e fração de poros de 0,1%, que podem ser observados na Figura 2.1. Os seus altos valores de resistência (900 a 1200 MPa) e tenacidade à fratura (8 a 10 MPa•m^{1/2}) são resultado do mecanismo de tenacificação presente nesse material, que é chamado de transformação martensítica. A zircônia pura é uma cerâmica polimórfica que apresenta três formas cristalinas: monoclinica (M), cúbica (C), e tetragonal (T). À temperatura ambiente, esse material apresenta-se na forma monoclinica, a qual é estável até a temperatura de 1170 °C. Quando o material é aquecido além desta temperatura, essa forma monoclinica transforma-se em tetragonal. Ao atingir 2370 °C, a fase tetragonal se transforma em cúbica, sendo que esta forma existe até que se atinja a temperatura de fusão (2680 °C). Durante o resfriamento, a transformação de tetragonal para monoclinica (T-M) ocorre em temperaturas inferiores a 1070 °C. Essa transformação se dá por meio de um processo de cisalhamento não difusional em velocidades próximas à do som. Além disso, durante o processo ocorre uma expansão volumétrica que pode variar de 3 a

5%. Quando um aditivo como a ítria é adicionado em uma proporção de 3% em mol à Y-TZP, ocorre uma estabilização da fase tetragonal à temperatura ambiente. Entretanto, quando o material é submetido a tensões externas (por ex., jateamento com óxido de alumínio, mastigação, desgaste, polimento ou envelhecimento térmico), estas induzem a transformação T-M, produzindo tensões de compressão ao redor de defeitos pré-existent no material e dificultando sua propagação, o que resulta em um aumento significativo da tenacidade à fratura [7, 30-32, 34-36].

Figura 2.1 - Micrografias (MEV) representativas dos materiais estudados. A) Y-TZP; B) AL e C) ICZ [19]

2.2 Tenacidade à Fratura

A fratura dos materiais cerâmicos ocorre com pouca ou nenhuma deformação plástica, pois os defeitos ou trincas presentes em sua estrutura se propagam de maneira instável quando submetidos a tensões de tração. A habilidade das cerâmicas em resistir à instável propagação de trincas pode ser descrita pela tenacidade à fratura do material (K_{Ic}), uma propriedade intrínseca do material, também chamada de fator de intensidade crítico de tensão [37]. Esta propriedade

está diretamente relacionada com a quantidade de energia que o material pode absorver antes que a propagação catastrófica da trinca ocorra [38, 39].

Todos os materiais cerâmicos apresentam em sua estrutura defeitos gerados durante o seu processamento ou durante a sua utilização, o que os impedem de ser considerados perfeitamente homogêneos [40]. Esses defeitos podem estar presentes na superfície ou no interior do material e se apresentam na forma de poros, inclusões, aglomerados ou microtrincas superficiais geradas durante os processos de usinagem, acabamento e polimento. Essas descontinuidades presentes no material estão diretamente relacionadas com a queda na resistência do material, pois elas reduzem a área de secção transversal sobre a qual a carga é aplicada, além de atuarem como áreas concentradoras de tensão[16].

As áreas concentradoras de tensões localizam-se ao redor desses defeitos onde os níveis de tensão são mais altos do que os níveis encontrados longe da região contendo a descontinuidade. A intensificação da tensão na ponta de uma trinca pré-existente em um material pode ser determinada quantitativamente através do parâmetro K , denominado fator de intensidade de tensão. Este fator pode estar associado a três modos diferentes de carregamento, que envolvem diferentes geometrias de deslocamentos das superfícies da trinca, sendo que K_I está relacionado com o modo I (abertura), K_{II} com o modo II (deslizamento) e K_{III} para o modo III (cisalhamento). Para os materiais cerâmicos, o modo I, é o mais importante, pois corresponde ao modo de fratura da maioria dos materiais de natureza frágil e tem boa correlação com o modo de fratura clínico.

A magnitude da intensidade de tensão na ponta de uma trinca pode ser calculada através da seguinte fórmula:

$$K_I = Y\sigma_a\sqrt{c} \quad \text{Equação 2.1}$$

onde, σ_a é a tensão aplicada, c é o tamanho da trinca e Y é uma constante geométrica que depende das condições de carregamento e da forma da trinca. Quando K_I alcança um valor crítico, K_{Ic} , também chamado de tenacidade à fratura, ocorre a fratura frágil (“rápida”) do material. O valor de K_{Ic} é dado por:

$$K_{Ic} = Y\sigma_f\sqrt{c} \quad \text{Equação 2.2}$$

onde, Y é a mesma constante geométrica descrita anteriormente, σ_f é a tensão de fratura e c é o tamanho do defeito [41].

A tenacidade à fratura das cerâmicas pode ser aumentada através dos mecanismos de tenacificação, que estão relacionados diretamente à microestrutura de alguns materiais e se manifestam durante o crescimento da trinca, reduzindo a magnitude da tensão na sua ponta. Os principais mecanismos de tenacificação são: deflexão de trinca (“crack deflection”), ponteamento de trinca (“crack bridging”), transformação de fase (“transformation toughening”), ramificação de trinca (“crack branching”), geração de microtrincas (“microcracking”), reforço com fibras do tipo “whiskers” (“second phase whisker reinforcement”) e reforço com fibras contínuas (“continuous fiber reinforcement”), todos ilustrados na Figura 2.2 [42].

Figura 2.2 - Interação da trinca com a microestrutura (Mecanismos de tenacificação)[42]

Os materiais cerâmicos que apresentam em sua estrutura algum dos mecanismos de tenacificação podem apresentar um aumento na tenacidade à fratura com o aumento do tamanho da trinca, sendo que esse fenômeno é denominado comportamento de curva R. O comportamento de curva R é uma

consequência dos efeitos do consumo de energia gerados pelos mecanismos de tenacificação. A geração de microtrincas e a ramificação de trincas são consideradas mecanismos intrínsecos de tenacificação, uma vez que estes geram uma mudança na ponta da trinca à medida que esta cresce com o aumento da carga aplicada. Ao contrário do que se observa nos mecanismos intrínsecos, que afetam primeiramente a iniciação da trinca, os mecanismos de tenacificação extrínsecos se tornam mais ativos na medida em que a trinca cresce [43].

O comportamento de curva R nos materiais cerâmicos é um fenômeno desejável, pois com o aumento da tenacidade à fratura na medida em que ocorre o crescimento da trinca, é necessário um aumento significativo na energia aplicada para que o crescimento da trinca prossiga até que a fratura catastrófica do material ocorra. Dessa forma, há um aumento na margem de segurança na utilização clínica dos materiais cerâmicos, garantindo o sucesso clínico da restauração por períodos de tempo mais longos [44].

2.3 Resistência Mecânica dos Materiais Cerâmicos

A resistência mecânica é considerada um fator muito importante para avaliar e compreender o comportamento mecânico dos materiais indicados para a confecção de próteses fixas. Os materiais frágeis, tais como as cerâmicas odontológicas, são muito menos resistentes a tensões de tração do que de compressão, portanto quando avaliamos esses materiais, a resistência à tração é uma propriedade de grande importância [36, 45, 46].

Os testes de resistência à flexão são os mais utilizados para a determinação desta propriedade, pois requerem espécimes de geometria relativamente simples e os dispositivos necessários para a realização do teste não são muito complexos[46]. Uma vantagem desses testes é que se pode estabelecer que a máxima concentração de tensões de tração seja gerada em um dos lados do espécime[47].

Os valores de resistência são comumente considerados como indicadores do desempenho estrutural dos materiais utilizados para a confecção de PPFs. Entretanto, a resistência pode ser considerada mais como uma propriedade

“condicional” do que inerente do material e esses valores, quando avaliados isoladamente, não podem ser considerados parâmetros para se prever a performance do material, pois qualquer passo no processamento do material que afete o tamanho, orientação ou distribuição nos defeitos superficiais e sub-superficiais irá afetar a mensuração da resistência dos materiais cerâmicos [48].

Por isso, um dos mais importantes aspectos a ser considerado com relação à mensuração da resistência à flexão de um material cerâmico é o fato que a variabilidade nos valores de resistência está relacionada com a distribuição do tamanho dos defeitos presentes na superfície do material [45]. A análise estatística de Weibull é um método comumente usado para o estudo da confiabilidade e da variabilidade dos valores de resistência das cerâmicas [49]. Os principais parâmetros envolvidos nessa análise são o módulo de Weibull (m), que está relacionado com a dispersão dos resultados de resistência na distribuição assimétrica e a resistência característica (σ_0), que representa o valor no qual a probabilidade de ocorrer fratura do material é de 63% [49]. Um alto módulo de Weibull indica distribuição mais homogênea dos defeitos e maior previsibilidade estrutural do material [45, 50].

2.4 Crescimento de trincas subcrítico (SCG)

O processo de crescimento subcrítico de trincas (SCG) em cerâmicas é causado pela interação da água com o material cerâmico na ponta de trincas que estão sob tensão. Na presença de tensões abaixo do nível crítico, a água provoca a hidrólise dos óxidos metálicos do material, resultando em um crescimento estável dessas trincas [51]. O ambiente oral apresenta muitos elementos favoráveis ao SCG nas restaurações cerâmicas, como a água presente na saliva, as forças mastigatórias que geram tensões subcríticas, a temperatura de 37°C e as variações de pH [13, 14].

O crescimento de trinca subcrítico é notável por sua extrema sensibilidade à carga aplicada e que tende também a depender da umidade do ambiente, temperatura entre outras variáveis externas. Isso significa que, sob adequadas

condições, os defeitos continuam crescendo por algum tempo até atingirem o tamanho crítico, que leva à falha catastrófica [13].

O crescimento lento de trincas pode ser descrito com base em um diagrama que correlaciona a velocidade de crescimento da trinca (v) com o fator de intensidade de tensão (K_I). A Figura 2.3 mostra as diferentes velocidades de crescimento de trincas em função de K_I em diferentes ambientes. É notável o aumento da velocidade de propagação da trinca quando o material está imerso em um ambiente úmido. Já a Figura 2.4 mostra a interação entre as moléculas de água e as moléculas de óxido presentes na ponta da trinca. Este é o efeito combinado de elevadas tensões na ponta da trinca e a presença de água ou moléculas do fluido corporal (reduzindo a energia de superfície na ponta da trinca) que induzem propagação de trincas de forma subcrítica [33].

Um dos fatores que podem interferir nos parâmetros de SCG é o pH do meio. Alguns trabalhos que investigaram o efeito do pH do meio no crescimento de trincas em vidros demonstraram que a velocidade de crescimento da trinca aumenta com a queda do pH. Um trabalho mostrou que os valores de n de uma porcelana comercial sofreram influência do pH do meio, já que os valores para este parâmetro, foram 35% menores quando o pH do meio foi reduzido de 7,0 para 3,5 [52].

Alguns aspectos importantes a respeito do SCG podem ser melhor observados na Figura 2.5, onde notam-se três regiões bem definidas e com características próprias. A região I da figura tem tido destaque na literatura, pois v é altamente dependente das variáveis externas, da tensão aplicada, da temperatura e da concentração química do ambiente [33]. As próteses dentárias são constantemente submetidas a níveis de tensão correspondentes aos desta região. Nesta região, os componentes do meio reagem com as ligações químicas da cerâmica na ponta da trinca, levando ao crescimento do defeito, fenômeno esquematicamente representado na Figura 2.5a. A região II apresenta velocidades intermediárias, dependendo também do ambiente, entretanto, é menos sensível às tensões geradas. Esta região depende diretamente da difusão dos agentes corrosivos do meio ambiente para a ponta da trinca, como pode ser observado na Figura 2.5b. Na região III são alcançadas velocidades ultra-sônicas, e o crescimento da trinca é fortemente dependente de K_I . O aumento da tensão gerada aumenta também a velocidade de crescimento da trinca, fazendo com que não haja tempo suficiente para que as moléculas ativas do ambiente reajam com a ponta da trinca.

Esta região está associada com a fratura rápida do material e com o valor de K_{Ic} , Figura 2.5c [33, 52].

Ainda no gráfico da Figura 2.5 é possível notar que em baixos valores de K_I , há uma região em que o crescimento da trinca não ocorre, esse valor limite do fator de intensidade de tensão, abaixo do qual não há SCG, é denominado fator de intensificação de tensão limite, K_{I0} . Para os materiais cerâmicos, é importante que se conheça o valor de K_{I0} , pois o ideal é que a condição de uso do material gere valores K_I abaixo do limite de K_{I0} , garantindo assim a inexistência de crescimento subcrítico nos materiais. Uma das formas de se medir o valor de K_{I0} é por meio da mensuração periódica durante determinado tempo de crescimento das trincas geradas nos vértices de uma indentação Vickers. Valores de K_{I0} medidos para porcelanas de diferentes marcas comerciais variaram de 0,41 à 0,64 MPa.m^{1/2}. Um trabalho que avaliou K_{I0} para alumina policristalina, zircônia policristalina e para um compósito de alumina com 10% em volume de zircônia apresentou valores de 2,5, 3,1 e 4 MPa.m^{1/2}, respectivamente, para estes materiais [33, 53].

Figura 2.3 - Velocidade de propagação da trinca (V) em função dos valores de tenacidade à fratura (K_I) em diferentes ambientes[33]

Figura 2.4 - Imagem esquemática da interação entre as moléculas de água e as moléculas de óxido presentes na ponta da trinca [33]

Figura 2.5 - Curva $v - K_I$ representando as regiões I, II e III. Os esquemas a, b e c mostram como ocorrem as interações entre as moléculas do ambiente e da cerâmica [33]

A região I da curva v-K pode ser descrita numericamente por meio da dos parâmetros de SCG, σ_{f0} , que é a resistência do material nos estágios iniciais da solicitação mecânica (parâmetro escalar) e n , o coeficiente de susceptibilidade ao crescimento subcrítico, que indica a susceptibilidade ao crescimento de trincas de um material cerâmico e é adimensional. Portanto, valores altos de n indicam menor susceptibilidade ao crescimento de trincas subcrítico. A determinação experimental desses parâmetros pode ser realizada utilizando-se métodos indiretos, como os ensaios de fadiga dinâmica, estática ou cíclica. Na fadiga dinâmica, a resistência à flexão é determinada em diferentes taxas de carregamento, na fadiga estática, o tempo de ruptura é medido em diferentes níveis de tensão aplicada, já na fadiga cíclica, esses parâmetros são obtidos por meio da relação do tamanho do defeito com o número de ciclos realizados [13, 16, 33, 41, 54]

Existem vários métodos que podem ser utilizados a fim de aumentar as propriedades mecânicas e evitar a rápida propagação de trincas nas cerâmicas, entre eles estão à adição de partículas de segunda fase e as têmperas térmica e química. Um estudo comprovou que a troca iônica realizada em uma porcelana aumentou significativamente os valores de n e σ_{f0} , entretanto, esse tratamento causou uma indesejável diminuição do módulo de Weibull do material [39]. A troca iônica consiste em realizar uma mudança na composição química na camada superficial do material, trocando pequenos íons de sódio (1,90 Å em diâmetro) por íons de potássio (2,66 Å em diâmetro), através deposição de um sal na superfície do material, a temperaturas acima de 328° C (ponto de fusão do KNO_3), mas abaixo do ponto de fusão do material. O resultado esperado dessa troca iônica é o aumento na resistência à flexão e na tenacidade à fratura através da compressão bidimensional das trincas pelo aumento de volume na camada superficial do material [39].

2.5 Simulação da mastigação in vitro

Os estudos clínicos são a primeira escolha para avaliar o efeito de diferentes tratamentos ou a utilização de novos materiais na Odontologia. Entretanto, esse tipo de estudo apresenta sérias dificuldades como seu alto custo, os longos períodos de

tempo para avaliação, e o alto desvio padrão dos resultados associado muitas vezes a um número limitado de pacientes avaliados [55]. Devido a essas dificuldades inerentes aos estudos clínicos, as simulações laboratoriais se tornaram cada vez mais importantes para os a avaliação do comportamento dos materiais dentários em longo prazo.

A simulação do ambiente oral não é simples e para ser realizada com sucesso precisa contemplar três requisitos básicos. a) a presença de uma saliva artificial, b) variações de temperatura e pH e c) as forças, movimentos e frequência semelhantes aos gerados durante os ciclos mastigatórios.[20]. A literatura mostra que ainda não há um consenso com relação à padronização destes parâmetros, principalmente no que diz respeito ao número de ciclos mastigatórios que são realizados por um ser humano ao longo de um ano. Vários trabalhos que realizaram a ciclagem mecânica como métodos de envelhecimento, relataram que um indivíduo realizaria uma média de 250.000 ciclos mastigatórios por ano, ou seja, $1,2 \times 10^6$ ciclos seriam equivalentes a 5 anos de utilização clínica do material [20, 56-62]. Entretanto, esses trabalhos se basearam no fato de esse número de ciclos gerava um desgaste em restaurações de amálgama *in vitro* que era semelhante àquele observado *in vivo* após 5 anos.

Outros trabalhos fizeram uma proposição mais lógica com relação número de ciclos mastigatórios realizados por humanos no período de um ano. Esses trabalhos afirmam que, em um ano, uma pessoa realiza 10^6 ciclos mastigatórios. Esses cálculos foram realizados considerando-se que uma pessoa realiza três refeições por dia e que cada refeição dura em média 15 minutos. Sabendo-se que a frequência da mastigação é de 1 Hz, ou seja, um ciclo é realizado a cada segundo, concluí-se que a cada minuto são realizados 60 ciclos. Sendo assim, em 15 minutos são realizados 900 ciclos, e em um dia são realizados 2.700 ciclos. Conseqüentemente, em um ano teremos aproximadamente um milhão de ciclos mastigatórios realizados. Adicionalmente a essa informação, o trabalho de Wiskott mostrou que para aplicações odontológicas os testes de fadiga por ciclagem mecânica deveriam realizar no mínimo 10^6 ciclos para que a ciclagem cause algum efeito degradante que fosse significativo para o material [23, 25].

Em concordância com Lohbauer e Wiskott, Rosentritt em 2006 observou que a frequência mastigatória média medida *in vivo* (medida realizada em adultos com idades entre 20 e 45 anos) era de 1,2 Hz e o número estimado de ciclos era de $4 \times$

10^6 em 5 anos, valor que seria quase três vezes maior do que o que os autores anteriormente citados utilizaram como equivalência clínica [24].

Outro parâmetro a ser padronizado também é a frequência em que a máquina de ciclagem trabalhará. O trabalho de Rosentritt em 2005 afirmou que variação na frequência de 1,6 a 3 Hz não teve influência significativa carga de fratura de espécimes cerâmicos, sendo que esse parâmetro não deve ser superior a 10Hz [24]. Já De Long em 1983 afirmou em seu trabalho que a duração da força durante o ciclo deveria estar entre $1/3$ e $1/4$ s, e, portanto a frequência máxima de ciclagem deveria ser de 3 a 4 Hz [20]. Contudo, o aumento da frequência faz com que a carga desejada não seja aplicada por um tempo suficiente no material a ponto de gerar a tensão necessária correspondente à gerada durante o ciclo mastigatório *in vivo* [63].

Um trabalho de 2006 que avaliou a atividade mastigatória humana mostrou que um indivíduo realiza em média 60 ciclos mastigatórios em 30 segundos, pois se perde aproximadamente 30 segundos entre deglutir e colocar o alimento na boca (Figura 2.6), o que nos dá uma taxa mastigatória de 2Hz, informação que comprova os estudos que utilizam 10^6 ciclos equivalentes a 1 ano de utilização clínica [64].

Figura 2.6 - Exemplo de uma sequência mastigatória completa em função do tempo. Cada pico equivale a um ciclo mastigatório. (•) Deglutição intermediária [64]

Com relação às cargas geradas durante a mastigação, um trabalho mostrou que uma restauração dentária está sujeita a forças mastigatórias que variam de 150 a 660N em condições normais; já nos casos de hábitos parafuncionais, essas forças podem ser superiores a 1200N [21]. Em um trabalho clínico recente, que avaliou a força mastigatória, obteve valores máximos na região posterior variando de 250 a 400N o que corresponde a tensões ao redor de 30 MPa geradas nos materiais restauradores durante a mastigação [23, 65].

Um trabalho realizado em 2006 analisou diferentes protocolos de ciclagem mecânica, onde foram estabelecidas cargas de 500N (383-420 MPa), 700N (536-588 MPa) e 800N (613-672 MPa) aplicadas por 2.000 ciclos e uma carga de 80N (61-67 MPa) aplicada por 10^4 e 10^5 ciclos. Todos os grupos foram submetidos a posterior ensaio de flexão biaxial, realizado em uma máquina de ensaios universais, em diferentes condições experimentais (seca e úmida) para uma Y-TZP. Além disso, foi realizado um ensaio de dureza Vickers nos espécimes de todos os grupos na condição seca. A partir dos resultados obtidos, demonstrou-se que o módulo de

Weibull, avaliado para todos os grupos, sofreu um aumento nos grupos ciclados, quando comparados com o grupo controle nas duas condições experimentais, fato que foi justificado pelos autores por meio do aumento na dureza Vickers desses mesmos grupos, demonstrando que, provavelmente, houve a formação de uma camada de tensões de compressão, induzida pela transformação martensítica dos cristais de zircônia presentes na superfície dos espécimes dos grupos ciclados. Já para os grupos ciclados por períodos de tempo mais longos, com aplicação de tensões mais baixas, só foram observadas reduções significativas nos valores de m (7,5 para 5,3), resistência mínima (793 MPa para 642 MPa) e uma redução na probabilidade de 10% de falha no grupo ciclado por 10^5 ciclos. Portanto, a partir desses dados foi possível se observar que ao se aumentar o número de ciclos, aumenta-se o tempo para o crescimento dos defeitos, evidenciando assim, a degradação do material após ser submetido a esforços mecânicos [21].

2.6 Fadiga dos materiais

A maioria dos materiais, quando submetidos a tensões subcríticas por certos períodos de tempo, irão falhar por um processo denominado “fadiga”. As falhas podem se manifestar por meio de fratura, perda de continuidade ou desgaste e, é influenciada por fatores ambientais. Fadiga é um processo que envolve a nucleação, propagação e a coalescência de trincas. As tensões geradas podem ser estáticas (permanecendo constante ao longo do tempo), dinâmica (gerada com uma taxa de carregamento constante) ou cíclica (tensão variando com o tempo) [17].

A resistência à fadiga dos materiais pode ser caracterizada por meio de diversos testes laboratoriais. Um método muito utilizado para determinar os parâmetros de crescimento de trincas nos materiais cerâmicos, sem se realizar a medida direta da taxa de crescimento da trinca é o teste de fadiga dinâmica. Prefere-se este método aos testes que analisam os mecanismos de fratura baseados no crescimento de trincas, pois o teste de fadiga dinâmica permite uma estimativa do tempo de vida menos subjetiva do que aquelas obtidas pelo método de mensuração da trinca, além disso, por este método os defeitos causadores das fraturas são

simulados de forma mais semelhante ao que acontece na realidade [17]. Contudo, não se deve confundir o ensaio de fadiga dinâmica com o ensaio de fadiga cíclica. No ensaio de fadiga dinâmica, são obtidos dados capazes de determinar os parâmetros de SCG. Já nos ensaios de fadiga cíclica, além dos parâmetros de SCG, também se determinam a resistência à fadiga, o tempo de fadiga (“fatigue life”) e o limite de fadiga do material.

De maneira geral, peças sujeitas à fadiga cíclica estão submetidas a esforços que se repetem com regularidade. As tensões geradas podem ser axiais (tração-compressão), flexurais ou de torção. Em geral, é possível se observar três tipos de ciclos de tensão aplicada. O ciclo reverso é representado esquematicamente por uma curva sinusoidal regular tempo-dependente, que apresenta amplitude simétrica, ou seja, a alternância dos valores de tensão de tração máximos para os de compressão mínima são de igual magnitude, como mostra a Figura 2.7a. Outro tipo é o ciclo de tensão repetida, que está representado na Figura 2.7b e demonstra que a tensão máxima e a mínima são assimétricas em relação ao zero. Os níveis de tensão e freqüência também podem variar aleatoriamente, o que mostra a figura 2.7c [66].

Figura 2.7 - Variação da tensão aplicada com tempo. (a) Ciclo de tensão reverso. (b) Ciclo de tensão repetido. (c) Ciclo de tensão irregular aleatória [66]

Na fadiga cíclica, os espécimes são submetidos a um regime de tensões cíclicas até a sua fratura. O comportamento do material sob fadiga pode ser descrito pela curva S-N, que correlaciona a amplitude da tensão ($S = \sigma_a$), sendo que poderão ser utilizados $\sigma_{m\acute{a}x}$ (tensão máxima aplicada) ou $\sigma_{m\acute{i}n}$ (tensão mínima aplicada), com o número de ciclos associados à falha (N) em escala logarítmica, como mostra a Equação 1 [66]. A Equação 2.4 demonstra como é obtido o valor de R, parâmetro que indica qual é o tipo de ciclo de tensão aplicada, se o ciclo é do tipo de tensão reverso, $R=-1$, por exemplo [66].

$$\sigma_a = \frac{\sigma_{m\acute{a}x} - \sigma_{m\acute{i}n}}{2} \quad \text{Equação 2.3}$$

$$R = \frac{\sigma_{m\acute{i}n}}{\sigma_{m\acute{a}x}} \quad \text{Equação 2.4}$$

O trabalho de Salazar-Marochio et al, avaliou a resistência mecânica e a suscetibilidade ao crescimento subcrítico dos materiais In-Ceram Alumina e In-Ceram Zircônia através da fadiga cíclica em ambientes úmido e seco, e mostrou que ambientes úmidos combinados com carregamentos cíclicos provocam acentuado SCG nos compósitos infiltrados por vidro[3]. Studart et al. também demonstraram uma susceptibilidade maior ao envelhecimento por fadiga cíclica de cerâmicas contendo zircônia (Y-TZP e compósito de alumina e zircônia infiltrado por vidro) em comparação com uma vitro-cerâmica reforçada por dissilicato de lítio, contudo, as cargas empregadas nas ciclagens foram diferentes para os três materiais, sendo de 500 MPa para a Y-TZP, de 300 MPa para o ICZ e de 160 MPa para o dissilicato de lítio, logo, embora o material Y-TZP tenha apresentado um menor valor de n, ele suportou maiores níveis de tensão. Neste mesmo estudo o material que apresentou o maior módulo de Weibull foi o dissilicato de lítio, entretanto, este material teve um valor de σ_0 de 245 MPa, mostrando que embora apresente a resistência característica mais baixa dentre os três materiais, ele apresenta a maior confiabilidade [2].

3 PROPOSIÇÃO

Os objetivos desse trabalho foram:

1. Avaliar o efeito do envelhecimento por ciclagem mecânica (1 milhão de ciclos a uma frequência de 2 Hz) sobre a resistência à flexão biaxial de três materiais cerâmicos utilizados para a construção infra-estruturas de próteses parciais fixas: a) uma zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria; b) uma alumina policristalina e c) um compósito de alumina e zircônia infiltrado por vidro. A hipótese testada é a de que a ciclagem mecânica causa alteração significativa no valor de resistência para todos os materiais estudados.

2. Determinar a influência da tensão gerada durante a ciclagem sobre a degradação da resistência à flexão biaxial das cerâmicas estudadas, já que para cada material a ciclagem foi realizada com dois níveis diferentes de tensão. A hipótese testada é a de que os níveis mais altos de tensão geram maior degradação da resistência dos materiais.

4 MATERIAL E MÉTODOS

Foram estudados três materiais cerâmicos indicados para a confecção de infra-estruturas de próteses parciais fixas livres de metal (Tabela 4.1 e Figura 4.1).

Tabela 4.1 - Materiais utilizados nesta pesquisa

Material	Sigla	Composição
Vita In-Ceram 2000 YZ Cubes*	Y-TZP	Zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria
Vita In-Ceram 2000 AL Cubes*	AL	Alumina policristalina
Vita In-Ceram Classic Zircônia Blanks*	ICZ	Alumina infiltrada por vidro/reforçada por zircônia

* Materiais produzidos por Vita-Zahnfabrik (Alemanha)

(a)

(b)

(c)

Figura 4.1 – Blocos de CAD-CAM dos diferentes materiais utilizados. (a) Blocos de Y-TZPde ~15,0 x 14,0 x 40,0 mm; (b) Blocos de AL de ~15,5 x 19,0 x 40,0 mm; (c) Bloco de ICZ de ~14,0 x 15,0 x 40,0 mm

4.1 Preparação dos espécimes

4.1.1 Compósito infiltrado com vidro

Para o compósito ICZ, blocos para usinagem em sistema CAD-CAM de 14 x 15 x 40 mm³ foram cortados no sentido do comprimento em fatias de 2,4 mm de espessura para os espécimes que teriam espessura final de 2 mm e 1,4 mm para os espécimes com espessura final de 1 mm em uma cortadeira com disco diamantado (ISOMET- Buehler). Em seguida, essas fatias com formato cúbico, medindo 14 x 15 x 1,4 ou 14 x 15 x 2,4 mm³, foram transformadas em discos de 12 mm de diâmetro

utilizando-se pontas diamantadas montadas em motor de alta rotação com intensa refrigeração (Figura 4.2).

Os discos passaram então por um processo de infiltração de um vidro à base de lantânio em um forno específico (Inceramat 3, Vita-Zahnfabrik) após serem submetidos a um ciclo de limpeza no forno Keramat (Knebel, Brasil), Tabela 4.2 e Figura 4.4. O excesso de vidro após a infiltração foi removido com pontas diamantadas em motor de alta rotação, como recomendado pelo fabricante (Figura 4.3). Em seguida, os discos foram desgastados para que se atingisse a espessura final e de modo a manter o paralelismo entre as faces. O polimento final foi realizado em uma politriz semi-automática (Ecomet II, Buehler) (Figura 4.5), utilizando-se soluções diamantadas à base de água com tamanho de grãos de diamante em ordem decrescente, para a obtenção de uma superfície com polimento especular em uma das faces e espessuras finais de 2,0 ou 1,0 ($\pm 0,1$) mm (Tabela 4.3).

(a)

(b)

(c)

(d)

Figura 4.2 – Seqüência de preparação dos espécimes para todos os materiais. (a) Corte das fatias de material cerâmico em vista frontal [67]; (b) corte em vista lateral [67]; (c) usinagem da fatia para conformação do disco; (d) acabamento das bordas do disco

(a)

(b)

(c)

(d)

(e)

(f)

Figura 4.3 - Material ICZ nas diferentes fases de confecção dos corpos-de-prova. (a) vidro à base de lantânio; (b) vidro misturado à água destilada; (c) vidro aplicado na superfície do disco de alumina/zircônia; (d) disco após o ciclo de infiltração do vidro; (e) disco após a remoção dos excessos e (f) disco finalizado após o polimento

Tabela 4.2 - Ciclos de infiltração de vidro do material ICZ

Etapa	Tempo para T1 (min)	T1 (°C)	Va (°C/min)	T2 (°C)	Tempo em T2 (min)
Limpeza	3	600	33	700	5
Infiltração	-	200	30,3	1140	150

Nota: Va – taxa de aquecimento entre as temperaturas T1 e T2

(a)

(b)

Figura 4.4 - Fornos utilizados na confecção dos espécimes de ICZ. (a) Forno utilizado para o ciclo de limpeza e (b) forno para a infiltração do vidro

Figura 4.5 - Politriz semi-automática (Ecomet II, Buehler)

Tabela 4.3 - Sequência de polimento dos espécimes

Pano de polimento	Granulometria da suspensão de diamante (μm) ²	Velocidade de rotação do prato de polimento (rpm)	Carga (lbs)	Rotação	Tempo (min)	Superfície da amostra
Disco diamantado de 45 μm ¹	45	130	30	Contra	15	2 superfícies
Ultrapad ¹	15	130	35	Contra	15	1 superfície
Polimet ¹	6	150	35	Contra	10	1 superfície
Chemomet ¹	3	150	35	Contra	5	1 superfície
Chemomet ¹	1	150	35	Contra	5	1 superfície

¹ Buehler, Lake Buff, IL, USA. ² Metadi (Buehler, Lake Buff, IL, USA) e/ou Extex (Extex Corp., Enfield, CT, USA)

4.1.2 Cerâmicas policristalinas (Y-TZP e AL)

Para o material Y-TZP, blocos de CAD-CAM de 15 x 19 x 40 mm³ foram cortados em fatias de 2,9 ou 1,9 mm de espessura em uma cortadeira com disco diamantado (ISOMET- Buehler). Em seguida, as fatias medindo 15 x 19 x 2,9 ou 15 x 19 x 1,9 mm³ foram transformadas em discos com 14,5 mm de diâmetro utilizando-se pontas diamantadas montadas em motor de alta rotação (essas dimensões visam a compensar a contração de 20% após a sinterização) (Figura 4.2).

Para o material AL, blocos de CAD-CAM de 15 x 19 x 40 mm³ foram cortados, no sentido do comprimento, em fatias de 2,6 ou 1,6 mm de espessura em uma cortadeira com disco diamantado (ISOMET- Buehler). Em seguida, as fatias medindo 15 x 19 x 2,6 ou 15 x 19 x 1,6 mm³ foram transformadas em discos de 14 mm de diâmetro utilizando-se pontas diamantadas montadas em motor de alta rotação (essas dimensões levam em conta a contração de 15% desse material após a sinterização), Figura 4.6.

A sinterização final dos discos de Y-TZP e AL foi realizada em um forno (Zyrcomat, Vita-Zahnfabrik, Alemanha), cujos ciclos estão apresentados na Tabela 4.3. Após a contração de sinterização os discos ficaram com as seguintes dimensões: 2,4 ou 1,4 mm de espessura e 12 mm de diâmetro. Ao final, o desgaste e polimento foram realizados como descrito anteriormente na politriz semi-automática para atingir o paralelismo e a espessura final de 2,0 ou 1,0 ($\pm 0,1$) mm com brilho especular em uma das faces.

Figura 4.6 – Configuração do material AL nas diferentes etapas da confecção dos espécimes. (a) Fatia após o corte do bloco de CAD-CAM; (b) disco antes da sinterização e (c) disco após a sinterização

Tabela 4.4 - Ciclo de sinterização dos materiais YZ e AL

	YZ e AL
Temperatura 1 (°C)	-
Temperatura 2 (°C)	1530
Tempo de queima na temperatura 2 (horas)	2
Taxa de aquecimento (°C/min.)	25
Tempo de resfriamento 1 (horas)	7,5

Figura 4.7 - Forno utilizado para a sinterização dos materiais Y-TZP e AL

4.2 Ensaios mecânicos

4.2.1 Determinação da resistência à flexão (grupo controle)

Para a determinação dos parâmetros de Weibull, foram ensaiados 30 discos de 1 mm de espessura para cada material na condição controle (sem ciclagem mecânica). Além disso, dez espécimes de 2 mm de cada material também foram fraturados para servir como grupo controle do discos de maior espessura. Os ensaios foram realizados em um equipamento de ensaios universais (EMIC) utilizando-se um suporte para flexão biaxial do tipo pistão sobre três esferas, sendo as esferas separadas com ângulo de 120° entre elas e formando um círculo de 8 mm de diâmetro. O pistão utilizado para a aplicação de carga tem um diâmetro de 1,7 mm. O ensaio foi realizado com taxa de carregamento de 0,5 mm/min e os espécimes ficaram imersos em água destilada com sistema de aquecimento para manter constante a temperatura em 37°C .

Figura 4.8 - Dispositivo de flexão biaxial em diferentes vistas [68]

A resistência à fratura foi calculada pela fórmula apresentada na norma ASTM F 394-78 [69]:

$$\sigma_f = -0,2387F(X - Y)/w^2 \quad \text{Equação 4.1}$$

onde, σ_f é a resistência à flexão biaxial, F é a carga no momento da fratura, w é a espessura do espécime e X e Y foram determinados pelas seguintes equações:

$$X = (1 + \nu) \ln\left(\frac{B}{C}\right)^2 + \left[\frac{1-\nu}{2}\right] \left(\frac{B}{C}\right)^2 \quad \text{Equação 4.2}$$

$$Y = (1 + \nu) \left[1 + \ln\left(\frac{A}{C}\right)^2\right] + (1 - \nu) \left(\frac{A}{C}\right)^2 \quad \text{Equação 4.3}$$

onde ν é o coeficiente de Poisson, A é o raio do círculo formado pela esferas de apoio (4 mm), B é o raio da ponta do pistão (1,7 mm) e C é o raio do espécime (6 mm).

4. 2. 2 Determinação do efeito do envelhecimento por ciclagem mecânica na resistência à flexão

Para a determinação do efeito da ciclagem mecânica na resistência à flexão dos materiais, foram utilizados 10 espécimes de cada material nas duas espessuras (1 e 2 mm de espessura), os quais foram fraturados no mesmo ensaio de resistência biaxial descrito anteriormente após serem submetidos à ciclagem mecânica proposta a seguir.

A ciclagem mecânica foi realizada em um simulador de ciclos mastigatórios composto por 10 cilindros pneumáticos alinhados e montados sobre um chassi de

aço e ligados a uma rede de ar. A pressão do ar, a velocidade de impulsão dos cilindros e sua frequência foram controladas por uma caixa de comando, que ao acionar o sistema, move os pistões localizados na parte interna desses cilindros, comprimindo os espécimes, com força controlada. A força é dependente da pressão utilizada. Esse simulador foi confeccionado no Auxílio Pesquisa FAPESP nº 5/56484-0, do departamento de Prótese da Faculdade de Odontologia da USP (Figuras 4.9 e 4.10).

Figura 4.9 - Simulador de ciclos mastigatórios (Vista geral)

Figura 4.10 - Simulador de mastigação (vista aproximada)

Durante a ciclagem, foi utilizada a mesma configuração do teste de resistência à flexão biaxial a que os espécimes foram submetidos posteriormente para determinação da resistência. O pistão superior permaneceu encostado no espécime durante todo o experimento, permitindo que a ciclagem fosse realizada sem impacto (Figura 4.11). Todo o sistema de ciclagem ficou imerso em água destilada durante o envelhecimento.

Figura 4.11 – Dispositivo utilizado para a realização da ciclagem mecânica

O número de ciclos realizados foi de 10^6 para cada grupo experimental. A tensão gerada variou para cada um dos grupos experimentais está apresentada na Tabela 4.5. Os seguintes critérios foram adotados para se determinar a tensão gerada na ciclagem mecânica. Para espécimes de 1 mm, optou-se por gerar uma tensão que fosse 25% da tensão média obtida para os grupos controles de cada material. Para os espécimes de 2 mm, optou-se por gerar uma tensão semelhante para todos os espécimes. Todas as tensões geradas, tanto para espécime de 1 como de 2 mm, estavam dentro da faixa de tensões geradas pelas cargas mastigatórias em restaurações e próteses dentárias realizadas na região posterior da cavidade oral [23, 65]. Para calcular a tensão gerada na ciclagem mecânica, o carga aplicada pela simuladora de mastigação foi levada à Equação 4.1. Essas escolhas dos binômios “carga/número de ciclos” foram feitas de modo a causar a maior magnitude possível de crescimento subcrítico nos espécimes sem que estes se fraturassem durante a ciclagem mecânica.

Tabela 4.5 - Valores de tensão (MPa) aplicada nos espécimes de cada grupo, nas diferentes espessuras durante ciclagem mecânica

	Y-TZP	AL	ICZ
1mm*	193	95	78
2mm [#]	48	45	46

* para espécimes de 1 mm optou-se por gerar uma tensão que fosse 25% da tensão de fratura de cada material de acordo com a equação 1.

[#]para espécimes de 2 mm optou-se por gerar uma tensão semelhante para todos os espécimes.

A frequência utilizada na ciclagem foi de 2,0 Hz, sendo que em cada ciclo a carga variou de 0 até a carga máxima em 0,25 segundos, retornando a 0 nos próximos 0,25 segundos. Dessa forma, a cada segundo dois ciclos completos foram realizados. [2, 21, 70-72]. O número de corpos-de-prova produzidos neste estudo e os ensaios mecânicos realizados estão apresentados na Tabela 4.6.

Tabela 4.6 - Número de corpos-de-prova de cada material em função dos ensaios mecânicos a serem realizados

ENSAIO	ESPESSURA	ICZ	AL	YZ
Weibull / Controle	1mm	30	30	30
Ciclagem		10	10	10
Controle	2mm	10	10	10
Ciclagem		10	10	10
TOTAL	1mm	40	40	40
	2mm	20	20	20

4.3 Análise Fractográfica

O padrão macroscópico de fratura dos discos foi analisado a olho nu após os ensaios e os números de pedaços fraturados foram computados para cada grupo experimental. As superfícies de fratura foram analisadas em um estereomicroscópio (CCD, Olympus, Center Valley, EUA) para determinação da origem da fratura.

4.4 Forma de análise dos resultados

A análise comparativa entre os valores de resistência médios dos espécimes do grupo controle com 1 mm de espessura foi realizada por meio da análise de variância e teste de Tukey com nível global de significância de 5%. Esses dados também foram analisados por meio da estatística de Weibull para determinação dos dois parâmetros da estatística de Weibull: o módulo de Weibull, m , e a resistência característica, σ_0 , estimados pelo método de probabilidade máxima (*maximum likelihood*) e a diferenciação destes parâmetros entre os materiais foi realizada por meio da avaliação dos intervalos de confiança [49, 73]. A comparação entre a resistência do grupo controle e aquela obtida após a ciclagem foi realizada individualmente para cada grupo por meio do teste t de Student com nível global de significância de 5%.

5 RESULTADOS

A Tabela 5.1 e o Gráfico 5.1 apresentam os valores médios de resistência (σ) de cada material na condição controle e também os resultados obtidos por meio da análise de Weibull (resistência característica e módulo de Weibull). O parâmetro σ_0 (resistência característica do material) indica o valor de resistência do material correspondente a uma probabilidade de fratura de 63,2%. O módulo de Weibull indica a confiabilidade do material tomando como base a dispersão dos dados de resistência.

Com relação à resistência média (σ), a análise de variância de um fator mostrou que houve diferença estatística entre os valores de resistência dos três materiais estudados. Na Tabela 5.1 é possível observar que o material Y-TZP obteve o maior valor médio de resistência, o qual foi 105% maior do que o valor obtido para a alumina policristalina (AL) e 149% maior de que o valor obtido para o compósito infiltrado por vidro (ICZ). Quando se comparam os valores de resistência obtidos para AL e ICZ, nota-se que o primeiro obteve média de σ 22% superior à do segundo. Com relação os valores de σ_0 obtidos na análise de Weibull, a não sobreposição dos intervalos de confiança apresentados na Tabela 5.1 mostra que também houve diferença estatística entre as resistências características obtidas para os três materiais. Assim como descrito para os valores de σ , o Y-TZP obteve o maior valor de σ_0 , que foi 104% maior do que aquele obtido para AL e 149% maior do que o do ICZ.

Com relação ao módulo de Weibull, m , os intervalos de confiança apresentados na Tabela 5.1 mostram que os valores de módulo de Weibull foram semelhantes para os três materiais. O valor de m do ICZ foi 36% maior do que o valor obtido para Y-TZP e 45% maior do que o valor obtido para AL. O maior módulo de Weibull obtido pelo compósito infiltrado por vidro se reflete no fato da sua curva ser mais verticalizada no Gráfico 5.1 em relação às curvas dos outros dois materiais.

Tabela 5.1 - Valores de resistência à flexão média (σ) e valores dos parâmetros de Weibull, σ_0 (resistência característica), com seus respectivos desvios-padrão e m (módulo de Weibull) com seus respectivos intervalos de confiança de 95%. Para um mesmo parâmetro, valores seguidos da mesma letra são estatisticamente semelhantes, $p > 0,05$

Material			
	Y-TZP	AL	ICZ
σ (MPa)	$786,1 \pm 96,5^a$	$383,5 \pm 48,2^b$	$315,6 \pm 28,4^c$
σ_0 (MPa)	$828,0^a$ (790,7-866,2)	$405,8^b$ (386,9-425,8)	$328,0^c$ (317,0-339,1)
m	9 (6,6-12,1)	8,4 (6,1-11,3)	12,2 (8,9-16,4)

Gráfico 5.1 - Gráfico de Weibull mostrando os resultados de resistência à flexão dos espécimes de 1 mm do grupo controle. Os valores de m para cada material estão posicionados ao lado das curvas.

A Tabela 5.2 apresenta o efeito da ciclagem mecânica sobre os valores de resistência média dos três materiais estudados quando foram utilizados discos com espessura de 2 mm. Para cada um dos materiais estudados foi realizado individualmente um Teste t de Student para identificar se houve diferença estatística entre os valores de resistência do grupo controle e do grupo ciclado. Com base nos dados apresentados na Tabela 5.2 e no Gráfico 5.2 é possível se observar que a ciclagem mecânica não alterou significativamente a resistência mecânica de nenhum dos materiais em relação ao grupo controle ($p > 0,05$). Entretanto, é importante notar que após a ciclagem mecânica houve um aumento no coeficiente de variação para os materiais Y-TZP e AL. Para a Y-TZP o CV quase dobrou após a ciclagem, aumentando de 9% (grupo controle) para 14% (grupo ciclado). Já para o material AL, o CV aumentou de 16% para 23% após a ciclagem mecânica dos espécimes. O CV do material ICZ não se alterou após a ciclagem mecânica, ficando em 10% (Figura 5.4). Esse aumento no coeficiente de variação após a ciclagem mecânica para os materiais Y-TZP e AL pode ser observado nos Gráficos 5.6 e 5.7, nas quais nota-se maior espalhamento dos dados após a ciclagem. Já o Gráfico 5.8 mostra que para o ICZ esse espalhamento não mudou após a ciclagem mecânica.

Tabela 5.2 - Valores de tensão máxima aplicada durante a ciclagem dos grupos ($\sigma_{\text{máx}}$), valores médios, mínimos e máximos de resistência à flexão, desvio padrão (DP), coeficiente de variação (CV), e valores de p para os diferentes grupos experimentais dos espécimes de 2 mm

Material	Condição	$\sigma_{\text{máx}}$ (MPa)	Resistência média (MPa)	DP	Resistência mínima (MPa)	Resistência máxima (MPa)	CV (%)	p
Y-TZP	Controle	-	856,1	76,0	773,5	971,2	9%	0,37
	Ciclado	55	816,8	111,9	604,4	1003,9	14%	
AL	Controle	-	418,2	67,8	316,3	507,6	16%	0,71
	Ciclado	51	433,6	99,5	264,6	537,9	23%	
ICZ	Controle	-	357,4	35,6	299,8	403,8	10%	0,54
	Ciclado	52	367,3	35,9	301,8	422,8	10%	

A Tabela 5.3 e o Gráfico 5.3 mostram que para os espécimes de 1 mm também não houve diferença estatisticamente significativa entre as médias de resistência dos grupos controle e ciclados ($p > 0,05$ de acordo com o teste t de Student realizado independentemente para cada material). Ainda na Tabela 5.3, é possível inferir que a ciclagem mecânica provocou um aumento no CV para todos os materiais estudados, sendo este aumento foi mais acentuado para os materiais Y-TZP (de 12 para 23%) e ICZ (de 9 para 15%)(Gráfico 5.5). O aumento do CV para o material AL foi mais modesto, alterando-se de 13 para 16%. Os Gráficos 5.9, 5.10 e 5.11 ilustram a dispersão nos valores de resistência obtidos para os três materiais. Nelas, fica claro o aumento mais pronunciado da dispersão dos dados de resistência após a ciclagem para os materiais Y-TZP e ICZ.

Tabela 5.3 - Valores de tensão máxima aplicada durante a ciclagem dos grupos ($\sigma_{\text{máx}}$), valores médios, mínimos e máximos de resistência à flexão, desvio padrão (DP), coeficiente de variação (CV), e valores de p para os diferentes grupos experimentais dos espécimes de 1 mm

Material	Condição	$\sigma_{\text{máx}}$ (MPa)	Resistência média (MPa)	DP	Resistência mínima (MPa)	Resistência máxima (MPa)	CV (%)	p
Y-TZP	Controle	-	786,1	96,5	613,0	966,9	12%	0,66
	Ciclado	193	759,5	174,6	531,4	1121,6	23%	
AL	Controle	-	383,52	48,2	291,0	482,8	13%	0,77
	Ciclado	95	377,33	60,7	285,6	461,4	16%	
ICZ	Controle	-	315,6	28,4	236,2	369,5	9%	0,48
	Ciclado	78	327,4	48,4	251,1	393,4	15%

Gráfico 5.2 - Gráfico representando os resultados de resistência à flexão e desvio padrão dos grupos experimentais dos diferentes materiais com 2 mm de espessura

Gráfico 5.3 - Gráfico representando os resultados de resistência à flexão e desvio padrão dos grupos experimentais dos diferentes materiais com 1 mm de espessura

Gráfico 5.4 - Gráfico representando o coeficiente de variação dos grupos experimentais dos diferentes materiais dos espécimes de 2 mm

Gráfico 5.5 - Gráfico apresentando o coeficiente de variação dos grupos experimentais dos diferentes materiais dos espécimes de 1 mm

Gráfico 5.6 - Gráfico comparando a dispersão nos valores de resistência à flexão dos grupos controle e ciclados dos espécimes de 2 mm de Y-TZP

Gráfico 5.7 - Gráfico comparando a dispersão nos valores de resistência à flexão dos grupos controle e ciclados dos espécimes de 2 mm de AL

Gráfico 5.8 - Gráfico comparando a dispersão nos valores de resistência à flexão dos grupos controle e ciclados dos espécimes de 2 mm de ICZ

Gráfico 5.9 - Gráfico comparando a dispersão nos valores de resistência à flexão dos grupos controle e ciclados dos espécimes de 1 mm de Y-TZP

Gráfico 5.10 - Gráfico comparando a dispersão nos valores de resistência à flexão dos grupos controle e ciclados dos espécimes de 1 mm de Y-TZP

Gráfico 5.11- Gráfico comparando a dispersão nos valores de resistência à flexão dos grupos controle e ciclados dos espécimes de 1 mm de ICZ

Foram observados diferentes padrões de fratura nos espécimes fraturados nos ensaios de resistência. A Figura 5.1 apresenta imagens representativas do número de fragmentos dos discos fraturados neste estudo, onde é possível se observar corpos-de-prova fraturados em 2, 3, 4, ou 5 pedaços. Os Gráficos 5.12 e 5.13 relacionam os valores de resistência à flexão em função do número de pedaços gerados após o ensaio de flexão de cada espécime de 2 mm de espessura dos grupos controle e ciclado. Não houve correlação entre o número de fragmentos e a tensão de fratura, entretanto, é possível se observar que o material ICZ fraturou-se geralmente em dois pedaços nas duas condições experimentais. A Y-TZP também não sofreu significativa variação do número de pedaços fraturados em função do grupo experimental (controle versus ciclado), sendo que esses espécimes se fraturaram em 3 ou 4 pedaços. Para o material AL, houve um discreto aumento do número de pedaços fraturados após a ciclagem mecânica, sendo que no grupo controle a maior parte dos espécimes fraturou em 3 ou 4 pedaços e após a ciclagem, a maior parte fraturou em 4 ou 5 pedaços.

Os Gráficos 5.14 e 5.15 correlacionam o número de pedaços fraturados com a tensão de fratura para os grupos controle e ciclado dos espécimes de 1 mm para todos os materiais estudados. Para os espécimes nesta configuração também não foi possível correlacionar o número de fragmentos com a tensão de fratura para nenhum dos materiais. Porém, novamente, o ICZ apresentou o mesmo número de fragmentos nos grupos controle e ciclado (2 pedaços). Para o material Y-TZP, na condição controle a maior parte dos espécimes fraturou em 3 pedaços e na condição ciclado a maior parte fraturou em 2 pedaços. Para o material AL, enquanto na condição controle a maior parte dos espécimes fratura em 2 ou 3 pedaços, após a ciclagem a maior parte fraturou em 3 e 4 pedaços.

A análise fractográfica realizada em estereomicroscópio para os espécimes fraturados nesse estudo está apresentada nas Figuras 5.2 a 5.13. As características das superfícies de fratura dos materiais estudados possibilitaram a localização da origem do defeito nos espécimes de todos os materiais estudados quando se variou o ângulo de iluminação da superfície de fratura. Os defeitos iniciadores da fratura (defeito crítico) estão indicados com uma flecha nas Figuras 5.2 - 5.13 para cada uma das condições experimentais de cada um dos materiais utilizados neste estudo. Os defeitos encontrados estavam sempre próximos do centro do disco, na superfície submetida a tensões de tração durante o ensaio de resistência. Nas imagens de

estereomicroscópio é possível notar as marcas de esteira (hackle lines, HL) que auxiliam na localização do defeito. Em algumas dessas micrografias é possível notar também a presença da curva de compressão (compression curl - CC), que pode ser observada nas Figuras 5.4, 5.5 e 5.9.

Figura 5.1 - Imagens representativas dos padrões macroscópicos de trincas encontrados nos diferentes grupos dos materiais estudados

Gráfico 5.12- Resistência à flexão em função do número de pedaços dos espécimes fraturados do grupo controle dos diferentes materiais dos espécimes de 2 mm

Gráfico 5.13- Resistência à flexão em função do número de pedaços dos espécimes fraturados do grupo ciclado dos diferentes materiais dos espécimes de 2 mm

Gráfico 5.14 - Resistência à flexão em função do número de pedaços dos espécimes fraturados do grupo controle dos diferentes materiais dos espécimes de 1 mm

Gráfico 5.15- Resistência à flexão em função do número de pedaços dos espécimes fraturados do grupo ciclado dos diferentes materiais dos espécimes de 1 mm

Figura 5.2 - Imagem em estereomicroscópio da superfície de fratura de um espécime de 2 mm do material Y-TZP do grupo controle. A flecha indica a origem do defeito

Figura 5.3- Imagem em estereomicroscópio da superfície de fratura de um espécime de 2 mm do material Y-TZP do grupo ciclado. A flecha indica a origem do defeito

Figura 5.4 - Imagem em estereomicroscópio da superfície de fratura de um espécime de 1 mm do material Y-TZP do grupo controle. A flecha indica a origem do defeito

Figura 5.5 - Imagem em estereomicroscópio da superfície de fratura de um espécime de 1 mm do material Y-TZP do grupo ciclado. A flecha indica a origem do defeito

Figura 5.6 - Imagem em estereomicroscópio da superfície de fratura de um espécime de 2 mm do material AL do grupo controle. A flecha indica a origem do defeito

Figura 5.7 - Imagem em estereomicroscópio da superfície de fratura de um espécime de 2 mm do material AL do grupo ciclado. A flecha indica a origem do defeito

Figura 5.8 - Imagem em estereomicroscópio da superfície de fratura de um espécime de 1 mm do material AL do grupo controle. A flecha indica a origem do defeito

Figura 5.9 - Imagem em estereomicroscópio da superfície de fratura de um espécime de 1 mm do material AL do grupo ciclado. A flecha indica a origem do defeito

Figura 5.10 - Imagem em estereomicroscópio da superfície de fratura de um espécime de 2 mm do material ICZ do grupo controle. A flecha indica a origem do defeito

Figura 5.11 - Imagem em estereomicroscópio da superfície de fratura de um espécime de 2 mm do material ICZ do grupo ciclado. A flecha indica a origem do defeito

Figura 5.12 - Imagem em estereomicroscópio da superfície de fratura de um espécime de 1 mm do material ICZ do grupo controle. A flecha indica a origem do defeito

Figura 5.13 - Imagem em estereomicroscópio da superfície de fratura de um espécime de 1 mm do material ICZ do grupo ciclado. A flecha indica a origem do defeito

6 DISCUSSÃO

Os resultados obtidos neste estudo mostraram que a ciclagem mecânica de 1 milhão de ciclos, a uma frequência de 2 Hz, não causou alterações significativas na resistência à flexão das três cerâmicas avaliadas, independentemente do nível de tensão gerado no espécime, o qual variou desde 45 até 193 MPa dependendo do material estudado (Tabelas 5.2 e 5.3). Portanto, ambas as hipóteses apresentadas na proposição dessa dissertação foram rejeitadas.

Considerando-se que o protocolo de 10^6 ciclos, a 2 Hz, corresponde a um tempo de uso clínico de 1 ano, os resultados do presente trabalho são muito favoráveis em relação às cerâmicas estudadas, pois indicam que nos tempos de vida iniciais de uma prótese feita com esses materiais, as tensões cíclicas geradas durante a mastigação não são capazes de causar significativa degradação da resistência. É importante atentar para o fato que simulação *in vitro* realizada no presente estudo não reproduz exatamente a condição clínica e, portanto a extrapolação desses resultados para a realidade clínica do protesista deve ser feita com cuidado. A simulação feita nesse estudo não apresenta algumas das características observadas na cavidade oral como o deslizamento dos dentes, o impacto do bolo alimentar e as paradas que existem entre as refeições.

Os resultados encontrados estão de acordo com os achados de outro trabalho que concluiu que o efeito da ciclagem mecânica por 1 milhão de ciclos não causa alteração da carga de fratura de PPFs construídas com os mesmos materiais utilizados no presente estudo [67]. Entretanto, é importante notar que o nível de tensão gerado nos conectores das PPFs do trabalho citado foi muito menor do que o nível gerado no presente estudo, pois uma análise de elementos finitos demonstrou que a tensão gerada no material de infra-estrutura (Y-TZP, AL ou ICZ) variou ao redor de 7,0 MPa na região gengival dos conectores. Além disso, as PPFs desse estudo apresentavam um recobrimento com porcelana, o que não foi realizado no presente estudo.

Para explicar a inexistência de uma degradação significativa da média de resistência após a ciclagem mecânica, alguns fatores podem ser considerados. Primeiramente, é importante conhecer quais os mecanismos de tenacificação presentes na microestrutura de cada um dos materiais estudados, que podem

impedir o crescimento subcrítico de defeitos durante a aplicação de cargas cíclicas, evitando dessa forma a degradação da resistência. Todos os materiais avaliados apresentam algum mecanismo microestrutural de tenacificação. No caso dos materiais Y-TZP e ICZ, sabe-se que o principal mecanismo de tenacificação presente é o de transformação de fase. Esse mecanismo ocorre quando cargas são aplicadas no material e as tensões geradas se concentram ao redor de um defeito. Essa concentração de tensão deflagra uma transformação martensítica dos grãos de zircônia constituintes da Y-TZP e presentes em menores quantidades no ICZ (~35%). Essa transformação dos cristais de tetragonais para monoclinicos causa uma expansão volumétrica local de 3 a 5%, comprimindo os defeitos e impedindo o seu crescimento [31, 32]. Adicionalmente, estudos prévios demonstraram que o material ICZ apresenta outros mecanismos de tenacificação como a combinação de mecanismos relacionados aos cristais de alumina e zircônia. Os cristais de alumina são responsáveis por deflexão de trincas e bloqueio das trincas (“contact shielding”). Já os cristais de zircônia são responsáveis pelos mecanismos de transformação de fase e nucleação de micro-trincas (“microcrack toughening”) [42]. Já no caso da alumina policristalina (AL), o embricamento mecânico dos grãos de alumina presentes nas paredes da trinca pode atuar como um mecanismo tenacificador, impedindo o crescimento e propagação do defeito.

Outra possível explicação para a ausência de degradação significativa da resistência nos materiais estudados após a ciclagem é o fato de que o nível de tensão avaliado (de 45 a 193 MPa) está muito abaixo do limite de fadiga desses materiais. Um estudo mostrou que o limite de fadiga da cerâmica Y-TZP está entre 470 e 720 MPa, dependendo da marca comercial avaliada. Considerando-se que o limite de fadiga é a tensão sob a qual o material suportaria infinitos ciclos em um ensaio de fadiga cíclica, é de se esperar que uma ciclagem mecânica realizada em um nível de tensão muito abaixo desse valor, não cause uma degradação significativa no material, como foi o caso do presente estudo [17, 66].

Outro conceito importante que precisa ser levado em conta, quando se tenta explicar o comportamento das cerâmicas após a ciclagem mecânica, é o “fator de intensidade de tensão limite” (*stress intensity factor treshold*), K_{I0} . Por definição, K_{I0} é o fator de intensidade de tensão no qual não há crescimento subcrítico no material. Esse fator está representado na Figura 2.5 da revisão da literatura [33, 53]. Portanto, ao se conduzir um estudo envolvendo simulação da mastigação com ciclagem

mecânica, seria importante que os níveis de tensão gerados durante a ciclagem resultassem em um nível de K que estivesse entre K_{I0} e K_{Ic} . O valor de K pode ser determinado de acordo com a equação 2.1 que correlaciona a tensão gerada, o tamanho e a geometria dos defeitos intrínsecos do material. Um valor de K acima de K_{I0} irá garantir que o crescimento subcrítico ocorra no material, o que é importante nesse caso, pois trata-se do fenômeno que se está querendo caracterizar com a ciclagem mecânica. Por outro lado, um valor de K abaixo de K_{Ic} irá garantir que o material não frature durante a ciclagem mecânica, já que K_{Ic} é o fator de intensidade de tensão crítico, que indica o ponto limite para deflagração da fratura catastrófica [37-39].

Como proposta de um estudo futuro, será importante determinar o valor de K_{I0} das três cerâmicas estudadas para que se consiga determinar se o valor de K gerado durante a ciclagem mecânica está acima desse limite e abaixo de K_{Ic} . Para a determinação do valor de K durante a ciclagem mecânica será importante também conhecer as características da população de defeitos intrínsecos desses materiais (tamanho e geometria), o que poderá ser alcançado com uma análise fractográfica mais detalhada do que a que foi realizada no presente estudo, envolvendo a microscopia eletrônica de varredura.

Apesar da não detecção de alteração significativa dos valores de resistência após a ciclagem mecânica, os resultados apresentados nas Tabelas 5.2 e 5.3 e nos Gráficos 5.2 e 5.3 mostraram que para a maior parte dos grupos experimentais houve um aumento do coeficiente de variação após a realização da ciclagem mecânica. Esse aumento do coeficiente de variação pode ser considerado uma indicação de que a ciclagem mecânica de um milhão de ciclos pode ter começado a causar algum crescimento subcrítico de defeitos nos materiais estudados. Entretanto, esse crescimento subcrítico pode ter acontecido somente em alguns espécimes, ou então, é possível que tenha ocorrido em diferentes graus nos diversos espécimes, o que resultou em uma maior variabilidade dos valores de resistência após a ciclagem mecânica. Esse achado é muito importante do ponto de vista clínico, pois indica que a ciclagem mecânica causou uma diminuição na confiabilidade e na previsibilidade da resistência desses materiais.

De fato, se tomarmos como exemplo o material Y-TZP com 1 mm de espessura (Tabela 5.3), nota-se que no grupo controle a resistência do material

variou desde 613 até 966 MPa. Entretanto, após a ciclagem mecânica, os valores de resistência variaram dentro de uma faixa mais larga de valores, desde 531 até 1121 MPa, o que torna mais difícil prever em qual nível de tensão as estruturas produzidas com esses materiais irá fraturar. Uma outra proposta de estudo futuro seria aumentar o número de espécimes do grupo ciclado, de modo que fosse possível realizar a análise de Weibull nesse grupo experimental. Nesse caso, a análise de Weibull conseguiria indicar se há alterações estatisticamente significativas no módulo de Weibull e, portanto na confiabilidade dos materiais após a ciclagem. Esses resultados indicam também que se a ciclagem mecânica for realizada por tempos mais longos, é possível que sejam observadas alterações significativas nos valores de resistência após a ciclagem mecânica.

Com base em resultados prévios apresentados na literatura para os mesmos materiais avaliados no presente estudo, esperava-se uma maior degradação da resistência após a ciclagem mecânica. Em um estudo, as curvas de tempo de vida obtidas por meio de ensaio de fadiga dinâmica indicaram que para um tempo de aplicação de carga estática equivalente ao tempo de aplicação de carga cíclica correspondente a 10^6 ciclos, a previsão de queda da resistência seria de aproximadamente 5%, 9% e 6%, respectivamente para os materiais Y-TZP, ICZ e AL [19, 67]. Entretanto, a degradação da resistência observada no presente estudo para os espécimes de 1 mm foi de 3% e 2% respectivamente para os materiais Y-TZP e AL, sendo que o média de resistência do ICZ aumentou após a ciclagem mecânica. Com base nesses resultados, parece que as previsões de tempos de vida realizadas pelos ensaios de fadiga dinâmica superestimam a degradação da resistência desses materiais e mais estudos precisam ser realizados nesse sentido para confirmar essa hipótese principalmente com relação a tempos mais longos de ciclagem mecânica.

O presente estudo avaliou espécimes com duas espessuras: 1 e 2 mm. É importante que se explique o motivo da utilização dessas duas espessuras. Quando do primeiro delineamento experimental do estudo, decidiu-se usar espécimes com 2 mm de espessura por essa ser uma espessura clinicamente relevante considerando-se conectores de PPFs. Sendo assim, foi realizada uma primeira ciclagem de 1 milhão de ciclos com esses espécimes de 2 mm de espessura, sendo que a carga aplicada foi a mesma para os três materiais e estava dentro de uma faixa considerada clinicamente relevante (141 N). Depois de analisar os primeiros resultados de resistência após ciclagem mecânica (Tabela 5.2), notou-se que não

houve degradação significativa da resistência dos materiais. Nesse momento, foi feita uma reflexão sobre todo o experimento e considerou-se que o nível de tensão gerado (ao redor de 46 MPa) poderia ser muito baixo para causar alguma degradação nos materiais, principalmente a Y-TZP. Dessa forma, decidiu-se aumentar o nível de tensão aplicado durante a ciclagem, por meio da diminuição da espessura dos espécimes de 2 para 1 mm, já que a simuladora de mastigação utilizada não permitia que a carga fosse aumentada, pois seu limite de aplicação de carga é de 141 N. Além da diminuição da espessura, decidiu-se que o nível de tensão aplicada deveria ser diferente para cada material. Foi decidido então aplicar durante a ciclagem mecânica um nível de 25% da tensão de fratura das cerâmicas estudadas, pois dessa forma seria possível realizar a ciclagem para todos os materiais por períodos mais longos em trabalhos futuros (até 10×10^6 ciclos, equivalentes a 10 anos de mastigação), possivelmente sem atingir o nível de K_{Ic} .

Dessa forma, é importante que se compreenda que inicialmente os experimentos realizados com os espécimes de 2 mm serviram como um piloto para a realização dos experimentos com espécimes de 1 mm. Após a realização de todos os experimentos, a variação da espessura resultou em dois níveis de tensão diferentes durante a ciclagem para cada cerâmica, sendo que os resultados mostraram que o nível de tensão não teve influência na degradação da resistência dos materiais, pois em nenhum caso foi possível detectar degradação significativa da resistência. Novos experimentos com número de ciclos maior do que 10^6 já estão sendo realizados com a configuração de 1 mm para verificar se períodos mais longos de ciclagem podem causar uma degradação significativa na resistência desses materiais cerâmicos.

7 CONCLUSÕES

1. O envelhecimento por ciclagem mecânica não causou alterações significativas nos valores de resistência à flexão de nenhuma das cerâmicas testadas. Portanto, a hipótese 1 foi rejeitada.

2. O aumento no nível de tensão aplicada na ciclagem mecânica não gerou um aumento na degradação da resistência dos materiais estudados. Dessa forma, a hipótese 2 também foi rejeitada.

REFERÊNCIAS¹

- 1.Kelly JR. Ceramics in restorative and prosthetic dentistry. Annual Review of Materials Science. 1997;27:443-68.
- 2.Studart AR, Filser F, Kocher P, Gauckler LJ. In vitro lifetime of dental ceramics under cyclic loading in water. Biomaterials. 2007 Jun;28(17):2695-705.
- 3.Salazar Marocho SM, Studart AR, Bottino MA, Bona AD. Mechanical strength and subcritical crack growth under wet cyclic loading of glass-infiltrated dental ceramics. Dent Mater. 2010 May;26(5):483-90.
- 4.Raigrodski AJ, Chiche GJ. The safety and efficacy of anterior ceramic fixed partial dentures: A review of the literature. J Prosthet Dent. 2001 Nov;86(5):520-5.
- 5.Sorensen JA, Cruz M, Mito WT, Raffeiner O, Meredith HR, Foser HP. A clinical investigation on three-unit fixed partial dentures fabricated with a lithium disilicate glass-ceramic. Pract Periodontics Aesthet Dent. 1999 Jan-Feb;11(1):95-106; quiz 8.
- 6.Sorensen JA, Kang SK, Torres TJ, Knode H. In-Ceram fixed partial dentures: three-year clinical trial results. J Calif Dent Assoc. 1998 Mar;26(3):207-14.
- 7.Raigrodski AJ. Contemporary all-ceramic fixed partial dentures: a review. Dent Clin North Am. 2004 Apr;48(2):viii, 531-44.
- 8.Della Bona A, Kelly JR. The clinical success of all-ceramic restorations. J Am Dent Assoc. 2008 Sep;139 Suppl:8S-13S.
- 9.Vult von Steyern P, Jonsson O, Nilner K. Five-year evaluation of posterior all-ceramic three-unit (In-Ceram) FPDs. Int J Prosthodont. 2001 Jul-Aug;14(4):379-84.
- 10.Olsson KG, Furst B, Andersson B, Carlsson GE. A long-term retrospective and clinical follow-up study of In-Ceram Alumina FPDs. Int J Prosthodont. 2003 Mar-Apr;16(2):150-6.

¹ De acordo com Estilo Vancouver.

- 11.Sailer I, Feher A, Filser F, Gauckler LJ, Luthy H, Hammerle CH. Five-year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures. *Int J Prosthodont*. 2007 Jul-Aug;20(4):383-8.
- 12.Sailer I, Pjetursson BE, Zwahlen M, Hammerle CH. A systematic review of the survival and complication rates of all-ceramic and metal-ceramic reconstructions after an observation period of at least 3 years. Part II: Fixed dental prostheses. *Clin Oral Implants Res*. 2007 Jun;18 Suppl 3:86-96.
- 13.Gonzaga CC, Yoshimura HN, Cesar PF, Miranda WG, Jr. Subcritical crack growth in porcelains, glass-ceramics, and glass-infiltrated alumina composite for dental restorations. *J Mater Sci Mater Med*. 2009 May;20(5):1017-24.
- 14.Morena R, Beaudreau GM, Lockwood PE, Evans AL, Fairhurst CW. Fatigue of dental ceramics in a simulated oral environment. *J Dent Res*. 1986 Jul;65(7):993-7.
- 15.Thompson JY, Anusavice KJ, Naman A, Morris HF. Fracture surface characterization of clinically failed all-ceramic crowns. *J Dent Res*. 1994 Dec;73(12):1824-32.
- 16.Gonzaga CC. Crescimento de trinca subcrítico em cerâmicas odontológicas: efeito do material (microestrutura) e do método de ensaio [Doutorado]. São Paulo: Universidade de São Paulo; 2007.
- 17.Baran G, Boberick K, McCool J. Fatigue of restorative materials. *Crit Rev Oral Biol Med*. 2001;12(4):350-60.
- 18.Gonzaga CC, Cesar PF, Miranda WG, Jr., Yoshimura HN. Slow crack growth and reliability of dental ceramics. *Dent Mater*. 2011 Apr;27(4):394-406.
- 19.Borba M, de Araujo MD, Fukushima KA, Yoshimura HN, Cesar PF, Griggs JA, et al. Effect of the microstructure on the lifetime of dental ceramics. *Dent Mater*. 2011 Jul;27(7):710-21.
- 20.DeLong R, Douglas WH. Development of an artificial oral environment for the testing of dental restoratives: bi-axial force and movement control. *J Dent Res*. 1983 Jan;62(1):32-6.

21.Curtis AR, Wright AJ, Fleming GJP. The influence of simulated masticatory loading regimes on the bi-axial flexure strength and reliability of a Y-TZP dental ceramic. *Journal of Dentistry*. 2006 May;34(5):317-25.

22.Itinoche KM, Ozcan M, Bottino MA, Oyafuso D. Effect of mechanical cycling on the flexural strength of densely sintered ceramics. *Dent Mater*. 2006 Nov;22(11):1029-34.

23.Lohbauer U, Kramer N, Petschelt A, Frankenberger R. Correlation of in vitro fatigue data and in vivo clinical performance of a glassceramic material. *Dent Mater*. 2008 Jan;24(1):39-44.

24.Rosentritt M, Behr M, Gebhard R, Handel G. Influence of stress simulation parameters on the fracture strength of all-ceramic fixed-partial dentures. *Dent Mater*. 2006 Feb;22(2):176-82.

25.Wiskott HW, Nicholls JI, Belser UC. Stress fatigue: basic principles and prosthodontic implications. *Int J Prosthodont*. 1995 Mar-Apr;8(2):105-16.

26.Giordano RA, 2nd, Pelletier L, Campbell S, Poher R. Flexural strength of an infused ceramic, glass ceramic, and feldspathic porcelain. *J Prosthet Dent*. 1995 May;73(5):411-8.

27.Chong KH, Chai J, Takahashi Y, Wozniak W. Flexural strength of In-Ceram alumina and In-Ceram zirconia core materials. *Int J Prosthodont*. 2002 Mar-Apr;15(2):183-8.

28.Della Bona A, Donassollo TA, Demarco FF, Barrett AA, Mecholsky JJ, Jr. Characterization and surface treatment effects on topography of a glass-infiltrated alumina/zirconia-reinforced ceramic. *Dent Mater*. 2007 Jun;23(6):769-75.

29.Raigrodski AJ. Contemporary materials and technologies for all-ceramic fixed partial dentures: a review of the literature. *J Prosthet Dent*. 2004 Dec;92(6):557-62.

30.Lawn BR, Deng Y, Thompson VP. Use of contact testing in the characterization and design of all-ceramic crownlike layer structures: a review. *J Prosthet Dent*. 2001 Nov;86(5):495-510.

31. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater.* 2004 Jun;20(5):449-56.
32. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part I. Pressable and alumina glass-infiltrated ceramics. *Dent Mater.* 2004 Jun;20(5):441-8.
33. De Aza AH, Chevalier J, Fantozzi G, Schehl M, Torrecillas R. Crack growth resistance of alumina, zirconia and zirconia toughened alumina ceramics for joint prostheses. *Biomaterials.* 2002 Feb;23(3):937-45.
34. Luthy H, Filser F, Loeffel O, Schumacher M, Gauckler LJ, Hammerle CH. Strength and reliability of four-unit all-ceramic posterior bridges. *Dent Mater.* 2005 Oct;21(10):930-7.
35. Cavalcanti AN, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Y-TZP ceramics: key concepts for clinical application. *Oper Dent.* 2009 May-Jun;34(3):344-51.
36. Pittayachawan P, McDonald A, Petrie A, Knowles JC. The biaxial flexural strength and fatigue property of Lava Y-TZP dental ceramic. *Dent Mater.* 2007 Aug;23(8):1018-29.
37. Cesar PF, Yoshimura HN, Miranda WG, Jr., Miyazaki CL, Muta LM, Rodrigues Filho LE. Relationship between fracture toughness and flexural strength in dental porcelains. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2006 Aug;78(2):265-73.
38. Cesar PF, Yoshimura HN, Miranda WG, Okada CY. Correlation between fracture toughness and leucite content in dental porcelains. *Journal of Dentistry.* 2005 Oct;33(9):721-9.
39. Rosa V, Yoshimura HN, Pinto MM, Fredericci C, Cesar PF. Effect of ion exchange on strength and slow crack growth of a dental porcelain. *Dental Materials.* 2009 Jun;25(6):736-43.
40. Quinn JB, Quinn GD. A practical and systematic review of Weibull statistics for reporting strengths of dental materials. *Dent Mater.* 2009 Feb;26(2):135-47.

- 41.Yoshimura HN. Efeitos do acondicionamento de uma poscelana dentária em meio de saliva artificial na resistência mecânica e previsão do tempo de vida. *Cerâmica*. 2009;55:190-8.
- 42.Quinn GD. *Fractography of ceramics and glasses*. Washington: U. S.: Government Printing Office; 2007.
- 43.Cesar PF, Rosa V, Pinto MM, Yoshimura HN, Xu LR. Effect of ion exchange on R-curve behavior of a dental porcelain. *Journal of Materials Science*. 2011 Jan;46(1):117-22.
- 44.Fischer H, Rentzsch W, Marx R. R-curve behavior of dental ceramic materials. *J Dent Res*. 2002 Aug;81(8):547-51.
- 45.Bona AD, Anusavice KJ, DeHoff PH. Weibull analysis and flexural strength of hot-pressed core and veneered ceramic structures. *Dent Mater*. 2003 Nov;19(7):662-9.
- 46.Jin J, Takahashi H, Iwasaki N. Effect of test method on flexural strength of recent dental ceramics. *Dent Mater J*. 2004 Dec;23(4):490-6.
- 47.Ban S, Anusavice KJ. Influence of test method on failure stress of brittle dental materials. *J Dent Res*. 1990 Dec;69(12):1791-9.
- 48.Kelly JR. Perspectives on strength. *Dent Mater*. 1995 Mar;11(2):103-10.
- 49.Weibull W. A statistical distribution of wide applicability. *J Appl Mechan*. 1951;18:293-7.
- 50.Tinschert J, Zvez D, Marx R, Anusavice KJ. Structural reliability of alumina-, feldspar-, leucite-, mica- and zirconia-based ceramics. *J Dent*. 2000 Sep;28(7):529-35.
- 51.Anusavice KJ, Lee RB. Effect of firing temperature and water exposure on crack propagation in unglazed porcelain. *J Dent Res*. 1989 Jun;68(6):1075-81.
- 52.Pinto MM, Cesar PF, Rosa V, Yoshimura HN. Influence of pH on slow crack growth of dental porcelains. *Dent Mater*. 2008 Jun;24(6):814-23.

- 53.Yoshimura HN, Cesar PF, Soki FN, Gonzaga CC. Stress intensity factor threshold in dental porcelains. *Journal of Materials Science-Materials in Medicine*. 2008 May;19(5):1945-51.
- 54.Marochio SMS, Studart AR, Bottino MA, Della Bona A. Mechanical strength and subcritical crack growth under wet cyclic loading of glass-infiltrated dental ceramics. *Dental Materials*. 2010 May;26(5):483-90.
- 55.Hickel R, Roulet JF, Bayne S, Heintze SD, Mjor IA, Peters M, et al. Recommendations for conducting controlled clinical studies of dental restorative materials. *Clin Oral Investig*. 2007 Mar;11(1):5-33.
- 56.Andreiotelli M, Kohal RJ. Fracture strength of zirconia implants after artificial aging. *Clin Implant Dent Relat Res*. 2009 Jun;11(2):158-66.
- 57.Att W, Grigoriadou M, Strub JR. ZrO₂ three-unit fixed partial dentures: comparison of failure load before and after exposure to a mastication simulator. *J Oral Rehabil*. 2007 Apr;34(4):282-90.
- 58.DeLong R, Sakaguchi RL, Douglas WH, Pintado MR. The wear of dental amalgam in an artificial mouth: a clinical correlation. *Dent Mater*. 1985 Dec;1(6):238-42.
- 59.Kern M, Strub JR, Lu XY. Wear of composite resin veneering materials in a dual-axis chewing simulator. *J Oral Rehabil*. 1999 May;26(5):372-8.
- 60.Kheradmandan S, Koutayas SO, Bernhard M, Strub JR. Fracture strength of four different types of anterior 3-unit bridges after thermo-mechanical fatigue in the dual-axis chewing simulator. *J Oral Rehabil*. 2001 Apr;28(4):361-9.
- 61.Mehl C, Scheibner S, Ludwig K, Kern M. Wear of composite resin veneering materials and enamel in a chewing simulator. *Dent Mater*. 2007 Nov;23(11):1382-9.
- 62.Sakaguchi RL, Douglas WH, DeLong R, Pintado MR. The wear of a posterior composite in an artificial mouth: a clinical correlation. *Dent Mater*. 1986 Dec;2(6):235-40.
- 63.Evans AG, Fuller ER. Crack-Propagation in Ceramic Materials under Cyclic Loading Conditions. *Metallurgical Transactions*. 1974;5(1):27-33.

- 64.Woda A, Foster K, Mishellany A, Peyron MA. Adaptation of healthy mastication to factors pertaining to the individual or to the food. *Physiol Behav.* 2006 Aug 30;89(1):28-35.
- 65.Fontijn-Tekamp FA, Slagter AP, Van Der Bilt A, Van THMA, Witter DJ, Kalk W, et al. Biting and chewing in overdentures, full dentures, and natural dentitions. *J Dent Res.* 2000 Jul;79(7):1519-24.
- 66.Callister WD. *Materials science and engineering : an introduction* John Wiley & Sons, Inc.; 2007.
- 67.Borba M. Comportamento mecânico de cerâmicas utilizadas na confecção de próteses parciais fixas [Doutorado]. São Paulo: Universidade de São Paulo; 2010.
- 68.Pinto MM. Influência do pH de armazenamento no crescimento subcrítico de trincas de porcelanas odontológicas com diferentes microestruturas [Mestrado]. São Paulo: Universidade de São Paulo; 2006.
- 69.ASTM. Test Method for Biaxial Flexure Strength (Modulus of Rupture) of Ceramic Substrates. ASTM F394-7. 1996.
- 70.Studart AR, Filser F, Kocher P, Gauckler LJ. Fatigue of zirconia under cyclic loading in water and its implications for the design of dental bridges. *Dent Mater.* 2007 Jan;23(1):106-14.
- 71.Studart AR, Filser F, Kocher P, Luthy H, Gauckler LJ. Cyclic fatigue in water of veneer-framework composites for all-ceramic dental bridges. *Dent Mater.* 2007 Feb;23(2):177-85.
- 72.Studart AR, Filser F, Kocher P, Luthy H, Gauckler LJ. Mechanical and fracture behavior of veneer-framework composites for all-ceramic dental bridges. *Dent Mater.* 2007 Jan;23(1):115-23.
- 73.ASTM. *Standard Practice for Reporting Uniaxial Strength Data and Estimating Weibull Distribution Parameters for Advanced Ceramics.* ASTM C1239-2000.