ERICK DE LIMA

**Degradação da resistência de cerâmicas odontológicas
após ciclagem mecânica**

São Paulo

2013

ERICK DE LIMA

**Degradação da resistência de cerâmicas odontológicas
após ciclagem mecânica**

Versão Corrigida

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

Área de Concentração: Materiais Dentários

Orientador: Prof. Dr. Paulo Francisco Cesar.

São Paulo

2013

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 da Publicação
Serviço de Documentação Odontológica
Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo

Lima, Erick de

Degradação da resistência de cerâmicas odontológicas após ciclagem mecânica
/ Erick de Lima; orientador Paulo Francisco Cesar. -- São Paulo, 2013.
66 p.: il.: tab., fig.; 30 cm.

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

Versão corrigida.

1. Porcelana dentária. 2. Resistência dos materiais - Odontologia. 3. Ciclagem
– Odontologia. 4. Materiais dentários. I. Cesar, Paulo Francisco. II. Título.

Lima E. Degradação da resistência de cerâmicas odontológicas após ciclagem mecânica. Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Odontologia.

Aprovado em: / /2013

Banca Examinadora

Prof(a). Dr(a). _____

Instituição: _____ Julgamento: _____

Prof(a). Dr(a). _____

Instituição: _____ Julgamento: _____

Prof(a). Dr(a). _____

Instituição: _____ Julgamento: _____

AGRADECIMENTOS

Ao **Prof. Dr. Paulo Francisco Cesar**, pela sua orientação e por acreditar em meu potencial me aceitando como seu aluno de mestrado. Você é um excelente profissional que se tornou um grande amigo. Espero poder contar sempre com seus conselhos.

Aos meus “irmãos de pós graduação”, **Karen Akemi Fukushima e Lucas Hian da Silva**, por toda amizade e ajuda em todos os momentos deste trabalho. Vocês são pessoas que admiro muito.

A **Stéphanie Soares Favero**, por todo empenho e dedicação como aluna de iniciação científica. Obrigado por ter se dedicado até o último segundo.

A **Dra. Susana Maria Salazar Marocho**, pelos conselhos e por toda ajuda na finalização desta dissertação.

Ao **Prof. Dr. Humberto Nayuoki Yoshimura**, pela colaboração e por todo conhecimento transmitido durante o desenvolvimento deste estudo.

A **Dra. Catia Fredericci**, por toda gentileza e por permitir minha entrada no Instituto de Pesquisa Tecnológica para uso do laboratório.

Aos Professores do Departamento de Biologia Oral e Biomateriais 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, Rafael Yagüe Ballester, Roberto Ruggiero Braga, Walter Gomes Miranda Jr. e Victor Elias Arana-Chavez**, por tudo que acrescentaram para meu desenvolvimento profissional.

A todos os amigos da pós graduação, pela ótima convivência durante o curso. Muito obrigado **Alexander, Ana Freitas, Ana Romero, Carina (Nina), Bruno Lopes, Dani (MOZI), Fabricia, Fernando Taddeo, Fernando Maeda, Flavinha Ibuki, Flávio, Lorraine, Luana, Lucas Pabis, Marcela (Tchela), Mariana, Marinhinha, Priscilla, Ranulfo, Ricardo Sgura eThayse.**

Aos funcionários do Departamento de Materiais Dentários, **Rosa Cristina Nogueira (Rosinha), Antônio Carlos Lascala e Elidamar Bastos**, por todo auxílio durante o desenvolvimento desse trabalho.

A minha família, por todo apoio, amor e carinho. Registro minha eterna gratidão aos meus pais, **Francisco Edson de Lima e Maria Soely Bortoli de Lima**, e ao meu irmão **Thiago de Lima**, uma das pessoas mais inteligentes que conheço. Vocês são as pessoas mais importantes da minha vida.

A **Dra. Vivian Bradaschia Corrêa**, por toda amizade e pelos conselhos durante todo esse período. Você é uma pessoa muito querida que, em tão pouco tempo, tornou-se uma grande amiga.

Aos meus grandes amigos de São Paulo. **Gabriela Pereira Pinto de Almeida e Karina Yanase Fujimoto**, vocês sempre serão minha família paulistana. **Felipe Brando Gomes, Vinícius Izidio de Almeida e Eduardo Donizete Pastrelo**, o fato de nossas famílias estarem longe fez com que acabássemos morando na mesma casa em São Paulo e criando uma amizade tão especial.

À bibliotecária **Glauci Elaine Damasio Fidelis** do SDO/FOUSP, pela gentileza e por toda ajuda na correção dessa dissertação.

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

RESUMO

Lima E. Degradação da resistência de cerâmicas odontológicas após ciclagem mecânica [dissertação]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2013. Versão Corrigida.

Os objetivos deste trabalho foram: 1) avaliar o efeito do envelhecimento por ciclagem mecânica (3 milhões de ciclos a uma frequência de 1 Hz) na resistência à flexão de quatro materiais cerâmicos utilizadas na confecção de próteses parciais fixas livre de metal: a) uma zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP); b) uma alumina policristalina (AL); c) compósito de alumina infiltrado por vidro (ICA) e d) um compósito de alumina e zircônia infiltrado por vidro (ICZ) e, 2) determinar o efeito da ciclagem mecânica no conteúdo de fase monoclinica de duas cerâmicas odontológicas contendo zircônia: a) zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria e b) compósito de alumina e zircônia infiltrado por vidro. Material e método: Discos cerâmicos (12 mm x 1 mm) foram confeccionados conforme as recomendações dos fabricantes e testados em resistência à flexão biaxial. O grupo controle (sem ciclagem) de todos os materiais estudados foi submetido à estatística de Weibull para determinação da resistência característica (σ_0) e módulo de Weibull (m). Os grupos envelhecidos mecanicamente foram fraturados em flexão biaxial e os valores obtidos foram comparados com seus respectivos grupos controle. A análise de difração de raios X (DRX) foi realizada para verificar do conteúdo de zircônia monoclinica. Resultados: Os valores médios de resistência à flexão apresentaram diferença estatisticamente significativa para ambos os compósitos estudados, sendo que ICA apresentou diminuição no valor médio de resistência após a ciclagem mecânica (controle: 309,5 MPa; ciclado: 257,1 MPa) e ICZ, por outro lado, mostrou aumento da resistência após aplicação do protocolo de envelhecimento (controle: 315,6 MPa; ciclado: 359,1 MPa). As médias obtidas para materiais policristalinos foram semelhantes entre seus respectivos grupos ciclado e controle, com valores de 786,1 MPa (controle) e 841,7 MPa (ciclado) para Y-TZP e 383,5 MPa (controle) e 405,4 MPa (ciclado) para AL. Nos padrões de DRX das superfícies polidas de amostras de Y-TZP e ICZ dos grupos controle e ciclado foram observados apenas picos de difração correspondentes à fase da zircônia tetragonal. Conclusão: apenas o compósito ICA apresentou diminuição significativa nos valores de resistência à

flexão após a aplicação do protocolo de ciclagem. Os outros materiais testados não sofreram degradação significativa da resistência mostrando, portanto, um melhor desempenho mecânico após uma simulação de três anos de utilização clínica. A ciclagem não causou aumento no conteúdo de zircônia monoclina nos materiais Y-TZP e ICZ

Palavras-chave: Cerâmicas odontológicas. Resistência à flexão. Ciclagem mecânica.

ABSTRACT

Lima E. Resistance degradation of dental ceramics after cyclic loading [dissertation]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2013. Versão Corrigida.

The objectives of this study were: 1) To evaluate the effect of aging by mechanical cycling (3 million cycles at a frequency of 1 Hz) on the biaxial flexural strength of four dental ceramics used as framework for the manufacture of metal free fixed partial dentures: a) yttria partially stabilized zirconia tetragonal polycrystals (Y-TZP), b) alumina polycrystals (AL), c) alumina glass infiltrated ceramic (ICA) and d) alumina-based zirconia-reinforced glass infiltrated ceramic (ICZ); and 2) to determine the effect of mechanical cycling on the monoclinic zirconia content of two dental ceramics: a) yttria partially stabilized zirconia tetragonal polycrystals (Y-TZP) and b) alumina-based zirconia-reinforced glass infiltrated ceramic. Materials and Methods: Disc-shaped specimens (12 mm x 1 mm) were prepared according to manufacturer's recommendations and tested in biaxial flexure strength. The control group (no cycling) of all materials studied was subjected to Weibull statistics to determine the characteristic strength (σ_0) and Weibull modulus (m). After mechanical aging, the specimens were fractured and the values obtained were compared with their respective control groups. The X-ray diffraction (XRD) analysis was performed to analyze the monoclinic zirconia content. Results: The mean values of flexural strength showed statistically significant differences for both composites studied, being that the ICA showed a decrease in the average value of resistance after mechanical cycling (control: 309.5 MPa; cycled: 257.1 MPa) and ICZ, on the other hand, showed increase in the resistance after application of the cycling protocol (control: 315.6 MPa; cycled 359.1 MPa). The means obtained for polycrystalline materials were similar between the respective groups cycled and control, with values of 786.1 MPa (control) and 841.7 MPa (cycled) for Y-TZP and 383.5 MPa (control) and 405.4 MPa (cycled) for AL. In the XRD patterns of the polished surfaces of Y-TZP and ICZ samples both cycled and control groups were observed only diffraction peaks corresponding to the tetragonal phase of zirconia. Conclusion: Only the composite ICA showed significant decrease in flexural strength values after applying

the cycling protocol. The other materials tested did not suffer significant degradation resistance showing great mechanical performance after a simulated three years of clinical use. The mechanical cycling did not cause increase in the content of monoclinic zirconia in Y-TZP and ICZ.

Keywords: Dental ceramics. Flexural strength. Mechanical cycling.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	10
2 REVISÃO DA LITERATURA	13
2.1 Cerâmicas odontológicas	13
2.2 Crescimento de trincas subcrítico (SCG)	15
2.3 Simuladores da Mastigação	18
3 PROPOSIÇÃO	29
4 MATERIAL E MÉTODOS	30
4.1 Preparação dos espécimes	30
4.1.1 Compósitos infiltrados com vidro (ICA e ICZ)	31
4.1.2 Cerâmicas policristalinas (Y-TZP e AL)	36
4.2 Ensaio Mecânicos	38
4.2.1 Determinação da resistência à flexão (grupo controle)	38
4.2.2 Determinação do efeito da ciclagem mecânica na resistência à flexão...	40
4.3 Análise de difração de raios X	43
4.4 Análise dos resultados	43
5 RESULTADOS	44
6 DISCUSSÃO	55
7 CONCLUSÕES	60
REFERÊNCIAS	61

1 INTRODUÇÃO

Materiais cerâmicos são muito utilizados para a confecção de próteses parciais fixas livres de metal (1), sendo o seu sucesso uma consequência da sua capacidade de proporcionar ótima estética, alta estabilidade de cor e alta biocompatibilidade (2). Além disso, as cerâmicas apresentam baixa condutividade térmica e alta resistência à abrasão (3, 4). Porém, sua baixa tenacidade à fratura, principalmente se comparada à dos metais, persiste como um fator complicador do seu desempenho clínico. Esses materiais praticamente não sofrem deformação plástica antes de se fraturarem e o acúmulo de tensões de tração ao redor de um defeito pré-existente pode causar uma fratura catastrófica quando um determinado nível crítico é atingido.

A capacidade de uma cerâmica resistir à propagação instável de trincas é uma propriedade intrínseca do material descrita pela tenacidade à fratura. Esta propriedade está relacionada à quantidade de energia que o material pode absorver antes que a propagação catastrófica da trinca ocorra (5). Uma peça cerâmica não é uma estrutura homogênea, já que sua microestrutura pode apresentar diferentes fases e diversos defeitos podem ser introduzidos no material durante sua confecção ou durante o desempenho de sua função clínica (6). Esses defeitos, que podem ser superficiais ou internos, estão diretamente relacionados à resistência do material, pois funcionam como áreas concentradoras de tensões. As tensões presentes ao redor de defeitos microestruturais são maiores do que aquelas observadas em regiões distantes deles, o que caracteriza o fenômeno de concentração de tensões. Por meio de um parâmetro denominado fator de intensidade de tensão (K), pode-se quantificar a intensificação da tensão ao redor de um defeito pré-existente no material. Quando o fator de intensidade de tensão atinge um nível crítico (K_{Ic}), a fratura catastrófica ocorre. Este parâmetro está sempre associado aos diferentes modos de carregamento da estrutura. O modo I (abertura) corresponde ao modo de fratura mais comumente encontrado em materiais de natureza frágil e tem boa correlação com o modo de fratura observado em peças clínicas.

Alguns estudos clínicos apresentaram índice de fratura de PPFs totalmente cerâmicas do sistema In-Ceram Alumina variando de 10 a 12% após 3 a 5 anos,

para região anterior e de 35% observado após 3 anos para região posterior (7, 8). Outros estudos apresentaram taxa de sucesso de 94% para o In-Ceram Zircônia após 3 anos (9). Para o material Y-TZP (Yttrium Stabilized Tetragonal Zircônia Polycristal), estudos relatam índices de fratura de aproximadamente 3% para PPFs usando esse material como infra-estrutura após 5 anos (10, 11).

Quando expostas a um ambiente úmido (cavidade oral), as cerâmicas dentárias podem apresentar um crescimento lento (estável) de trincas, provocado pela hidrólise de óxidos metálicos do material na ponta do defeito pré-existente (12), o que acarreta a degradação da sua resistência com o tempo de uso. Assim, as trincas crescem lentamente até atingirem um tamanho crítico e, sob a ação de tensões, podem resultar numa fratura catastrófica. Esse fenômeno é conhecido como crescimento subcrítico (ou lento) de trincas (slow crack growth - SCG) e 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.

Para compreender a influência dos fatores relacionados ao ambiente oral no desempenho clínico dos materiais cerâmicos a longo prazo, foram desenvolvidos simuladores *in vitro* dos ciclos mastigatórios, que reproduzem o ambiente oral com o objetivo de fazer uma análise acelerada do comportamento de fadiga e crescimento subcrítico dos materiais em laboratório.

Uma forma de se estudar o comportamento de fadiga das cerâmicas dentárias é usar os simuladores citados acima para avaliar a degradação da resistência desses materiais após a ciclagem mecânica. Durante a simulação da mastigação, a aplicação de baixas cargas em um ambiente de 100% de umidade irá provocar o crescimento subcrítico dos defeitos presentes nas amostras de modo semelhante ao que ocorre na peça que está em função na cavidade bucal.

Dentre os trabalhos que realizaram a simulação da mastigação para analisar o comportamento de fadiga de materiais dentários, nota-se a aplicação de diversos protocolos de ciclagem em espécimes com formato de coroas ou PPFs e espécimes geométricos (em forma de barras ou discos). Um estudo aplicou protocolos de um milhão e dois milhões de ciclos para analisar se a ciclagem causaria degradação na carga de fratura de PPFs (13). Outro trabalho também realizou simulação da mastigação em coroas de zircônia recobertas por porcelanas VM9 e Lava-Ceram até que ocorresse o lascamento (14).

Porém, é importante notar que os experimentos envolvendo coroas e PPFs não permitem o controle preciso da tensão gerada no espécime, o que pode ser alcançado utilizando-se espécimes geométricos na forma de barras ou discos. Nos experimentos em que são usados espécimes geométricos, é possível determinar com precisão a tensão gerada na amostra durante a simulação da mastigação por meio de fórmulas matemáticas. Existem poucos estudos que avaliaram a degradação da resistência de espécimes geométricos após a ciclagem mecânica. Esses estudos, que se utilizaram de vários protocolos de ciclagem diferentes, apresentaram os mais diversos resultados. Um estudo realizou a ciclagem mecânica de discos de alumina-zircônia infiltrada por vidro e alumina policristalina, porém não encontrou diferença estatística entre os valores de resistência medidos para grupos ciclados e não ciclados (15). Outro estudo notou diminuição do módulo de Weibull após submeter espécimes de Y-TZP a diferentes protocolos de ciclagem mecânica (16). Uma pesquisa realizou a ciclagem em discos de Y-TZP, alumina policristalina e In-Ceram Zircônia com duas espessuras diferentes (1 mm e 2 mm), não encontrando alterações significativas nos valores de resistência após uma ciclagem de 1 milhão de ciclos. Porém esse trabalho destacou um aumento no coeficiente de variação de todos os grupos de materiais ciclados, e os autores chamaram atenção para o fato da ciclagem possivelmente ter iniciado a propagação de defeitos intrínsecos nos materiais (17).

A utilização de simuladores da mastigação pode ser considerada um ótimo recurso para avaliação da degradação da resistência dos materiais cerâmicos após envelhecimento *in vitro*. Porém, os trabalhos disponíveis na literatura são muito limitados pois apresentam avaliações do comportamento mecânico do material após protocolos de ciclagem que representam períodos de tempo muito curtos. Além disso, o uso de cargas e frequências muito distintas torna a comparação dos resultados difícil. Dessa forma, esse trabalho propõe a avaliação da resistência mecânica de cerâmicas dentárias de infra-estrutura antes e após a realização de um protocolo de ciclagem que corresponda a um período de 3 anos de uso clínico (3×10^6), com uma frequência compatível com aquela encontrada na mastigação humana (1 Hz).

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Cerâmicas odontológicas

Os sistemas totalmente cerâmicos se caracterizam por apresentarem ótimos resultados estéticos e esse fato deve-se principalmente à interação da luz com esses materiais, que resulta em um bom mimetismo das estruturas dentais. Entretanto, um fato discutível sobre esses sistemas totalmente cerâmicos é sua natureza frágil quando comparados aos sistemas metalo-cerâmicos, que pode acarretar em um menor tempo de vida da prótese. Dessa forma, muitos sistemas estão disponíveis no mercado atualmente, como resultado de uma busca por melhorias nas propriedades mecânicas.

Durante a década de 1990, a alumina infiltrada por vidro do sistema In-Ceram (Vita) foi introduzida no mercado para uso em PPFs de até três elementos na região anterior. Nesse sistema, estruturas parcialmente sinterizadas, produzidas pela técnica de colagem (“slip-cast”) ou a partir de blocos pré-sinterizados por prensagem a seco (“dry press”), formam arcabouços com alto grau de porosidade que têm propriedades mecânicas otimizadas por meio da infiltração de um vidro à base de óxido de lantânio (18). No primeiro método, uma suspensão de alumina é aplicada sobre um molde de gesso especial, sendo que a água presente nessa mistura é absorvida por capilaridade pelo gesso resultando em uma estrutura formada por partículas de alumina condensadas que sofrerá sinterização parcial em um forno. Os blocos para CAD-CAM são obtidos pela prensagem a seco de partículas de óxido de alumina com posterior sinterização. A fase de infiltração do vidro, que ocorre por capilaridade, é realizada da mesma maneira nos dois casos. Em sua microestrutura, materiais que se utilizam da técnica de colagem apresentam partículas de alumina de tamanhos diferentes, na forma de grãos alongados (10-12 mm de comprimento e 2,5-4 mm de largura), partículas facetadas com diâmetro de 1 a 4 mm e grãos esféricos com diâmetro inferior a 1 mm. Para o material na forma de blocos apenas nota-se as partículas facetadas e esféricas (19).

O uso de próteses totalmente cerâmicas na região posterior tornou-se possível com a introdução do sistema In-Ceram Zircônia (Vita). Esse material é composto por um arcabouço de alumina similar ao do sistema In-Ceram Alumina, ao qual foi adicionado cerca de 35% de zircônia estabilizada por óxido de cério, resultando em um material com propriedades mecânicas melhoradas e processamento similar (20, 21). Com relação à microestrutura, esse material apresenta cristais de alumina não orientados e mais finos em relação ao In-Ceram Alumina. Os grãos de zircônia estão presentes em duas formas: partículas grandes e facetadas, com tamanho médio de 2 μm e pequenas partículas esféricas (com tamanho médio inferior a 1 μm) (21).

Outra classe de materiais introduzida no mercado odontológico envolve as cerâmicas policristalinas. Um exemplo desse grupo de materiais é a alumina policristalina, um material que é utilizado para confecção de próteses ortopédicas e que alia boas propriedades mecânicas e alta resistência à corrosão (22). Sua microestrutura é composta na totalidade por cristais de alumina com tamanho médio de 2,3 μm e fração de poros de 0,2% (23). Este material é normalmente apresentado na forma de um bloco pré-sinterizado para usinagem em sistema CAD-CAM.

Outro exemplo de cerâmica policristalina é a Y-TZP (Yttrium Stabilized Tetragonal Zircônia Polycrystal). Dentre os materiais para infra-estrutura citados acima, a Y-TZP é o que apresenta melhores propriedades mecânicas, sendo indicada pelo fabricante para a confecção de PPFs de até quatro elementos em região posterior.

A zircônia apresenta um lugar de destaque entre as cerâmicas para uso odontológico na atualidade, devido ao seu excelente comportamento mecânico que tem sido explicado em um grande número de trabalhos que investigam o desempenho desse material. O excelente desempenho mecânico da Y-TZP deve-se principalmente ao mecanismo de tenacificação presente nesses materiais que é chamado de transformação martensítica. Em pressão ambiente, a zircônia pura é uma cerâmica polimórfica que pode apresentar três formas cristalinas distintas, monoclinica (M), cúbica (C), e tetragonal (T), que dependem da temperatura a que o material é exposto. À temperatura ambiente, esse material apresenta-se na forma monoclinica, a qual é estável até a temperatura de 1170°C. Quando o material é aquecido além desta temperatura, essa forma monoclinica transforma-se em

tetragonal. Ao atingir 2370°C, a fase tetragonal se transforma em cúbica, sendo que esta forma existe até que se atinja a temperatura de fusão (2680°C). Durante o resfriamento, a transformação de tetragonal para monoclinica (T-M) ocorre em temperaturas inferiores a 1070°C. Essa transformação se dá por meio de um processo de cisalhamento não difusional em velocidades próximas à do som. Além disso, durante o processo ocorre uma expansão volumétrica que pode variar de 3 a 5%. Quando um aditivo como a ítria é adicionado, ocorre uma estabilização da fase tetragonal à temperatura ambiente. Entretanto, quando o material é submetido a tensões (por ex., da mastigação, desgaste e polimento), estas induzem a transformação T-M, produzindo tensões de compressão ao redor de defeitos pré-existent no material e dificultando sua propagação, o que resulta em um aumento significativo da tenacidade à fratura (20, 21, 24, 25). A microestrutura está relacionada à capacidade do material sofrer a transformação T-M, sendo que acima de um tamanho crítico de grão, Y-TZP é menos estável e mais susceptível à transformação T-M, enquanto que tamanhos menores ($< 1 \mu\text{m}$) estão associados a uma menor taxa de transformação. Por outro lado, grãos muito pequenos (abaixo de $0,2 \mu\text{m}$) não sofrem a transformação de forma, reduzindo a tenacidade à fratura do material (26-28). A microestrutura da Y-TZP para aplicações odontológicas consiste de pequenos grãos equiaxiais com diâmetro variando de $0,2$ a $0,5 \mu\text{m}$, dependendo da temperatura de sinterização (um maior tempo de sinterização e altas temperaturas resultam em aumento no tamanho do cristal) (23, 28).

2.2 Crescimento de trincas subcrítico (SCG)

O ambiente oral apresenta uma série de elementos que interferem diretamente no desempenho dos materiais cerâmicos, como a presença de água (da saliva e fluido dentinário), ação das forças mastigatórias e alterações de temperatura e pH do meio (decorrentes da ingestão de alimentos e líquidos com diferentes composições e temperaturas). Esses fatores estão ligados à degradação da resistência dos materiais cerâmicos e esse fato fica mais claro quando leva-se em conta que a resistência desses materiais é influenciada pela presença de defeitos nas superfícies de restaurações ou próteses cerâmicas. Sob tensões em

níveis inferiores aos das tensões de fratura, um defeito com tamanho subcrítico pode crescer lentamente até atingir um tamanho necessário para ocasionar a fratura da restauração (29). A presença de umidade é descrita como o fator acelerador do crescimento de defeitos que estão sobre tensão em cerâmicas contendo vidro ou materiais policristalinos (29-31), devido a uma reação entre a água e o material na ponta do defeito sob tensões abaixo do nível crítico, onde ocorre hidrólise dos óxidos metálicos do material (32, 33). A esse fenômeno, dá-se o nome de crescimento subcrítico (ou lento) de trincas (slow crack growth - SCG). A figura 2.1 apresenta de forma esquemática a reação que ocorre na ponta da trinca, resultando na formação de grupos hidroxila na sua superfície. Essa reação combinada ao efeito de tensões na ponta da trinca irão resultar na propagação lenta e subcrítica do tamanho do defeito (22). A figura 2.2 apresenta um gráfico da velocidade de propagação da trinca em função do fator intensidade de tensão (K_I), constituído por três regiões distintas: regiões I, II e III. Nesse gráfico o fator de intensidade de tensão é um dos controladores da velocidade de propagação da trinca, sendo que abaixo do valor limite do fator de intensidade de tensão, K_{I0} , não há crescimento da trinca. A área I, caracteriza-se pelo fato de a velocidade de propagação da trinca ser exponencialmente dependente de fatores como a umidade, o pH e as tensões geradas. Na região II, sob ação de maiores valores de K_I , a velocidade de propagação é dependente da ação da umidade, mas praticamente independente de K_I . Na região III, associada à fratura rápida e à velocidades ultrassônicas, o crescimento torna-se independente da concentração de água e volta a ser exponencialmente dependente de K_I , com inclinação de curva maior que a região I (34, 35).

Figura 2.1 - Imagem esquemática da interação entre as moléculas de água e as moléculas de óxido presentes na ponta da trinca (22)

Figura 2.2 – Curva v-K, apresentando as regiões I, II e III (35)

Um estudo analisou o crescimento subcrítico de trincas por meio das curvas v-K para os materiais In-Ceram alumina e In-Ceram Zircônia após a aplicação de cargas cíclicas em condições com presença e ausência de umidade. Este estudo mostrou que o ambiente úmido aumentou o SGC significativamente para ambos os materiais, embora isso tenha sido menos evidente para o In-Ceram Alumina, sendo esse efeito descrito em termos de velocidade de propagação do defeito em função do fator de intensidade de tensão (K_I), com valores de $K_{I\text{Max}}$ necessário para propagação do defeito a uma velocidade fixa de $3,08 \text{ Mpa m}^{1/2}$ para a condição sem umidade e $2,75 \text{ MPa m}^{1/2}$ no grupo com umidade do material In-Ceram Zircônia e de $2,08$ e $2,03 \text{ Mpa m}^{1/2}$ para os mesmos grupos do In-Ceram Alumina (36).

Outro estudo analisou a influência do pH da solução de armazenamento nos parâmetros de SCG de porcelanas odontológicas. Nesse estudo, os grupos compostos por discos de uma porcelana que apresentava cristais de leucita em sua composição (UD) e outra que não apresentava esses cristais (VM7) foram submetidos a uma ciclagem dinâmica armazenados em soluções com três diferentes pHs (pHs de 3,5; 7,0 e 10,0). A porcelana UD apresentou coeficiente de susceptibilidade ao crescimento subcrítico, n (que indica a susceptibilidade ao crescimento de trincas de um material cerâmico), significativamente menor com a diminuição do pH, com valor de 39,6 (em solução de pH 7) e 26,5 (em solução de pH 3,5). Para VM7 os valores foram similares (37).

2.3 Simuladores da Mastigação

A simulação do ambiente oral não é tarefa simples e para ser realizada com sucesso precisa contemplar três requisitos básicos: a) a presença de saliva artificial, b) variações de temperatura e pH e c) aplicação de forças, movimentos e frequência semelhantes aos gerados durante os ciclos mastigatórios. Um estudo descreve a mastigação como um processo fisiológico controlado pelo sistema nervoso que está sujeito a variações de fatores intrínsecos como variações na função mastigatória, idade do indivíduo, gênero e estado dental; e fatores extrínsecos provenientes dos alimentos, como dureza, plasticidade, elasticidade ou

tamanho da porção ingerida. Esses fatores geram adaptações durante os ciclos individuais (38). A figura 2.3 mostra que entre a ação de levar o alimento à cavidade oral e deglutir, são realizados cerca de 60 ciclos mastigatórios em um período de aproximadamente 60 segundos.

Figura 2.3 – Sequência dos eventos realizados na mastigação mostrando os ciclos mastigatórios em função do tempo. Círculos pretos (●) indicam deglutições intermediárias (38)

Outro estudo buscou desenvolver um ambiente que permitisse a simulação da cavidade oral para avaliação dos materiais restauradores e avaliou que a carga mastigatória pode variar de 150 N a 800 N, em um ambiente de 37°C, no qual os materiais são normalmente submetidos a 2.700 ciclos mastigatórios diários ($\sim 10^6$ ciclos em um ano) e área de contato entre dentes opostos de 1 a 4 mm² (39). Para compreender a influência dos fatores relacionados à mastigação no desempenho clínico dos materiais cerâmicos em longo prazo, foram desenvolvidos simuladores *in vitro* dos ciclos mastigatórios, que reproduzem o ambiente oral com o objetivo de fazer uma análise acelerada do comportamento de fadiga dos materiais em laboratório.

A literatura mostra que ainda não há um consenso com relação à padronização destes parâmetros, principalmente no que diz respeito ao número de ciclos mastigatórios que são realizados por um ser humano ao longo de um ano. Alguns trabalhos levam em consideração o desgaste observado nos materiais *in vivo* e *in vitro* e, nesse caso, assume-se que 250.000 ciclos mastigatórios realizados em um simulador de mastigação equivalem a um ano de envelhecimento na cavidade bucal. Essas previsões se baseiam no fato que o desgaste apresentado pelo material após $1,2 \times 10^6$ ciclos *in vitro* é similar àquele observado *in vivo* após 5 anos (40).

Outros trabalhos assumem que um indivíduo faz ao menos três refeições por dia, realizando ciclos mastigatórios por cerca 15 minutos em cada uma das refeições. Os ciclos são realizados com frequência de 1,0 Hz, ou seja, 1 ciclo completo a cada segundo e consequentemente 60 ciclos por minuto. Sendo assim, em um dia, são realizados 2.700 ciclos e em um ano teremos aproximadamente um milhão de ciclos mastigatórios realizados (41, 42). Um dos estudos ainda mostrou que para aplicações odontológicas os testes de fadiga por ciclagem mecânica devem ser realizados com no mínimo 10^6 ciclos para que a ciclagem possa causar algum efeito degradante significativo para o material (41).

Além disso, quando se estuda a simulação da mastigação em materiais odontológicos, há a preocupação em se conhecer a tensão gerada nesses materiais pela carga mastigatória. Um estudo usou modelos de elementos finitos de PPFs (elementos 35 e 37 formaram pilares e 36 o pântico) com infraestrutura em alumina, In-Ceram Zircônia e Y-TZP, com conectores de 16 mm para todos os materiais além de um grupo com conectores de 9 mm para Y-TZP, buscando avaliar a distribuição de tensões após a aplicação de uma carga de 200 N. Esse estudo concluiu que a concentração de tensões de tração ocorre na região do pântico (Figura 2.4), com valores variando de 8,7 MPa para o grupo alumina, 7,1 MPa para In-Ceram Zircônia e 6,7 MPa para Y-TZP, todos com espessura de conector de 16 mm. Para o grupo de Y-TZP com espessura de 9 mm o valor encontrado foi de 7,3 MPa (23).

Figura 2.4 – Imagens cervicais das infraestruturas de: (a) In-Ceram Zircônia, (b) Alumina e (c) Y-TZP com conector de 16 mm² e (d) Y-TZP com conector de 9 mm²(23)

Reproduzir os fatores envolvidos no processo de mastigação é muito complexo e os primeiros simuladores publicados na literatura tinham como principal objetivo reproduzir a dinâmica da mastigação para melhor compreendê-la, mas não se prestavam para testar os materiais dentários em fadiga. Em 1968, foi criado um dispositivo composto por uma série de cabos de aço sobre os quais eram aplicadas tensões simulando a força muscular gerada durante a mastigação. A máquina era ativada por um motor elétrico que movimentava dois modelos de gesso antagônicos. Na montagem desse dispositivo houve uma grande preocupação com a direção de aplicação das forças, buscando recriar a dinâmica de abertura e fechamento mandibular (43). Outro estudo usou um crânio humano seco no lugar de modelos de gesso para análise da influência das tensões geradas durante a mastigação no crescimento ósseo (44). A introdução de modelos computadorizados de elementos finitos representou uma evolução nesse campo, pois permitiu a simulação da dinâmica envolvida na mastigação para diversos fins, como a análise da influência da tensão muscular gerada na mastigação sobre o crescimento da superfície óssea, distribuição das forças mastigatórias ao longo da mandíbula e movimentos musculares durante a mastigação(45-47).

Com a evolução dos simuladores de mastigação, começaram a surgir máquinas que permitiam a realização da ciclagem mecânica de restaurações dentárias *in vitro* com o objetivo final de envelhecimento dos materiais testados. Esses equipamentos procuravam recriar o ambiente da cavidade oral por meio da utilização de parâmetros como cargas mastigatórias, direção de aplicação das

forças, frequência dos ciclos, presença de umidade e temperatura ao redor de 37°C. Esses dispositivos de simulação podem ou não promover desgaste do espécime durante o estudo. Alguns estudos usam simuladores que causam apenas o desgaste do material, sendo que algumas máquinas promovem o desgaste pelo deslizamento de duas peças: uma peça fixada em um porta-amostra e um antagonista com rugosidade pré-determinada (48). Um exemplo de simulador desse tipo é o equipamento ACTA, desenvolvido no Dental College of Amsterdam (ACTA, Academisch Centrum Tandheelkunde Amsterdam), o qual é formado por duas rodas que giram em sentidos opostos, sendo que uma delas contém os espécimes e a outra tem função de antagonista. Nesse sistema, os espécimes ficam imersos em uma mistura de sementes de painço com água (49) (Figura 2.5).

Figura 2.5 – Esquema da ACTA machine (48)

Existem simuladores mais sofisticados que permitem tanto a realização de desgaste pelo deslizamento entre duas superfícies, quanto a aplicação de cargas no sentido do eixo vertical. Assim, pistões com função de peça antagonista realizam a aplicação da carga, enquanto um suporte inferior, que contém os espécimes, realiza movimentos horizontais compatíveis com o deslizamento das superfícies das cúspides durante a mastigação (13, 48, 50). Alguns autores julgam que esse movimento no sentido horizontal é necessário somente quando o foco do trabalho é a avaliação do desgaste dos materiais (51). Esses simuladores permitem ainda adaptações em sua estrutura com o objetivo de tornar a simulação mais fiel aos fatores presentes na cavidade oral, como o uso de dentes naturais no lugar dos antagonistas e a aplicação de materiais que simulem a ação do tecido periodontal durante a aplicação das forças.

Em um estudo foram analisados diversos simuladores da mastigação (49). Um deles, conhecido como "máquina Alabama" (University of Alabama, USA), permite um desgaste localizado ou generalizado, sendo o primeiro realizado por uma ponta de aço inoxidável, e o segundo por uma ponta de poliacetal que realiza movimentos de rotação após tocar o espécime. Essa máquina usa molas para aplicação da carga (máximo de 200 kg) (Figura 2.6). Um estudo utilizou esse equipamento para avaliar o efeito das misturas empregadas durante a simulação da mastigação *in vitro* no desgaste de uma resina composta, aplicando misturas de partículas de vidro, PMMA (polimetil-metacrilato) e sementes de papoula (52). A Munich Artificial Mouth, desenvolvida na Ludwig Maximilians Universität em Munique, é uma máquina movida por cilindros pneumáticos que promovem ciclagem dos espécimes através do deslizamento (distância linear de 8 mm) entre as amostras e as peças antagonistas, com uma carga vertical de 50 N (Figura 2.7). Uma pesquisa avaliou o efeito do desgaste provocado por esse equipamento no cimento de ionômero de vidro em comparação ao desgaste causado no mesmo material usando o equipamento ACTA (descrito anteriormente) (53).

Figura 2.6 – Representação da máquina Alabama (52)

Figura 2.7 – Representação da Munich Artificial Mouth (53)

Outro equipamento descrito nesta revisão é a máquina da OHSU, desenvolvido na Oregon Health and Science University, em Portland (USA). Nesse caso, cúspides de molares superiores humanos são processadas para adquirirem o formato de esferas com 10 mm de diâmetro e pressionadas contra os espécimes em meio a uma suspensão composta por uma mistura de sementes de papoula com esferas de PMMA (polimetil-metacrilato). Primeiramente, uma carga de 50 N é aplicada sobre o corpo-de-prova, com um deslizamento linear de 8 mm, produzindo um desgaste abrasivo e, ao final, uma carga estática de 80 N é aplicada para produzir desgaste localizado (Figura 2.8). Um trabalho utilizou esse tipo de equipamento para avaliar a resistência ao desgaste de uma resina composta usando cúspides como antagonistas (54).

Figura 2.8 – Características de aplicação de carga de máquina OHSU (54)

Uma outra máquina desenvolvida na Universität Zürich também utiliza cúspides de molares superiores como antagonistas, aplicando cargas de 50 N com frequência de 1,7 Hz. Nesse caso as cúspides são pressionadas contra a superfície das amostras que estão montadas sobre uma base de borracha com angulação de 45°, permitindo deslizamento entre as superfícies. Esta revisão também analisou um outro método no qual é utilizado um simulador de mastigação disponível comercialmente (CS-4, SD Mechatronik, Alemanha). Nesse equipamento, cada

unidade de ciclagem mecânica contendo um antagonista recebe uma carga de 50 N e o movimento deslizante envolve uma distância de 0,7 mm, com uma frequência ajustável (49). Um estudo realizou ciclagem mecânica de coroas de zircônia recobertas com porcelana VM9 e Lava-Ceram nesse tipo de equipamento (Figura 2.9) (14).

Figura 2.9 – Representação do movimento do pistão em cada ciclo: (a) movimento descendente; (b) aplicação da carga após contato e (c) movimento de deslizamento. Após (c) antagonista volta a posição ilustrada em (a) (14)

Alguns modelos de simuladores de mastigação não promovem o deslizamento dos antagonistas ou das amostras e, portanto não foram inicialmente projetados para ensaios de desgaste, mas sim para a ciclagem mecânica dos espécimes (geração de tensões similares àsquelas geradas durante a mastigação). Nessas máquinas, as amostras são presas a uma base porta-amostra e a carga é aplicada por pistões que realizam movimento no sentido do eixo vertical por ação de um sistema pneumático. Esses equipamentos permitem regulagem para que a ciclagem ocorra com ou sem impacto entre o pistão aplicador de carga e o espécime (15, 17).

Estudos anteriores realizaram a simulação da mastigação para verificar a degradação da carga de fratura de coroas ou PPFs. Um trabalho avaliou a resistência mecânica de PPFs de quatro elementos com infra-estrutura de zircônia após ciclagem térmica e três protocolos de ciclagem mecânica: 1 ou 2 milhões de

ciclos com carga de 100 N e frequência de 2.5 Hz, e 1 milhão de ciclos com mesma frequência e carga de 200 N. Houve redução significativa de 40% na carga de fratura após a ciclagem mecânica com valores de 1.525 N para o grupo não ciclado, 903 N e 921 N para os grupos ciclados com carga de 100 N e aplicação de 1 e 2 milhões de ciclos, respectivamente, e 952 N para o grupo que sofreu 1 milhão de ciclos com carga de 200 N. O aumento do número de ciclos e da carga aplicada durante a ciclagem não provocou alteração na resistência e nem alterou significativamente os valores de módulo de Weibull. Esse trabalho concluiu que, para que se observe a degradação da resistência após a simulação da mastigação são necessários períodos ainda mais longos de ciclagem do que os que foram utilizados (13). Outro estudo avaliou a ciclagem mecânica de coroas de zircônia recobertas com porcelana VM9 e Lava-Ceram no equipamento CS4 (descrito acima) utilizando carga de 200 N, e frequência de 1,5 Hz, estando os espécimes imersos em água destilada, com aplicação de carga até a ocorrência do lascamento do material de recobrimento. Nesse estudo os grupos ciclados passaram por dois protocolos distintos de resfriamento (um lento e um rápido) após a aplicação da última camada de porcelana. Os resultados mostraram que o grupo de VM9 que sofreu o protocolo de resfriamento lento suportou um número de ciclos significativamente maior antes que ocorresse o lascamento (14).

Alguns estudos realizaram ciclagem mecânica de espécimes em formato geométrico. Um trabalho obteve valores de resistência mecânica de espécimes em forma de discos de compósito de alumina-zircônia infiltrada por vidro (In-Ceram Zircônia) e alumina policristalina (Procera Allceram), após ciclagem mecânica (20.000 ciclos, com carga de 50 N, estando os discos imersos em água destilada a 37°C) realizada em uma máquina de ciclagem desenvolvida na Faculdade de Odontologia da Unesp (São José dos Campos, Brasil), e não encontrou diferença estatisticamente significativa entre os valores de resistência à flexão medidos para espécimes ciclados e não ciclados, com valores de resistência para alumina policristalina de 647 e 630 MPa para os grupos não ciclado e ciclado, respectivamente e valores de 497 e 458 MPa, para os grupos não ciclado e ciclado do compósito cerâmico (15). Parece claro nesse estudo que o número de ciclos utilizado foi muito baixo para causar alguma degradação significativa nos materiais.

Outro trabalho avaliou a resistência mecânica de discos de Y-TZP após a ciclagem mecânica em uma máquina de ensaios universais, utilizando protocolos

que envolviam aplicação de 2.000 ciclos, com cargas de 500 N, 700 N e 800 N, em ambiente seco ou úmido. Também foram avaliados dois grupos nos quais foi aplicada uma carga fixa (80 N) com um maior número de ciclos (10^4 e 10^5 ciclos). Não foram encontradas diferenças entre os valores de resistência dos grupos submetidos à ciclagem e o grupo controle, porém, a aplicação de uma carga fixa associada a um maior número de ciclos (10^5 ciclos) resultou em alteração no módulo de Weibull, com valores de 7,5 para o grupo controle e 5,3 para o grupo ciclado (16).

Uma pesquisa avaliou a influência da ciclagem mecânica na resistência de discos confeccionados com alumina policristalina (In-Ceram 2000 AL), um compósito de alumina e zircônia infiltrado por vidro (In-Ceram Zircônia) e Y-TZP (In-Ceram 2000 YZ Cubes), utilizando espécimes com duas espessuras (1 e 2 mm). Foi realizada ciclagem mecânica com um número de ciclos de 10^6 e frequência de 2,0 Hz em um simulador da mastigação desenvolvido na Faculdade de Odontologia da USP (São Paulo, Brasil). Para os espécimes com 1 mm de espessura, foram constatados valores de resistência à flexão de 786 e 759 MPa para Y-TZP, 383 e 377 MPa para alumina policristalina, e 315 e 327 MPa para o compósito de alumina e zircônia infiltrado por vidro, para os grupos controle e ciclado, respectivamente. Para a espessura de 2 mm, os valores foram de 856 e 816 MPa para Y-TZP, 418 e 433 MPa para alumina policristalina, e 357 e 367 MPa para o compósito de alumina e zircônia infiltrado por vidro, para os grupos controle e ciclado, respectivamente. Não foi observada diferença significativa entre os valores de resistência à flexão medidos para os grupos ciclados e não ciclados, indicando novamente, que a degradação da resistência desses materiais para infra-estrutura não é notada quando um número de ciclos menor do que 1 milhão é utilizado na simulação da mastigação. Uma observação interessante desse trabalho foi o fato de que o coeficiente de variação de todos os grupos experimentais aumentou após a ciclagem mecânica, indicando que esse protocolo de ciclagem pode ter começado a causar algum crescimento subcrítico de defeitos de forma heterogênea nos materiais estudados.

3 PROPOSIÇÃO

Os objetivos deste trabalho foram:

1. Avaliar o efeito do envelhecimento por ciclagem mecânica (três milhões de ciclos, equivalentes a três anos de mastigação) sobre a resistência à flexão de quatro cerâmicas odontológicas utilizadas na confecção de próteses parciais fixas livres de metal: a) zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria; b) alumina policristalina; c) compósito de alumina infiltrado por vidro e d) compósito de alumina e zircônia infiltrado por vidro. A hipótese testada é a de que o protocolo de ciclagem mecânica proposto causa degradação da resistência desses materiais.
2. Determinar o efeito da ciclagem mecânica no conteúdo de fase monoclinica de duas cerâmicas odontológicas contendo zircônia: a) zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria e b) compósito de alumina e zircônia infiltrado por vidro. A hipótese testada é a de que a ciclagem mecânica causa um aumento do conteúdo de fase monoclinica da zircônia nesses materiais.

4 MATERIAL E MÉTODOS

Os materiais utilizados nesse estudo foram: compósito cerâmico de alumina e vidro (In-Ceram Alumina, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha); compósito cerâmico de alumina/zircônia e vidro (In-Ceram Zircônia, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha); zircônica tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP) (In-Ceram 2000 YZ Cubes, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) e alumina policristalina (AL) (In-Ceram 2000 AL Cubes, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha). A tabela 4.1 apresenta a sigla utilizada para cada um dos materiais e sua respectiva composição.

Tabela 4.1 - Materiais utilizados nesta pesquisa

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

* Materiais produzidos por Vita-Zahnfabrik (Alemanha)

Para cada material foram confeccionados 40 corpos-de-prova em forma de discos com 12 mm de diâmetro e 1 mm de espessura, seguindo as instruções dos fabricantes de forma que 30 espécimes formaram o grupo controle, os quais tiveram seus valores de resistência à flexão analisados por meio da estatística de Weibull, e os 10 espécimes restantes formaram o grupo que sofreu ciclagem mecânica.

4.1 Preparação dos espécimes

4.1.1 Compósitos infiltrados com vidro (ICA e ICZ)

Para os compósitos ICA e ICZ, blocos para usinagem no sistema CAD-CAM de $14 \times 15 \times 40 \text{ mm}^3$ foram fatiados no sentido do comprimento em fatias de 1,4 mm para obtenção de espécimes com espessura final de 1 mm em uma cortadeira com disco diamantado (ISOMET- Buehler). Em seguida, essas fatias com formato cúbico, medindo $14 \times 15 \times 1,4 \text{ mm}^3$, foram transformadas em discos com 12 mm de diâmetro utilizando-se pontas diamantadas montadas em motor de alta rotação com intensa refrigeração (Figura 4.1) (esse tipo de desgaste foi escolhido para imitar o tipo de desgaste que esses blocos sofrem durante a usinagem no sistema CAD-CAM).

Após serem submetidos a um ciclo de limpeza no forno Keramat (Knebel, Brasil) (Tabela 4.2) (Figura 4.3), os discos passaram pela etapa de infiltração do vidro, em que uma mistura de pó de vidro (In-Ceram Alumina e In-Ceram Zircônia Glass Powder, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) e água destilada foi aplicada com pincel fino. Os corpos-de-prova foram então colocados sobre uma folha de Pt-Au (95% - 5%) e levados ao forno (Inceramat 3, Vita-Zahnfabrik) para a realização do ciclo de infiltração do vidro (Figura 4.3).

Após a infiltração do vidro, o excesso foi removido com pontas diamantadas para peça de mão, como recomendado pelo fabricante (Figura 4.2). Em seguida, os discos foram desgastados até a espessura final e de modo a se manter o paralelismo entre as faces. O polimento final foi realizado em uma politriz semi-automática (Ecomet II, Buehler) (Figura 4.4) para a obtenção de uma superfície com brilho especular em uma das faces e a espessura final de $1,0 (\pm 0,1) \text{ mm}$.

Figura 4.1 – Etapas de preparação dos espécimes para todos os materiais: (a) corte das fatias de material cerâmico em vista frontal; (b) corte em vista lateral; (c) usinagem da fatia para conformação do disco; (d) acabamento das bordas do disco (17)

(a)

(b)

(c)

(d)

(e)

(f)

Figura 4.2 - Etapas de confecção dos espécimes de ICZ e ICA. (a) vidro à base de lantânio In-Ceram Zircônia Glass Powder; (b) vidro à base de lantânio In-Ceram Alumina Glass Powder (c) vidro misturado à água destilada; (d) vidro aplicado na superfície do disco; (e) disco após o ciclo de infiltração do vidro e (f) disco após a remoção dos excessos

Tabela 4.2 - Ciclos de infiltração de vidro para ICZ e ICA

Material	Etapa	Tempo para T1 (min)	T1 (°C)	Va (°C/min)	T2 (°C)	Tempo em T2 (min)
ICZ	Limpeza	3	600	33	700	5
	Infiltração	-	200	30,3	1140	150
ICA	Limpeza	3	600	33	700	5
	Infiltração	-	200	30,3	1140	120

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

(a)

(b)

Figura 4.3 - Fornos utilizados na confecção dos espécimes de ICZ e ICA: (a) forno utilizado para o ciclo de limpeza e (b) forno para a infiltração do vidro (17)

Figura 4.4 - Politriz semi-automática (Ecomet II, Buehler) (17)

Tabela 4.3 - Sequência de polimento dos espécimes

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

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

4.1.2 Cerâmicas policristalinas (Y-TZP e AL)

Para ambos os materiais (Y-TZP e AL) foram utilizados blocos de CAD-CAM de 15 x 19 x 40 mm³. Estes blocos foram fatiados no sentido do comprimento em uma cortadeira com disco diamantado (ISOMET – Buehler). As dimensões das fatias levam em consideração as contrações que ocorrem durante a fase de sinterização (contração de 20% para o material Y-TZP e contração de 15% para o material AL).

Para a cerâmica Y-TZP, as fatias de 1,9 mm de espessura foram transformadas em discos de 15 mm de diâmetro utilizando-se pontas diamantadas montadas em motor de alta rotação. Para o material AL, as fatias com 1,6 mm de espessura e foram transformadas em discos de 14 mm de diâmetro com o uso de pontas diamantadas montadas em motor de alta rotação.

A sinterização final dos discos de Y-TZP e AL ocorreu em um forno Zyrcomat (Vita-Zahnfabrik, Alemanha) (Figura 4.5), com ciclo descrito na tabela 4.4. Após a contração de sinterização, os discos apresentando 1,4 mm de espessura e 12 mm de diâmetro foram desgastados e polidos em uma politriz semi-automática (Ecomet II, Buehler) para a obtenção de uma superfície com polimento especular em uma das faces e espessura final de 1,0 ($\pm 0,1$) mm.

Tabela 4.4 - Ciclo de sinterização dos materiais YZ e AL

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

Figura 4.5 - Forno utilizado para a sinterização dos materiais Y-TZP e AL (17)

4.2 Ensaaios Mecânicos

4.2.1 Determinação da resistência à flexão (grupo controle)

Para a determinação da resistência à flexão, foram ensaiados 30 discos de para cada material na condição controle (sem ciclagem mecânica). Os resultados obtidos foram analisados por meio da estatística de Weibull. Os ensaios foram realizados em um equipamento de ensaios universais (EMIC) utilizando-se um suporte para flexão biaxial do tipo pistão sobre três esferas, sendo as esferas separadas com ângulo de 120° entre elas e formando um círculo de 8 mm de diâmetro. O pistão utilizado para a aplicação de carga tem um diâmetro de 1,7 mm. O ensaio foi realizado com taxa de carregamento de 0,5 mm/min e os espécimes ficaram imersos em água destilada com sistema de aquecimento para manter a temperatura constante em 37°C (Figura 4.6).

(a)

(b)

(c)

Figura 4.6 - Dispositivo de flexão biaxial: (a) e (b) em diferentes vistas e (c) recipiente para realização do ensaio

A resistência à fratura foi calculada pela fórmula apresentada na norma ASTM F 394-78 (55):

$$\sigma_f = -0,2387F(X - Y)/w^2 \quad \text{Equação 1}$$

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

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

$$Y = (1 + \nu) \left[1 + \ln\left(\frac{A}{C}\right)^2 \right] + (1 - \nu) \left(\frac{A}{C}\right)^2 \quad \text{Equação 3}$$

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

4.2.2 Determinação do efeito da ciclagem mecânica na resistência à flexão

Para a determinação do efeito da ciclagem mecânica na resistência à flexão dos materiais, foram utilizados 10 espécimes de cada material, que foram fraturados no ensaio de resistência biaxial citado anteriormente após serem submetidos à ciclagem mecânica que será descrita a seguir. Os resultados obtidos foram comparados com aqueles obtidos para o grupo controle.

Um simulador de ciclos mastigatórios foi usado para realizar a ciclagem mecânica dos espécimes, sendo composto por 10 cilindros pneumáticos alinhados e montados sobre um chassi de aço e ligados a uma rede de ar (Figura 4.7). A pressão do ar, a velocidade de impulsão dos cilindros e sua frequência são controladas por um painel eletrônico, que ao acionar o sistema, move os pistões localizados na parte interna desses cilindros, comprimindo os espécimes, com força controlada.

Figura 4.7 - Simulador de ciclos mastigatórios

A força é dependente da pressão utilizada. A mesma configuração do teste de resistência à flexão biaxial a que os espécimes foram submetidos foi mantida durante a ciclagem. O pistão superior permaneceu encostado no espécime durante todo o experimento, permitindo que a ciclagem fosse realizada sem impacto (Figura 4.8). Todo o sistema de ciclagem ficou imerso em água destilada com temperatura de 37°C durante o envelhecimento.

Figura 4.8 – Dispositivo utilizado para a realização da ciclagem mecânica (17)

Um protocolo de ciclagem com número total de ciclos de 3×10^6 foi utilizado. Com o auxílio de uma célula de carga que foi posicionada abaixo de cada pistão durante a regulagem do equipamento, a carga aplicada nos espécimes durante a ciclagem foi ajustada em 50 N com frequência de 1,0 Hz. Em cada ciclo, a carga varia de 0 até a carga máxima em 0,5 s, retornando a 0 nos próximos 0,5 s (a cada segundo, 1 ciclo completo é realizado). A tensão gerada variou para cada um dos grupos experimentais e está apresentada na tabela 4.5. O número de espécimes produzidos neste estudo e os grupos experimentais estão apresentados na tabela 4.6.

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

	Y-TZP	AL	ICZ	ICA
Tensão (MPa)	68,1	64,6	64,6	65,5

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

ENSAIO	Y-TZP	AL	ICZ	ICA
Controle	30	30	30	30
Ciclagem	10	10	10	10
TOTAL	40	40	40	40

4.3 Análise de difração de raios X

A análise de difração de raios X (DRX) foi realizada em um difratômetro (X'PERT, Philips) utilizando padrão de varredura do tipo contínuo e ângulos inicial e final de 4° e 90°, respectivamente. As análises foram realizadas para os materiais cerâmicos contendo zircônia (Y-TZP e ICZ), sendo analisadas as faces polidas dos espécimes submetidas à tração durante a ciclagem e no ensaio de resistência à flexão. Para interpretação dos dados de difratometria de raios X foi utilizado o software X'Pert High Score Plus, usando como base as intensidades relativas aos cartões JCPDS 42-1468 (alumina) e 081-1547 (zircônia tetragonal).

4.4 Análise dos resultados

Para os espécimes do grupo controle, os resultados de resistência à fratura foram analisados por meio da análise de variância e teste de Tukey com nível global de significância de 5%. Esses dados também foram avaliados através da análise estatística de Weibull para determinação de dois parâmetros de distribuição: o módulo de Weibull, m , e a resistência característica, σ_0 , estimados pelo método de probabilidade máxima (*maximum likelihood*) (56, 57). A comparação da resistência do grupo controle com aquela obtida após as ciclagens foi feita por meio do teste t de Student com nível global de significância de 5%.

5 RESULTADOS

A tabela 5.1 apresenta os valores médios de resistência (σ) dos materiais na condição controle (sem ciclagem mecânica) e também os resultados de resistência característica (σ_0), que indica o valor de resistência do material correspondente a uma probabilidade de fratura de 63,2%, e módulo de Weibull (m), que indica a confiabilidade do material tomando-se como base a dispersão dos dados de resistência, ambos obtidos por meio da análise de Weibull.

O teste de análise de variância mostrou que houve semelhança estatística apenas entre os valores de resistência (σ) dos compósitos cerâmicos ICA e ICZ. Esses materiais apresentaram as menores médias de resistência entre os materiais do estudo, com valores de 309,5 MPa e 315,6 MPa para ICA e ICZ, respectivamente. A Y-TZP apresentou o maior valor médio de resistência (786,1 MPa), seguido pela alumina policristalina (AL), que obteve média de 383,5 MPa. É possível notar que a Y-TZP apresentou média de resistência à flexão 105% maior do que a média obtida para AL, 150% maior do que o valor obtido para ICZ e 154% maior do que o valor apresentado por ICA.

Com relação aos valores de resistência característica (σ_0) obtidos na análise de Weibull (Tabela 5.1), também nota-se semelhança estatística apenas entre os valores dos compósitos ICA e ICZ, devido à sobreposição dos intervalos de confiança. Esses materiais apresentaram os menores valores de resistência característica, com médias de 319,8 MPa para ICZ e 328,0 MPa para ICA. O material Y-TZP novamente apresentou o maior valor de σ_0 , com média de 828,0 MPa, seguido pelo valor obtido pela alumina policristalina (404,7 MPa).

Analisando-se os intervalos de confiança dos valores obtidos para o módulo de Weibull (m) (Tabela 5.1), nota-se que os valores foram semelhantes para todos os materiais, sendo o valor de ICA (15,1) o maior numericamente entre os materiais estudados. A curva mais verticalizada apresentada pelo material ICA na figura 5.1 reflete seu maior valor (numérico) de m em relação aos outros materiais estudados.

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

Parâmetro	Material			
	Y-TZP	AL	ICZ	ICA
σ (MPa)	786,1 $\pm$ 96,5 ^a	383,5 $\pm$ 48,2 ^b	315,6 $\pm$ 28,4 ^c	309,5 $\pm$ 23,6 ^c
σ_0 (MPa)	828,0 ^a (790,6 - 866,1)	404,7 ^b (385,1 - 424,7)	328,0 ^c (317,0 - 339,1)	319,8 ^c (311,2 - 328,5)
m	9,0 (6,6-12,1)	8,4 (6,1-11,3)	12,2 (8,9-16,4)	15,1 (11,1-20,3)

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

A tabela 5.2 apresenta o efeito do envelhecimento por ciclagem mecânica na resistência à flexão média dos quatro materiais analisados neste estudo. Para avaliar se houve ou não diferença estatística para os valores de resistência à flexão obtidos entre os grupos controles e ciclados, foi feita uma análise estatística por meio do Teste t de Student, a qual foi realizada de maneira independente para cada material. Observando-se a tabela 5.2 e figura 5.2, nota-se que apenas os compósitos cerâmicos estudados (ICZ e ICA) apresentaram diferença estatisticamente significativa nos valores médios de resistência à flexão quando são comparados os grupos controle e ciclado ($p < 0,05$). As médias obtidas para o material ICZ foram de 315,62 MPa para o grupo controle e 359,1 MPa para o grupo ciclado, indicando um significativo aumento no valor de resistência após a ciclagem mecânica dos espécimes desse material. Já para o ICA, a média do grupo controle foi de 309,5 MPa e de 257,1 MPa para o grupo ciclado, evidenciando uma significativa queda na média de resistência após a ciclagem mecânica. Já as médias obtidas para os dois grupos de Y-TZP e AL (controle e ciclados) foram semelhantes.

A figura 5.3 apresenta uma análise dos coeficientes de variação (CV) obtidos para todos os grupos experimentais. Nota-se que apenas o Y-TZP, não teve seu valor de CV aumentado após realização da ciclagem mecânica. Os outros materiais do estudo apresentaram aumento do CV após ciclagem mecânica com valores de 13% e 19% para AL, 9% e 14% para ICZ e de 8% a 12% para ICA nos grupos controle e ciclado, respectivamente. A figura 5.4 apresenta os dados individuais dos valores de resistência obtidos para os quatro materiais em todas as condições experimentais.

Tabela 5.2 – Valores de resistência média (com respectivo desvio-padrão, DP e coeficiente de variação, CV), mínima e máxima. Os valores de p referem-se às comparações pareadas dos valores de cada material. Para um mesmo material, valores seguidos da mesma letra são estatisticamente semelhantes ($p > 0,05$)

Material	Ciclagem Mecânica	Resistência média (MPa)	DP	CV (%)	Resistência mínima (MPa)	Resistência máxima (MPa)	p
Y-TZP	Não	786,1 ^a	96,5	12	613,0	966,9	0,11
	Sim	841,7 ^a	87,4	10	725,5	984,8	
AL	Não	383,5 ^a	48,2	13	291,0	482,8	0,43
	Sim	405,4 ^a	78,6	19	282,1	511,6	
ICZ	Não	315,6 ^b	28,4	9	236,2	369,5	0,045
	Sim	359,1 ^a	49,7	14	303,0	431,5	
ICA	Não	309,5 ^a	23,6	8	244,1	351,5	0,000
	Sim	257,2 ^b	29,9	12	205,8	299,0

Figura 5.2 – Resistência à flexão em função do material e da condição experimental (com ou sem ciclagem mecânica)

Figura 5.3 – Coeficiente de variação dos grupos controle e ciclado de todos os materiais do estudo

Figura 5.4 - Resistência à flexão dos grupos controle e ciclados de todos os materiais do estudo

Analisando-se as imagens representativas do número de pedaços dos discos fraturados no teste de resistência à flexão (Figura 5.5) é possível notar que os espécimes apresentaram padrões de fratura com 2, 3 e 4 pedaços. As figuras 5.6 e 5.7 apresentam os valores de resistência à flexão em função do número de pedaços gerados após o ensaio de flexão de cada espécime para os grupos controle e ciclado. O material Y-TZP sofreu alteração no número de pedaços em função dos grupos, sendo que espécimes do grupo controle fraturaram em 2, 3 e 4 pedaços, enquanto os espécimes do grupo ciclado fraturaram em 2 e 3 pedaços apenas. Também é perceptível para esse material (grupo controle) uma tendência no aumento do valor de resistência à flexão dos espécimes que apresentaram maior número de pedaços. Os espécimes de AL fraturaram com 2, 3 e 4 pedaços nas duas condições experimentais, sendo perceptível um maior número de espécimes fraturando em 3 pedaços em ambos os grupos. Todos os espécimes de ICZ, tanto do grupo controle, quanto do grupo ciclado, apresentaram 2 fragmentos. O compósito ICA apresentou espécimes fragmentados em 2 e 3 pedaços para ambos os grupos. Não foi possível estabelecer correlação entre o número de fragmentos e os valores de resistência à flexão para AL, ICZ e ICA.

(a)

(b)

(c)

Figura 5.5 – Imagens representativas dos padrões macroscópicos de trincas encontrados nos grupos de materiais estudados: (a) 2 pedaços; (b) 3 pedaços e (c) 4 pedaços

Figura 5.6 - Resistência à flexão em função do número de pedacos dos espécimes fraturados do grupo controle dos diferentes materiais

Figura 5.7 - Resistência à flexão em função do número de pedacos dos espécimes fraturados do grupo ciclado dos diferentes materiais

As figuras 5.8, 5.9, 5.10 e 5.11 apresentam os padrões de DRX das superfícies polidas de amostras de Y-TZP e ICZ dos grupos controle e ciclado. O material Y-TZP, apresentou apenas picos de difração correspondentes à fase da zircônia tetragonal tanto no grupo ciclado como no controle (Zirconium Yttrium Oxide). Os padrões de DRX da superfície polida dos discos do ICZ foram semelhantes para os dois grupos experimentais (controle e ciclados) e mostraram picos de difração correspondentes à fase alumina (Al_2O_3) e à fase zircônia tetragonal (ZrO_2), não tendo sido observados picos referentes à fase monoclinica da zircônia.

Figura 5.8 – Padrões de DRX da superfície polida de amostras de Y-TZP dos grupos controle e ciclado

Figura 5.9 – Padrões de DRX da superfície polida de amostras de Y-TZP dos grupos controle e ciclado com foco nos valores de 2θ entre 27 e 33

Figura 5.10 – Padrões de DRX da superfície polida de amostras de ICZ dos grupos controle e ciclado

Figura 5.11 – Padrões de DRX da superfície polida de amostras de ICZ dos grupos controle e ciclado com foco nos valores de 2θ entre 27 e 33

6 DISCUSSÃO

A partir dos valores de resistência à flexão obtidos para os espécimes deste estudo após a aplicação de ciclagem mecânica durante 3 milhões de ciclos a uma frequência de 1 Hz, foi possível constatar alterações significativas na resistência à flexão dos dois compósitos cerâmicos estudados, ICZ e ICA (Tabela 5.2). O material ICA apresentou diminuição significativa na resistência à flexão após a ciclagem mecânica, enquanto o ICZ apresentou aumento significativo de sua média de resistência. Nas cerâmicas policristalinas analisadas (AL e Y-TZP), a ciclagem mecânica não causou alterações significativas na resistência à flexão.

Esse trabalho apresenta resultados semelhantes em parte a um estudo pioneiro desta linha de pesquisa (17) que demonstrou que discos de Y-TZP, AL e ICZ com espessuras de 1 mm e 2 mm submetidos a ciclagem mecânica com 1 milhão de ciclos (correspondente a um tempo de uso clínico de 1 ano), e frequência de 2 Hz, não sofreram alterações significativas na resistência à flexão. Entretanto, o comportamento do ICZ no presente estudo diferiu daquele observado no estudo acima citado, já que uma maior quantidade de ciclos (3 milhões) provocou um aumento da resistência à flexão desse material. Os resultados de outra pesquisa (23), mostraram que a ciclagem mecânica de PPFs de três elementos com infraestrutura confeccionada em Y-TZP, AL e ICZ, relacionam-se com o presente estudo da mesma maneira, já que uma ciclagem mecânica de 1 milhão (140 N a 2 Hz) de ciclos não causou alteração na resistência à fratura das PPFs analisadas.

Um fato importante de ser ressaltado é a diferença entre as tensões de tração geradas nos espécimes em forma geométrica (discos) usados no presente estudo e as tensões calculadas em espécimes no formato de PPFs (23). A tensão de tração gerada nas faces dos discos submetidas a cargas de flexão biaxial durante a ciclagem mecânica foi maior do que a máxima principal observada por meio da análise de elementos finitos para as PPFs. No presente estudo, os valores de tensão (MPa) gerados a partir da aplicação de uma carga fixa de 50 N, foram de 68,1 para Y-TZP, 65,5 para ICA e 64,6 para AL e ICZ. No estudo envolvendo PPFs (23), a análise de elementos finitos demonstrou

que a tensão gerada na região cervical da área de conector do material de infra-estrutura (Y-TZP, AL ou ICZ) variou ao redor de 7,0 MPa. Vale lembrar que nesse caso a simulação das PPFs considerou um recobrimento com a camada de porcelana.

Levando-se em consideração os fatos citados acima e que o protocolo de ciclagem aplicado (3 milhões de ciclos) corresponde a um tempo clínico de 3 anos (41, 42), os resultados apresentados no presente trabalho são bastante favoráveis aos materiais Y-TZP, AL e ICZ, pois indicam que esses materiais são capazes de resistir às tensões cíclicas geradas durante a mastigação sem que ocorra degradação significativa da resistência mecânica. Porém, é necessário destacar que a simulação da mastigação *in vitro* realizada no presente estudo não apresenta algumas características observadas na cavidade oral como deslizamento entre os dentes, intervalos entre os ciclos mastigatórios (entre o tempo de deglutição e transporte do alimento à cavidade oral e entre as refeições ao longo do dia), impacto do bolo alimentar, presença de biofilme, ação da escovação, e alteração de temperatura e pH.

Deve-se também ressaltar que a tensão gerada durante o experimento pode não ter sido suficiente para causar degradação significativa nos materiais AL e Y-TZP. Como já explicado, durante a ciclagem mecânica, o nível de tensão gerado para esses materiais foi de 68,1 MPa para Y-TZP e 64,6 MPa para AL, valores que estão abaixo do limite de fadiga desses materiais. Segundo um estudo anterior (58) o limite de fadiga da cerâmica Y-TZP está entre 470 e 720 MPa, dependendo da forma de processamento do material.

A diminuição significativa de 16,9% da resistência do material ICA observada no presente estudo após a ciclagem mecânica de 3 milhões de ciclos demonstrou que esse material é significativamente mais susceptível aos intempéries da cavidade bucal do que os materiais policristalinos e o compósito contendo zircônia (ICZ). Para explicar esse comportamento pode-se destacar que ICA apresenta menor coeficiente de susceptibilidade ao crescimento subcrítico ($n=31,1$), em comparação aos valores encontrados para Y-TZP ($n=76$), AL ($n=72$) e ICZ ($n=54$) (23, 34). Um menor coeficiente n indica que o material cerâmico é mais susceptível ao crescimento subcrítico de defeitos e, portanto, o seu tempo de vida clínico deve ser menor. Entretanto, é importante ressaltar que esses valores foram obtidos a partir do ensaio de fadiga

dinâmica, o qual utiliza uma carga constante e, portanto, não leva em conta possíveis efeitos advindos da variação da carga nos múltiplos ciclos mastigatórios. A maior susceptibilidade ao crescimento subcrítico do material ICA tem sido creditada à presença de uma significativa fração de fase vítrea nesse material, a qual é muito susceptível ao fenômeno de SCG em água e geralmente apresenta os menores valores de n em estudos que comparam diferentes cerâmicas (59).

Além de levar em consideração os níveis de tensão gerados durante a ciclagem mecânica realizada neste estudo, também é de suma importância considerar o fator de intensidade de tensão limite (K_{I0}) que auxilia na determinação do crescimento subcrítico de trincas. Esse fator foi apresentado na revisão de literatura desse trabalho e está representado na figura 2.3. Seria importante que durante a ciclagem mecânica os níveis de tensão gerados resultassem em um nível de K que estivesse entre K_{I0} e K_{Ic} . Como a ciclagem mecânica foi realizada com o objetivo de analisar a degradação da resistência e leva em consideração a ocorrência do crescimento de defeitos intrínsecos no material, um valor de K acima do limite K_{I0} iria garantir o SGC, fenômeno importante no presente estudo. Por outro lado, um valor de K abaixo de K_{Ic} possibilita que o material não frature durante a ciclagem mecânica, já que K_{Ic} é o fator de intensidade de tensão crítico, que indica o ponto limite para ocorrência da fratura catastrófica (60).

Como proposta de um estudo futuro, será importante realizar uma análise fractográfica, em que se realize análise de microscopia eletrônica de varredura, para detalhamento dos defeitos intrínsecos (tamanho e geometria) dos materiais estudados afim de se determinar o valor de K durante a ciclagem mecânica. Juntamente com o valor de K_{I0} poderemos afirmar com segurança se o valor de K situa-se no intervalo de interesse para a realização da ciclagem mecânica ($K_{I0} < K < K_{Ic}$).

A tabela 5.2 e figura 5.3 mostram que os materiais cerâmicos ICA, ICZ e AL apresentaram um aumento do coeficiente de variação após a aplicação do protocolo de ciclagem, sendo que apenas a Y-TZP não mostrou esse comportamento. O aumento do coeficiente de variação pode ser considerado uma indicação de que a ciclagem mecânica pode ter causado um certo nível de crescimento subcrítico de defeitos nesses materiais. Esse crescimento pode ter

ocorrido com diferentes velocidades nos diversos defeitos presentes nos espécimes, resultando em uma maior variabilidade na resistência à flexão após a ciclagem mecânica apesar de não ter sido detectada alteração significativa dos valores de resistência após a ciclagem mecânica para alguns grupos. Um estudo também observou aumento do coeficiente de variação após ciclagem mecânica para os materiais Y-TZP, AL e ICZ (17). Nota-se uma diferença entre os dois trabalhos com relação ao comportamento do Y-TZP, como já descrito nessa discussão, devido possivelmente às diferenças entre os protocolos de ciclagem aplicados nesses estudos. Outro estudo que avaliou o efeito da ciclagem mecânica em PPFs com infraestrutura em Y-TZP, AL e ICZ também obteve aumento do coeficiente de variação dos valores de carga de fratura dos três materiais (23). Esse achado é importante do ponto de vista clínico, pois indica que a ciclagem mecânica pode causar uma diminuição na confiabilidade e na previsibilidade da resistência desses materiais.

Dessa forma, uma proposta de estudo futuro seria realizar a análise estatística de Weibull para os grupos nas duas condições experimentais (controle e ciclado), para analisar se haveria diferença estatisticamente significativa na confiabilidade dos materiais após ciclagem mecânica. Entretanto, para viabilizar esse tipo de análise será preciso confeccionar e ciclar um grande número de espécimes (30) em cada grupo experimental.

A ausência de degradação significativa na resistência dos materiais Y-TZP e AL e o aumento nos valores de resistência após ciclagem mecânica do compósito ICZ podem estar relacionados à microestrutura desses materiais. No caso do material AL, os grãos de alumina presentes na parede da trinca podem sofrer embricamento mecânico, agindo como um mecanismo tenacificador e impedindo a propagação do defeito. No caso dos materiais que contêm zircônia em sua composição (Y-TZP e ICZ), o principal mecanismo de tenacificação é a transformação martensítica dos grãos de zircônia. Nessa transformação, induzida pela concentração de tensão ao redor do defeito, cristais passam de tetragonais para monoclinos promovendo uma expansão volumétrica local de 3 a 5%, comprimindo os defeitos e impedindo o seu crescimento (19, 21). Em relação ao ICZ, sabe-se que a infiltração do vidro elimina praticamente as porosidades da estrutura obtida a partir do bloco pré sinterizado, obtendo assim, um material com alta resistência. Além disso, a técnica de infiltração

gera tensões residuais de compressão em camadas mais profundas da estrutura podendo causar a transformação de fases nos cristais de zircônia presentes nessa região (61).

A análise de DRX realizada no presente estudo nas superfícies dos espécimes submetidas à tração não detectou presença de fase monoclínica nos materiais que apresentam zircônia em sua composição (Y-TZP e ICZ) após a ciclagem mecânica. Embora seja possível que tensão aplicada estivesse abaixo do mínimo necessário para que ocorresse essa transformação, é preciso considerar que a análise por difração de raios x não tenha sido sensível o suficiente para detectar pequenas quantidades de fase monoclinica nesses materiais. Esse resultado se mostra coerente com o fato da Y-TZP não ter sofrido nenhuma alteração significativa na sua resistência à flexão. Já ao analisarmos o compósito ICZ, nota-se que houve um aumento significativo dos valores de resistência, o que pode indicar que esse material pode ter sofrido alguma mudança de fase induzida pela presença de tensões de compressão, a qual não foi detectada pela técnica do DRX.

7 CONCLUSÃO

1. Com relação ao efeito do envelhecimento por ciclagem mecânica (3 milhões de ciclos) sobre a resistência à flexão das cerâmicas estudadas, foi possível concluir que apenas o compósito ICA apresentou diminuição significativa nos valores de resistência à flexão após a aplicação do protocolo de envelhecimento. Os outros materiais do estudo não sofreram degradação da resistência, sendo que, ICZ apresentou aumento significativo nos valores de resistência à flexão após a ciclagem mecânica e as médias obtidas para os dois grupos de Y-TZP e AL (controle e ciclados) foram semelhantes. Esses materiais mostraram, portanto, um melhor desempenho mecânico após uma simulação de três anos de utilização clínica. Dessa forma, a primeira hipótese testada foi parcialmente aceita.
2. Com relação ao efeito da ciclagem mecânica no conteúdo de zircônia monoclinica nas cerâmicas Y-TZP e ICZ, foi possível concluir que o protocolo de ciclagem não causou aumento dessa fase na superfície desses materiais. Dessa forma, não foi possível atribuir o comportamento mecânico desses materiais a uma possível transformação martensítica nessas cerâmicas que contém zircônia. Portanto, a segunda hipótese foi rejeitada.

REFERÊNCIAS¹

1. Kelly JR. Ceramics in restorative and prosthetic dentistry. *Annu Rev Mater Sci.* 1997;27:443-68.
2. Lucas LC, Lemons JE. Biodegradation of restorative metallic systems. *Advances in Dental Research*, Vol 6. 1992:32-7.
3. Sorensen JA, Cruz M, Mito WT, Raffeiner O, Meredith HR, Foser HP. A clinical investigation on three-unit fixed partial dentures fabricated with a lithium disilicate glass-ceramic. *Practical periodontics and aesthetic dentistry : PPAD.* 1999;11(1):95-106.
4. Raigrodski AJ. Contemporary materials and technologies for all-ceramic fixed partial dentures: A review of the literature. *J Prosthet Dent.* 2004;92(6):557-62.
5. Barsoum MV. *Fundamental of ceramics.* NY: McGraw Hill; 1997. 668 p.
6. Quinn GD, Studart AR, Hebert C, VerHoef JR, Arola D. Fatigue of zirconia and dental bridge geometry: Design implications. *Dent Mater.* 2010;26(12):1133-6.
7. Kelly JR, Tesk JA, Sorensen JA. Failure of All-Ceramic Fixed Partial Dentures in-Vitro and in-Vivo - Analysis and Modeling. *J Dent Res.* 1995;74(6):1253-8.
8. Olsson KG, Furst B, Andersson B, Carlsson GE. A long-term retrospective and clinical follow-up study of In-Ceram Alumina FPDs. *Int J Prosthodont.* 2003;16(2):150-6.
9. Della Bona A, Kelly JR. The clinical success of all-ceramic restorations. *J Am Dent Assoc.* 2008;139:8S-13S.
10. Sailer I, Feher A, Filser F, Gauckler LJ, Luthy H, Hammerle CHF. Five-year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures. *Int J Prosthodont.* 2007;20(4):383-8.

¹De acordo com o Estilo Vancouver.

11. Sailer I, Pjetursson BE, Zwahlen M, Hammerle CHF. A systematic review of the survival and complication rates of all-ceramic and metal-ceramic reconstructions after an observation period of at least 3 years. Part II: fixed dental prostheses. *Clin Oral Implan Res.* 2007;18:86-96.
12. Anusavice KJ, Lee RB. Effect of Firing Temperature and Water Exposure on Crack-Propagation in Unglazed Porcelain. *J Dent Res.* 1989;68(6):1075-81.
13. Kohorst P, Dittmer MP, Borchers L, Stiesch-Scholz M. Influence of cyclic fatigue in water on the load-bearing capacity of dental bridges made of zirconia. *Acta Biomater.* 2008;4(5):1440-7.
14. Belli R, Frankenberger R, Appelt A, Schmitt J, Baratieri LN, Greil P, et al. Thermal-induced residual stresses affect the lifetime of zirconia-veneer crowns. *Dent Mater.* 2013;29(2):181-90.
15. Itinoche KM, Ozcan M, Bottino MA, Oyafuso D. Effect of mechanical cycling on the flexural strength of densely sintered ceramics. *Dent Mater.* 2006;22(11):1029-34.
16. Curtis AR, Wright AJ, Fleming GJP. The influence of simulated masticatory loading regimes on the bi-axial flexure strength and reliability of a Y-TZP dental ceramic. *J Dent.* 2006;34(5):317-25.
17. Fukushima KA. Efeito do envelhecimento por ciclagem mecânica sobre a resistência à flexão de cerâmicas odontológicas. [dissertação]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2011.
18. Giordano RA, Pelletier L, Campbell S, Pober R. Flexural Strength of an Infused Ceramic, Glass-Ceramic, and Feldspathic Porcelain. *J Prosthet Dent.* 1995;73(5):411-8.
19. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part I. Pressable and alumina glass-infiltrated ceramics. *Dent Mater.* 2004;20(5):441-8.
20. Lawn BR, Deng Y, Thompson VP. Use of contact testing in the characterization and design of all-ceramic crownlike layer structures: A review. *J Prosthet Dent.* 2001;86(5):495-510.

21. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater.* 2004;20(5):449-56.
22. 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.
23. Borba M. Comportamento mecânico de cerâmicas utilizadas na confecção de próteses parciais fixas. [tese]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2010.
24. Luthy H, Filser F, Loeffel O, Schumacher M, Gauckler LJ, Hammerle CHF. Strength and reliability of four-unit all-ceramic posterior bridges. *Dent Mater.* 2005;21(10):930-7.
25. 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.
26. Heuer AH, Claussen N, Kriven WM, Ruhle M. Stability of Tetragonal ZrO₂ Particles in Ceramic Matrices. *J Am Ceram Soc.* 1982;65(12):642-50.
27. Cottom BA, Mayo MJ. Fracture toughness of nanocrystalline ZrO₂-3mol% Y₂O₃ determined by vickers indentation. *Scripta Mater.* 1996;34(5):809-14.
28. Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater.* 2008;24(3):299-307.
29. Guin JP, Wiederhorn SM. Crack growth threshold in soda lime silicate glass: role of hold-time. *J Non-Cryst Solids.* 2003;316(1):12-20.
30. Chevalier J, Olagnon C, Fantozzi G. Subcritical crack propagation in 3Y-TZP ceramics: Static and cyclic fatigue. *J Am Ceram Soc.* 1999;82(11):3129-38.
31. Kobayashi K, Kuwajima H, Masaki T. Phase-Change and Mechanical-Properties of ZrO₂-Y₂O₃ Solid Electrolyte after Aging. *Solid State Ionics.* 1981;3-4(Aug):489-93.

32. Morena R, Beaudreau GM, Lockwood PE, Evans AL, Fairhurst CW. Fatigue of Dental Ceramics in a Simulated Oral Environment. *J Dent Res*. 1986;65(7):993-7.
33. Gonzaga CC, Yoshimura HN, Cesar PF, Miranda WG. Subcritical crack growth in porcelains, glass-ceramics, and glass-infiltrated alumina composite for dental restorations. *J Mater Sci-Mater M*. 2009;20(5):1017-24.
34. 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.
35. Green DJ. An introduction to the mechanical properties of ceramics. Cambridge: Cambridge University Press; 1998.
36. Marocho SMS, Studart AR, Bottino MA, Della Bona A. Mechanical strength and subcritical crack growth under wet cyclic loading of glass-infiltrated dental ceramics. *Dent Mater*. 2010;26(5):483-90.
37. Pinto MM, Cesar PF, Rosa V, Yoshimura HN. Influence of pH on slow crack growth of dental porcelains. *Dent Mater*. 2008;24(6):814-23.
38. Woda A, Foster K, Mishellany A, Peyron MA. Adaptation of healthy mastication to factors pertaining to the individual or to the food. *Physiol Behav*. 2006;89(1):28-35.
39. DeLong R, Douglas WH. Development of an artificial oral environment for the testing of dental restoratives: bi-axial force and movement control. *J Dent Res*. 1983;62(1):32-6.
40. DeLong R, Sakaguchi RL, Douglas WH, Pintado MR. The wear of dental amalgam in an artificial mouth: a clinical correlation. *Dent Mater*. 1985;1(6):238-42.
41. Wiskott HW, Nicholls JI, Belser UC. Stress fatigue: basic principles and prosthodontic implications. *Int J Prosthodont*. 1995;8(2):105-16.
42. Winkler S, Ring K, Ring JD, Boberick KG. Implant screw mechanics and the settling effect: overview. *The Journal of oral implantology*. 2003;29(5):242-5.

43. Molnar S. Mechanical simulation of human chewing motions. *J Dent Res.* 1968;47(4):559-63.
44. Usui T, Maki K, Toki Y, Shibasaki Y, Takanobu H, Takanishi A, et al. Measurement of mechanical strain on mandibular surface with mastication robot: influence of muscle loading direction and magnitude. *Orthod Craniofac Res.* 2003;6 Suppl 1:163-7; discussion 79-82.
45. Hannam AG. Dynamic modeling and jaw biomechanics. *Orthod Craniofac Res.* 2003;6 Suppl 1:59-65.
46. Hannam AG, Stavness I, Lloyd JE, Fels S. A dynamic model of jaw and hyoid biomechanics during chewing. *J Biomech.* 2008;41(5):1069-76.
47. Caroena G, Mori M, Gesualdi MR, Liberti EA, Ferrara E, Muramatsu M. Mastication effort study using photorefractive holographic interferometry technique. *J Biomech.* 2010;43(4):680-6.
48. Durner J, Glasl B, Zaspel J, Kunzelmann KH, Hickel R, Reichl FX. Release of TEGDMA from composite during the chewing situation. *Dent Mater.* 2010;26(7):e197-204.
49. Heintze SD, Faouzi M, Rousson V, Ozcan M. Correlation of wear in vivo and six laboratory wear methods. *Dent Mater.* 2012;28(9):961-73.
50. Kohal RJ, Wolkewitz M, Mueller C. Alumina-reinforced zirconia implants: survival rate and fracture strength in a masticatory simulation trial. *Clin Oral Implants Res.* 2010;21(12):1345-52.
51. Rosentritt M, Behr M, van der Zel JM, Feilzer AJ. Approach for valuating the influence of laboratory simulation. *Dent Mater.* 2009;25(3):348-52.
52. Lawson NC, Cakir D, Beck P, Litaker MS, Burgess JO. Characterization of third-body media particles and their effect on in vitro composite wear. *Dent Mater.* 2012;28(8):E118-E26.
53. Kunzelmann KH, Burkle V, Bauer C. Two-body and three-body wear of glass ionomer cements. *Inte j paediatric dent.* 2003;13(6):434-40.

54. Yesil ZD, Alapati S, Johnston W, Seghi RR. Evaluation of the wear resistance of new nanocomposite resin restorative materials. *J Prosthet Dent.* 2008;99(6):435-43.
55. ASTM. Test Method for Biaxial Flexure Strength (Modulus of Rupture) of Ceramic Substrates. ASTM F394-7. 1996.
56. ASTM. Standard Practice for Reporting Uniaxial Strength Data and Estimating Weibull Distribution Parameters for Advanced Ceramics. ASTM C1239-2000.
57. Weibull W. A statistical distribution of wide applicability. *J Appl Mech.* 1951;18:293-7.
58. Scherrer SS, Cattani-Lorente M, Vittecoq E, de Mestral F, Griggs JA, Wiskott HWA. Fatigue behavior in water of Y-TZP zirconia ceramics after abrasion with 30 μ m silica-coated alumina particles. *Dent Mater.* 2011;27(2):E28-E42.
59. Gonzaga CC, Cesar PF, Miranda WG, Yoshimura HN. Determination of the slow crack growth susceptibility coefficient of dental ceramics using different methods. *J Biomed Mater Res B.* 2011;99B(2):247-57.
60. Cesar PF, Yoshimura HN, Miranda WG, Miyazaki CL, Muta LM, Rodrigues LE. Relationship between fracture toughness and flexural strength in dental porcelains. *J Biomed Mater Res B.* 2006;78B(2):265-73.
61. Balakrishnan A, Panigrahi BB, Sanosh KP, Chu MC, Kim TN, Cho SJ. Effect of high thermal expansion glass infiltration on mechanical properties of alumina-zirconia composite. *B Mater Sci.* 2009;32(4):393-9.