KAREN AKEMI FUKUSHIMA

**Comportamento de fadiga e perfis de tensões residuais de cerâmicas
odontológicas**

São Paulo

2015

KAREN AKEMI FUKUSHIMA

**Comportamento de fadiga e perfis de tensões residuais de cerâmicas
odontológicas**

Versão Corrigida

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

Área de Concentração: Biomateriais e Biologia
Oral.

Orientador: Prof. Dr. Paulo Francisco Cesar

São Paulo
2015

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.

Comportamento de fadiga e perfis de tensões residuais de cerâmicas odontológicas / Karen Akemi Fukushima; orientador Paulo Francisco Cesar. -- São Paulo, 2015.

110 p. : il. : fig., tab. ; 30 cm.

Tese (Doutorado) -- Programa de Pós-Graduação em Odontologia -- Área de concentração: Biomateriais e Biologia Oral -- Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo.

Versão corrigida.

1. Tensão residual. 2. Porcelana dentaria. 3. Tensão dos materiais - Odontologia.
4. Fadiga dos materiais. I. Cesar, Paulo Francisco. II. Título.

Fukushima KA. Comportamento de fadiga e perfis de tensões residuais de cerâmicas odontológicas. Tese apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Doutor em Odontologia.

Aprovado em: / /2015

Banca Examinadora

Prof(a). Dr(a). _____

Instituição: _____ Julgamento: _____

Prof(a). Dr(a). _____

Instituição: _____ Julgamento: _____

Prof(a). Dr(a). _____

Instituição: _____ Julgamento: _____

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

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, é a pessoa que mais admiro na vida.

Meu amor por você é incondicional!

Mãe, obrigada por sempre me apoiar, por me ensinar a importância de estudar e de ser independente, por me animar e nunca me deixar desistir, pelas broncas, por tudo! Amo você!

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

Tia Nô, obrigada por sempre cuidar de mim, sempre se preocupar e por fazer de tudo para me ajudar! Você é mais do que uma madrinha, é minha segunda mãe! Amo você!

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 chegar até aqui.

Ao meu orientador Prof. Dr. **Paulo Francisco Cesar**, não existem palavras para expressar a minha gratidão. Primeiramente obrigada pela convivência desses quase dez anos, pela sua orientação, por plantar em mim o amor à pesquisa e 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 pessoa que você é, nunca vou me esquecer do apoio e do carinho que demonstrou por mim e pela minha família durante momentos muito difíceis. Tenho muito orgulho de dizer que fui orientada por um pesquisador e professor brilhante, mas tenho a alegria de dizer que fiz um amigo!

To Dr. **Amélie Mainjot**, thank you for receiving me in Paris with open arms, thank you for all your attention, worries and your mentoring. I am sure that we will keep our partnership in research and our friendship in life. I admire you very much and hope to show in my work a little bit of what I learned with you.

To Dr. **Michael Sadoun**, thank you for receiving me in your lab and for all knowledge and lessons that you shared with me during the time that I stayed in Paris.

To Dr. **Jason Griggs**, thank you very much for receiving me in Jackson, in your lab and for all your patience and kindness! I admire the researcher, professor and person that you are, it's admirable the way that you treat everybody around you. I am proud of having the privilege of saying that I was your student.

À Profa. Dra. **Márcia Borba**, obrigada pela amizade, pelas palavras de apoio sempre que eu me questionava se as coisas iam realmente dar certo, por ser a melhor parceira de congresso e viagens e por sempre ser tão solícita. Você sabe o quanto eu me orgulho da profissional que você é e da nossa amizade! Adoro você!

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

Ao Prof. Dr. **Rafael Yagüe Ballester**, obrigada pela confiança em me aceitar no programa, por sempre estar disposto a me ajudar e principalmente pela ajuda durante a finalização da minha tese. Só o senhor para fazer o Word entender o que queremos fazer!

Aos Professores do Departamento de Materiais Dentários da FOU SP, **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, 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.

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

Aos “Filhos de Francisco”: **Lucas Hian (Hianito)** obrigada pela amizade, pela parceria nos happy hours e principalmente por ser o hacker do nosso grupo, sempre me ajudando a resolver os problemas de computador nos momentos de desespero...haha!!!! Te admiro muito e tenho certeza de que o seu futuro será brilhante. Ao meu baby **Erick de Lima**, obrigada por sempre estar ao meu lado e por sempre poder contar com você! Adoro a nossa amizade e sei que ela vai durar a vida toda! À amiga **Susana Salazar Marcho**, obrigada pela amizade, companhia, apoio, ajuda, conversas, caronas, saiba que eu admiro muito a pesquisadora, mãe, esposa e principalmente a pessoa que você é, tenho certeza de que você terá muito sucesso. Às caçulinhas **Stephanie Favero e Kelli Nunes** obrigada pela amizade, pelas risadas, conversas e pelos bons momentos de convivência.

À minha orientada de iniciação científica **Sahar Ganz Riman**, obrigada pela paciência, por trabalhar tão duro durante as minhas ausências, pela amizade e pelo apoio. Esse trabalho

também é um pouco seu, tenho muito orgulho de ter participado do início das suas atividades acadêmicas!

Aos alunos de iniciação científica, **Lídia, Carlota, Yasmin e Diego**, obrigada pelo companheirismo no laboratório e pela amizade.

A todos os amigos da Pós-Graduação, **Luana de Campos, Flávio Umeda (Goiaba), Bruno Lopes, Flávia Ibuki, Danielle Carvalho, Vivian Bradaschia, Bernar Benites, Pedro Albuquerque, Ezequias Rodriques, Ana Carolina Romero, Marina Roscoe, Lorraine Braga, Ranulfo Miranda, Priscilla Coppo, Yvete Salazar, Livia Natale, Ricardo Sgura, André De Vito, Thaty Xavier e Alezander Nishida**, obrigada pelos almoços, pela companhia, pelas risadas, pela ajuda, pelo companheirismo, apoio e amizade que fizeram desta etapa da minha vida muito especial.

To my lab friends from the department of Biomateriaux, **Boris Jakubowicz, Mie Leng, Ahn-Chi, Helénè Fron, Helénè Tardieux (in memorian), Matieu Derbanne, Jean-François, Stéphan Fegoff, Jean Pierre, Elizabeth Dursun, Gabriele, Claudine Wulfman and Jean-Pierre Attal**, thank you for all good moments and memories, I loved working with all of you during my time at Paris 5.

To my friend **Dorin Ruse**, thank you for your friendship, for all lunches that we had together, for all the lessons of “Paris living experience” and specially for making my days in the lab much more fun.

Aos mais que amigos, minha família do deuxième étage **Israel, Tania, Carol “Chat Noir”, Celio, Breno, Paulo, Livia, Mirian, Nick**, obrigada pela ótima convivência e pelos bons momentos que passamos juntos na cozinha. À **Ana Cristina**, por ter sido a minha primeira amiga, por me levar à minha primeira balada em Paris, pelos ótimos momentos que passamos juntas. À minha família **Raíssa Moreira e Mosieur Felipe**, obrigada por me adotarem e por me fazerem sentir em casa, Felipe, muito obrigada também por me apresentar o **Le Fleurus**, onde passamos momentos memoráveis. Ao bonde das maravilhas (**Jane, Monize, João, Larissa, Raíssa e Tetê**), obrigada pelas risadas, pela amizade, por me ajudarem a amadurecer e por me fazerem sentir especial. Ao amigo **João Vitor** obrigada pela amizade, bons momentos e memórias e obrigada por

ser essa pessoa tão doce e carismática. À família “Tche” (**Giovana, Evandro e Dinde**) e ao amigo **Junior Xavier**, obrigada pela amizade, pelas farras, pelas comidinhas e por me permitir conviver com uma bebê tão doce como a Dinde, que contagiava a todos com aquele sorriso lindo. To my bestie **Hind Benmoussa**, thank you for all your love and friendship, no metter wherever we are, we will always be friends! Às queridas **Mari, Carolzinha e Ana Claudia**, amei ter conhecido e ter passado momentos maravilhosos com vocês na nossa viagem à Île de Bréhat. Aos bonequinhos (**Marcela e Rodrigo**), o que dizer... obrigada pela amizade, parceria, pelas viagens maravilhosas, pelas jantinhas, cervejas, dias de lavanderia, enfim, obrigada por tudo. Tenho certeza de que a nossa amizade vai durar a vida toda! Aos amigos **Hudson e Felipe**, obrigada pela amizade e pelos bons momentos, vocês são especiais.

To my friends from the department of Biomedical Materials Science **Nate, Chad, Todd, Joey, Andrew, Paul, Dr. Scott Williamson, Dr. Roach, Dr. St, John, Dr, Janorkar, Mary, Nelda and Glenn**, thank you for being so friendly and for all the good moments that we spend together. To my lab mates **Yuan Yuan Duan** and **Gaurav Joshi**, thank you for the good moments and for all your help during my time in Jackson. To UMMC employees **Lynda** and **Donald**, thank you for always receiving me with a big smile, some days it made all the difference.

Ao amigo **Pedro Corazza**, obrigada pela amizade, pela ajuda no laboratório, pelos bons momentos, mas principalmente por toda ajuda e apoio na minha chegada em Jackson.

À minha best roommate ever **Gabriela Romanini Basso**, obrigada por ter dividido comigo não apenas a casa, mas também os bons e maus momentos que passamos juntas, por ter me incentivado a ser mais fitness, pelas conversas e pela parceria, tenho certeza de que a nossa amizade é para sempre.

Aos amigos **Marina Martins e Carlos Rezende**, obrigada pelos bons momentos, pelos passeios, jantinhas, caronas e pela amizade. Foi ótimo ter vizinhos como vocês.

À amiga **Leticia Ferreria**, muito obrigada pela amizade, pelos almoços, pela parceria, pelas boas conversas, caronas. Também não posso esquecer da Sunshine, a minha best dog friend in

Mississippi! Tenha certeza de que ter conhecido você fez da minha experiência no Mississippi tão especial, te adoro amiga!

To my three musketeers in Jackson, thank you! You guys made my experience in Mississippi amazing (very hard task in this place... lol)! To **Anuj Marya**, thank you for being my bestie in Jackson, for showing me NOLA and its' drinks, for cooking the best non spicy butter chicken, for force me to attend the best indian wedding ever and for always find a solution and make it simple. To **Vivek-Thomas Sankorial**, thank you for always being so sweet and kind, for making your indian version of sushi (haha) and for all the fun that we had. To **Ajay Vongala**, thank you for all the good moments that we had together, for introduce me my bestie (haha), for all the medical consults and for all you support and encouragement when I was almost giving up.

To my bestie **Lija Thomas**, thank you for being such a good friend. It was short, but the time we spend together was so funny. I am sure that no matter wherever we are, we will still be friends.

To my BMS girls **Sakshi Jain and Bhuvana**, thank you for your friendship, it was short, but I will always keep our good moments together!

To all my good friend from the Internationals class, specially to **Barbara Welborn** and **Willard Harrel**, thank you for your friendship, good lessons and the good moments that we spend together.

Aos amigos **Lu, Ron, Sophia e Docinho Guerieri**, família seria a palavra que melhor definiria o papel de vocês na minha vida. Eu não tenho palavras para agradecer o que vocês fizeram por mim, abrindo as portas da sua casa e me acolhendo como parte da família! Mesmo longe, sempre os levo comigo em minhas lembranças e em meu coração, amo vocês!

Aos amigos **David Aquino, Ericka West, Lorena e Leo Moreira, Amanda e Marcelo Vieira, Matheus e Débora Lidório**, obrigada pela amizade, pelo sambinha, pela companhia, pela

preocupação, pelas conversas, pelas comprinhas, foram poucos, mas ótimos os momentos que passamos juntos.

À amiga **Luciana Bertozi**, obrigada pelo apoio, pela parceria, pelo companheirismo, por sempre acreditar em mim, por me entender, mas principalmente pela amizade de tantos anos. Não importa o que aconteça, nem a distância, nem o tempo, você sempre será uma amiga mais que especial.

Ao amigo preferido **Lucas Pabis**, obrigada pela amizade, carinho, parceria, enfim, obrigada por ser essa pessoa especial. Você sabe o quando a nossa amizade significa pra mim.

Ao amigo **Fernando Maeda**, obrigada pela amizade, pelas conversas, pela pipoca, pelo companheirismo e por ser esta pessoa tão especial.

Às baybinhas **Marcela Charantola Rodrigues, Renata Medeiros e Carina Tanaka**, obrigada pela amizade, parceria, apoio, risadas, conversas, enfim, adoro vocês.

À amiga **Tamara Tedesco**, obrigada pelo apoio, por me aguentar, pelas conversas, pela parceria, mesmo tendo um oceano entre nós, ainda estávamos juntas. Tenho certeza de que o nosso futuro será sempre assim, juntas. Amo você amiga!

Aos amigos queridos do departamento de Odontopediatria **Prof. Dra. Daniela Raggio, Profa. Dra. Mariana Braga, Prof. Dr. Fausto Mendes, Ana Fátia, Rafael Celestino, Isabela Floriano, Gustavo Tello, Daniela Hesse, Caleb Shitsuka, Juan Sebastián Lara, Thais Gimenez, Juliana Kimura e Thatiane Lenzi**, obrigada pela amizade, almoços, risadas, apoio, cada um de vocês é muito especial para mim.

À família do grupo Só os fortes sobrevivem, **Rodrigo Novoa**, **Suzi Novoa**, **Ivan Hisamoto**, **Marcela Cecone**, **Ricardo Martins (Mazza)**, **Débora Martins**, **Tatiane Fusco**, **Luiz Fusco (Tatá)**, **Aline Hisamoto**, **Rafael Neto**, **André Hisamoto**, **Karina Goes**, **José Eduardo Zambom (Guile)**, **Ana Maria Gomes**, **Caio Paulino**, **Valéria Zambom**, **Rafael Faquin**, **Anália Peixoto**, **Fávia Bianconi**, **Marcos Dias**, **Gustavo Miassato**, **Ana Carolina Dias**, **Karen Anjos**, **Daniel Novoa**, **Cleide Alencar (Chaves)**, **Franciele Pavan**, **Hélide Martineli (Nenê)**, **Rafael Boaventura (Carica)**, **Viviane Dorigan**, **Fabricio Ferreira**, **Eduardo Parras**, **Gisele Britto** e **Eloy Barreto**, obrigada pela amizade, carinho, parceria, zuação, risadas, enfim, pela grande família que formamos! Saibam que eu respeito, admiro e amo cada um e vocês como família e tenho certeza de que esse grupo sobreviverá por muito tempo! Amo vocês galera!!!!

À minha família, pelo amor incondicional. Em especial aos meus tios queridos, **Marlene Hisamoto Camargo e Silva** e **José Camargo e Silva** por estarem sempre por perto me apoiando e amando. Aos meus primos **Karina Yurika Hirakawa**, **Hiroto Hirakawa**, **Emília Tiemi Tanabe** e **Mauro Kenji Tanabe**, obrigada pelo apoio, ajuda, parceria, risadas, carinho e por sempre estarem por perto. À minha amada afilhada **Julia Kawai Tanabe**, obrigada por tanto amor, mesmo de longe, a titia te ama até o infinito!

À agência de fomento **CAPES** e ao **COFECUB** pelo suporte financeiro que permitiu a realização desta pesquisa e meu estágio em Paris e no Mississippi.

“O sucesso nasce do querer, da determinação e persistência em se chegar a um objetivo. Mesmo não atingindo o alvo, quem busca e vence obstáculos, no mínimo fará coisas admiráveis.”

(José de Alencar)

RESUMO

Fukushima KA. Comportamento de fadiga e perfis de tensões residuais de cerâmicas odontológicas [tese]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2015. Versão Corrigida.

Capítulo 1. Objetivos: Medir e comparar o perfil de tensão residual da cerâmica de recobrimento aplicada sobre infraestruturas em zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP), em um compósito de alumina/zircônia (ZTA) e em uma alumina policristalina (AL). Material e Métodos: Os perfis de tensão residual de cada um dos materiais foi medido por meio do método “*hole-drilling*” em discos de 19 mm de diâmetro e 2,2 mm de espessura (0,7 mm de infraestrutura + 1,5 mm de porcelana de cobertura). Resultados: Os espécimes de AL exibiram tensões de compressão que aumentaram numericamente com a profundidade, enquanto que as tensões compressivas mudaram para tensões de tração no interior das amostras de Y-TZP. As amostras de ZTA exibiram tensões de compressão na superfície, decrescendo com a profundidade até 0,6 mm, tornando-se compressivas novamente próximo à infraestrutura. Conclusão: O ZTA não apresentou tensões de tração em nenhum ponto ao longo da espessura da cerâmica de recobrimento. A AL apresentou um perfil de tensão residual mais favorável, gerado pelas tensões compressivas. A Y-TZP apresentou o perfil mais desfavorável, por apresentar tensões de tração próximo à infraestrutura.

Capítulo 2. Objetivos: 1) Comparar os coeficientes de susceptibilidade ao crescimento subcrítico (n), de uma zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria, obtidos por meio de dois ensaios de fadiga: cíclica e dinâmica. 2) Verificar o efeito da frequência usada no ensaio de fadiga cíclica no tempo de vida característico. Material e Métodos: Espécimes em forma de barras (25 mm x 4 mm x 3 mm) foram confeccionadas de acordo com as recomendações do fabricante. Os ensaios de fadiga dinâmica ($n=70$) e de fadiga cíclica ($n=75$) foram realizados por meio de resistência à flexão em quatro pontos para a obtenção dos parâmetros de crescimento de trincas subcrítico (SCG). O ensaio de fadiga cíclica também foi realizado em duas frequências (2 e 10 Hz), utilizando valores de tensão máxima entre 350 e 600 MPa. Todos os espécimes fraturados foram inspecionados em microscópio eletrônico de varredura para que fosse identificada a origem da fratura. Os dados de

fadiga dinâmica foram analisados por meio das fórmulas apresentadas na ASTM C 1368-00. Os dados de fadiga cíclica foram analisados por meio da estatística de Weibull e por meio de análise tipo “*General Log Linear Model*”. Resultados: A Y-TZP apresentou valores dos parâmetros de SCG obtidos no ensaio de fadiga dinâmica de $\sigma_{fo} = 667$ MPa e $n = 54$. Os parâmetros de Weibull obtidos a partir dos resultados do mesmo ensaio foram de $m = 7,9$, $\sigma_0 = 968,9$ MPa e $\sigma_{5\%} = 767$ MPa. Os parâmetros de Weibull obtidos no ensaio de fadiga cíclica foram estatisticamente semelhantes para as duas frequências utilizadas, o m^* foi de 0,17 para 2Hz e de 0,21 10Hz; os tempos de vida característicos (η , em número de ciclos) foram de $1,93 \times 10^6$ e 40.768, respectivamente para 2 e 10 Hz. O valor de n obtido na fadiga cíclica foi de 48 e 40, nas frequências de 2 e 10 Hz, respectivamente. Não foi observado o efeito da frequência da aplicação da tensão, do nível de tensão, nem da interação dos dois no tempo de vida da Y-TZP, quando analisados pelo *General Log Linear Model*. Conclusão: Os coeficientes de susceptibilidade ao crescimento subcrítico (n) obtidos por meio de fadiga cíclica e dinâmica foram semelhantes para a Y-TZP testada. Os extensos intervalos de confiança obtidos nos ensaios de fadiga cíclica indicaram não haver efeito da frequência usado nesse método de fadiga nos tempos de vida característicos da Y-TZP testada.

Palavras-chave: Tensão residual. Hole-drilling. Lascamento de cerâmicas odontológicas. Fadiga. Resistência à flexão. Análise de Weibull. Fractografia.

ABSTRACT

Fukushima KA. Fatigue behavior and residual stress profiles of dental ceramics [thesis]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2015. Versão Corrigida.

Chapter 1. Objective: was: to measure and compare the residual stress profile in the veneering ceramic layered on three different polycrystalline ceramic frame-work materials: Y-TZP, alumina polycrystalline (AL) and zirconia toughened alumina (ZTA). Materials and Methods. The stress profile was measured with the hole-drilling method in bilayered disk samples of 19 mm diameter with a 0.7 mm thick Y-TZP, AL or ZTA framework and a 1.5 mm thick layer of the corresponding veneering ceramic. Results: The AL samples exhibited increasing compressive stresses with depth, while compressive stresses switching into interior tensile stresses were measured in Y-TZP samples. ZTA samples exhibited compressive stress at the ceramic surface, decreasing with depth up to 0.6 mm from the surface, and then becoming compressive again near the framework. Conclusions: Y-TZP samples exhibited a less favorable stress profile than those of AL and ZTA samples. **Chapter 2.** Objectives: 1) To compare the stress corrosion coefficient (n) of a Y-TZP, obtained by two fatigue tests: cyclic and dynamic and 2) Evaluate the effect of frequency used in the cyclic fatigue test in the characteristic lifetime. Methods: Bar shaped specimens (4 mm x 25 mm x 3 mm) were prepared according to the manufacturer's recommendations. The dynamic fatigue test ($n = 70$) and cyclic fatigue ($n = 75$) were performed by four-point bending to obtain the slow crack growth parameters (n). The cyclic fatigue test was also conducted in two frequencies (2 and 10Hz), using stress levels between 350 and 600 MPa. All fractured specimens were inspected by SEM so that the origin of the fracture were identified. The dynamic fatigue data were analyzed using the formulas given in ASTM C 1368-00. Cyclic fatigue data were analyzed using Weibull statistics and by the Log General Linear Model. Results: The material showed values of parameters obtained in the SCG assay dynamic fatigue $\sigma_{fo} = 667$ and $n = 54$. The Weibull

parameters obtained from the same test results were $m = 7.9$, $\sigma_0 = 968, 9$ and $\sigma_{5\%} = 767$. The Weibull parameters obtained by cyclic fatigue were statistically similar for the two frequencies used, the m^* was 0.17 (2 Hz) and 0.21 (10 Hz); characteristic lifetimes (η) were 1.93×10^6 and 40768, respectively. The n value obtained by cyclic fatigue was 48 and 40 at frequencies of 2 and 10 Hz, respectively. There was no effect of the frequency, the stress level or the interaction of the two in the Y-TZP lifetime, when analyzed by General Log Linear Model. Conclusion: The n values obtained by cyclic and dynamic fatigue tests were similar to Y-TZP tested. The extensive confidence intervals obtained in cyclic fatigue tests showed no effect of frequency used this method in fatigue characteristic lifetimes of the Y-TZP tested.

Keywords: Residual stress. Hole-drilling. Dental ceramics chipping. Fatigue. Flexural strength. Weibull analysis. Fractography.

SUMÁRIO

1 CAPÍTULO I: PERFIS DE TENSÕES RESIDUAIS DE PORCELANAS APLICADAS SOBRE INFRAESTRUTURAS DE Y-TZP, ALUMINA E ZTA MENSURADOS POR MEIO DO MÉTODO “HOLE-DRILLING”	23
1.1 INTRODUÇÃO	25
1.2 REVISÃO DE LITERATURA	29
1.2.1 CERÂMICAS ODONTOLÓGICAS	29
1.2.2 TENSÕES RESIDUAIS	31
1.3 PROPOSIÇÃO	35
1.4 MATERIAL E MÉTODOS	37
1.4.1 PRODUÇÃO DOS BLOCOS PRÉ-SINTERIZADOS E CONFEÇÃO DOS CILINDROS	37
1.4.2 PREPARAÇÃO DOS ESPÉCIMES	38
1.4.3 INSTALAÇÃO DO EXTENSÔMETRO EM FORMA DE ROSETA	40
1.4.4 TERMINAÇÕES ELÉTRICAS PARA MEDIDA [36]	40
1.4.5 CONTROLE DE TEMPERATURA [36]	41
1.4.6 ENSAIO - MÉTODO “HOLE-DRILLING” [36]	41
1.4.7 MEDIDAS DE DEFORMAÇÃO E CÁLCULO DA TENSÃO RESIDUAL [36]	42
1.5 RESULTADOS	43
1.6 DISCUSSÃO	45
1.7 CONCLUSÃO	49
2 CAPÍTULO II: COMPARAÇÃO DOS PARÂMETROS DE CRESCIMENTO SUBCRÍTICO DE UMA Y-TZP OBTIDOS POR MEIO DE ENSAIOS DE FADIGA CÍCLICA OU DINÂMICA	51
2.1 INTRODUÇÃO	53
2.2 REVISÃO DA LITERATURA	57
2.2.1 ZIRCÔNIA TETRAGONAL POLICRISTALINA ESTABILIZADA POR ÍTRIA	57
2.2.2 TENACIDADE À FRATURA	58
2.2.3 RESISTÊNCIA MECÂNICA DOS MATERIAIS CERÂMICOS	62
2.2.4 CRESCIMENTO SUBCRÍTICO DE TRINCAS (SCG)	63
2.2.5 FADIGA DOS MATERIAIS	66
2.2.6 COMPARAÇÃO DOS PARÂMETROS DE SCG	69
2.3 PROPOSIÇÃO	73
2.4 MATERIAL E MÉTODOS	75
2.4.1 PREPARAÇÃO DOS ESPÉCIMES	75
2.4.2 ENSAIOS MECÂNICOS	76
2.4.3 ANÁLISE FRACTOGRÁFICA	80
2.4.4 FORMA DE ANÁLISE DOS RESULTADOS	80
2.5 RESULTADOS	83
2.6 DISCUSSÃO	91
2.7 CONCLUSÕES	99
REFERÊNCIAS¹	101

**1 CAPÍTULO I: PERFIS DE TENSÕES RESIDUAIS DE PORCELANAS
APLICADAS SOBRE INFRAESTRUTURAS DE Y-TZP, ALUMINA E
ZTA MENSURADOS POR MEIO DO MÉTODO “HOLE-DRILLING”**

1.1 INTRODUÇÃO

As estruturas cerâmicas policristalinas apareceram no mercado Odontológico nos anos noventa devido ao desenvolvimento de métodos de processamento de CAD-CAM. O primeiro material comercializado foi a alumina policristalina (AL), já a zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP) foi introduzida para aplicações dentárias há aproximadamente dez anos.

A AL apresenta alta biocompatibilidade, estética, resistência ao desgaste e à corrosão, entretanto, tem uma baixa tenacidade à fratura e uma resistência à flexão limitada, quando comparada à Y-TZP [1,2]. Apesar destes inconvenientes, os estudos clínicos avaliando coroas unitárias anteriores e posteriores em alumina relataram altas taxas de sobrevivência e poucas fraturas da cerâmica de cobertura (“chipping ou lascamento”) [3-5].

A Y-TZP tem sido proposta como uma alternativa para o metal das infraestruturas de coroas unitárias e próteses parciais fixas (PPF) devido à sua ótima biocompatibilidade, propriedades ópticas e alta resistência à flexão. No entanto, os estudos clínicos utilizando restaurações à base de zircônia destacam taxas de lascamento da cerâmica de cobertura inaceitáveis [6-8]. A taxa de lascamento das restaurações confeccionadas com a Y-TZP é relatada como sendo significativamente maior do que para os sistemas de metalocerâmicos e constitui a primeira causa de falha de restaurações com infraestruturas em zircônia [9-11]. Outra desvantagem da Y-TZP é o seu comportamento metastável, o que pode levar à degradação do material em temperatura ambiente (*aging*), devido ao efeito combinado do tempo e da difusão de água. O processo de *aging* causa alterações na superfície do material, levando à formação de micro-trincas e à diminuição das suas propriedades mecânicas [12]. As consequências desse fenômeno sobre o desempenho a longo prazo das coroas protéticas e próteses parciais fixas ainda não são totalmente conhecidas.

Os compósitos policristalinos de alumina-zircônia policristalina (ZTA) foram sugeridos para a confecção de implantes ortopédicos no início do ano 2000, com o objetivo de contornar o envelhecimento observado na Y-TZP [13,14]. O ZTA contém partículas de zircônia dispersas como uma segunda fase em uma matriz de alumina. Este material apresenta tenacidade à fratura e fator limite de intensificação de tensão (K_{I0}) mais altos, em comparação com a AL e poderia constituir um material promissor

para o uso como infraestrutura de próteses dentais. No entanto, o comportamento mecânico da cerâmica de cobertura a ser estratificada sobre esse material, ainda é desconhecido.

O conhecimento sobre a distribuição das tensões residuais na porcelana de recobrimento em função da profundidade, ou seja, o perfil de tensão residual, é um fator importante para se entender e prever os eventos de lascamento observados nas porcelanas de cobertura. As tensões residuais podem ser consideradas tensões "aprisionadas", que são geradas dentro da porcelana e da infraestrutura durante o período de resfriamento/solidificação do processo de sinterização da porcelana. Estas tensões permanecem dentro da estrutura e se somam posteriormente às tensões funcionais geradas durante o processo de mastigação. Tensões residuais de compressão reforçam a cerâmica, enquanto que tensões residuais de tração facilitam a iniciação e a propagação de trincas. O perfil de tensão residual na cerâmica de cobertura é gerado pelos gradientes térmicos que se formam durante o período de resfriamento/solidificação da porcelana, e também por causa da diferença entre o coeficiente de expansão térmico linear (CETL) da infraestrutura e a porcelana de recobrimento. Gradientes térmicos são influenciados pela velocidade de resfriamento, espessura do material e por sua condutividade térmica. Eles induzem uma solidificação não uniforme ao longo do tempo, uma vez que a temperatura diminui mais rapidamente na superfície do que no interior do corpo cerâmico, fazendo com que seja gerada uma significativa contração no interior do material. Devido a este efeito de têmpera, as tensões residuais geradas são de compressão na superfície do material de cobertura e a sua amplitude tende a diminuir com a profundidade. No caso de infraestruturas de próteses metalo-cerâmicas (PMC), o CETL da porcelana é geralmente um pouco mais baixo do que o da infraestrutura, de modo que durante o resfriamento a partir da T_g até a temperatura ambiente, as tensões compressivas no interior da porcelana sejam desenvolvidas próximo à infraestrutura [15-17].

Recentemente, os perfis de tensões residuais foram medidos em amostras no formato de discos em Y-TZP e metal. Como esperado, as infraestruturas metálicas mostraram apenas tensões de compressão, enquanto que, surpreendentemente, apesar da diferença no CETL e das velocidades de resfriamento utilizadas, a cerâmica de recobrimento aplicada sobre a Y-TZP exibiu tensões de tração nas proximidades da interface com a infraestrutura. As tensões de tração encontradas apresentaram-se dependentes da proporção entre a espessura da porcelana e da infraestrutura e da

taxa de resfriamento, tornando-se uma possível explicação para fraturas encontradas na prática clínica [16,18,19]. As diferenças nos perfis de tensões residuais entre metal e estruturas em Y-TZP foram explicadas pelo comportamento da Y-TZP e pela hipótese de que algumas alterações estruturais ocorrem na superfície da Y-TZP em contato com a porcelana de recobrimento durante o processo de sinterização. Essas mudanças são caracterizadas pelo aumento de volume dos cristais de Y-TZP, que promovem o desenvolvimento de tensões de tração na porcelana. Recentemente, as alterações da superfície da Y-TZP foram destacadas com nanotomografia de “Focused Ion Beam” na interface porcelana/zircônia em uma amostra exibindo tensões de tração, mas sua origem e sua natureza ainda são desconhecidas [20].

Até o momento, os perfis de tensão residual nunca foram medidos em porcelanas de recobrimento aplicadas sobre as infraestruturas de alumina ou ZTA. Alguns autores estudaram as tensões residuais nos materiais de cobertura aplicados sobre infraestruturas de alumina utilizando a análise de elementos finitos 2D ou 3D [21-23]. Os resultados variam de um estudo para o outro, dependendo das diferentes configurações de parâmetros. Além disso, as técnicas de elementos finitos não conseguem reproduzir fielmente processos complexos, tais como o processo de sinterização da cerâmica, especialmente em termos de distribuição de temperatura no interior da amostra e variações de propriedades térmicas e físicas com a temperatura.

1.2 REVISÃO DE LITERATURA

A revisão da literatura deste capítulo apresenta dois tópicos:

1.2.1 CERÂMICAS ODONTOLÓGICAS

As restaurações totalmente cerâmicas foram introduzidas na Odontologia décadas atrás e são apresentadas como alternativas mais biocompatíveis e estéticas aos sistemas metalocerâmicos. As cerâmicas policristalinas chegaram ao mercado na década de noventa com os processos de CAD-CAM, o primeiro material comercializado sendo alumina policristalina (AL), sendo seguida pela zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP).

A alumina policristalina é uma cerâmica que pode ser utilizada em tratamentos protéticos por combinar boa resistência, alta tenacidade à fratura, alta resistência ao desgaste, boa biocompatibilidade e excelente estabilidade química [1]. 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 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ [24,25]. Esse material, ainda que num volume extremamente menor, era utilizado com sucesso como material de infraestrutura [1]. Um estudo clínico apresentou taxas de sobrevivência de 97,7% e 93,5% após 5 a 10 anos [26]. Outra avaliação mostrou uma taxa de sobrevivência de 100% na região anterior e 98,8% na região posterior (apenas uma fratura da infraestrutura) depois de 5 e 7 anos, respectivamente [5].

A introdução da zircônia como o material de infraestrutura para coroas unitárias e próteses parciais fixas (PPF) aconteceu pois este material cerâmico apresenta excelentes vantagens, tais como, estética, biocompatibilidade, inércia química. No entanto, as propriedades notáveis deste material, em comparação com as outras cerâmicas, são a sua resistência e tenacidade à fratura substancialmente

mais elevadas. No entanto, pesquisas clínicas reportaram uma alta incidência de lascamento da cerâmica de cobertura ("chipping") em várias das principais marcas de sistemas de porcelana aplicada sobre zircônia. Taxas de 15% de lascamento da porcelana após 5 anos e 25% após 2-5 anos têm sido previamente relatadas, mostrando que o lascamento das próteses confeccionadas com infraestrutura em zircônia é a principal causa dos insucessos [6,27].

Sabe-se que a zircônia pura não pode ser utilizada para confecção de peças cerâmicas sem a adição de estabilizadores. A função destes estabilizadores de fase é o de preservar a fase tetragonal, à temperatura ambiente, viabilizando à zircônia suas propriedades desejáveis, como uma "cerâmica inteligente" [1]. Entretanto, a presença de um ambiente úmido a temperaturas relativamente baixas pode provocar a transformação dos cristais de zircônia estabilizados na fase tetragonal para a fase monoclinica na superfície do material, a qual é denominada de degradação das propriedades mecânicas em baixas temperaturas ("low temperature degradation"-LTD). Este fenômeno também é dependente do tempo e a transformação dos cristais da Y-TZP está relacionada com a formação de microfissuras e trincas, perda de resistência, e a deterioração das propriedades mecânicas [1,2,28]. Além disso, essas falhas de superfície podem crescer lentamente e alcançar a dimensão crítica, levando a falha catastrófica, diminuindo significativamente o tempo de vida da estrutura [13]. Apesar disso, as cerâmicas policristalinas, alumina (Al_2O_3) e zircônia (ZrO_2) têm sido utilizadas como materiais dentários há algum tempo e apresentam resultados aceitáveis até o presente momento. No entanto, a LTD da zircônia ainda é um dos problemas a ser melhorados neste material, assim como a baixa tenacidade à fratura e resistência à flexão da alumina [2].

A adaptação da microestrutura é um importante meio de se evitar o LTD na zircônia. Tem sido demonstrado que a utilização de pós de zircônia com cristais com tamanhos abaixo de $0,4\ \mu\text{m}$ ajuda a manter a estabilidade de grãos tetragonais, aumentando a confiabilidade e a sua resistência ao envelhecimento [29]. Além disso, a eliminação da fase cúbica tem-se mostrado eficaz para diminuir o LTD [13]. Outra abordagem para melhorar o limitado tempo de vida da Y-TZP causado pelo LTD é adicionar partículas de zircônia em uma matriz cerâmica diferente, com um consequente aumento da tenacidade à fratura desses compósitos. Por isso, muitos estudos foram realizados para combinar estes dois materiais e produzir um compósito cerâmico de alumina-zircônia (ZTA), no qual as partículas de zircônia são

incorporadas como uma segunda fase em uma matriz de alumina, pois a AL não possui solubilidade com a zircônia. Além disso, o seu elevado módulo de elasticidade é muito eficaz na transmissão da tensão para a Y-TZP, alta tenacidade à fratura, com as propriedades peculiares da alumina, muito boa resistência ao desgaste e estabilidade química [30,31]. No entanto, um controle cuidadoso da microestrutura ZTA é fundamental para se obter um material final com uma distribuição homogênea das partículas de ZrO_2 na matriz Al_2O_3 . Apesar dos bons resultados com o ZTA, o comportamento mecânico do material, quando este é recoberto com uma porcelana, ainda é desconhecido.

1.2.2 TENSÕES RESIDUAIS

Os mecanismos envolvidos no lascamento da porcelana de cobertura de conjugados cerâmicos ainda não estão bem compreendidos. Tem sido demonstrado, por meio da análise por elementos finitos, que essas falhas podem ser relacionadas com a associação da carga oclusal com tensões residuais induzidas termicamente [23]. Acredita-se que as tensões de tração residuais são desenvolvidas na camada de porcelana durante o processo de resfriamento de ciclos de queima envolvidos na sinterização da porcelana de recobrimento. Tais tensões residuais podem surgir a partir da incompatibilidade de expansão térmica entre a porcelana e a infraestrutura, do resfriamento rápido após a sinterização (devido à baixa difusividade térmica da cerâmica de infraestrutura), bem como a partir da transformação de fase da zircônia na interface com a porcelana [27].

A preparação de coroas e próteses parciais fixas envolve uma série de ciclos térmicos de sinterização, associados a processos de resfriamento antes da aplicação da próxima camada de material. Verificou-se que a correspondência da expansão térmica entre a porcelana e estrutura subjacente, seja ela de metal ou de cerâmica, é crítica para evitar a formação de trincas ou delaminações após a queima. Foi demonstrado experimentalmente que uma diferença no coeficiente de expansão térmico linear (CETL) de mais de 10% resulta em tais problemas. [23,32]. Como as cerâmicas são muito susceptíveis às tensões de tração, tanto em restaurações

metalocerâmicas, quanto em restaurações totalmente cerâmicas, é desejável uma ligeira tensão de compressão na porcelana de recobrimento, reforçando, assim, a porcelana e aumentando a resistência à fratura do conjunto. A fim de gerar tensões de compressão, o CETL do revestimento cerâmico deve ser ligeiramente menor do que o do material de infraestrutura [33].

A outra causa para a formação de tensões residuais em coroas e PPFs está associada com os gradientes térmicos desenvolvidos nestas estruturas durante o resfriamento. Durante o procedimento de queima, a cerâmica se encontra em um estado plástico e a tensão pode ser aliviada pelo fluxo plástico. Durante o resfriamento, quando um determinado intervalo de temperatura é ultrapassado, a cerâmica no estado plástico, passa para o estado sólido. A temperatura acima deste intervalo é definida como temperatura de transição vítrea (T_g). A formação de tensões residuais na porcelana de recobrimento é possível apenas abaixo dessa temperatura, isto é, no estado sólido [33]. Se tal gradiente de temperatura estiver presente no conjugado cerâmico e parte do material apresentar uma temperatura acima da T_g , tensões residuais térmicas podem ficar “presas” no material [23]. Assim, além da diferença nos coeficientes de expansão térmica, o intervalo de temperatura entre a T_g e a temperatura ambiente deve ser considerado na formação de tensões residuais [33].

Um outro fator que pode aumentar o risco de lascamento é a transformação dos grãos estabilizados na fase tetragonal para a fase monoclinica na superfície da Y-TZP, resultando em um aumento de volume em torno de 5% que pode ser provocada durante a aplicação da porcelana e subsequente procedimento de queima. Um estudo observou que a presença de alterações estruturais e microfissuras sub-superficiais foram encontradas no primeiro micrômetro da superfície da zircônia que estava em contato com a porcelana, exclusivamente para a amostra que exibiu tensões de tração no interior da cerâmica de recobrimento. Isso nos leva a crer que a presença destes grãos transformados na interface entre a porcelana e a Y-TZP podem comprometer severamente de ligação entre estas camadas [20,34].

A distribuição as tensões residuais em função da profundidade da porcelana para cada um dos processos citados acima, proposta no estudo de Mainjot et al., está ilustrada na Figura 1.1, onde (a) representa o efeito dos gradientes térmicos, (b) ilustra o efeito da diferença nos CETL e (c) apresenta a hipótese de transformação dos grãos de Y-TZP de tetragonais para monoclinicos [19].

Figura 1.1 – Ilustração do desenvolvimento de tensões residuais na porcelana: (a) efeito do gradiente térmico, o que explica o desenvolvimento de tensões de compressão na superfície de todas as amostras. (b) efeito incompatibilidade do CETL. (c) efeito da transformação dos grãos de zircônia de tetragonal para monoclinico [19]

Ao longo das últimas décadas, a comunidade de engenharia de materiais desenvolveu uma série de técnicas para avaliar as tensões residuais em vários sistemas de materiais. Por exemplo, a técnica de dupla refração (“*Birefringence*”) é capaz de medir as tensões residuais por análise de mudanças nas propriedades ópticas de um material que ocorrem quando as tensões estão presentes [35]. Esta técnica possui limitações óbvias para materiais que não são transparentes e a análise de tensões residuais pode ser dificultada por meio da óptica em vidros com conteúdo

cristalino, tais como a porcelana. Técnicas de difração de raios X ou de difração de neutrons podem determinar de forma eficaz as tensões residuais apenas em materiais cristalinos. A técnica do "hole-drilling" mede a distribuição das tensões residuais uniaxiais em amostras planas por meio da remoção de camadas com espessuras definidas e mensuração das deformações sofridas pelos espécimes em cada uma das camadas [16,18-20,36]. Estas abordagens impõem restrições sobre o tamanho e a forma das amostras, tornando-se impraticáveis para quantificar as tensões residuais em coroas dentárias e pontes. No entanto, estes métodos requerem um grau crítico de perícia. Além disso, a viabilidade de medidores de tensão de posicionamento e furos em restaurações dentárias é limitado por suas formas [27]. No método de indentação Vickers as tensões residuais superficiais podem ser estimadas por comparação do comprimento de trincas em amostras com tensões residuais com amostras que não apresentam estas tensões [27].

Conhecimento de geração de tensões residuais em *bilayers* de infraestrutura/porcelana de cobertura durante a sua confecção é de grande importância na concepção e fabricação de próteses dentárias. Até agora, os perfis de tensão em próteses dentárias foram estudados apenas por meio de modelos matemáticos. Um dos desafios enfrentados pelos modelos é levar em conta o comportamento viscoelástico da cerâmica no intervalo de transição vítrea, em que as propriedades térmicas e físicas, tais como o coeficiente de expansão térmica, a temperatura de transição vítrea e viscosidade, têm uma forte dependência da temperatura e da influência sobre tensões residuais [37].

1.3 PROPOSIÇÃO

Medir e comparar o perfil de tensão residual na cerâmica de recobrimento aplicada sobre infraestruturas em zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP), em um compósito de alumina/zircônia (ZTA) e em uma alumina policristalina (AL). A hipótese testada é a de que o ZTA apresentará um perfil intermediário entre a Y-TZP e a AL.

1.4 MATERIAL E MÉTODOS

Três materiais experimentais para infraestrutura foram selecionados para o estudo: zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP), alumina policristalina (AL) e alumina-zircônia policristalina (ZTA). Os blocos pré-sinterizados de Y-TZP e AL foram produzidos respectivamente a partir de um pó de Y-TZP com um tamanho médio de partícula de 0,3 μm (TZ-3YSB, Tosoh, Japão) e um pó fino de AL com um tamanho médio de partícula de 0,6 μm (CT- 3000SDP, Almatiss, Alemanha).

1.4.1 PRODUÇÃO DOS BLOCOS PRÉ-SINTERIZADOS E CONFEÇÃO DOS CILINDROS

O pó de ZTA foi produzido como se segue:

- a) mistura por 16 horas, em moinho de bolas (5 Fritsch Pulverisette, Idar-Oberstein, Alemanha), dos pós de alumina (CT-3000SDP, Almatiss, Alemanha) (85% vol) e de Y-TZP (15% vol) em água destilada.
- b) secagem da suspensão resultante a 95 °C em um forno elétrico.
- c) a granulação manual do pó com uma peneira de 100 mesh.

Os pós de Y-TZP e ZTA foram prensados a seco utilizando uma prensa uniaxial, com pressão de 65 MPa e 100 MPa, respectivamente, num molde de carbetto de tungstênio (15,75 mm x 42,10 mm x 60 mm), e posteriormente foram pré-sinterizadas a 1050 °C (Y-TZP) e 1100 °C (ZTA) durante uma hora, com um tempo de espera de uma hora a 500 °C, para a remoção do ligante. Os blocos pré-sinterizados apresentaram dimensões finais de 41,5 x 15,0 x 30 mm. Cilindros de alumina (25 mm de diâmetro) foram obtidos a partir de uma barbotina de alumina aplicada em um molde cilíndrico e pré-sinterizada a 1180 °C durante 2 horas.

1.4.2 PREPARAÇÃO DOS ESPÉCIMES

Discos de Y-TZP com 1,0 mm de espessura (25 mm de diâmetro, n=4), discos ZTA (23 mm de diâmetro, n=4) e discos de AL (23 mm de diâmetro, n=4) foram obtidos a partir dos blocos pré-sinterizados ou cilindros. Os discos foram usinados com lixas de carbeto de silício com granulação 500 (Struers LabPol polishing machine, Copenhagen, Denmark) até atingirem as espessuras de 0,9 mm $\pm$ 0,02 mm para os discos de Y-TZP e 0,83 mm de espessura $\pm$ 0,02 mm para AL e ZTA. As diferentes dimensões foram projetadas para compensar a contração de sinterização de cada material. Os discos de Y-TZP foram densamente sinterizados a 1530 °C durante 120 min, com taxa de aquecimento de 10 °C/min (forno Zircomat, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha). Os discos de AL e ZTA foram densamente sinterizados a 1600 °C durante 120 minutos com uma taxa de aquecimento de 10 °C/min (forno Zircomat, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha). Todos os discos sinterizados apresentaram 19 mm de diâmetro e 0,7 mm de espessura. A porcelana feldspática Vita VM9 (cor 3M2) (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) foi progressivamente aplicada nos discos de Y-TZP seguindo os procedimentos de laboratório dental padrão. A porcelana feldspática Vita VM7 (cor 3M2) (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) foi utilizada para recobrir os discos de AL e ZTA. Três camadas de cerâmica de dentina foram sinterizadas sucessivamente, começando com uma camada de “wash”. Os procedimentos de queima foram realizados em um forno Vita Vacumat 4000 Premium (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha), de acordo com as orientações do fabricante, como resumido na Tabela 1.1. Em seguida, as amostras foram polidas, sequencialmente, com lixas de carbeto de silício de granulação 180 e 500 para obter uma camada de porcelana com 1,50 $\pm$ 0,02 mm de espessura.

Tabela 1.1- Ciclos de queima dos materiais VM7 e VM9

	Temp. Inicial (°C)	Tempo de pré-secagem (min)	Taxa de aquecimento (°C/min)	Aquecimento (min)	Temperatura de queima (°C)	Tempo de espera (min)	Tempo de vácuo (min)
Queima de “wash” Vita VM9 (primeira camada)	500	2	55	8,11	950	6	8,11
Queima de “wash” Vita VM7 (primeira camada)	500	2	60	7,30	950	6	7,30
Queima de dentina Vita VM7 e VM9	500	6	55	7,27	910	6	7,27

Após o polimento final, todas as amostras foram expostas a um último ciclo de queima. Este último ciclo de queima foi realizado para restaurar o perfil de tensão residual ao longo da espessura da cerâmica de recobrimento. Todas as amostras foram colocadas na mesma posição, no centro da malha da bandeja e do forno. Eles foram temperados a partir de 910 °C até a temperatura ambiente, por meio da abertura da porta do forno, como tipicamente realizado em laboratórios dentários, e retirados da malha-bandeja a 200 °C. Em conformidade com as recomendações do fabricante para o resfriamento rápido (“Classic cooling”), a temperatura de queima foi mantida por seis minutos ao invés de um minuto, a fim de se chegar a 910 °C, na infraestrutura.

1.4.3 INSTALAÇÃO DO EXTENSÔMETRO EM FORMA DE ROSETA [36]

A roseta especial de seis elementos Tipo C (N2K-06-030RR-350 / DP, Vishay, Malvern, PA, EUA) foi instalada no centro da superfície da cerâmica de recobrimento. Para promover a adesão do extensômetro, a superfície cerâmica foi condicionada com ácido fluorídrico a 10% durante 1 min, e foi então limpa durante 5 minutos em banho de ultrassom contendo 90% de álcool. O extensômetro em roseta foi instalado com o adesivo M-Bond 200 Adhesive (Vishay, Malvern, PA, EUA), seguindo as instruções do fabricante. O adesivo intocado foi deixado em repouso durante a noite para assegurar uma cura completa. A instalação foi monitorada utilizando um microscópio óptico.

1.4.4 TERMINAÇÕES ELÉTRICAS PARA MEDIDA [36]

As deformações mensuradas a partir dos extensômetros são muito pequenas e não podem ser medidas com precisão suficiente utilizando um equipamento industrial convencional. Um sistema de aquisição de dados especial foi, portanto, construído no local onde cada medidor de tensão foi conectado em um circuito de ponte Wheatstone com 3 medidores de controle (medidores idênticos ligados a uma amostra controle). Todos os medidores e rosetas de controle foram expostos a condições idênticas de temperatura constante. Finalmente, as medidas de baixíssima tensão foram realizadas com um equipamento eletrônico específico customizado que compreende uma precisão DC e AC com fonte de corrente 6221 (Keithley Instruments, Inc, Cleveland, Ohio, EUA) e 3 nanovoltímetros 2182A (Keithley Instruments, Inc, Cleveland, Ohio, EUA). Medidas filtradas foram registradas em um computador equipado com o software NI LabVIEW (National Instruments, Austin, Texas, EUA).

1.4.5 CONTROLE DE TEMPERATURA [36]

As amostras foram colocadas em um recipiente de alumínio e após a centralização da amostra na máquina de perfuração, o recipiente foi preenchido com óleo de silicone para melhorar a lubrificação durante a perfuração, a condutividade térmica e o isolamento elétrico. Além disso, a temperatura do banho de óleo de silicone foi controlada e mantida a $36 \pm 0,1$ °C com um sistema Eurotherm 3208 (Eurotherm Ltd, Worthing, Reino Unido), para evitar os efeitos de quaisquer variações da temperatura ambiente. A temperatura da amostra foi monitorada com um termopar conectado ao sistema de aquisição de dados NI LabVIEW.

1.4.6 ENSAIO - MÉTODO “HOLE-DRILLING” [36]

Uma máquina CAD-CAM Isel (CPM 3020, Houdan, França) foi utilizada para o procedimento de perfuração. Para aumentar a sensibilidade de deformação, o diâmetro máximo do furo permitido para o tipo de extensômetro em roseta foi feito utilizando uma broca diamantada cilíndrica de 2,5 mm de diâmetro (Asahi diamante industrial Europe SAS, Chartres, França). A velocidade de rotação foi de 19.000 rpm. A perfuração foi realizada no centro da roseta em passos de $0,1 \pm 0,01$ mm, sendo controlada por um micrômetro Digimatic (Mitutoyo Corporation, Kawazaki, Japão). O diâmetro da perfuração e concentricidade foram verificados após o experimento com um microscópio óptico e um micrômetro motorizado, Micro Control CV 78 (Newport, Irvine, CA, EUA). O protocolo do método “hole-drilling” foi projetado para eliminar/minimizar a iniciação de trincas através da escolha do processo de perfuração, tipo de broca e lubrificante usado. No entanto, nos poucos casos em que houve a formação de trincas, ocorreram grandes variações anormais das deformações medidas. Nos casos em que estas trincas foram confirmadas por microscopia óptica, a amostra foi eliminada.

1.4.7 MEDIDAS DE DEFORMAÇÃO E CÁLCULO DA TENSÃO RESIDUAL [36]

As medidas de deformação foram feitas continuamente durante cada passo do processo de perfuração até após 10 minutos. O intervalo de tempo permitiu a estabilização das eventuais flutuações de temperatura causadas pelo processo de perfuração. As medidas de deformação foram registradas em uma planilha do Excel (Microsoft Corporation, Redmond, WA, EUA). Os valores médios foram avaliados para cada medidor de tensão com base nos 200 valores finais (de aquisição de 1 Hz) registrados para cada etapa. Os perfis correspondentes de tensão residual vs profundidade a partir da superfície da amostra foram então calculados de acordo com a ASTM E837-08 usando software H-Drill (Vishay, Malvern, PA, EUA). Para o tamanho de roseta utilizado no método de “hole-drilling”, foi possível medir tensões residuais para profundidades de até 1,2 mm.

1.5 RESULTADOS

A Figura 1.2 mostra o perfil médio de tensão residual (com desvios-padrão) em função da profundidade para cada grupo de material de infraestrutura. Para as amostras de Y-TZP, as tensões residuais na porcelana de recobrimento foram consideradas de compressão apenas na superfície (-29 MPa). Estas tensões diminuíram com a profundidade, tornando-se de tração a cerca de 1 mm da superfície (+8 MPa, próximo à infraestrutura).

As amostras de AL mostraram tensões de compressão (-16 MPa) na superfície, que aumentaram com a profundidade (-63 MPa perto da infraestrutura). Já as amostras de ZTA exibiram tensões de compressão muito mais elevadas na superfície (-76 MPa), com maior desvio-padrão em comparação com a Y-TZP e AL. Estas tensões de compressão na superfície sofreram uma diminuição no sentido da interface da porcelana/infraestrutura até uma profundidade de 0,6 mm e, após este ponto, aumentaram ligeiramente até -18 MPa perto da interface.

A Figura 1.3 mostra uma imagem de microscopia eletrônica de varredura (MEV) de um espécime formado por duas camadas, sendo uma de ZTA e outra de VM7, destacando a presença de aglomerados de Y-TZP com uma grande variação de tamanho na infraestrutura de ZTA.

Figura 1.2 - Tensão residual vs. profundidade na camada de porcelana, com o valor médio para cada material de infraestrutura, com os desvios-padrão

Figura 1.3 - Imagens representativas de MEV (a) um bilayer de ZTA / VM7 (magnificação de 8000X) (LEO 435 VP SEM, LEO Electron Microscopy, Cambridge, UK) (b) microestrutura do ZTA após o polimento e tratamento térmico a 1470°C por 30 minutos, para revelar contornos dos grãos (magnificação de 20,000X) (Quanta 600 FEG SEM, FEI, EUA)

1.6 DISCUSSÃO

Os perfis de tensões residuais calculados para a porcelana aplicada sobre a Y-TZP experimental foram muito semelhantes aos encontrados em um estudo anterior, onde foi utilizada uma Y-TZP comercial, com uma mudança de compressão para tração em profundidades de 0,8 a 1 mm [16]. No presente trabalho apenas o procedimento de resfriamento rápido padrão foi utilizado para todos os materiais de infraestrutura. Os resultados obtidos com a Y-TZP já foram explicados com base em um fenômeno que acontece em três etapas cronológicas levando ao desenvolvimento de tensões residuais [19]. Estas três etapas compreendem o efeito de têmpera, o efeito incompatibilidade do CETL e o volume de expansão resultante da transformação dos cristais da Y-TZP na interface (Figura 1.2). O efeito de têmpera, associado com as propriedades visco-elásticas da porcelana, explicam o desenvolvimento de tensões de compressão na superfície, que diminuem significativamente com a profundidade. O gradiente de temperatura existente entre a superfície da porcelana e a infraestrutura induzem uma contração durante o processo de solidificação, que ocorre progressivamente a partir da superfície para o interior. Foi mostrado em um trabalho anterior que a diferença entre a temperatura da superfície da porcelana e da superfície da infraestrutura pode ser superior a 200 ° C em espécimes com uma infraestrutura com 0,7 mm de espessura [16]. Além disso, o efeito de incompatibilidade de CETL induz a formação de tensões compressivas perto da infraestrutura, como demonstrado em amostras metálicas [15-17]. A presença de tensões de tração nas regiões mais profundas da cerâmica de recobrimento aplicada sobre as infraestruturas em zircônia pode ser explicada pela hipótese de que os cristais de Y-TZP sofrem uma expansão volumétrica na interface, o que se opõe ao efeito de incompatibilidade de CETL. Um estudo recente realizou a caracterização 3D da interface porcelana/zircônia e mostrou mudanças estruturais na Y-TZP e microfissuras sub-superficiais na zircônia em contato com a porcelana submetida a tensões de tração [20]. Alterações morfológicas observadas na superfície da zircônia em contato com a porcelana levam ao desenvolvimento de tensões de tração nesta última. No entanto, a origem e natureza dessas alterações estruturais ainda não estão bem estabelecidas. Alguns autores relataram a ocorrência de uma transformação t-m, enquanto outros observam fenômenos de interdifusão entre a sub-superfície da zircônia a porcelana [34]. Essas hipóteses demonstram a complexidade do

comportamento metaestável da Y-TZP, bem como a sua elevada sensibilidade ao processo de recobrimento com porcelana em comparação com outros materiais cerâmicos de infraestrutura. Infelizmente, esses fenômenos são difíceis de serem simulados em um modelo de análise por elementos finitos, o que permitiria o estudo da influência das geometrias de coroas e pontes sobre a tensão residual.

O perfil de tensão residual obtido para a AL exibiu exclusivamente tensões compressivas. Esse perfil foi semelhante àqueles observados anteriormente para as estruturas de metal. Estas tensões de compressão tenderam a aumentar com a profundidade, atingindo magnitudes significativamente mais elevadas (máx. -63 MPa) em comparação com aquelas relatadas para espécimes metalo-cerâmicos (-15 MPa) [16]. Estas diferenças de magnitude de tensão podem ser explicadas pelas variações nas propriedades térmicas entre as camadas de cada espécime específico. Esses resultados não podem ser comparados com aqueles obtidos por meio de análises por elementos finitos 2D ou 3D por causa das dificuldades encontradas em se reproduzir um processo tão complexo como o procedimento de queima da cerâmica com cálculos matemáticos, especialmente no que diz respeito à distribuição de temperatura no interior da amostra e variações das propriedades térmicas e físicas com a temperatura. No entanto, uma vez que as tensões de compressão aumentam a resistência à fratura da cerâmica de recobrimento, os resultados deste estudo estão de acordo com os achados clínicos que encontraram baixas taxas de lascamento para restaurações à base de alumina e PMC [21-23].

Os perfis de tensão residual para as bilayers de ZTA foram intermediários entre os de AL e os de Y-TZP, com as tensões de compressão diminuindo com até a profundidade 0,6 mm e tornando-se mais compressivos novamente na interface porcelana/infraestrutura. A presença de tensões de compressão significativamente mais elevadas na superfície ser explicada pelo maior CETL do ZTA, em comparação com os espécimes de AL (Tabela 1.2). A mesma abordagem em três fases cronológicas mencionada anteriormente para o desenvolvimento de tensões residuais pode explicar as tensões compressivas inferiores no interior da porcelana, observadas nas amostras de ZTA, quando comparadas com as amostras de AL [19]. Na verdade, pode-se supor que os aglomerados de Y-TZP (cerca de 18% em volume, ver Figura 1.3) também são propensos a alterações de volume durante o processo de recobrimento, diminuindo o efeito de incompatibilidade do CETL. A microestrutura não homogênea do ZTA devido à presença de aglomerados de Y-TZP com tamanhos variados pode explicar o maior desvio padrão nos perfis de tensão residual entre as diferentes amostras. Estudos futuros devem concentrar-se na influência da relação espessura porcelana/espessura da infraestrutura sobre a tensão residual, que influenciou o perfil de tensão residual sobre os infraestruturas em Y-TZP [18,19].

Tabela 1.2– Valores de CETL (25-500° C) para cada material

Materiais	CETL x 10 ⁻⁶ (K ⁻¹)
VM7 ^a	6,9-7,3
VM9 ^a	9,0-9,2
AL ^a	Aproximadamente 7.3
Y-TZP ^b	10,0
ZTA ^b	7.8

^a Informações fornecidas pela VITA (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha)

^b Medidas realizadas em amostras retangulares dos materiais experimentais, utilizando um dilatômetro de haste horizontal (Netzsch DIL 404) a uma taxa de aquecimento de 5C° / min até 900 °C

1.7 CONCLUSÃO

O ZTA não apresentou tensões de tração em nenhum ponto ao longo da espessura da cerâmica de recobrimento. A AL apresentou um perfil de tensão residual mais favorável, gerado pelas tensões compressivas. A Y-TZP apresentou o perfil mais desfavorável, por apresentar tensões de tração próximo à infraestrutura.

2 CAPÍTULO II: COMPARAÇÃO DOS PARÂMETROS DE CRESCIMENTO SUBCRÍTICO DE UMA Y-TZP OBTIDOS POR MEIO DE ENSAIOS DE FADIGA CÍCLICA OU DINÂMICA

2.1 INTRODUÇÃO

A utilização das biocerâmicas na Odontologia vem crescendo acentuadamente nos últimos anos, principalmente para a confecção de próteses parciais fixas (PPFs), coroas unitárias, “inlays” e “onlays”, e esse crescimento tem levado à diminuição do uso das tradicionais infra-estruturas metálicas [38]. Essa crescente demanda por materiais cerâmicos pode ser atribuída à sua alta biocompatibilidade, alta resistência ao desgaste e excelente qualidade estética, em comparação com as restaurações metal-cerâmicas [39, 40].

Ao longo dos anos, mudanças tecnológicas levaram à melhoria do comportamento mecânico das cerâmicas odontológicas, permitindo seu uso em regiões sujeitas a tensões relativamente altas e proporcionando ao cirurgião dentista a possibilidade de confeccionar próteses mais extensas na região posterior da cavidade bucal. Entretanto, estes materiais ainda apresentam limitações, podendo fraturar após poucos anos de utilização clínica. Sailer et al. [7] encontraram 8% de fraturas em PPFs com infra-estrutura de zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP) de 3 a 5 elementos após 5 anos. Outro estudo clínico apresentou taxa de insucesso por fratura de 5% para infra-estruturas de Y-TZP usadas em PPFs de 3 elementos após 3 anos [41]. Schmitter et al. [42] encontraram índice de fratura de 3% para infra-estruturas de Y-TZP usadas na construção de PPFs contendo 4 a 7 elementos após 2 anos. Cehreli et al. [43] reportaram índice de fratura de 7% para coroas unitárias de Y-TZP após 2 anos de utilização [43].

Um aspecto importante a ser considerado quando se estuda o fenômeno da fratura em cerâmicas dentárias é o fato de que as falhas encontradas na clínica estão geralmente relacionadas a um processo de fadiga. A falha por fadiga ocorre após o material ter sido submetido a uma sequência de tensões de magnitude menor do que aquela relacionada à resistência à fratura estática do material. Normalmente, o processo de falha por fadiga ocorre pela iniciação e propagação lenta de defeitos [44]. O modo de aplicação da carga nos processos de fadiga pode ser estático (constante com o passar do tempo), dinâmico (aplicado com uma taxa de carregamento constante) ou cíclico (carga aplicada de forma cíclica) [45].

Um fenômeno relevante que é observado em materiais cerâmicos submetidos à fadiga é o crescimento subcrítico ou lento de trincas (Slow Crack Growth – SCG).

Esse fenômeno 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 [46]. 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 [47,48]. O crescimento de trinca subcrítico é extremamente sensível à carga aplicada na estrutura e também depende da umidade do ambiente, temperatura entre outras variáveis externas. 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 [45,49].

O SCG pode ser estudado por meio de diferentes métodos, os diretos e os indiretos. Os métodos diretos são pouco populares para testar materiais odontológicos devido à sua complexidade e à necessidade de se utilizarem espécimes de grandes dimensões [45]. Por esses motivos, os métodos indiretos são os mais utilizados, sendo que se baseiam em ensaios clássicos para a determinação da resistência à flexão dos materiais [45]. As técnicas mais utilizadas são o ensaio de fadiga dinâmica, fadiga estática e fadiga cíclica [50]. Alguns trabalhos avaliaram o SCG para o InCeram Alumina (ICA) e encontraram valores de n de 31 por meio da fadiga dinâmica e 21 pela fadiga cíclica. Já para o material InCeram Zirconia (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 [24,38,49,51,52]. A literatura é controversa no que diz respeito aos valores de n , que são muito variáveis quando se comparam os diferentes trabalhos pois os ensaios são geralmente diferentes e portanto é difícil comparar resultados.

A principal motivação do presente estudo é descobrir se é possível comparar os valores de n obtidos para a Y-TZP por meio de dois diferentes ensaios de fadiga (cíclico e dinâmico). Essa comparação é relevante pois, além de não ter sido apresentada pela literatura odontológica, esses dois tipos de ensaio são muito diferentes com relação ao tempo consumido para realizá-los, uma vez que os ensaios

cíclicos consomem significativamente mais tempo de trabalho do que os dinâmicos. Além disso, o ensaio de fadiga cíclica necessita de máquinas de ensaio mais complexas como as servo-hidráulicas ou eletromagnéticas, enquanto a fadiga dinâmica pode ser realizada com uma máquina de ensaios universal mais simples e de menor custo. Portanto, esse estudo pretende gerar resultados que possam ser usados pelos pesquisadores da área de biomateriais dentários para escolher o ensaio mais apropriado para a cerâmica dentária de interesse. Outra contribuição científica pretendida é a verificação do efeito da frequência utilizada no ensaio de fadiga cíclica, pois a utilização de frequências mais altas poderia acelerar o ensaio.

2.2 REVISÃO DA LITERATURA

A revisão da literatura deste capítulo apresenta cinco tópicos:

2.2.1 ZIRCÔNIA TETRAGONAL POLICRISTALINA ESTABILIZADA POR ÍTRIA

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 $0,7\ \mu\text{m}$ 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 ($8\text{ a }10\ \text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$) 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 $1170\ ^\circ\text{C}$. Quando o material é aquecido além desta temperatura, essa forma monoclinica transforma-se em tetragonal. Ao atingir $2370\ ^\circ\text{C}$, a fase tetragonal se transforma em cúbica, sendo que esta forma existe até que se atinja a temperatura de fusão ($2680\ ^\circ\text{C}$). Durante o resfriamento, a transformação de tetragonal para monoclinica (T-M) ocorre em temperaturas inferiores a $1070\ ^\circ\text{C}$. 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 dificultado sua propagação, o que resulta em um aumento significativo da tenacidade à fratura [53-59].

Figura 2.1- Micrografia (MEV) representativa do material estudado [24]

2.2.2 TENACIDADE À FRATURA

Os materiais cerâmicos fraturam 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 capacidade das cerâmicas de resistir à propagação de trincas é denominada tenacidade à fratura (K_{Ic}), uma propriedade intrínseca do material. Esta propriedade está diretamente relacionada com a quantidade de energia que o material absorve antes da propagação catastrófica da trinca [60,61].

Os materiais cerâmicos apresentam em sua microestrutura defeitos gerados durante o seu processamento ou durante a sua utilização [62]. Esses defeitos podem estar presentes na superfície ou no corpo do material e se apresentam na forma de poros, inclusões, facetas de desgaste, aglomerados ou microtrincas superficiais geradas durante a sua utilização clínica ou durante os processos de sinterização,

usinagem, acabamento e polimento. Essas discontinuidades microestruturais estão diretamente relacionadas com a sua resistência mecânica, pois reduzem a área de secção transversal sobre a qual a carga é aplicada, além de atuarem como áreas concentradoras de tensão [49].

As áreas concentradoras de tensão localizam-se ao redor dos defeitos microestruturais, onde os níveis de tensão são mais altos do que aqueles encontrados longe da região contendo a descontinuidade. Essa intensificação da tensão na ponta de uma trinca pré-existente em um material pode ser determinada quantitativamente por meio do parâmetro K , denominado fator de intensidade de tensão. Este fator pode estar associado a três modos diferentes de carregamento (Figura 2.2), que envolvem diferentes geometrias de deslocamento 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 os modos de fratura observados em situações clínicas.

Figura 2.2 - Três modos de geometrias de deslocamento das superfícies da trinca. (a) Modo I, abertura ou modo de tração; (b) Modo II, deslizamento modo; e (c) Modo III, cisalhamento [44]

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

$$K_I = Y\sigma_a\sqrt{c}$$

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:

$$K_{Ic} = Y\sigma_f\sqrt{c}$$

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 [63].

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 2.3 [64].

Figura 2.3 - Interação da trinca com a microestrutura (Mecanismos de tenacificação) [64]

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 e 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 [65].

O comportamento de curva R nos materiais cerâmicos é um fenômeno desejável, pois com o aumento da tenacidade à fratura, a 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 [66].

2.2.3 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 [58,67,68].

Os testes de resistência à flexão são os mais utilizados para a determinação desta propriedade, pois demandam espécimes de geometria relativamente simples e os dispositivos necessários para a realização do teste não são muito complexos. 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 [69].

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 resistência dos materiais cerâmicos [70].

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 [67]. A análise estatística de Weibull é um método comumente utilizado para o estudo da confiabilidade e da variabilidade dos valores de resistência das cerâmicas [71]. 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% [71]. Um alto módulo de Weibull indica distribuição mais homogênea dos defeitos e maior previsibilidade estrutural do material [67,72].

2.2.4 CRESCIMENTO SUBCRÍTICO DE TRINCAS (SCG)

O processo de crescimento subcrítico de trincas (SCG) nas 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 [46]. 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 [48,49]. Isso significa que, sob condições adequadas, os defeitos continuam crescendo por algum tempo até atingirem o tamanho crítico, que leva à falha catastrófica [47].

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 2.4 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 2.5 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 das trincas de forma subcrítica [73].

Alguns aspectos importantes a respeito do SCG podem ser melhor observados na Figura 2.6, 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 [1]. 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 2.6a. 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 2.6b. 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 2.6c [1,74].

Ainda no gráfico da Figura 2.6 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 [1,75].

Figura 2.4 - Velocidade de propagação da trinca (V) em função dos valores de tenacidade à fratura (K_I) em diferentes ambientes [1]

Figura 2.5 - Imagem esquemática da interação entre as moléculas de água e as moléculas de óxido presentes na ponta da trinca [1]

Figura 2.6 - 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 [1]

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 é adimensional e indica a susceptibilidade ao crescimento de trincas de um material cerâmico. Portanto, valores altos de n indicam menor susceptibilidade ao crescimento subcrítico de trincas. A determinação experimental desses parâmetros pode ser realizada utilizando-se métodos indiretos, como os ensaios de fadiga dinâmica, estática ou cíclica. [1,49,51,63,76]

2.2.5 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) [45].

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 [45]. 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 pode-se determinar 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 frequência também podem variar aleatoriamente, o que mostra a Figura 2.7c [44].

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 [44]

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 [44]. 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 [44].

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

Equação 2.3

$$R = \frac{\sigma_{m\acute{i}n}}{\sigma_{m\acute{a}x}}$$

Equação 2.4

2.2.6 COMPARAÇÃO DOS PARÂMETROS DE SCG

No ensaio de fadiga estática, o crescimento subcrítico de trincas ocorre sob carregamento constante e estático, e o tempo até a fratura do material é medido em diferentes níveis de tensão. Já no ensaio de fadiga dinâmica, o crescimento dos defeitos ocorre sob diferentes taxas de carregamento constante, até ocorrer a fratura dos espécimes [45,77]. A fadiga cíclica é um método que envolve a oscilação da aplicação da carga, o que induz a propagação das trincas [38,76,78,79]. Existe ainda outro método para determinação dos parâmetros de SCG, o qual utiliza indentações Vickers. Nesse método, mede-se o comprimento da trinca radial gerada nos cantos da indentação em função do tempo [80].

A literatura é controversa com relação à possibilidade de se compararem valores de n obtidos pelos diferentes ensaios indiretos de fadiga (estática, dinâmica, cíclica ou fratura por indentação). Estudos que compararam diferentes ensaios utilizando cerâmicas não dentárias indicaram que o modo de carregamento (estático, dinâmico ou cíclico) afeta significativamente os valores de n mensurados para uma mesma cerâmica (Tabela 2.1). Essas diferenças observadas no parâmetro de crescimento subcrítico em função do ensaio utilizado foram explicadas com base nas características microestruturais das cerâmicas analisadas, como será explicado adiante. Alguns desses estudos demonstraram que a presença de mecanismos de tenacificação na microestrutura do material afeta fortemente a resposta de crescimento subcrítico em função do tipo carregamento realizado. Um trabalho que avaliou os parâmetros de SCG de uma vitro-cerâmica por meio de três ensaios de fadiga (estática, dinâmica e cíclica), encontrou valores de n distintos em função do teste realizado, sendo o valor de 17 obtido por fadiga cíclica e valores de 36 e 35 obtidos por fadiga estática e dinâmica, respectivamente. Um fato interessante que pode ser observado nesse estudo é que os valores encontrados nos ensaios em que a aplicação da tensão é constante foram bem próximos e estes foram o dobro do valor encontrado no ensaio cíclico, mostrando que para esta microestrutura a presença de aplicação cíclica da tensão afeta a velocidade de crescimento da trinca [78]. Outro estudo que avaliou uma Y-TZP também encontrou valores de n discrepantes, sendo que por fadiga cíclica o valor de n foi de 26 e por fadiga dinâmica foi de 47 [81].

Tabela 2.1 – Valores de coeficiente de crescimento subcrítico (n) obtidos em diferentes estudos com cerâmicas não dentárias em função do método de fadiga e da geometria do ensaio. AL (alumina policristalina), ZTA (compósito de alumina policristalina reforçada com zircônia), Y-TZP (zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria)

Material	Autor	Método de fadiga	n	Geometria do ensaio
Vitrocerâmica	Quiao et al. [78]	C	17	Três pontos
		E	36	
	Palmer et al. [82] Smyth e Magida [83]	D	35	Biaxial
			28	
			30	
Vidro	Quiao et al. [78]	C	17	Três pontos
		E	20	
	Palmer et al. [82]	D	18	Biaxial
			14	
AL	Ramalingam et al. [84]	D	65	Quatro pontos
	Choi e Salem [85]		53	Quatro pontos
	De Aza et al. [73]	T	12	Três pontos
ZTA	Ramalingam et al. [84]	D	93	Quatro pontos
	De Aza et al. [73]	T	5	Três pontos
2Y-TZP	Wang et al. [81]	C	19	Três pontos
		D	21	
3Y-TZP	Wang et al. [81]	C	26	Três pontos
		D	47	
	De Aza et al. [73]	T	32	
6Y-TZP	Wang et al. [81]	C	20	Três pontos
		D	17	

C=cíclica, D=dinâmica, E=estática, T=torção dupla

Na literatura, não foi encontrado um único estudo que tenha comparado, para uma mesma cerâmica dentária, os parâmetros de SCG obtidos por meio de fadiga cíclica com aqueles obtidos pelos outros tipos de ensaios de fadiga (dinâmica ou estática). A Tabela 2.2 mostra que estudos distintos obtiveram valores de n discrepantes para um mesmo material utilizando diferentes metodologias de fadiga. Como exemplo, a vitro-cerâmica à base de dissilicato de lítio (Empress 2, Ivoclar Vivadent) foi avaliada em três estudos, sendo que cada um encontrou um valor de n diferente. Em um desses estudos, a metodologia de fadiga cíclica resultou em valores de n de 38 [38], enquanto que outros dois trabalhos que usaram a fadiga dinâmica encontraram valores de n de 17 [86] e 28 [84], respectivamente. A diferença entre esses dois últimos valores de n obtidos por meio do mesmo ensaio de fadiga indicam que a geometria do ensaio também parece influenciar o resultado obtido, uma vez que o primeiro estudo utilizou flexão biaxial [86] e o segundo realizou ensaio de flexão em quatro pontos [87]. Já para a Y-TZP usada em próteses dentárias, um estudo que realizou o ensaio de fadiga cíclica obteve valor de n de 25 [38], enquanto que estudos baseados em fadiga dinâmica (ensaio de flexão em três pontos) encontraram valores de n de 57 [88] e 76 [24], respectivamente. É importante ressaltar que as cerâmicas

avaliadas nos dois últimos trabalhos eram Y-TZP de marcas comerciais diferentes e, portanto, apresentavam diferenças microestruturais importantes que explicam a diferença entre os valores obtidos nos dois estudos mesmo que tenham usado a mesma metodologia.

Tabela 2.2 – Valores de coeficiente de crescimento subcrítico (n) obtidos em diferentes estudos com cerâmicas dentárias em função do método de fadiga e da geometria do ensaio. Y-TZP (zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria), E2 (Vitro-cerâmica à base de dissilicato de Lítio), AL (Alumina policristalina), ICZ (compósito de alumina infiltrada por vidro reforçada com zircônia), ICA (compósito de alumina infiltrada por vidro) e P (porcelana à base de leucita)

Material	Autor	Método de fadiga	n	Geometria do ensaio
Y-TZP	Studart et al. [38]	C	25	Oscilatório
	Borba et al. [24]	D	76	Três pontos
	Teixeira et al. [88]		57	
E2	Studart et al. [38]	C	33	Oscilatório
	Mitov et al. [87]	D	28	Quatro pontos
	Gonzaga et al. [86]		17	Biaxial
AL	Teixeira et al. [88]	D	44	Três pontos
	Borba et al. [24]		72	
ICZ	Marocho et al. [76]	C	21	Oscilatório
	Studart et al. [38]		25	
	Griggs et al. [89]	D	12	Quatro pontos
	Borba et al. [24]		54	Três pontos
ICA	Marocho et al. [76]	C	25	Oscilatório
	Lohbauer et al. [90]	D	37	Quatro pontos
	Zhu et al. [91]		22	Três pontos
	Gonzaga et al. [86]		31	Biaxial
P	Teixeira et al. [88]	D	28	Três pontos
	Borba et al. [24]		44	
	Griggs et al. [89]		36	Quatro pontos
	Lohbauer et al. [90]		17	
	Fairhurst et al. [92]		28	Biaxial
	Gonzaga et al. [86]		21	Biaxial
	Studart et al. [93]	E	31	
		C	28	Oscilatório

C= cíclica, D=dinâmica, E=estática

Várias explicações têm sido apresentadas na literatura para justificar a diferença na velocidade de crescimento subcrítico da trinca em um mesmo material cerâmico quando submetido a diferentes ensaios de fadiga. Alguns mecanismos ligados à microestrutura dos materiais foram propostos para explicar essas diferenças na resposta de SCG, as quais se refletem na grande variabilidade de valores de n apresentada nas Tabela 2.1 Tabela 2.2 [94].

Quando um material cerâmico é submetido a uma solicitação mecânica que envolve fadiga cíclica, podem ocorrer alguns fenômenos que não estão presentes nos casos em que a carga aplicada é estática ou dinâmica. Um desses fenômenos é o fechamento ou compressão das paredes da trinca (“crack closure”), que ocorre quando as tensões na ponta da trinca mudam de tração para compressão nos períodos em que não há aplicação de cargas durante o carregamento cíclico. O fenômeno de fechamento da trinca pode resultar em alterações microestruturais importantes nos arredores do defeito, principalmente quando as paredes da trinca apresentam alta rugosidade superficial. Durante o fechamento de uma trinca com paredes rugosas, pode ocorrer esmagamento de grãos superficiais, descolamento/arrancamento desses grãos (com subsequente geração e acúmulo de detritos), geração de calor em consequência do atrito entre as paredes e geração de microtrincas. Todas essas alterações regionais irão afetar significativamente a propagação da trinca na situação de fadiga cíclica, porque serão geradas alterações do estado de tensão nessa região, principalmente em materiais com mecanismos de tenacificação do tipo transformação de fase [45,81,94-96].

Outro mecanismo que pode explicar o efeito do carregamento cíclico em determinados materiais cerâmicos é o fenômeno de “proteção” das paredes da trinca (“crack wake shielding effect”), muito comum em materiais que exibem o comportamento de curva R. No caso da Y-TZP, as tensões cíclicas geram atrito entre as paredes da trinca, o que acentua a transformação de fase tetragonal para monoclinica, gerando expansão volumétrica dos grãos e tensões de compressão ao redor da trinca, as quais dificultam o seu crescimento subcrítico [78,81,95].

2.3 PROPOSIÇÃO

Os objetivos desse trabalho foram:

1. Comparar os coeficientes de susceptibilidade ao crescimento subcrítico (n), de uma zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria, obtidos por meio de dois ensaios de fadiga: cíclica e dinâmica. A hipótese testada é de que os parâmetros de fadiga obtidos nos dois ensaios serão semelhantes.
2. Verificar o efeito da frequência usada no ensaio de fadiga cíclica no tempo de vida característico. A hipótese testada é a de que a frequência utilizada no ensaio de fadiga cíclica influencia no tempo de vida da Y-TZP.

2.4 MATERIAL E MÉTODOS

Foram confeccionados 145 espécimes em forma de barra com 4 x 3 x 25 mm, com um chanfro de 0,1 mm, seguindo-se as instruções dos fabricantes, tendo sido destinados 70 espécimes para o ensaio de fadiga dinâmica e 75 espécimes para fadiga cíclica (Tabela 2.3).

Tabela 2.3 – Número de espécimes a serem utilizados em função do ensaio

Ensaio	Y-TZP
Fadiga dinâmica	70
Fadiga cíclica	75
Total	145

2.4.1 PREPARAÇÃO DOS ESPÉCIMES

Para a obtenção dos espécimes de Y-TZP (Vita In-Ceram 2000 YZ Cubes, Vita-Zahnfabrik, Alemanha), blocos de CAD-CAM de 15,0 x 19,0 x 40,0 mm³ foram seccionados em uma cortadeira de precisão com disco diamantado (Accutom-50, Struers, Cleveland, OH, USA). As dimensões das barras cortadas levaram em conta a contração de 20% da Y-TZP após a sinterização e as dimensões finais foram de 4,0 x 3,0 x 25,0 mm. A sinterização final das barras de Y-TZP foi realizada em um forno (Sintramat, Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein), a 1530°C por 2 horas com uma taxa de aquecimento de 25°C/min.

2.4.2 ENSAIOS MECÂNICOS

2.4.2.1 Fadiga dinâmica

O ensaio de fadiga dinâmica foi realizado por meio do ensaio de flexão em quatro pontos utilizando-se a fórmula abaixo: [97]

$$\sigma = \frac{3PL}{4wb^2}$$

Equação 2.5

onde:

P = é a carga de fratura, em newtons;

L = é a distância entre os apoios mais externos, em mm;

W = é a largura do espécime, em mm;

B = é a espessura do espécime.

Figura 2.8– Dispositivo de flexão em quatro pontos

A distância entre os apoios no dispositivo de flexão em quatro pontos foi de 20 e 10 mm para os apoios externos e internos respectivamente, como representado na Figura 2.8. Os ensaios foram realizados em cinco taxas de tensão constantes: 10^{-2} , 10^{-1} , 10^0 , 10^1 , 10^2 MPa/s em água deionizada à 37°C. Foram ensaiados 10 espécimes em cada taxa. Apenas na condição inerte foram ensaiadas 30 barras, com alta taxa de tensão (10^2 MPa/s), imersas em óleo de silicone à 37°C. Previamente ao ensaio, essas barras passaram por um tratamento térmico a 140 °C por 2 horas, para minimizar os efeitos do crescimento subcrítico de trinca. O ensaio foi realizado em uma máquina de ensaios universais MTS 810 (Material Testing Sytem/MTS Systems Corp., Minneapolis, MN, USA) [98].

A partir destes dados, foram calculados os parâmetros de SCG (n e σ_{f0}) e seus respectivos desvio-padrão de acordo com as equações propostas na norma ASTM C 1368-00, que foram baseadas na seguinte equação: [99]

$$\log \sigma_f = \frac{1}{n+1} \{ \log [B(n+1)S_i^{n-2}] + \log \sigma \} \quad \text{Equação 2.6}$$

onde σ_f é a tensão de fratura correspondente à taxa de tensão σ , e n é o coeficiente de susceptibilidade ao crescimento de trinca subcrítico. A partir destes dois parâmetros e da resistência inerte, foram calculados os parâmetros A, B e σ_{f0} pelas equações seguintes:

$$\sigma_{f0} = [B(n+1)S_i^{n-2}]^{\frac{1}{n+1}} \quad \text{Equação 2.7}$$

onde S_i é a resistência inerte e B é dado por:

$$B = 2K_{1c}^2 / [AY^2(n-2)] \quad \text{Equação 2.8}$$

onde A é outro parâmetro de crescimento subcrítico. A resistência inerte é a resistência do material na ausência de SCG, portanto é a máxima resistência que uma cerâmica pode alcançar, no caso de se manter a microestrutura e a população de defeitos constantes.

Com os resultados obtidos no ensaio de fadiga dinâmica na taxa de carregamento de 100 MPa/s a análise de Weibull foi realizada com auxílio do Programa de estatística Weibull++ (Reliasoft, Tucson, EUA). Os parâmetros módulo de Weibull (m) e resistência característica (σ_0) foram estimados pelo método de probabilidade máxima (maximum likelihood) utilizando as seguintes equações: [71]

$$P_f = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma_f}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad \text{Equação 2.9}$$

$$P_{\sigma(\sigma_i)} = \frac{(i-0,5)}{N} \quad \text{Equação 2.10}$$

onde P_f é a probabilidade de fratura, N é o número de corpos-de-prova ensaiados e i é o número de ordem da tensão de fratura (classificada em ordem crescente).

2.4.2.2 Fadiga cíclica

Os ensaios de fadiga cíclica foram realizados utilizando-se a mesma configuração de flexão em quatro pontos descrita para a metodologia de fadiga dinâmica. Os dispositivos de flexão contendo os espécimes foram posicionados no interior de um recipiente com água deionizada à 37°C, acoplado à máquina de ensaios mecânicos MTS 810 (Material Testing Sytem/MTS Systems Corp., Minneapolis, MN, USA) equipada com o sistema Test Star II, responsável pelo seu acionamento.

Para definir a tensão máxima constante ($\sigma_{\text{máx.}}$) que foi utilizada no teste de fadiga cíclica para se obter o efeito da frequência do ensaio nos parâmetros de Weibull e SGC, foi realizado um estudo preliminar em que diversos espécimes foram testados utilizando-se as duas diferentes frequências (2 e 10 Hz) e vários níveis de tensão diferentes. Em cada ensaio, o ciclo de fadiga era realizado utilizando-se uma tensão máxima ($\sigma_{\text{máx.}}$) e uma tensão mínima ($\sigma_{\text{mín.}}$) que correspondia a 10% da $\sigma_{\text{máx.}}$. Nestes ensaios preliminares, os valores de tensão máxima constante variaram entre 350 a 600 MPa. Essa faixa de tensão foi escolhida com base nos dados de fratura monotônica,

os quais foram analisados pelo programa ALTA PRO (Reliasoft, Tucson, EUA). Esse programa conseguiu prever que para a faixa de tensão máxima supracitada, havia menor chance de ocorrer fratura prematura dos espécimes (i.e., fratura com pequeno número de ciclos). O número de ciclos nos quais cada espécime fraturou foi registrado e quando os espécimes sobreviviam por mais de 2×10^6 ciclos (quando testados em 2 Hz) ou 10^7 ciclos (quando testados em 10 Hz), estes eram considerados suspensos.

Com base nos resultados deste estudo preliminar, foi possível identificar que a tensão máxima de 540 MPa era ideal para ciclar os espécimes por um tempo que não seria nem muito curto, nem muito longo. Dessa forma, essa foi a tensão máxima constante escolhida para o experimento que comparou os parâmetros de fadiga da Y-TZP em função da frequência usada no ensaio. Para este experimento, foram ensaiados 15 espécimes de Y-TZP em cada uma das frequências (2 ou 10 Hz), utilizando-se a tensão máxima constante de 540 MPa e seguindo-se o mesmo modelo de ciclo descrito para o estudo preliminar.

Os vários dados obtidos durante o estudo preliminar puderam ser usados para realizar uma análise intitulada “General Log Linear Model”. Essa análise somente pode ser usada quando se está em posse de dados de fadiga cíclica que foram obtidos variando-se a frequência e a tensão máxima. Como os dados do estudo preliminar preenchiam esses pré-requisitos, os mesmos foram utilizados para esta análise, a qual é realizada por meio do ALTA PRO (Reliasoft, Tucson, EUA) e permite verificar o efeito da frequência, do nível de tensão e da interação dos dois no tempo de vida do material.

Os dados foram analisados por meio da estatística de Weibull [71]:

$$\ln \ln \left(\frac{1}{1-F} \right) = m * \ln N_f - m * \ln N_{f,0} \quad \text{Equação 2.11}$$

onde N_f é o número de ciclos até a fratura; $N_{f,0}$ é o número de ciclos característicos para uma probabilidade de falha de 63%; m^* é o Módulo de Weibull.

Os parâmetros de SCG, A e n foram calculados a partir das distribuições Weibull da resistência inerte e tempo de vida de fadiga cíclica dos espécimes, utilizando a abordagem estatística descrita por Munz e Fett. Este método não fornece os intervalos de confiança para os parâmetros de SCG estimados [100].

Estes parâmetros foram calculados a partir dos dados de σ_0 , N_{f0} , m e m^* , calculados com as seguintes equações:

$$n = \left(\frac{m}{m^*} \right) + 2 \quad \text{Equação 2.12}$$

$$N_{f,0} = \frac{2(K_{Ic})^{2-n}(\sigma_0)^{n-2}}{A^*Y^2(n-2)(\sigma_{m\acute{a}x.})^n} \quad \text{Equação 2.13}$$

Onde, os valores de K_{Ic} e Y utilizados foram baseados na literatura.

2.4.3 ANÁLISE FRACTOGRÁFICA

O padrão macroscópico de fratura dos discos foi analisado a olho nu após os ensaios e as superfícies de fratura foram analisadas em um microscópio eletrônico de varredura (SUPRA 40, Carl Zeiss Microimaging, Thornwood, NY, USA) para determinação da origem da fratura. Com as imagens da superfície de fratura obtidas, o tamanho do defeito crítico (c) foi mensurado utilizando o programa Image J e a tenacidade à fratura (K_{Ic}) foi estimada utilizando os valores de c e os valores de resistência à flexão dos espécimes através da aplicação dos princípios da mecânica da fratura.

2.4.4 FORMA DE ANÁLISE DOS RESULTADOS

Os parâmetros de SCG foram obtidos à partir do ensaio de fadiga dinâmica por meio das fórmulas apresentadas na ASTM C 1368-00. Com os resultados obtidos no ensaio de fadiga dinâmica na taxa de carregamento de 100MPa/s foi realizada a análise estatística de Weibull para determinação dos dois parâmetros de distribuição: o módulo de Weibull, m , e a resistência característica, σ_0 , estimados pelo método de probabilidade máxima (“maximum likelihood”). Para determinar os parâmetros de SCG com os dados obtidos no ensaio de fadiga cíclica, o número de ciclos nos quais cada um deles fraturou foi registrado e a distribuição dos valores de resistência também foram analisados por meio da estatística de Weibull.

Os dados de obtidos a partir da fadiga cíclica foram utilizados na equação do “general log-linear mode”, utilizando o software ALTA PRO (Reliasoft).

$$\eta = e^{\alpha_0 + \alpha_1 f + \alpha_2 \ln \sigma_{max} + \alpha_3 f \ln \sigma_{max}} \quad \text{Equação 2.14}$$

onde η é o tempo de vida característico, α_0 , α_1 , α_2 , α_3 são os coeficientes de regressão e f é a frequência da ciclagem.

O primeiro termo na equação é o intercepto. O segundo termo indica o efeito da ciclagem no tempo de vida, pois este leva em conta a frequência de realização do ensaio. O terceiro termo indica o efeito da tensão aplicada durante o ensaio de fadiga, o quarto termo indica a interação entre a tensão e a frequência.

A análise de variância (ANOVA) e teste de Tukey, com nível de significância de 5%, foram utilizados para tratar os valores de resistência nas diferentes taxas de carregamento no ensaio de fadiga dinâmica e os resultados tenacidade à fratura (K_{Ic}) e tamanho de defeito crítico (c).

A comparação entre os resultados tenacidade à fratura (K_{Ic}) e tamanho de defeito crítico (c) dos espécimes testados no ensaio de fadiga cíclica foi realizada por meio do teste t de Student com nível global de significância de 5%.

2.5 RESULTADOS

A Tabela 2.4 apresenta os valores médios de resistência (σ) da Y-TZP 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. O gráfico da Figura 2.9 apresenta a probabilidade de falha em função da resistência à flexão. As linhas em vermelho representam o intervalo de confiança de 95% de probabilidade de falha.

Tabela 2.4- Valores de resistência à flexão média (σ) com seu desvio-padrão e valores dos parâmetros de Weibull, σ_0 (resistência característica), m (módulo de Weibull) com seus respectivos intervalos de confiança de 95%

σ (MPa)	916,6 $\pm$ 115,9
σ_0 (MPa)	968,9 (926,0-1013,8)
$\sigma_{5\%}$ (MPa)	767,0
m	7,9 (6,2-10,0)

Figura 2.9 - Gráfico de Weibull mostrando os resultados de resistência à flexão dos espécimes do grupo 100MPa/s

Tabela 2.5 - Médias de tensão de fratura (MPa) em função da taxa de tensão com respectivos valores de desvio-padrão. Valores seguidos da mesma letra, não apresentam diferença estatística ($p \geq 0,05$)

Taxa de tensão (MPa/s)	Tensão de fratura (MPa)
100	916,6 $\pm$ 115,9 ^a
10	535,4 $\pm$ 91,8 ^c
1	515,1 $\pm$ 36,4 ^c
0,1	730,2 $\pm$ 67,6 ^b
0,01	694,7 $\pm$ 132,8 ^b

Os resultados referentes ao ensaio de fadiga dinâmica estão apresentados nas Tabela 2.5 e Tabela 2.6 e na Figura 2.10. Na Tabela 2.5 são apresentados os valores médios de resistência (tensão de fratura) em função da taxa de carregamento durante o ensaio. Existe uma tendência geral de diminuição do valor médio de resistência com a diminuição da velocidade de carregamento. Entretanto, houve uma queda maior nas taxas de carregamento de 10 MPa/s (-42%) e 1 MPa/s (-44%), quando comparadas com o valor obtido na taxa de 100 MPa/s. Já nas taxas de 0,1 e 0,01 MPa/s, houve uma queda de 20% e 24%, respectivamente, nos valores de resistência, em comparação com a taxa de 100 MPa/s.

Figura 2.10 - Resultados de fadiga dinâmica, correlacionando os valores de tensão de fratura e a taxa de carregamento.

O gráfico da Figura 2.10 apresenta a curva de regressão construída com base nos dados de resistência em função da taxa de carregamento. A inclinação da curva mostra a tendência genérica de diminuição da resistência com o decréscimo da taxa de carregamento, entretanto, é evidente que a queda nos valores de resistência foi maior nas taxas de 10 e 1 MPa/s, quando comparados às taxas de 0,1 e 0,01 MPa/s. Quanto maior a inclinação da curva de regressão neste gráfico, maior é o valor do expoente da equação da curva e consequentemente maior é a susceptibilidade do material ao crescimento subcrítico.

A Tabela 2.6 mostra os parâmetros de crescimento subcrítico n e σ_{f0} obtidos por meio do ensaio de fadiga dinâmica.

Tabela 2.6 - Parâmetros de crescimento subcrítico obtidos no ensaio de fadiga dinâmica: n e σ_{f0} , com seus respectivos valores de desvio-padrão

n	σ_{f0} (MPa)
54 ± 38	$666,5 \pm 0,04$

Os parâmetros de Weibull para dados de fadiga cíclica das amostras testadas nas frequências, 2 e 10 Hz, e $\sigma_{m\acute{a}x.}$ de 540 MPa, estão apresentados na Tabela 2.7 e no gráfico da Figura 2.11. A Tabela 2.7 mostra que não houve diferença significativa no módulo de Weibull (m^*) e no tempo de vida característico (em número de ciclos e em segundos), η , para ambos os grupos, isso pode ser comprovado por meio da sobreposição dos intervalos de confiança. A Tabela 2.8 apresenta os valores dos parâmetros de SCG, n e A das amostras testadas em frequências de 2 e 10 Hz, respectivamente. Os valores de n apresentaram-se próximos, entretanto o valor de A dos espécimes testados em 10 Hz foi bem mais baixo do que o valor obtido na frequência de 2 Hz.

Tabela 2.7 - Valores dos parâmetros de Weibull obtidos por meio da fadiga cíclica, η (tempo de vida característico, apresentado em número de ciclos, em segundos e em horas) e m (módulo de Weibull) com seus respectivos intervalos de confiança de 95%

Grupo	m^*	η (ciclos)	η (s)	η (h:min:s)
2 Hz	0,17 (0,10-0,30)	$1,93 \times 10^6$ (38228- $9,79 \times 10^7$)	967602 (19105- 49000000)	268:46:48 (05:18:36-13611:06:36)
10 Hz	0,21 (0,14-0,31)	40768 (2904-569802)	4068 (290-56980)	01:07:48 (00:04:48-15:49:48)

Tabela 2.8 - Parâmetros SCG determinados de acordo com a estatística de Munz e Fett em fadiga cíclica

Grupo	<i>n</i>	<i>A</i>
2 Hz	48	$5,2 \times 10^{-40}$
10 Hz	40	$2,7 \times 10^{-32}$

Figura 2.11 - Gráfico de Weibull mostrando os resultados de fadiga cíclica dos espécimes com uma tensão aplicada de 540 MPa nas frequências de 2 e 10 Hz

Como descrito anteriormente, os dados obtidos no ensaio de fadiga cíclica foram aplicados ao “general log linear model”. Os valores obtidos para cada um dos termos descritos na equação 2.14 (vide seção Material e Método), assim como os respectivos intervalos de confiança de 95% estão apresentados na Tabela 2.9, onde o primeiro termo na equação é o intercepto, o segundo indica o efeito da ciclagem no tempo de vida, o terceiro termo indica o efeito da tensão aplicada durante o ensaio de fadiga cíclica e o quarto termo indica a interação entre a tensão e a frequência. Não foi possível verificar o efeito de nenhum dos termos, pois a inclusão do zero nos intervalos de confiança indica a ausência de um efeito significativo.

Tabela 2.9 - Termos do “*General Log Linear Model*” em função da frequência de aplicação da tensão, (α_1), nível de tensão (α_2) e a interação dos dois termos (α_3)

Coeficiente	Valor
α_0	314,1 (-69,0; 697,1)
α_1	-49,2 (-110,0; 11,6)
α_2	15,3 (-34,8; 65,5)
α_3	-2,5 (-10,5; 5,5)

A Figura 2.12 apresenta as imagens de MEV das superfícies de fratura de espécimes testados em cada uma das taxas de carregamento do ensaio de fadiga dinâmica. Nessas imagens é possível observar que o defeito teve origem na superfície da barra submetida às tensões de tração durante o ensaio e se propagou através do material formando uma curva de compressão (CC) no lado de compressão; também observa-se a presença de marcas fractográficas características como as hackle lines (HL).

A Tabela 2.10 apresenta o valor médio de tamanho do defeito crítico (c) e a tenacidade à fratura (K_{Ic}) para os grupos nas diferentes taxas de tensão (MPa/s). É possível notar que o tamanho do defeito crítico (c) foi significativamente maior apenas na taxa de 1 MPa/s em relação às medidas obtidas nas outras taxas, tendo sido a média do tamanho dos defeitos na taxa de 1 MPa/s aproximadamente o dobro daquelas dos diferentes grupos. Não foi observada diferença estatística entre os valores de K_{Ic} nas diferentes taxas de carregamento.

Figura 2.12 - Imagens de MEV da superfície de fratura dos espécimes em cada uma das taxas de carregamento. As imagens (a) e (b) representam a taxa de 100MPa/s, (c) e (d) 10 MPa/s, (e) e (f) 1 MPa/s, (g) e (h) 0,1 MPa/s e (i) e (j) 0,01 MPa/s. Pode-se observar a presença de marcas características como *compression curl* (CC) e *hackle lines* (HL). As flechas indicam a origem do defeito crítico

Tabela 2.10- Valores médios de tamanho crítico de defeito (c), tenacidade à fratura (K_{Ic}) e desvio padrão em função da taxa de carregamento (MPa/s).

	Taxa de carregamento (MPa/s)				
	0,01	0,1	1	10	100
c (μm)	50 ± 9^b	52 ± 7^b	103 ± 11^a	115 ± 33^a	32 ± 6^b
K_{Ic} (MPa.m^{1/2})	$6,5 \pm 0,3$	$6,4 \pm 0,2$	$6,4 \pm 0,2$	$6,6 \pm 0,7$	$6,3 \pm 0,2$

A Figura 2.13 mostra as imagens de MEV dos espécimes fraturados no ensaio de fadiga cíclica. As imagens (a) e (b) representam a superfície de fratura de um espécime testado com frequência de 2 Hz e (c) e (d) mostram a superfície de fratura de um espécime testados em 10 Hz. Nessas imagens também é possível se identificar os mesmos achados fractográficos, a seta indica a origem do defeito crítico, presença da curva de compressão (CC) no lado de compressão e hackle lines (HL) apontando para a origem da fratura.

A Tabela 2.11 apresenta o valor médio de tamanho do defeito crítico (c) e a tenacidade à fratura (K_{Ic}) para os grupos testados no ensaio de fadiga cíclica nas frequências de 2 e 10 Hz, não houve diferenças estatisticamente significantes tanto no tamanho dos defeitos críticos, quanto nos valores de K_{Ic} .

Figura 2.13 - Imagens de MEV da superfície de fratura dos espécimes testados em fadiga cíclica. As imagens (a) e (b) representam frequência de 2Hz e (c) e (d) 10Hz. Pode-se observar a presença de marcas características como *compression curl* (CC) e *hackle lines* (HL). As flechas indicam a origem do defeito crítico

Tabela 2.11 - Valores médios de tamanho crítico de defeito (c), tenacidade à fratura (K_{Ic}) e desvio padrão em função da frequência (Hz)

Frequência	2 Hz	10 Hz
c (μm)	88 $\pm$ 5	96 $\pm$ 8
K_{Ic} (MPa.m ^{1/2})	6,3 $\pm$ 0,2	6,6 $\pm$ 0,3

2.6 DISCUSSÃO

O valor de σ_0 (resistência característica do material), que indica o valor de resistência do material correspondente a uma probabilidade de fratura de 63,2%, obtido para o material estudado ($\sigma_0 = 968,9$ MPa) está de acordo com valores reportados na literatura, os quais variam de 745 a 1180 MPa [24,58,87,88,101,102]. A diferença entre o valor encontrado neste estudo e alguns dos valores descritos na literatura pode ter acontecido por alguns motivos: (1) os ensaios foram realizados em diferentes configurações (flexão em três pontos, quatro pontos ou biaxial), (2) tamanho dos grãos das Y-TZPs utilizadas nos estudos, (3) temperatura de sinterização da Y-TZP e (4) método de processamento da superfície do espécime (realização ou não de acabamento e polimento).

Os espécimes do presente estudo não passaram por nenhum tipo de processamento da superfície, ou seja, as barras de Y-TZP foram cortadas com disco diamantado, tiveram os cantos quebrados, foram sinterizadas e não foi realizado nenhum tipo de acabamento ou polimento após esses procedimentos, pois a intenção era de que o estado final da superfície desses espécimes fosse o mais próximo possível do que é encontrado clinicamente. Sabe-se que os tratamentos de superfície podem gerar uma camada de tensões de compressão na superfície, que podem levar a um aumento na resistência do material, que não é encontrado na situação clínica [101, 102].

Em termos de relevância clínica, faz mais sentido verificar o valor de resistência à flexão da Y-TZP correspondente a uma probabilidade de falha de 5% ($\sigma_{5\%}$), pois este é o valor que indica o nível de tensão no qual apenas 5% dos espécimes fraturariam, e representa uma condição de grande segurança para os clínicos. O valor de $\sigma_{5\%} = 767$ MPa encontrado neste trabalho apresenta-se um pouco acima do valor de 673 MPa encontrado por Borba et. al. [24], entretanto, pode-se apontar algumas diferenças entre os modelos experimentais que poderiam explicar a diferença nos valores, tais como a configuração do ensaio (quatro versus três pontos, respectivamente), taxa de carregamento (100 MPa/s versus 1 MPa/s, respectivamente). Além disso, no presente estudo o ensaio foi realizado em condições inertes (espécime imerso em óleo) e o segundo foi realizado em ambiente úmido [24]. Independentemente da diferença observada entre os valores, os dois trabalhos

mostram valores $\sigma_{5\%}$ muito acima dos níveis de tensão da mastigação, que encontram-se entre 31 e 39 MPa, demonstrando que o risco de fratura das infraestruturas confeccionadas em Y-TZP é baixo, principalmente quando comparadas com as porcelanas de recobrimento, que apresentam valores de $\sigma_{5\%}$ abaixo de 50 MPa [24,103,104]. Por isso, é muito frequente se encontrar em trabalhos clínicos taxas de lascamento da porcelana de recobrimento relativamente altas, enquanto que as taxas de fratura clínica de infra-estrutura de Y-TZP são muito baixas, sendo um pouco maiores no caso de pontes muito extensas com conectores com pequena área de secção transversal [5,26].

O valor de módulo de Weibull obtido no presente estudo ($m=7.9$), que representa a inclinação da curva de regressão dos valores de resistência na Figura 2.9, indica a variabilidade observada na resistência do material e foi semelhante aos valores encontrados na literatura para a Y-TZP os quais variam de 7,1 à 14 [24,87,88,101,102,105,106]. O trabalho realizado por Borba [24], utilizando a mesma marca comercial de Y-TZP encontrou um valor de m de 9,8, estando um pouco acima do valor de 7,9 encontrado no presente estudo. A configuração do ensaio realizado no primeiro estudo foi a de flexão em três pontos, e neste ensaio o volume do espécime submetido às tensões máximas de tração é menor em comparação com o ensaio em quatro pontos; além disso, no trabalho de Borba et al [24] foram realizados procedimentos de usinagem e polimento, que tem como objetivo uniformizar a população de defeitos na superfície dos espécimes e portanto tendem a resultar em menor variabilidade da amostra, levando portanto a um maior módulo de Weibull [24].

A resistência inerte (916 MPa), obtida a partir do ensaio de flexão em quatro pontos realizado em óleo a uma taxa de 100 MPa/s, representa a resistência do material na ausência de crescimento subcrítico de trinca, pois o ensaio é realizado na ausência de umidade, evitando-se portanto a hidrólise dos óxidos presentes na ponta da trinca do material cerâmico. O estudo realizado por Mitov et. al. obteve uma resistência inerte de 1431 MPa para uma Y-TZP e o estudo realizado por Teixeira et. al. encontrou um valor de 1080 MPa. Estes valores mais altos, em comparação com o valor encontrado no presente estudo, podem ser explicados pela realização do procedimento de polimento nos dois primeiros trabalhos e pelas altas taxas de carregamento utilizadas, 1100 MPa/s e 400 MPa/s, quando comparadas com a taxa de carregamento de 100 MPa/s empregada neste estudo. As velocidades de carregamento mais altas não permitem que haja nenhum mínimo crescimento de

trinca subcrítico antes da fratura catastrófica, resultando em valores de resistência mais altos [87,88].

Nos ensaios de fadiga dinâmica, espera-se que ocorra uma queda nos valores de resistência com a diminuição da velocidade da taxa de carregamento, pois a diminuição na velocidade do ensaio permite que as trincas submetidas à tensões de tração presentes no material cresçam até que ocorra a fratura catastrófica [24,49,81-83,87-89]. No presente estudo, esperava-se que a Y-TZP apresentasse esse comportamento de queda da resistência com a diminuição da taxa de carregamento. Entretanto, como observado na Tabela 2.5 e Figura 2.10, a queda na resistência foi muito acentuada nas taxas de 10 e 1 MPa/s, sendo estes valores estatisticamente mais baixos do que os valores obtidos nas outras velocidades. Especula-se que esse comportamento possa ser explicado pelas tensões de compressão geradas pela transformação marteinsínica de fase tetragonal para monoclinica de uma quantidade maior dos grãos de zircônia nas velocidades mais lentas (0,1 e 0,01 MPa/s), levando a uma maior resistência mecânica desses espécimes [54].

Outra possível explicação para o fato do presente estudo ter obtido valores mais altos de resistência para velocidades mais lentas de carregamento seria o fato de que a espessura relativamente grande dos espécimes estaria afetando os resultados do teste. Os trabalhos realizados por Borba [24], Teixeira [88] e Mitov [87] utilizaram espécimes com 2 mm de espessura para testar a Y-TZP no ensaio de fadiga dinâmica [24,87,88]. Apenas o estudo realizado por Wang utilizou espécimes com 3 mm de espessura, contudo, o dispositivo de flexão em três pontos possuía 30 mm de distância entre os apoios mais externos [81]. No presente estudo, optou-se por espécimes com espessura de 3 mm para evitar a deflexão da barra durante o ensaio, evento este observado em espécimes de Y-TZP muito finos.

A análise do crescimento subcrítico no método da fadiga dinâmica envolve a obtenção de dois parâmetros n (coeficiente de susceptibilidade ao crescimento subcrítico), que é adimensional e indica a susceptibilidade do material ao crescimento de defeitos que o levará à falha, em conjunto com o parâmetro escalar σ_{f0} , que indica a resistência média inicial do material em um ambiente corrosivo [92]. Quanto maiores os valores destes parâmetros, maior é a resistência do material e mais baixa é a sua susceptibilidade ao crescimento subcrítico de trincas. O valor de σ_{f0} encontrado foi de 667 MPa e está dentro da faixa de valores encontrados por Wang, que encontrou

valores de σ_{f0} variando de 354 a 855 MPa, dependendo da Y-TZP utilizada. Comparando-se o valor de σ_{f0} obtido no presente estudo com aquele obtido no trabalho de Borba et al. (880 MPa), é possível inferir que, novamente, os procedimentos de acabamento e polimento dos espécimes neste último trabalho devem ter resultado em uma população de defeitos com tamanhos mais uniformes e distribuídos em um menor volume de solicitação em tração [24].

Os valores de n da Y-TZP reportados pela literatura apresentam valores que variam bastante, além disso, a configuração dos ensaios também varia muito. Os estudos de Teixeira [88], Borba [24] e Mitov [87] obtiveram valores de n de 57, 76 e 30, respectivamente. Wang encontrou valores de 21, 47 e 18, dependendo da quantidade em %mol de ítria na Y-TZP utilizada [24,81,87,88]. No presente estudo, o valor de n ficou próximo de alguns dos valores apresentados acima (por fadiga dinâmica: 56; fadiga cíclica a 2Hz: 40 e a 10 Hz: 48).

Apesar do tipo de ensaio (dinâmico versus cíclico) não ter afetado significativamente o valor de n da Y-TZP testada no presente trabalho, nota-se que o ensaio dinâmico tendeu a resultar em coeficientes maiores do que do ensaio cíclico, principalmente quando este foi realizado com frequência de 2 Hz. De fato, com base nas teorias apresentadas na literatura, esperava-se que o ensaio de fadiga cíclica resultasse em valores ainda menores de n , pois a presença dos ciclos causaria uma degradação maior do material, principalmente por causa do fenômeno descrito na literatura como “crack closure” [45,81,95,96]. A Figura 2.14 ajuda a compreender melhor esse fenômeno pois ela mostra o que ocorre nas paredes da trinca durante a aplicação da carga cíclica no material. No caso de uma trinca com paredes internas que não apresentam rugosidade, as tensões na ponta da trinca mudam de tração para compressão durante os períodos de descarregamento. Entretanto, quando as paredes da trinca são rugosas, a trinca é impedida de fechar completamente no período de descarregamento, o que acaba por aumentar as tensões de tração da ponta da trinca, favorecendo portanto o crescimento subcrítico. Os espécimes submetidos ao ensaio de fadiga dinâmica não apresentam esse fenômeno pois o ensaio não utiliza cargas cíclicas.

Figura 2.14 - Ilustração esquemática do fenômeno de “crack closure” em uma cerâmica cristalina. (a) representa a trinca em sua abertura total, o que corresponde a $K_{\max}$. Devido à presença de rugosidade, a trinca é impedida de fechar completamente no período de descarregamento. O primeiro ponto de contato da superfície crack é designado K_{cl} . [96]

A comparação de valores de n obtidos por diferentes ensaios para uma Y-TZP dentária em um mesmo trabalho nunca foi realizada antes na literatura. A ausência de diferença entre os valores de n obtidos pelos diferentes ensaios no presente estudo pode estar relacionada ao número de espécimes testados no ensaio de fadiga cíclica, que pode ser considerado pequeno, principalmente quando se leva em conta a enorme variabilidade deste tipo de experimento (vide intervalos de confiança nas Tabela 2.7 e Tabela 2.9 e na Figura 2.11). É preciso considerar contudo, que o aumento do número de espécimes testados em ensaios de fadiga cíclica requer um tempo experimental muito maior. Este fato é particularmente crítico quando se considera que cada máquina de ensaios comporta apenas um espécime e este pode levar até mais de 14 dias para fraturar ou ser considerado suspenso, como ocorrido com de alguns espécimes do presente estudo. Embora os ensaios acelerados que

não envolvem a ciclagem mecânica (por ex., fadiga dinâmica) sejam mais convidativos por economizarem tempo, é preciso considerar que na condição clínica, o material será sempre submetido a cargas cíclicas. Portanto, se o ensaio utilizado não gera tensões cíclicas, não se pode garantir que o material testado irá apresentar um comportamento mecânico que corresponde à realidade clínica.

Os parâmetros de Weibull obtidos a partir do ensaio de fadiga cíclica (Tabela 2.7) não foram afetados significativamente pela frequência do ensaio. Os valores de m^* (2 Hz = 0,17; 10 Hz = 0,21) deste estudo foram menores do que o valor encontrado por Studart ($m^* = 0,39$) [38]. Embora ambos estudos tenham utilizado a mesma frequência (10 Hz), é importante notar que a configuração do teste de fadiga cíclica e o processamento do material foram completamente diferentes, o que explica as diferenças encontradas nos valores de m^* obtidos [38].

Os tempos de vida característicos (η) obtidos a partir da fadiga cíclica representam o número de ciclos em que 63,2% dos espécimes irão falhar e também apresentaram extensos intervalos de confiança. A sobreposição desses intervalos demonstra que não houve diferenças estatísticas entre as duas frequências testadas. Contudo, ao se observar a Tabela 2.7, fica evidente que os valores absolutos dos tempos de vida são muito distintos para as duas frequências. Enquanto os espécimes testados em 2 Hz apresentaram um tempo de vida característico de mais de 260 horas, aqueles testados em 10 Hz apresentaram um valor de η de aproximadamente 1 hora, portanto, mais uma vez foi possível constatar que seria necessário testar mais espécimes para confirmar se há um efeito da frequência na determinação do tempo de vida dos espécimes de Y-TZP.

O fato dos valores de m , η , e n não terem sido afetados pela frequência está de acordo com os valores obtidos para cada um dos termos calculados pelo modelo “general log linear model” (α_1 , α_2 e α_3). Devido ao fato dos intervalos de confiança desses termos incluírem o valor zero, é possível inferir que não houve efeito adicional da aplicação cíclica da carga (influência da frequência), nem do nível de tensão aplicado durante o ensaio ($\sigma_{\text{máx.}}$), bem como a interação entre $\sigma_{\text{máx.}}$ e a aplicação cíclica da carga. Esses dados demonstram que a princípio os ensaios cíclicos poderiam ser acelerados, utilizando-se frequências mais altas. Contudo, um

importante aspecto a ser levado em consideração é a extensão dos intervalos de confiança, por isso, seria necessário se testar mais espécimes para se confirmar esta suposição.

A análise fractográfica dos espécimes tesados comprovou que a fratura se iniciou na superfície submetida à tração. A medida do defeito crítico (c) dos espécimes testados no ensaio de fadiga dinâmica demonstrou um aumento consistente no tamanho dos defeitos com a diminuição da taxa de carregamento, esse aumento justifica a queda nos valores de resistência. A comparação desses dados com os obtidos por Borba mostra uma semelhança no valor de c mensurados nas taxas de 100, 0,1 e 0,01 MPa, os defeitos nas demais taxas foram bem maiores, apresentando uma diferença no tamanho estatisticamente significativa [107]. Os menores valores de c nas taxas mais lentas podem indicar que as trincas não cresceram por causa da presença de tensões de compressão geradas pela transformação dos grãos. Os defeitos mensurados nos espécimes testados no ensaio de fadiga cíclica não apresentaram diferença estatisticamente significativa entre os espécimes testados em 2 ou 10 Hz, comprovando a mesma tendência de dispersão no tempo de vida característico nas diferentes frequências.

2.7 CONCLUSÕES

Com este estudo foi possível concluir que:

1. Os coeficientes de susceptibilidade ao crescimento subcrítico (n) obtidos por meio de fadiga cíclica e dinâmica foram semelhantes para a Y-TZP testada confirmando a primeira hipótese do trabalho.
2. Os extensos intervalos de confiança obtidos nos ensaios de fadiga cíclica indicaram não haver efeito da frequência usado nesse método de fadiga nos tempos de vida característicos da Y-TZP testada, rejeitando a segunda hipótese de trabalho

REFERÊNCIAS¹

1. 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;23(3):937-45.
2. Tang DX, Lim HB, Lee KJ, Lee CH, Cho WS. Evaluation of mechanical reliability of zirconia-toughened alumina composites for dental implants. *Ceramics International*. 2012;38(3):2429-36.
3. Kassem AS, Atta O, El-Mowafy O. Survival rates of porcelain molar crowns-an update. *International Journal of Prosthodontics*. 2010;23(1):60-2.
4. Sorrentino R, Galasso L, Tete S, De Simone G, Zarone F. Clinical evaluation of 209 all-ceramic single crowns cemented on natural and implant-supported abutments with different luting agents: a 6-year retrospective study. *Clin Implant Dent Relat Res*. 2012;14(2):184-97.
5. Zitzmann NU, Galindo ML, Hagmann E, Marinello CP. Clinical evaluation of Procera AllCeram crowns in the anterior and posterior regions. *International Journal of Prosthodontics*. 2007;20(3):239-41.
6. Al-Amleh B, Lyons K, Swain M. Clinical trials in zirconia: a systematic review. *Journal of Oral Rehabilitation*. 2010;37(8):641-52.
7. Sailer I, Feher A, Filser F, Gauckler LJ, Luthy H, Hammerle CH. Five-year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures. *International Journal of Prosthodontics*. 2007;20(4):383-8.
8. Schley JS, Heussen N, Reich S, Fischer J, Haselhuhn K, Wolfart S. Survival probability of zirconia-based fixed dental prostheses up to 5 yr: a systematic review of the literature. *European Journal of Oral Sciences*. 2010;118(5):443-50.
9. Heintze SD, Rousson V. Survival of zirconia- and metal-supported fixed dental prostheses: a systematic review. *International Journal of Prosthodontics*. 2010;23(6):493-502.
10. Pelaez J, Cogolludo PG, Serrano B, Serrano JF, Suarez MJ. A four-year prospective clinical evaluation of zirconia and metal-ceramic posterior fixed dental prostheses. *International Journal of Prosthodontics*. 2012;25(5):451-8.

11. Vigolo P, Mutinelli S. Evaluation of zirconium-oxide-based ceramic single-unit posterior fixed dental prostheses (FDPs) generated with two CAD/CAM systems compared to porcelain-fused-to-metal single-unit posterior FDPs: a 5-year clinical prospective study. *J Prosthodont*. 2012;21(4):265-9.
12. Lughì V, Sergo V. Low temperature degradation -aging- of zirconia: A critical review of the relevant aspects in dentistry. *Dental Materials*. 2010;26(8):807-20.
13. Chevalier J, Grandjean S, Kuntz M, Pezzotti G. On the kinetics and impact of tetragonal to monoclinic transformation in an alumina/zirconia composite for arthroplasty applications. *Biomaterials*. 2009;30(29):5279-82.
14. Gutknecht D, Chevalier J, Garnier V, Fantozzi G. Key role of processing to avoid low temperature ageing in alumina zirconia composites for orthopaedic application. *Journal of the European Ceramic Society*. 2007;27(2-3):1547-52.
15. Gostemeyer G, Jendras M, Borchers L, Bach FW, Stiesch M, Kohorst P. Effect of thermal expansion mismatch on the Y-TZP/veneer interfacial adhesion determined by strain energy release rate. *J Prosthodont Res*. 2012;56(2):93-101.
16. Mainjot AK, Schajer GS, Vanheusden AJ, Sadoun MJ. Influence of cooling rate on residual stress profile in veneering ceramic: measurement by hole-drilling. *Dental Materials*. 2011;27(9):906-14.
17. Rekow ED, Silva NR, Coelho PG, Zhang Y, Guess P, Thompson VP. Performance of dental ceramics: challenges for improvements. *Journal of Dental Research*. 2011;90(8):937-52.
18. Mainjot AK, Schajer GS, Vanheusden AJ, Sadoun MJ. Influence of zirconia framework thickness on residual stress profile in veneering ceramic: measurement by hole-drilling. *Dental Materials*. 2012;28(4):378-84.
19. Mainjot AK, Schajer GS, Vanheusden AJ, Sadoun MJ. Influence of veneer thickness on residual stress profile in veneering ceramic: measurement by hole-drilling. *Dental Materials*. 2012;28(2):160-7.
20. Mainjot AK, Douillard T, Gremillard L, Sadoun MJ, Chevalier J. 3D-characterization of the veneer-zirconia interface using FIB nano-tomography. *Dental Materials*. 2013;29(2):157-65.

¹ De acordo com Estilo Vancouver.

21. Bonfante EA, Rafferty BT, Silva NR, Hanan JC, Rekow ED, Thompson VP, et al. Residual Thermal Stress Simulation in Three-Dimensional Molar Crown Systems: A Finite Element Analysis. *Journal of Prosthodontics-Implant Esthetic and Reconstructive Dentistry*. 2012;21(7):529-34.
22. De Jager N, de Kler M, van der Zel JM. The influence of different core material on the FEA-determined stress distribution in dental crowns. *Dental Materials*. 2006;22(3):234-42.
23. Swain MV. Unstable cracking (chipping) of veneering porcelain on all-ceramic dental crowns and fixed partial dentures. *Acta Biomaterialia*. 2009;5(5):1668-77.
24. 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. *Dental Materials*. 2011;27(7):710-21.
25. Raigrodski AJ. Contemporary all-ceramic fixed partial dentures: a review. *Dent Clin North Am*. 2004;48(2):viii, 531-44.
26. Odman P, Andersson B. Procera AllCeram crowns followed for 5 to 10.5 years: a prospective clinical study. *International Journal of Prosthodontics*. 2001;14(6):504-9.
27. Baldassarri M, Stappert CF, Wolff MS, Thompson VP, Zhang Y. Residual stresses in porcelain-veneered zirconia prostheses. *Dental Materials*. 2012;28(8):873-9.
28. Panagiotopoulos EC, Kallivokas AG, Koulioumpas I, Mouzakis DE. Early failure of a zirconia femoral head prosthesis: Fracture or fatigue? *Clinical Biomechanics*. 2007;22(7):856-60.
29. Piconi C, Burger W, Richter HG, Cittadini A, Maccauro G, Covacci V, et al. Y-TZP ceramics for artificial joint replacements. *Biomaterials*. 1998;19(16):1489-94.
30. Gregori G, Burger W, Sergio V. Piezo-spectroscopic analysis of the residual stresses in zirconia-toughened alumina ceramics: the influence of the tetragonal-to-monoclinic transformation. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*. 1999;271(1-2):401-06.
31. Nevarez-Rascon A, Aguilar-Elguezabal A, Orrantia E, Bocanegra-Bernal MH. On the wide range of mechanical properties of ZTA and ATZ based dental ceramic

composites by varying the Al₂O₃ and ZrO₂ content. *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*. 2009;27(6):962-70.

32. DeHoff PH, Anusavice KJ. Viscoelastic stress analysis of thermally compatible and incompatible metal-ceramic systems. *Dental Materials*. 1998;14(4):237-45.

33. Fischer J, Stawarczyk B, Trottman A, Hammerle CH. Impact of thermal misfit on shear strength of veneering ceramic/zirconia composites. *Dental Materials*. 2009;25(4):419-23.

34. Tholey MJ, Swain MV, Thiel N. Thermal gradients and residual stresses in veneered Y-TZP frameworks. *Dental Materials*. 2011;27(11):1102-10.

35. Belli R, Monteiro S, Jr., Baratieri LN, Katte H, Petschelt A, Lohbauer U. A photoelastic assessment of residual stresses in zirconia-veneer crowns. *Journal of Dental Research*. 2012;91(3):316-20.

36. Mainjot AK, Schajer GS, Vanheusden AJ, Sadoun MJ. Residual stress measurement in veneering ceramic by hole-drilling. *Dental Materials*. 2011;27(5):439-44.

37. Asaoka K, Kuwayama N, Tesk JA. Influence of tempering method on residual stress in dental porcelain. *Journal of Dental Research*. 1992;71(9):1623-7.

38. Studart AR, Filser F, Kocher P, Gauckler LJ. In vitro lifetime of dental ceramics under cyclic loading in water. *Biomaterials*. 2007;28(17):2695-705.

39. Jung YG, Peterson IM, Kim DK, Lawn BR. Lifetime-limiting strength degradation from contact fatigue in dental ceramics. *Journal of Dental Research*. 2000;79(2):722-31.

40. 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. *Dental Materials*. 2007;23(1):106-14.

41. Beuer F, Edelhoff D, Gernet W, Sorensen JA. Three-year clinical prospective evaluation of zirconia-based posterior fixed dental prostheses (FDPs). *Clin Oral Investig*. 2009;13(4):445-51.

42. Schmitter M, Mussotter K, Rammelsberg P, Stober T, Ohlmann B, Gabbert O. Clinical performance of extended zirconia frameworks for fixed dental prostheses: two-year results. *Journal of Oral Rehabilitation*. 2009;36(8):610-5.
43. Cehreli MC, Kokat AM, Akca K. CAD/CAM Zirconia vs. slip-cast glass-infiltrated Alumina/Zirconia all-ceramic crowns: 2-year results of a randomized controlled clinical trial. *J Appl Oral Sci*. 2009;17(1):49-55.
44. Callister WD. *Materials science and engineering: an introduction*. 7th ed. Minnesota: John Wiley; 2007.
45. Baran G, Boberick K, McCool J. Fatigue of restorative materials. *Critical Reviews in Oral Biology & Medicine*. 2001;12(4):350-60.
46. Anusavice KJ, Lee RB. Effect of firing temperature and water exposure on crack propagation in unglazed porcelain. *Journal of Dental Research*. 1989;68(6):1075-81.
47. Gonzaga CC, Yoshimura HN, Cesar PF, Miranda WG. Subcritical crack growth in porcelains, glass-ceramics, and glass-infiltrated alumina composite for dental restorations. *Journal of Materials Science-Materials in Medicine*. 2009;20(5):1017-24.
48. Morena R, Beaudreau GM, Lockwood PE, Evans AL, Fairhurst CW. Fatigue of Dental Ceramics in a Simulated Oral Environment. *Journal of Dental Research*. 1986;65(7):993-97.
49. Gonzaga CC. Crescimento de trinca subcrítico em cerâmicas odontológicas: efeito do material (microestrutura) e do método de ensaio [tese]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2007.
50. Thompson JY, Anusavice KJ, Naman A, Morris HF. Fracture surface characterization of clinically failed all-ceramic crowns. *Journal of Dental Research*. 1994;73(12):1824-32.
51. Gonzaga CC, Cesar PF, Miranda WG, Yoshimura HN. Slow crack growth and reliability of dental ceramics. *Dental Materials*. 2011;27(4):394-406.
52. Salazar Marocho SM, Studart AR, Bottino MA, Bona AD. Mechanical strength and subcritical crack growth under wet cyclic loading of glass-infiltrated dental ceramics. *Dental Materials*. 2011;26(5):483-90.

53. Cavalcanti AN, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Y-TZP ceramics: key concepts for clinical application. *Oper Dent*. 2009;34(3):344-51.
54. 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. *Dental Materials*. 2004;20(5):441-8.
55. 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. *Dental Materials*. 2004;20(5):449-56.
56. Lawn BR, Deng Y, Thompson VP. Use of contact testing in the characterization and design of all-ceramic crownlike layer structures: A review. *Journal of Prosthetic Dentistry*. 2001;86(5):495-510.
57. Luthy H, Filser F, Loeffel O, Schumacher M, Gauckler LJ, Hammerle CH. Strength and reliability of four-unit all-ceramic posterior bridges. *Dental Materials*. 2005;21(10):930-7.
58. Pittayachawan P, McDonald A, Petrie A, Knowles JC. The biaxial flexural strength and fatigue property of Lava (TM) Y-TZP dental ceramic. *Dental Materials*. 2007;23(8):1018-29.
59. Raigrodski AJ. Contemporary materials and technologies for all-ceramic fixed partial dentures: a review of the literature. *Journal of Prosthetic Dentistry*. 2004;92(6):557-62.
60. Cesar PF, Yoshimura HN, Miranda WG, Okada CY. Correlation between fracture toughness and leucite content in dental porcelains. *Journal of Dentistry*. 2005;33(9):721-29.
61. 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;25(6):736-43.
62. Quinn JB, Quinn GD. A practical and systematic review of Weibull statistics for reporting strengths of dental materials. *Dental Materials*. 2010;26(2):135-47.
63. Yoshimura HN. Efeitos do condicionamento de uma poscelana dentária em meio de saliva artificial na resistência mecânica e previsão do tempo de vida. *Cerâmica*. 2009;55:190-98.

64. Quinn GD. Fractography of ceramics and glasses. Washington: U. S.: Government Printing Office; 2007. 546 p.
65. 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;46(1):117-22.
66. Fischer H, Rentzsch W, Marx R. R-curve behavior of dental ceramic materials. *Journal of Dental Research*. 2002;81(8):547-51.
67. Bona AD, Anusavice KJ, DeHoff PH. Weibull analysis and flexural strength of hot-pressed core and veneered ceramic structures. *Dental Materials*. 2003;19(7):662-9.
68. Jin X, Sato M, Nishiyama A, Ohyama T. Influence of loading positions of mandibular unilateral distal extension removable partial dentures on movements of abutment tooth and denture base. *J Med Dent Sci*. 2004;51(3):155-63.
69. Ban S, Anusavice KJ. Influence of test method on failure stress of brittle dental materials. *Journal of Dental Research*. 1990;69(12):1791-9.
70. Kelly JR. Perspectives on Strength. *Dental Materials*. 1995;11(2):103-10.
71. Weibull W. A Statistical Distribution Function of Wide Applicability. *Journal of Applied Mechanics-Transactions of the Asme*. 1951;18(3):293-97.
72. Tinschert J, Zvez D, Marx R, Anusavice KJ. Structural reliability of alumina-, feldspar-, leucite-, mica- and zirconia-based ceramics. *Journal of Dentistry*. 2000;28(7):529-35.
73. De Aza AH, Chevalier J, Fantozzi G, Schehl M, Torrecillas R. Slow-crack-growth behavior of zirconia-toughened alumina ceramics processed by different methods. *Journal of the American Ceramic Society*. 2003;86(1):115-20.
74. Pinto MM, Cesar PF, Rosa V, Yoshimura HN. Influence of pH on slow crack growth of dental porcelains. *Dental Materials*. 2008;24(6):814-23.
75. Yoshimura HN, Cesar PF, Soki FN, Gonzaga CC. Stress intensity factor threshold in dental porcelains. *J Mater Sci Mater Med*. 2008;19(5):1945-51.

76. Marocho 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;26(5):483-90.
77. Wachtman JB. Highlights of Progress in Science of Fracture of Ceramics and Glass. *Journal of the American Ceramic Society*. 1974;57(12):509-19.
78. Qiao GJ, Wang HJ, Jin ZH. Comparison between fatigue behavior of some ceramics: a new concept of intrinsic stress-corrosion exponent $n(0)$. *International Journal of Fatigue*. 2002;24(5):499-508.
79. Qiao GJ, Wang YL, Jin ZH, Zhou HJ. Mechanical and environmental factors in the cyclic and static fatigue of a machinable glass-ceramic. *International Journal of Fatigue*. 1996;18(8):523-27.
80. Gupta PK, Jubb NJ. Post-Indentation Slow Growth of Radial Cracks in Glasses. *Journal of the American Ceramic Society*. 1981;64(8):C112-C14.
81. Wang J, Jin ZH, Wang XT. A Comparison of Failure Predictions by Dynamic Bending and Cyclic Bending Fatigue Techniques for $Y_2O_3-ZrO_2$ Ceramics. *International Journal of Fatigue*. 1993;15(1):37-40.
82. Palmer RA, Lindberg WR, Hench LL. Fatigue Properties of $Li_2O \cdot 2SiO_2$ Glass and Glass-Ceramic. *Journal of the American Ceramic Society*. 1979;62(5-6):319-20.
83. Smyth KK, Magida MB. Dynamic Fatigue of a Machinable Glass-Ceramic. *Journal of the American Ceramic Society*. 1983;66(7):500-05.
84. Ramalingam S, Reimanis IE, Fuller ER, Haftel JD. Slow Crack Growth Behavior of Zirconia-Toughened Alumina and Alumina Using the Dynamic Fatigue Indentation Technique. *Journal of the American Ceramic Society*. 2011;94(2):576-83.
85. Choi SR, Salem JA. Preloading technique in dynamic fatigue testing of glass and ceramics with an indentation flaw system. *Journal of the American Ceramic Society*. 1996;79(5):1228-32.
86. Gonzaga CC, Cesar PF, Miranda WG, Jr., Yoshimura HN. Determination of the slow crack growth susceptibility coefficient of dental ceramics using different methods. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2011;99(2):247-57.

87. Mitov G, Lohbauer U, Rabbo MA, Petschelt A, Pospiech P. Investigations of subcritical crack propagation of the Empress 2 all-ceramic system. *Dental Materials*. 2008;24(2):267-73.
88. Teixeira EC, Piascik JR, Stoner BR, Thompson JY. Dynamic fatigue and strength characterization of three ceramic materials. *Journal of Materials Science-Materials in Medicine*. 2007;18(6):1219-24.
89. Griggs JA, Alaqeel SM, Zhang YL, Miller AW, Cai ZO. Effects of stress rate and calculation method on subcritical crack growth parameters deduced from constant stress-rate flexural testing. *Dental Materials*. 2011;27(4):364-70.
90. Lohbauer U, Petschelt A, Greil P. Lifetime prediction of CAD/CAM dental ceramics. *Journal of Biomedical Materials Research*. 2002;63(6):780-85.
91. Zhu QS, de With G, Dortmans LJMG, Feenstra F. Subcritical crack growth behavior of Al₂O₃-glass dental composites. *Journal of Biomedical Materials Research Part B-Applied Biomaterials*. 2003;65B(2):233-38.
92. Fairhurst CW, Lockwood PE, Ringle RD, Twiggs SW. Dynamic Fatigue of Feldspathic Porcelain. *Dental Materials*. 1993;9(4):269-73.
93. Studart AR, Filser F, Kocher P, Luthy H, Gauckler LJ. Cyclic fatigue in water of veneer-framework composites for all-ceramic dental bridges. *Dental Materials*. 2007;23(2):177-85.
94. Horibe S, Hirahara R. Cyclic Fatigue of Ceramic Materials - Influence of Crack Path and Fatigue Mechanisms. *Acta Metallurgica Et Materialia*. 1991;39(6):1309-17.
95. Alcala J, Anglada M. Fatigue and static crack propagation in yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystals: Crack growth micromechanisms and precracking effects. *Journal of the American Ceramic Society*. 1997;80(11):2759-72.
96. Gilbert CJ, Ritchie RO. Mechanisms of cyclic fatigue-crack propagation in a fine-grained alumina ceramic: The role of crack closure. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*. 1997;20(10):1453-66.
97. International Organization for Standardization. ISO 6872. Dentistry Ceramic Materials 2008.

98. Yi YJ, Kelly JR. Effect of occlusal contact size on interfacial stresses and failure of a bonded ceramic: FEA and monotonic loading analyses. *Dental Materials*. 2008;24(3):403-9.
99. ASTM-C-368-00. American Society for Testing and Materials. Standard test method for determination of slow crack growth parameters of advanced ceramics by constant stress rate flexural testing at ambient temperature. *Annual Book of ASTM*. 2011.
100. Munz D, Fett T. *Ceramics: Mechanical properties, failure behaviour, materials selection*. 1 ed. Berlin: Springer-Verlag 1999.
101. Guazzato M, Quach L, Albakry M, Swain MV. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of Y-TZP dental ceramic. *Journal of Dentistry*. 2005;33(1):9-18.
102. Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. *Dental Materials*. 1999;15(6):426-33.
103. Hidaka O, Iwasaki M, Saito M, Morimoto T. Influence of clenching intensity on bite force balance, occlusal contact area, and average bite pressure. *Journal of Dental Research*. 1999;78(7):1336-44.
104. Lohbauer U, Kramer N, Petschelt A, Frankenberger R. Correlation of in vitro fatigue data and in vivo clinical performance of a glassceramic material. *Dental Materials*. 2008;24(1):39-44.
105. Curtis AR, Wright AJ, Fleming GJ. 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;34(5):317-25.
106. Pittayachawan P, McDonald A, Young A, Knowles JC. Flexural Strength, Fatigue Life, and Stress-Induced Phase Transformation Study of Y-TZP Dental Ceramic. *Journal of Biomedical Materials Research Part B-Applied Biomaterials*. 2009;88B(2):366-77.
107. Borba M. *Comportamento mecânico de cerâmicas utilizadas na confecção de próteses parciais fixas [tese]*. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2010.