UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE BAURU

MARCELA FERRAZ CATRAMBY

**Avaliação do comportamento mecânico e da microestrutura de
duas marcas comerciais de zircônia monolítica 3Y-TZP sob
influência de diferentes parâmetros de sinterização**

BAURU
2014

MARCELA FERRAZ CATRAMBY

**Avaliação do comportamento mecânico e da microestrutura de
duas marcas comerciais de zircônia monolítica 3Y-TZP sob
influência de diferentes parâmetros de sinterização**

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de Bauru da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Doutora em Ciências no Programa de Ciências Odontológicas Aplicadas, na área de concentração Reabilitação Oral.

Orientador: Prof. Dr Accacio Lins do Valle

Versão corrigida

BAURU
2014

C17a Catramby, Marcela Ferraz
Avaliação do comportamento mecânico e da microestrutura de duas marcas comerciais de zircônia monolítica 3Y-TZP sob influência de diferentes parâmetros de sinterização/ Marcela Ferraz Catramby – Bauru, 2014.

117 p. : il. ; 31cm.

Tese (Doutorado) – Faculdade de Odontologia de Bauru. Universidade de São Paulo

Orientador: Prof. Dr. Accacio Lins do Valle

Nota: A versão original desta tese encontra-se disponível no Serviço de Biblioteca e Documentação da Faculdade de Odontologia de Bauru – FOB/USP.

Autorizo, exclusivamente para fins acadêmicos e científicos, a reprodução total ou parcial desta dissertação/tese, por processos fotocopiadores e outros meios eletrônicos.

Assinatura:

Data:

FOLHA DE APROVAÇÃO

DEDICATÓRIA

*Dedico este trabalho aos meus amores **Marquinhos** e **Léo**,
integrantes da linda família construída ao longo desta jornada e que tanto me apoia
na realização de meus mais grandiosos sonhos*

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador, **Prof. Dr. Accacio Lins do Valle**, a quem devo não apenas a gratidão da orientação ao longo de toda a trajetória de minha formação profissional, como o cuidado humano e atenção pessoal dispensados nos momentos de dificuldade.

Aos meus “orientadores” por adoção e grandes “fabricantes de idéias”, **Prof. Dr. Carlos Nelson Elias** e **Prof. Dr. Claudinei dos Santos**, por abrirem as portas de suas instituições e contribuírem sobremaneira para a realização deste trabalho.

Ao Prof. **Heraldo Elias Salomão dos Santos**, doutorando e colega de profissão, cuja valiosa experiência, disponibilidade e inestimável participação em todas as etapas deste trabalho tornaram possíveis sua concretização.

Aos **Professores do Departamento de Prótese da Fob-USP**, a quem tanto admiro desde os remotos tempos da graduação.

Aos **funcionários do Departamento de Prótese da Fob-USP**, em especial à **Deborah Riêra** e **Cláudia**, sempre gentis na resolução de incontáveis situações.

Ao **Prof Dr. Carlos Eduardo Fancischone**, que com sábios conselhos e vasto conhecimento, ajudou-me a trilhar os caminhos da Reabilitação Oral.

Ao **Prof. Dr. Carlos Eduardo Batista Franco**, que despertou com maestria meu interesse pela carreira de Docência e Pesquisa.

Ao **Laboratório de Prótese RHB** do Rio de Janeiro, em especial ao técnico responsável **Renan** e aos funcionários **Nilton** e **Álvaro**, por toda a gentileza dispensada na sinterização dos corpos de prova da Zircônia Ceramill Zolid (AmannGirrbach)

Ao **Laboratório de Prótese LJ** do Rio de Janeiro, em nome de seu responsável **Luís**, por gentilmente ceder o disco de zircônia Prettau (Zirconzahn) e realizar a sinterização dos corpos de prova.

À TPD **Simone Saad**, por sua dedicada e grandiosa contribuição.

Aos funcionários e técnicos de laboratório do Instituto Militar de Engenharia (IME): **Hector Borja**, **Joel**, **Leonardo** e **Lemos**, pela dedicação e ajuda na realização dos ensaios.

Às funcionárias **Valéria** e **Cilene** do Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF-Rio de Janeiro) no apoio para a realização dos testes de Difração de Raios-X e recobrimento em ouro.

À doutoranda do IME e Professora **Suzana Arleno**, por todo o apoio e companheirismo.

Aos meus pais, **Emílio** e **Cláudia**, pela integral dedicação como avós em minhas inevitáveis ausências.

Às minhas fiéis “escudeiras” **Renata**, **D. Neuza**, **Ana Cláudia**, **Gláucia**, **D. Ângela** e **Luzia**, que mantiveram a ordem do meu lar e da minha família com o coração acolhedor e carinho de mãe.

Aos meus colegas e amigos de doutorado da Fob-USP **Bruno**, **Fábio**, **Lanza**, **Marcelo**, **Paulo**, **Vinícius** e **Priscila** pela formidável troca de conhecimentos.

Aos integrantes de toda **turma de Mestrado do ano de 2009**, aos quais admiro pelo esforço e dinamismo.

Às queridíssimas anfitriãs e amigas **Linda Wang**, **Livia Aguiar**, **Livia Salles** e **Kiki Freitas**, pela convivência e abrigo carinhosos.

Às minhas batalhadoras “orientadas de seminário” **Carol Ortigosa** e **Ana Sílvia**, com as quais muito aprendi quando tive a honra de orientá-las.

Aos Professores e amigos **Daniela Rios** e **Heitor**, pelo grande apoio nos momentos iniciais desta trajetória.

Ao **Cel Marcello**, **Cel Marins**, **Cel Cosentino**, **Cel Paulo**, **Cel Bottrel**, **Ten Cel Enilo**, **Ten Cel Ruecker** e **Cap Marconi**, que acreditaram em meu sonho e na possível contribuição deste crescimento pessoal para a Força Aérea Brasileira.

Aos colegas de equipe e amigos queridos **Daniel**, **Guilherme**, **Aboud**, **Vinícius Lima** e **Tariza** que mantiveram o fluxo das tarefas com competência e dedicação.

Aos **pacientes e alunos de graduação da Fob-USP**, que, com o coração aberto, ofereceram a possibilidade de aprimoramento profissional na carreira docente.

A **Deus**, que me proporcionou saúde e equilíbrio para viabilizar esta grande conquista.

E assim perguntaram:
-Mas por que, ó Deus Glorioso?
-Ora essa!
Sem razão aparente
Surge um sonho insistente
Daqueles que batem na gente
Feito trem acelerado
Não é só para o inteligente
Mas para o sonhador recorrente
Sedento, briguento e valente
E mais do que entusiasmado
E isso é bom à beça!
Não basta, seu curioso?

RESUMO

Cerâmicas a base de zircônia para coroas e próteses fixas monolíticas prometem suprimir a vulnerabilidade ao lascamento de restaurações de múltiplas camadas, proporcionando estética e resistência mecânica simultâneas. No entanto, é possível que as alterações realizadas para maximizar suas propriedades óticas possam afetar a resistência mecânica. O presente estudo teve por objetivo comparar, com base na microestrutura, o comportamento mecânico de duas marcas comerciais de zircônias monolíticas a uma zircônia convencional para infraestruturas, observando ao mesmo tempo algumas variações nos parâmetros de sinterização. As zircônias monolíticas ceramill Zolid e Prettau e a zircônia convencional IPS e.max ZirCAD foram sinterizadas sob a temperatura preconizada pelos respectivos fabricantes, formando os grupos **Z1450**, **P1600** e **I1530**. Adicionalmente, foram criados os grupos **Z1530** e **Z1600**, representados pela zircônia ceramill Zolid submetida a ciclos modificados. Foram confeccionados 13 corpos de prova para cada grupo, os quais foram submetidos aos ensaios de difração de raios-x, densidade, análise do tamanho médio de grão e resistência à flexão em 4 pontos. Os espectros de difração revelaram a presença da fase tetragonal metaestável em todos os grupos antes e após a sinterização. Quanto à densidade, apresentou-se superior a 99% apenas nos grupos formados pelas zircônias Prettau e IPS e.max ZirCAD. O tamanho médio dos grãos permaneceu abaixo de 1µm em todas as situações, sendo maior para o grupo **P1600** (0,814µm) e menor para o grupo **Z1450** (0,463µm). Embora tenha sido observada uma tendência de melhoria nos resultados sob taxa de aquecimento mais lenta, os grupos formados pela zircônia monolíticas ceramill Zolid obtiveram os valores mais baixos de confiabilidade ($m=4,58$ para **Z1530**) e de resistência mecânica ($621,01\pm138,08\text{MPa}$ para **Z1450**). A zircônia Prettau apresentou valores de resistência mecânica mais altos e homogêneos ($864,18\pm118,21\text{MPa}$), contudo inferiores aos da zircônia convencional ($1057,41\pm150,54\text{MPa}$). Os resultados revelam que as zircônias monolíticas sob estudo possuem características microestruturais e propriedades mecânicas distintas das observadas para a zircônia convencional.

Palavras-chave: Cerâmica. Materiais Biomédicos e Odontológicos. Resistência de Materiais.

ABSTRACT

Microstructural and mechanical evaluation of two commercial monolithic 3Y-TZP zirconia under various sintering conditions

Monolithic zirconia ceramics for crown and bridge applications were designed to eliminate chipping trends of bilayered restorations, providing both aesthetic and mechanical strength. Nonetheless, it has been suggested that improvements in optical properties may affect the mechanical strength of these materials. The present study aimed to compare, based on a microstructural analysis, the mechanical behavior of two commercial monolithic zirconia ceramics with a conventional core zirconia material, as well as to verify sintering parameters modifications. Two monolithic zirconia ceramics (Ceramill Zolid and Prettau) and a conventional core zirconia material (IPS e.max ZirCAD) were sintered according to manufacturer's recommendations, forming groups **Z1450**, **P1600** and **I1530**. Extra groups, **Z1530** and **Z1600**, were originated from ceramill Zolid zirconia specimens subjected to modified sintering cycles. The thirteen specimens that were manufactured for each group were submitted to x-ray diffraction analysis, density, average grain size determination and 4-point-bending tests. X-ray diffraction analysis revealed the presence of tetragonal metastable phase in all groups before and after sintering. Relative density found for Prettau and IPS e.max ZirCAD were greater than 99%. The average grain size remained below 1µm for all groups. **P1600** showed the largest grain sizes (0,814µm) while **Z1450** (0,463µm) demonstrated the smallest ones. Groups originated from ceramill Zolid also presented the lowest Weibull modulus ($m=4,58$ for **Z1530**) and flexural strength results (621,01±138,08MPa for **Z1450**), regardless of non significant improvements that were achieved when using a low heating rate protocol. Prettau zirconia showed better mechanical behaviour and a more homogeneous distribution of results (864,18±118,21MPa), although lower than those of IPS e.max ZirCAD zirconia (1057,41±150,54MPa). Findings from this study show that the two commercial monolithic zirconia under analysis developed distinct mechanical properties and microstructural features from data established for conventional zirconia.

Key words: Ceramic. Biomedical and Dental Materials. Material Resistance.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

- FIGURAS

Figura 1 - Discos e blocos de zircônia pré-sinterizados: (a) Ceramill Zolid; (b) IPS e.max ZirCAD (c) Prettau.....	55
Figura 2 - Distribuição dos grupos de acordo com o fabricante e temperatura de sinterização.....	55
Figura 3 - Sequência para caracterização da microestrutura e ensaio mecânico.....	57
Figura 4 - Dispositivo para o corte dos blocos e discos de zircônia e regulagem da distância do disco de corte em relação ao batente vertical.....	58
Figura 5 - Corte dos blocos de zircônia ceramill.....	59
Figura 6 - Detalhe do bisel realizado nas arestas dos corpos de prova de flexão.....	59
Figura 7 - Fornos de sinterização	60
Figura 8 - Medida de massa com um corpo de prova suspenso por um fio de nylon.....	62
Figura 9 - Difratorômetro PANalytical X'Pert PRO.....	65
Figura 10 - Lixamento e polimento das amostras na Politriz Buehler.....	67
Figura 11 - Microscópio eletrônico de Varredura Quantas FEG 250.....	78
Figura 12 - Medidas do diâmetro de Feret	69
Figura 13 - Contornos de grãos sendo traçados no <i>software SketchBook Pro 5.0</i>	69
Figura 14 - Traçado final dos contornos de grãos e arcabouço.....	70
Figura 15 - Exemplo de análise automática de imagem realizada pelo <i>software Image-pro Plus 6.0</i> para determinação do diâmetro de Feret.....	70

Figura 16 - Máquina universal de ensaios EMIC com corpo de prova de flexão posicionado.....	71
Figura 17 - Representação esquemática do ensaio de resistência à flexão em quatro pontos de acordo com a norma ASTM C 1161-08	72
Figura 18 - Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura de acordo com a variação no parâmetro de sinterização.....	83

- GRÁFICOS

Gráfico 1 - Ciclos de sinterização dos grupos <i>Z1450</i> , <i>Z1530</i> , <i>Z1600</i> , <i>I1530</i> e <i>P1600</i>	61
Gráfico 2 - Densidade de massa aparente média apresentada pelos grupos sob estudo.....	79
Gráfico 3 - Segmentos dos difratogramas obtidos na difração de raios-X.....	80
Gráfico 4 - Tamanho médio de grão em função da temperatura de sinterização recomendada para as diferentes marcas comerciais de zircônia.....	82
Gráfico 5 - Tamanho médio de grão em função da variação da temperatura de sinterização na zircônia ceramill Zolid.....	82
Gráfico 6 - Comparativo entre os tamanhos de grão informados pelo fabricante e os tamanhos de grão calculados pelo diâmetro de Feret médio.....	85
Gráfico 7 - Resistência média à fratura dos grupos analisados.....	86
Gráfico 8 - Diagrama de Weibull dos grupos analisados.....	87
Gráfico 9 - Variação da resistência à flexão como função da densidade.....	89

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 -	Estudos clínicos em restaurações unitárias de zircônia (coroas) ..	32
Tabela 2 -	Estudos clínicos em próteses fixas de zircônia.....	32
Tabela 3 -	Parâmetros de sinterização dos corpos de prova.....	60
Tabela 4 -	Parâmetros de varredura das amostras.....	65
Tabela 5 -	Média e desvio padrão de densidade de massa aparente e densidade relativa dos diversos grupos estudados.....	77
Tabela 6 -	Análise de variância dos valores de densidade de massa aparente.....	77
Tabela 7 -	Teste de Tuckey para os valores de densidade de massa aparente.....	78
Tabela 8 -	Tamanhos médios de grão calculados e informados pelo fabricante.....	81
Tabela 9 -	Resistência mecânica à flexão dos diferentes grupos analisados.....	86
Tabela10 -	Análise de variância dos valores de resistência à flexão.....	88
Tabela 11 -	Teste de Tuckey para os valores de resistência à flexão.....	88
Tabela 12 -	Resultados obtidos e análises realizadas.....	90

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	13
2	REVISÃO DE LITERATURA	19
2.1	A ZIRCÔNIA (ZrO_2).....	21
2.1.1	Estrutura cristalina da zircônia (ZrO_2)	22
2.1.2	A zircônia dopada para a estabilização das fases cristalinas	22
2.1.3	Mecanismos de aumento de tenacidade à fratura	23
2.2	INFLUÊNCIA DE PARÂMETROS DE SINTERIZAÇÃO SOBRE A MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES DA ZIRCÔNIA.....	24
2.3	DESEMPENHO CLÍNICO DA ZIRCÔNIA: PRINCIPAIS FALHAS RELACIONADAS.....	31
2.4	TÉCNICAS PARA REDUÇÃO DA INCIDÊNCIA DE FRATURAS COESIVAS (LASCAMENTO).....	35
2.4.1	Desenho anatômico da infraestrutura	37
2.4.2	Tratamentos de superfície	38
2.4.3	Aprimoramento de técnicas de aplicação da cerâmica de cobertura	39
2.4.4	Discrepância do coeficiente de expansão térmica (CET) entre zircônia e cerâmica de cobertura	41
2.4.5	Redução da taxa de resfriamento da cerâmica de cobertura	42
2.4.6	Eliminação da cerâmica de cobertura sobre a zircônia	44
2.5	ZIRCÔNIA TRANSLÚCIDA MONOLÍTICA.....	44
3	PROPOSIÇÃO	47
4	MATERIAL E MÉTODOS	51
4.1	DELINEAMENTO EXPERIMENTAL.....	55
4.2	PREPARO DOS CORPOS DE PROVA.....	58
4.2.1	Corte dos blocos e discos de zircônia	58
4.3	SINTERIZAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA.....	59
4.4	CARACTERIZAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA.....	61
4.4.1	Densidade	61
4.4.2	Caracterização das fases cristalinas nos corpos de prova	64

4.4.3	Caracterização microestrutural.....	66
4.4.3.1	Preparo ceramográfico dos corpos de prova após a sinterização.....	66
4.4.3.2	Determinação do tamanho médio de grão.....	67
4.5	AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS.....	71
4.5.1	Resistência à fratura por flexão.....	71
4.6	TRATAMENTO ESTATÍSTICO DOS DADOS.....	73
5	RESULTADOS.....	75
5.1	DENSIDADE.....	77
5.2	FASES CRISTALINAS.....	79
5.3	TAMANHO MÉDIO DE GRÃO.....	81
5.4	RESISTÊNCIA MECÂNICA À FLEXÃO EM 4 PONTOS.....	85
5.5	INTERAÇÃO DOS RESULTADOS DOS ENSAIOS REALIZADOS.....	89
6	DISCUSSÃO.....	91
7	CONCLUSÕES.....	103
	REFERÊNCIAS.....	107

1 Introdução

1 INTRODUÇÃO

As restaurações metalocerâmicas têm sido amplamente utilizadas na Odontologia por sua alta resistência, longevidade e estética aceitável (VIGOLO; MUTINELLI, 2012; PELAÉZ et al., 2012a; RINKE et al., 2013b). No entanto, novos requerimentos estéticos de pacientes e profissionais estimularam o desenvolvimento de uma grande variedade de sistemas ceramocerâmicos, com melhoria das propriedades óticas e consequente superioridade para mimetizar a estrutura dental (PECHO et al., 2012).

Os sistemas disponíveis pautaram-se nos crescentes avanços das propriedades físicas e mecânicas dos materiais cerâmicos e na busca permanente por estética e alta resistência às demandas funcionais. Alterações nas propriedades, microestrutura, composição química e processo de fabricação foram realizadas para permitir seu uso em uma ampla gama de indicações (GUERRA et al., 2007; GOMES et al., 2008), embora ainda não exista um único sistema capaz de atuar satisfatoriamente em todas as situações clínicas (MARTINS et al., 2010).

Dentre as opções existentes, as cerâmicas de óxido de zircônio policristalino parcialmente estabilizado por óxido de ítrio a 3% mol, também conhecidas como 3Y-TZP, oferecem as mais elevadas propriedades mecânicas, com resistência à flexão média em torno de 1.150MPa e tenacidade à fratura de 5.5-9.4MPa m^{1/2} (GUAZZATO et al., 2004; TRUNEC, 2008). Isto se deve ao domínio do conteúdo cristalino em sua composição e a um mecanismo inerente de tenacificação por transformação de fase induzida por tensão. A adição de óxido de ítrio (Y₂O₃) possibilita a obtenção de uma fase tetragonal metaestável à temperatura ambiente que, sujeita a estímulos termomecânicos, sofre transformação para uma fase monoclinica, com aumento de 3-5% no volume e subsequente inibição da propagação de trincas, resultando em elevação da tenacidade à fratura (VAGKOPOULOS et al., 2009; ANDREIUOLO; GONÇALVES; DIAS, 2011). Tais peculiaridades mecânicas, em conjunto com a introdução de técnicas de fabricação por usinagem, trouxeram grande popularidade para este material, porém algumas de suas propriedades óticas características, especialmente no que se refere a sua reconhecida opacidade, limitam a indicação irrestrita em todos os casos.

De uma forma geral, a translucidez e a resistência mecânica dos sistemas cerâmicos costumam apresentar-se como grandezas inversamente proporcionais (ABOUSHLIB et al., 2008c ; MARTINS et al., 2012). De fato, nas zircônias odontológicas a redução da fase vítrea é tal que a translucidez é próxima de zero. (CHEN et al., 2008). Esta é a principal desvantagem de sua utilização em regiões de alta demanda estética, onde o comportamento ótico dos materiais restauradores deverá ser similar ao do tecido dentário a ser substituído, capaz de refletir, difundir, absorver e transmitir luz (PECHO et al., 2012).

Deste modo, sua indicação restringe-se basicamente à construção de infraestruturas usinadas de próteses, tornando necessária a aplicação de camadas de porcelana ou de vitrocerâmicas a base de leucita ou de dissilicato de lítio como materiais de revestimento estético. Este passo adicional aumenta a complexidade e o custo das restaurações e cria uma interface de união entre cerâmicas com propriedades diferentes, como resistência à flexão, tenacidade à fratura, coeficiente de expansão térmica, condutibilidade e difusibilidade térmicas, entre outros (GUESS et al., 2011). Tal interface tem sido alvo de inúmeros estudos clínicos, que descrevem a fratura coesiva do material de revestimento, também chamada de lascamento ou *chipping*, como a principal complicação técnica encontrada (RAIGRODSKI et al., 2012).

No intuito de solucionar esta questão, em um primeiro momento foram lançados novos materiais a base de óxido de zircônio com melhorias nas propriedades óticas e características de translucidez aumentadas. A reconhecida opacidade foi reduzida, embora ainda fosse recomendada a aplicação de camadas mais finas de cerâmica de cobertura para a finalização das restaurações. Mais recentemente, surgiram as chamadas zircônias monolíticas ou de anatomia completa, que podem ser utilizadas na fabricação de restaurações feitas inteiramente de zircônia, eliminando por completo o uso de outros materiais para a obtenção da estética final. (CARDEN, 2011; MARCHACK et al., 2011; RINKE; FISCHER, 2013).

Esses avanços surgiram com o propósito de dar forma ao antigo desejo de se criar um sistema cerâmico único e ideal para as mais diversas situações clínicas, com versatilidade de manufatura e vantagens do ponto de vista econômico. No entanto, até o presente momento, os estudos *in vitro* ainda são escassos e não existem publicações de estudos prospectivos ou revisões sistemáticas com

comparação de resultados clínicos entre a zircônia convencional e esses novos produtos. Desta forma, não se sabe até que ponto as mudanças feitas para a melhoria da qualidade ótica da zircônia podem alterar sua microestrutura e causar interferências sobre as reconhecidas propriedades físicas e mecânicas deste material.

Além disso, esses lançamentos foram acompanhados por alterações no processo de fabricação dessas restaurações, fundamentalmente nos parâmetros de sinterização, como taxa de aquecimento, temperatura e patamar de sinterização (LUO; ADAK; STEVENS, 1998). Isso exige dos laboratórios de prótese que a sinterização desses produtos seja feita separadamente das zircônias convencionais ou ainda que novos fornos sejam adquiridos, afetando o tempo de trabalho e os custos. Esta situação poderá dificultar a produtividade dos técnicos, induzindo-os a optarem inadvertidamente por um único ciclo de queima conjunta de materiais diversos que requeiram parâmetros próprios.

Torna-se, portanto, essencial não só comparar esses novos produtos com as zircônias 3Y-TZP convencionais, como também verificar se alterações nos parâmetros de sinterização recomendados podem afetar sua microestrutura e, conseqüentemente, suas propriedades e confiabilidade.

2 Revisão de Literatura

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 A ZIRCÔNIA (ZrO_2)

A zircônia (ZrO_2) corresponde à forma oxidada do zircônio (Zr) e é disponibilizada comercialmente sob duas modalidades básicas. A primeira delas é naturalmente derivada do mineral badeleíta. A segunda é derivada sinteticamente da areia de zircônio ($ZrSiO_4$) e se utiliza de um processo de reação de estado sólido para sua obtenção (CARDEN, 2011).

Na Odontologia, a introdução do dióxido de zircônio ou zircônia (ZrO_2) como material restaurador para infraestruturas expandiu os limites de planejamento das restaurações ceramocerâmicas a extensas reconstruções com múltiplas unidades, oferecendo alta confiabilidade e bons índices de sucesso (AL-AMLEH; LYONS; SWAIN, 2010). Mantendo o mesmo princípio das próteses metalocerâmicas, este tipo de restauração agrega a resistência da infraestrutura de zircônia e a estética do material de revestimento cerâmico, combinação esta que tem comprovado seu sucesso clínico ao longo das últimas décadas (RAIGRODSKI et al., 2012).

A zircônia utilizada para a construção de restaurações protéticas é um material policristalino sem fase vítrea. Possui alta opacidade e aspecto esbranquiçado, além de estabilidade química e dimensional únicas, propriedades mecânicas superiores e um módulo de elasticidade similar ao do aço inoxidável (LUO, ADAK, STEVENS, 1998). Os materiais de revestimento estético sobre ela aplicados são constituídos por porcelanas com fase vítrea e cristalina a base de fluorapatita, óxido de alumina ou leucita (ABOUSHELIB et al., 2005), ou ainda por vitrocerâmicas a base dissilicato de lítio, sendo todos eles considerados materiais cerâmicos frágeis e menos resistentes mecanicamente (CHAIYABUTR et al., 2008).

No que se refere à confecção de restaurações protéticas, os avanços na tecnologia de desenho e usinagem de precisão, mais conhecida pela sigla CAD/CAM (desenho assistido por computador/usinagem assistida por computador) tornaram possível sua pronta utilização. Essa tecnologia permite que infraestruturas protéticas simples ou complexas possam ser fabricadas a partir de blocos de zircônia pré-sinterizados ou densamente sinterizados. Para isso, é utilizada uma fresadora automática que recebe informações oriundas de um outro equipamento

responsável pela captura dos preparos dos modelos e pelo desenho virtual da infraestrutura. Esta etapa prévia é realizada com auxílio de um *scanner* e de um programa de computador (GUERRA et al., 2007).

Por meio desta inovação, além da facilitação de sua fabricação, popularizou-se e disseminou-se o uso da zircônia como material restaurador protético.

2.1.1 Estrutura cristalina da zircônia (ZrO_2)

Em seu estado mais puro, a zircônia corresponde a um material polimórfico que ocorre em três formas dependentes de temperatura: monoclinica, tetragonal e cúbica. Sob pressão atmosférica, a fase de estrutura cristalina monoclinica se mantém estável até $1.170^{\circ}C$, quando então sofre transformação para a fase de estrutura cristalina tetragonal. A fase de estrutura cristalina cúbica surge a partir de $2.370^{\circ}C$, e assim permanece até o ponto de fusão, em torno de $2.680^{\circ}C$ (KELLY; DENRY; 2008; DENRY; KELLY, 2008).

Nas zircônias puras, a transformação da fase cúbica para a monoclinica ocorre durante o resfriamento com aproximadamente 5% de expansão volumétrica, o que ocasiona a formação de trincas e a possibilidade de fratura à temperatura ambiente. Portanto, para aplicações biomédicas e estruturais, a zircônia não é utilizada em seu estado puro (GIORDANO; SABROSA, 2010).

2.1.2 A zircônia dopada para a estabilização das fases cristalinas

A adição de outros componentes cerâmicos, denominados óxidos de estabilização ou dopantes, pode alterar a presença e a estabilidade de fases à temperatura ambiente. Óxidos de estabilização como magnésia (MgO), céria (CeO_2), ítria (Y_2O_3) ou cálcia (CaO) são normalmente adicionados à zircônia para retenção da fase tetragonal nesta faixa de temperatura em uma condição metaestável, ou seja, sujeita à mudança de fase (KELLY; DENRY, 2008; VAGKOPOULOS et al., 2009; ANDEREIUOLO; GONÇALVES; DIAS, 2011). Se uma determinada quantidade de componentes for adicionada, cria-se uma zircônia totalmente estabilizada (TSZ), inviabilizando sua transformação para a fase monoclinica. A

adição de quantias menores produz uma zircônia parcialmente estabilizada (GIORDANO; SABROSA, 2010).

A zircônia parcialmente estabilizada (PSZ) não possui quantidade suficiente de dopantes para que seja 100% estabilizada na fase tetragonal, estando sujeita à transformação para a fase monoclinica mediante estímulos. O uso de ítria (Y_2O_3) entre 2 a 5% mol como dopante permite que se obtenha até 98% de fase tetragonal metaestável (KELLY; DENRY, 2008; VAGKOPOULOS et al., 2009).

A zircônia tetragonal policristalina parcialmente estabilizada por ítria, ou Y-TZP, possui excelente biocompatibilidade, além de propriedades físicas, mecânicas e térmicas diferenciadas, o que a tornou popular para o uso em diversas aplicações biomédicas. Entre as grandes vantagens de utilização, podemos citar alta resistência mecânica, tenacidade à fratura e dureza, além de baixa condutibilidade térmica, resistência à corrosão e módulo de elasticidade similar ao do aço inoxidável. A superioridade das propriedades mecânicas está relacionada ao alto conteúdo de fase tetragonal existente (KELLY; DENRY, 2008; VAGKOPOULOS et al., 2009; KOUTAYAS et al., 2009).

2.1.3 Mecanismos de aumento de tenacidade à fratura

Existem três mecanismos envolvidos no processo de aumento da tenacidade da zircônia contendo a fase tetragonal metaestável (ANDREIUOLO, GONÇALVES; DIAS, 2011).

O primeiro deles é conhecido como tenacificação por transformação induzida por tensão. Por meio deste fenômeno, em resposta a estímulos mecânicos, como tensões trativas desenvolvidas nas proximidades de uma trinca que se propaga, a zircônia tetragonal policristalina parcialmente estabilizada transforma-se para a fase monoclinica termodinamicamente mais estável com um aumento local em volume de aproximadamente 4%. Este aumento induz a criação de tensões internas compressivas próximas à extremidade da trinca, com tendência a promover seu fechamento e amortecer de forma efetiva sua propagação, havendo necessidade de maior energia para que a propagação da trinca continue a ocorrer. (KELLY; DENRY, 2008; DENRY; KELLY, 2008; VAGKOPOULOS et al., 2009; KOUTAYAS et al., 2009; ANDREIUOLO; GONÇALVES; DIAS, 2011). Isso confere à zircônia características de resistência mecânica e tenacidade à fratura superiores às

de todos os demais materiais cerâmicos frágeis disponíveis atualmente (GUAZZATO et al., 2004).

A criação de microtrincas nos contornos dos grãos monoclinicos recém-transformados é responsável pelo segundo mecanismo de aumento de tenacidade da zircônia parcialmente estabilizada, denominado de mecanismo de tenacificação por microtrincas. Essas microtrincas são resultantes das tensões produzidas ao redor da partícula transformada e agem como defletoras de propagação nas pontas de trincas maiores. O tamanho crítico de grão interfere sobre este mecanismo (ANDREIUOLO; GONÇALVES; DIAS, 2011).

Por último, a tenacidade pode ser elevada por tensões compressivas presentes na superfície da zircônia como resultado da transformação espontânea de fase tetragonal para monoclinica. Essa transformação pode ocorrer por ausência de restrição próxima à superfície ou pode ser induzida por tratamentos mecânicos (ANDREIUOLO; GONÇALVES; DIAS, 2011).

Dentre as cerâmicas a base de zircônia, a zircônia tetragonal policristalina contendo 3% mol de ítria (3Y-TZP) é a mais utilizada na Odontologia por sua elevada resistência à flexão, entre 900MPa (TINSCHERT et al., 2000) e 1200MPa (GUAZZATO et al., 2005), sendo utilizada especialmente para a confecção de pinos intra-canais, infraestruturas para coroas e próteses parciais fixas, *abutments* de implantes e implantes dentários (KOUTAYAS et al., 2009).

2.2. INFLUÊNCIA DE PARÂMETROS DE SINTERIZAÇÃO SOBRE A MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES DA ZIRCÔNIA

É importante entender a ciência por trás dos mecanismos de sinterização e da evolução da microestrutura das zircônias 3Y-TZP, pois suas propriedades mecânicas são muito sensíveis a esta microestrutura, a qual é efetivamente responsável por determinar tais propriedades (LUO; ADAK; STEVENS, 1998; TEKELI; ERDOGAN, 2002; TRUNEC, 2008; HJERPPE et al., 2009; YANG; RAJ; CONRAD, 2010; KIM et al., 2013). Em geral, estruturas cerâmicas uniformes de alta densidade constituídas por grãos submicrométricos são requisitos essenciais para que se possa fabricar cerâmicas de alta qualidade com boas propriedades mecânicas (TRUNEC, 2008). A resistência e a tenacidade esperadas para estas zircônias estão na dependência da eliminação de porosidades e no controle do

crescimento de grãos durante o processo de sinterização (LUO; ADAK; STEVENS, 1998). Portanto, o processo de sinterização e os parâmetros nele envolvidos são determinantes diretos da densidade, da porosidade e do crescimento de grãos nas zircônias 3Y-TZP (LUO; ADAK; STEVENS, 1998; TEKELI; ERDOGAN, 2002; TRUNEC, 2008; HJERPPE et al., 2009; YANG; RAJ; CONRAD, 2010; KIM et al., 2013).

O aumento da temperatura de sinterização corresponde ao método mais comum e simples para se obter a densificação completa deste material. A densidade final obtida após o processo de sinterização depende das características do pó da matéria prima, particularmente do tamanho das partículas desse pó (JIANG et al., 2011) e do tamanho do aglomerado normalmente formado por elas (LUO; ADAK; STEVENS, 1998). Partículas mais finas podem ser sinterizadas a temperaturas mais baixas (WANG et al., 2011), aumentando a sinterabilidade. No entanto, a aglomeração observada entre as partículas do pó é frequentemente mais importante, pois determina a temperatura final de sinterização e a densidade final do material (LUO; ADAK; STEVENS, 1998).

Neste processo, as partículas adjacentes em um mesmo aglomerado são sinterizadas primeiro. Em seguida, os grãos crescem e se rearranjam com subsequente aumento da densidade (LUO; ADAK; STEVENS, 1998). Portanto as técnicas de preparação e de compactação do pó para a produção dos blocos “verdes” pré-sinterizados, inerentes aos fabricantes, podem determinar as características do aglomerado e influenciar o comportamento de sinterização (LUO; ADAK; STEVENS, 1998; CASOLCO et al., 2008). Dopantes ou impurezas como SiO_2 , Al_2O_3 , CuO , Fe_2O_3 , etc, mesmo em pequenas quantidades, também podem afetar a sinterização por segregação no contorno do grão, formando uma fase no contorno de grão, normalmente vítrea, em combinação com Y_2O_3 e ZrO_2 . (LUO; ADAK; STEVENS, 1998).

No estágio inicial da sinterização, os cristalitos em cada aglomerado são sinterizados e densificados rapidamente. Os poros formados entre as partículas que constituem um mesmo aglomerado (poros intra-aglomerados) possuem tamanhos semelhantes aos dessas partículas e podem ser eliminados prontamente sob baixas temperaturas de sinterização. A sinterização também ocorre nos pontos de contato entre os aglomerados propriamente ditos, que formam os poros inter-aglomerados. Portanto, a rápida contração que acompanha a sinterização dos aglomerados

produzirá tensões de tração entre aglomerados adjacentes (LUO; ADAK; STEVENS, 1998). Essas tensões, se suficientemente grandes, podem separar os aglomerados sinterizados da matriz, aumentando os poros inter-aglomerados e deixando espaços que poderão não se fechar no estágio de sinterização subsequente (LUO; ADAK; STEVENS, 1998; TEKELI; ERDOGAN, 2002).

O fechamento dos poros intra-aglomerados indica que a sinterização atingiu um estágio intermediário. Os poros inter-aglomerados, geralmente maiores do que as partículas do pó, requerem temperaturas ainda mais altas para se fecharem e isso poderá não acontecer completamente (LUO; ADAK; STEVENS, 1998; TEKELI; ERDOGAN, 2002). Sob temperaturas finais mais elevadas, este segundo estágio poderá ser finalizado mais rapidamente, abrindo espaço para que o crescimento do grão, já iniciado desde o primeiro estágio, se torne o fenômeno predominante (TRUNEC, 2008). O aumento da temperatura é necessário para que a sinterização prossiga para o terceiro estágio e a densificação se complete (LUO; ADAK; STEVENS, 1998). O estágio final é sempre acompanhado por uma rápida redução na porosidade (JIANG et al., 2011), sendo importante ressaltar que uma densificação completa é fundamental para que se obtenha propriedades mecânicas otimizadas (LUO; ADAK; STEVENS, 1998).

A temperatura final de sinterização produz um impacto significativo sobre o processo de densificação, que aumenta conforme o aumento da temperatura até um determinado limite, quando então passa a induzir rápido crescimento de grãos e redução na densidade (JIANG et al., 2011). Outro aspecto de importância é a taxa de aquecimento durante o processo de aumento da temperatura. Um aquecimento mais lento em conjunto com um patamar de sinterização apropriado mediante à máxima temperatura recomendada poderão ser benéficos para a prevenção do crescimento excessivo de grãos (WANG et al., 2011; JIANG et al., 2011).

As zircônias 3Y-TZP são sensíveis ao tamanho de grãos dos cristais, que produzem efeitos sobre suas propriedades mecânicas. O mecanismo de crescimento de grão é importante durante a sinterização e está relacionado ao aumento de temperatura (TRUNEC, 2008; HJERPPE et al., 2009; YANG; RAJ; CONRAD; 2010; JIANG et al., 2011). Ele ocorre durante os três estágios do processo de sinterização, com pequeno crescimento nos estágios inicial e intermediário, embora nestes primeiros estágios não corresponda ao fator crítico

responsável pela redução das propriedades mecânicas. (LUO; ADAK; STEVENS, 1998).

O crescimento de grãos só se torna o fenômeno prevalente durante o último estágio, quando passa a interferir na determinação das propriedades da zircônia finalizada (LUO; ADAK; STEVENS, 1998). Este crescimento poderá ser exacerbado pelo prolongamento do tempo de permanência sob esta temperatura, também chamado de patamar de sinterização (TEKELI; ERDOGAN, 2002; TRUNEC, 2008; KIM et al., 2013). Patamares de sinterização prolongados afetam não só o crescimento dos grãos, mas também a aceleração do segundo estágio de sinterização (LUO; ADAK; STEVENS, 1998).

Quando sinterizada sob altas temperaturas por longos períodos, além de um crescimento significativo do tamanho de grãos, a zircônia poderá sofrer redução de propriedades mecânicas, particularmente de sua resistência. Estes parâmetros de temperatura e tempo podem afetar a distribuição de ítria na fase tetragonal e, por consequência, a sua metaestabilidade, além de influenciarem no percentual de fase cúbica que coexiste com a fase tetragonal. Os íons de ítrio (Y^{+3}) tenderão a se concentrar nos grãos cúbicos, promovendo depleção de ítria nos grãos tetragonais adjacentes. Como resultado, poderá haver a segregação do ítrio para os contornos de grãos e esta poderá reagir com os íons de impurezas segregados normalmente como uma fase amorfa. Nesta situação, um crescimento anormal de grãos poderá tomar lugar, formando grãos cúbicos grandes (TEKELI; ERDOGAN, 2002; TRUNEC, 2008). Portanto o controle do conteúdo de impurezas ou a adição de uma quantidade moderada de dopantes poderia ajudar a reduzir a taxa de crescimento de grãos durante os estágios finais de sinterização (LUO; ADAK; STEVENS, 1998).

O efeito de tenacificação por transformação de fase induzida por tensão (transformação da fase tetragonal para monoclinica induzida por tensões) nas cerâmicas 3Y-TZP é dependente do tamanho final de grão. Quanto maiores os grãos tetragonais, maior a propensão de transformação induzida por tensão para uma estrutura de equilíbrio, resultando em tenacidade aumentada. O valor da tenacidade máxima repousa próximo ao tamanho crítico de grão, a partir do qual os grãos tetragonais sofrem transformação tetragonal-monoclinica espontânea (TRUNEC, 2008). Um aumento dos defeitos críticos durante o crescimento de grãos está relacionado à formação de regiões transformadas por indução de tensões na superfície livre e ocorre preferencialmente nas cerâmicas com grãos próximos ao do

tamanho crítico (TRUNEC, 2008). Portanto, parâmetros microestruturais como porosidade, distribuição de tamanho de grão, distribuição de ítria nos grãos, pureza, aglomerado de fases, etc, devem ser levados em consideração para a avaliação da microestrutura. (LUO; ADAK; STEVENS, 1998; TRUNEC, 2008; JIANG et al., 2011; KIM et al. 2013).

Contrariamente à tenacidade à fratura, a resistência da zircônia 3Y-TZP atinge seu valor máximo normalmente sob tamanhos de grão menores (TRUNEC, 2008). No entanto, existe um limite para o aumento da resistência com decréscimo do tamanho de grão, que não pode ser estendido para o nível nanocristalino. A resistência máxima para 3Y-TZP ocorre ao nível submicrométrico, com decréscimo desta resistência para zircônias com tamanhos de grão em níveis nanocristalinos devido à íntima relação entre redução de tamanho de grão e tenacidade à fratura diminuída (TRUNEC, 2008).

Luo, Adak e Stevens (1998) avaliaram a evolução microestrutural e o crescimento de grãos na sinterização de cerâmicas 3Y-TZP, utilizando-se pós de nanopartículas. Os corpos “verdes” preparados a partir dos pós de partida, revelaram dois tipos de porosidade: poros intra-aglomerados e inter-aglomerados, sendo os primeiros resultantes do tamanho inicial do cristal e os últimos, governados pela pressão aplicada para a compactação destes corpos. Foi observado que enquanto os poros intra-aglomerados têm influência apenas no estágio inicial, os poros inter-aglomerados são importantes para a obtenção da densificação final, pois poderão funcionar como poros remanescentes mesmo após se atingir temperatura final de sinterização, reduzindo a densidade do material. Isso mostra que a morfologia do pó e sua agregação, relacionados às técnicas de processamento do pó, podem ser os fatores principais no controle do comportamento da sinterização. Por outro lado, este comportamento não foi afetado pelo tamanho das partículas do pó da matéria-prima, que também não alterou a densidade final ou o tamanho de grão.

Tekeli e Erdogan (2002) estudaram o efeito do crescimento de grãos na deformação superplástica e formação de cavidades em zircônias 3-YTZP. Essa cavitação é considerada uma importante preocupação prática, pois estimula a deterioração nas propriedades sob temperatura ambiente. A nucleação ou o desenvolvimento destas cavidades ocorre a partir de defeitos pré-existent e seu crescimento, coalescência ou interligação levam a falhas prematuras. Os resultados

revelaram a formação de extensas cavidades internas formadas durante deformações sob alta temperatura, que aumentavam em quantidade com o aumento do tamanho de grãos. Para se evitar cavitação, que normalmente é responsável por fraturas precoces, recomendou-se uma distribuição uniforme de tamanho de grão.

Trunec (2008) descreveu a interdependência entre as propriedades mecânicas de zircônia 3Y-TZP de partículas submicrométricas e o tamanho de grão. O crescimento de grãos foi obtido pela ação conjunta do aumento do tempo e da temperatura de sinterização, respectivamente entre 0 a 50 horas e 1.110 a 1.650⁰C. A densidade manteve-se constante até 1.650⁰C, quando então decresceu com o aumento do tempo devido à transformação espontânea de cristais da fase tetragonal para monoclinica, observada nos ensaios de difração de raios-x. Quando relacionada ao tamanho de grão, a densidade apresentou drástica redução somente a partir de tamanhos superiores ao tamanho considerado crítico para a transformação de fase (1,8 μ m). A dureza foi reduzida com o aumento do tamanho de grão, enquanto a tenacidade à fratura manteve-se constante para tamanhos de grão de até 0,4 μ m, aumentando linearmente até seu valor máximo sob tamanho de grão de 1,8 μ m. Acima disto, uma transformação espontânea para a fase monoclinica foi observada. Os ensaios de resistência à flexão de 4 pontos foram comparáveis entre tamanhos de grão de 0,3 μ m e 0,78 μ m, porém com maior dispersão de resultados para os tamanhos de grão maiores. O autor considerou que o efeito da superioridade da tenacidade à fratura para grãos maiores foi suprimido pelo efeito do aumento dos defeitos críticos devido ao crescimento de grãos, resultando em cerâmicas com resistências aparentemente independentes do tamanho de grãos.

Hjerpe et al. (2009), observaram o efeito do tempo de sinterização sobre as propriedades mecânicas da zircônias 3Y-TZP, considerando a possibilidade de possíveis mudanças na resistência em função de variações nas condições de sinterização. Em uma das condições do estudo, discos de zircônia foram sinterizados a temperaturas de 1.500⁰C com tempo de aquecimento de 3 horas e patamar de sinterização de 2 horas. Em outra condição, os discos foram aquecidos até a mesma temperatura final, utilizando-se um tempo de aquecimento de 1 hora e 40 minutos e patamar de sinterização de apenas 1 hora. Metade dos espécimes de cada condição sofreu termociclagem, porém não foram encontradas diferenças estatísticas significativas para as propriedades mecânicas de resistência à flexão biaxial ou para a microdureza Vickers entre os grupos em termos de tempo de

sinterização ou de termoclicagem. O tamanho médio de grão variou entre $0,77\mu\text{m}$ a $1,05\mu\text{m}$ entre os grupos. Os espécimes com tempo de sinterização menores apresentaram tamanhos de grão menores, mas a diferença não foi estatisticamente significativa.

Kim, B.N. et al. (2009), em experimentos de observação dos efeitos da taxa de aquecimento sobre a microestrutura em materiais cerâmicos, observaram que uma taxa de aquecimento lenta permite que o pó cerâmico permaneça no estado de porosidade aberta por mais tempo, o que resulta em uma concentração menor de defeitos. Além disso, o tamanho de grão também se torna menor.

Wang et al. (2011) investigaram uma nova zircônia 3Y-TZP nanoparticulada com propriedades óticas melhoradas para aplicações odontológicas e a influência das taxas de aquecimento sobre suas propriedades mecânicas e óticas. As taxas de aquecimento variaram entre $100^{\circ}\text{Kh}^{-1}$, $200^{\circ}\text{Kh}^{-1}$, $400^{\circ}\text{Kh}^{-1}$, $600^{\circ}\text{Kh}^{-1}$. A densidade e os tamanhos médios de grão foram similares entre todas as condições, apesar de haver maior concentração de grãos menores na condição de $600^{\circ}\text{Kh}^{-1}$, com indícios de supressão de crescimento de grão. Como não foi encontrada relação de interdependência entre as propriedades mecânicas da zircônia e as diferentes taxas de aquecimento, recomendou-se o uso de uma taxa de aquecimento mais alta para proporcionar eficiência de produção e ao mesmo tempo manter as propriedades mecânicas e óticas desejáveis para a zircônia.

Os efeitos das condições de sinterização das zircônias odontológicas sobre o tamanho de grão também foram objeto de estudo de Kim, M.J. et al. (2013). Espécimes de duas marcas comerciais de zircônia (Lava e Kavo) foram sinterizados nas condições convencionais com patamares de sinterização de 20 minutos, 2, 10 e 40 horas ou por micro-ondas com patamar de 20 minutos. Não houve diferenças estatísticas na densidade entre as marcas e as condições de sinterização, de modo que a discreta diferença na temperatura final de sinterização entre as diferentes marcas comerciais (1.450°C e 1.500°C) não afetou as densidades dos espécimes de zircônia. O tamanho de grão aumentou conforme o aumento do patamar de sinterização, sendo menor para a sinterização por micro-ondas. A transmitância de variou inversamente ao tamanho de grão produzido.

2.3 DESEMPENHO CLÍNICO DA ZIRCÔNIA: PRINCIPAIS FALHAS RELACIONADAS

A zircônia é a mais resistente das cerâmicas odontológicas (GUAZZATO et al., 2004; GUERRA et al., 2007; CHEN et al., 2008; GOMES et al., 2008; MARTINS et al., 2010; GUESS et al., 2011; REKOW et al., 2011). Por este motivo, desde sua introdução há mais de uma década, as infraestruturas em zircônia tornaram-se amplamente utilizadas para a confecção de coroas e próteses fixas e vêm sendo estudadas quanto ao seu desempenho clínico.

Os poucos estudos disponíveis representam em sua esmagadora maioria estudos de curto prazo (ÇEHRELI; KOKAT; AKÇA, 2009; ÖRTOP; KIHLE; CARLSSON, 2009; BEUER et al., 2010; ROEDIGER et al., 2010; PELÁEZ et al., 2012a; PELÁEZ et al., 2012b; RINKE et al., 2013b); havendo escassez de estudos de médio prazo (SORRENTINO et al. 2012; VIGOLO; MUTINELLI, 2012; MONACO; CALDARI; SCOTTI, 2013; RINKE et al., 2013a) e ausência de estudos de longo prazo. As análises costumam abranger o percentual referente aos índices de sobrevivência e de sucesso, que correspondem, respectivamente, às restaurações que permanecem em posição com alguma ou com nenhuma intervenção clínica (VIGOLO; MUTINELLI, 2012; MONACO; CALDARI; SCOTTI, 2013). Também são avaliados os diversos tipos de restaurações protéticas, quer sejam coroas unitárias (ÇEHRELI; KOKAT; AKÇA, 2009; ÖRTOP; KIHLE; CARLSSON, 2009; VIGOLO; MUTINELLI, 2012; MONACO; CALDARI; SCOTTI, 2013; RINKE et al., 2013b) e/ou próteses fixas de três (BEUER et al., 2010; SORRENTINO et al., 2012; PELÁEZ et al., 2012a, 2012b) e de quatro elementos (ROEDIGER et al., 2010; RINKE et al., 2013a) ou ainda mais extensas. Estão relacionados ora a regiões exclusivamente posteriores (ÇEHRELI; KOKAT; AKÇA, 2009; ROEDIGER et al., 2010; VIGOLO; MUTINELLI, 2012; SORRENTINO et al. 2012; PELÁEZ et al., 2012a, 2012b; RINKE et al., 2013a), ora a regiões anteriores e posteriores indistintamente (ÖRTOP; KIHLE; CARLSSON, 2009; MONACO; CALDARI; SCOTTI, 2013; RINKE et al., 2013b) e costumam ser menos frequentes para as coroas em zircônia, quando comparadas às próteses parciais fixas deste mesmo material, sendo que poucos utilizam restaurações metalo-cerâmicas como controle (PELÁEZ et al., 2012a, VIGOLO; MUTINELLI, 2012; RINKE et al., 2013b). Este grande número de variáveis, incluindo os parâmetros analisados e os métodos de mensuração utilizados, dificulta a

comparação de resultados. As tabelas 1 e 2 apresentam um resumo de diferentes estudos clínicos de restaurações unitárias e múltiplas em zircônia, respectivamente.

Tabela 1 - Estudos clínicos em restaurações unitárias de zircônia (coroas): *autores, marca comercial, período de estudo (anos), região da arcada, índice de sobrevivência (Sobr), índice de sucesso (Suc), percentual de lascamento (L).*

Autores	Marca comercial	Anos	Coroa (região)	Sobr %	Suc %	L %
Çehreli et al. 2009	Cercon Zirconia (Dentisply)	2	posterior	94	94	0
Örtop et al. 2009	Procera Zirconia (Nobel Biocare)	3	anterior posterior	92,7	84	1,5
Beuer et al. 2010*	IPS e.max Zir/CAD (Vivadent-Ivoclar)	3	anterior posterior	100	-	-
Vigolo e Mutinelli 2012**	Lava (3M ESPE)	5	posterior	82	64	-
Monaco et al. 2013***	Variedade de marcas (16 tipos)	5	anterior posterior	98,1	94,3	5,5
Rinke et al 2013b	Cercon Zirconia (Dentisply)	3	posterior	95,2	86,8	5,8

*índice de sucesso não calculado para coroas unitárias e próteses fixas isoladamente. Percentual de lascamento não informado

**percentual de lascamento não informado

*** lascamento e delaminação computados conjuntamente não estão incluídos estudos sistemáticos

Tabela 2 - Estudos clínicos em próteses fixas de zircônia: *autores, marca comercial, período de estudo (anos), região da arcada, número de elementos da prótese fixa (NE), índice de sobrevivência (Sobr), índice de sucesso (Suc), percentual de lascamento (L).*

(continua)

Autores	Marca comercial	Anos	PPF (região)	NE	Sob %	Suc %	L %
Beuer et al. 2010*	IPS e.max Zir/CAD (Vivadent-Ivoclar)	3	anterior posterior	3-4	98,5	88,2	-
Roediger et al. 2010	Cercon base colored (DeguDent)	4	Posterior	3-4	94	69	13,1
Sorrentino et al. 2012**	Procera Zirconia (Nobel Biocare)	5	Posterior	3	100	91,9 a 95,4	6,25

Tabela 2 - Estudos clínicos em próteses fixas de zircônia: *autores, marca comercial, período de estudo (anos), região da arcada, número de elementos da prótese fixa (NE), índice de sobrevivência (Sobr), índice de sucesso (Suc), percentual de lascamento (L).*

(conclusão)

Autores	Marca comercial	anos	PPF (região)	NE	Sobr %	Suc %	L %
Peláez et al. 2012a***	Lava (3M ESPE)	4	Posterior	3	95	-	10
Peláez et al. 2012b***	Lava (3M ESPE)	3	Posterior	3	95	-	10
Rinke et al. 2013a	Cercon Zirconia (Dentisply)	7	Posterior	3-4	83,4	57,9	28

*índice de sucesso não calculado para coroas unitárias e próteses fixas isoladamente. Percentual de lascamento não informado

**índice de sucesso calculado respectivamente para pacientes usuários de uma ou duas próteses parciais fixas

*** índice de sucesso não informado

não estão incluídos estudos sistemáticos

Independentemente do pequeno número e das grandes diferenças observadas entre os estudos, os índices de sobrevivência das infraestruturas de zircônia são superiores a 91% para períodos de até 7 anos, tanto em restaurações unitárias quanto nas próteses múltiplas. (ÖRTOP; KIHLE; CARLSSON, 2009; ROEDIGER et al., 2010; PELÁEZ et al., 2012a; PELÁEZ et al. 2012b; SORRENTINO et al., 2012; MONACO; CALDARI; SCOTTI, 2013; RINKE et al., 2013a, RINKE et al., 2013b). No entanto, enquanto a infraestrutura mostra-se altamente resistente e raramente é afetada, a complicação técnica mais frequente corresponde à falha coesiva da cerâmica utilizada como revestimento estético, também denominada de lascamento ou *chipping*. Com uma taxa anual de 0 a 54% (AL-AMLEH; LYONS; SWAIN, 2010; RAIGRODSKI et al., 2012) nos 3 primeiros anos e prevalência média entre 1 e 8%, essas complicações parecem ocorrer em maior escala nas restaurações protéticas de zircônia do que nas coroas e próteses fixas metalocerâmicas (PELÁEZ et al., 2012b; VIGOLO; MUTINELLI, 2012). Como consequência, existem diferenças estatísticas significativas entre os índices de sucesso destes dois materiais.

Esse tipo de ocorrência parece não possuir um padrão de comportamento preestabelecido e tem sido relatada em publicações com períodos de observação curtos ou médios e entre diversas marcas comerciais de blocos de zircônia, além de

áreas e superfícies isentas de carga (AL-AMLEH; LYONS; SWAIN, 2010; VIGOLO; MUTINELLI, 2012). No entanto existe uma tendência de aumento destas complicações técnicas nas restaurações do segmento posterior, especialmente em segundos molares, e também em próteses parciais fixas, se comparados os resultados para o segmento anterior e para as restaurações unitárias (BEUER et al., 2010; AL-AMLEH; LYONS; SWAIN, 2010).

Uma revisão sistemática de Heintze e Rousson (2010), que avaliou a incidência do lascamento do material de revestimento estético de próteses fixas metalocerâmicas e de zircônia, obteve 34% para as primeiras e 54% para as últimas. Levando-se em consideração todos os graus de lascamento, o índice de sobrevivência foi de 97% para as próteses metalocerâmicas, enquanto as próteses de zircônia apresentaram 90% após 3 anos. No entanto, o achado mais significativo deste estudo está relacionado não apenas à incidência mais elevada de lascamento nas restaurações de zircônia, em média 7% maior, mas também à maior necessidade de substituições em decorrência desta complicação técnica.

Contrariamente, Rinke et al. (2013b) não encontraram diferenças estatísticas nos índices de sucesso entre coroas metalocerâmicas e de zircônia após 3 anos. Para o material de revestimento estético, este índice foi de 95,2% no primeiro grupo e de 93,3% no segundo. A taxa anual de lascamento foi de 1,63% para as restaurações metalocerâmicas, sem diferença estatística em relação às restaurações de zircônia. Os autores atribuíram os bons resultados ao adequado suporte da cerâmica de cobertura oferecido pelo desenho anatômico da infraestrutura, além de um protocolo de queima modificado do material estético.

Ainda assim, o lascamento parece ser motivo de preocupação para a maior parte dos autores. Em um dos raros estudos de próteses fixas em zircônia com mais de 5 anos de avaliação clínica, observou-se uma notável redução nos índices de sucesso e de sobrevivência para a cerâmica de revestimento entre os 48 meses iniciais da primeira publicação de resultados até os 84 meses da última avaliação. Os índices de sucesso atingiram apenas 57,9% após um período de 7 anos e os índices de sobrevivência foram reduzidos para 83,4% neste mesmo período, embora equivalassem a 94% nos primeiros 4 anos. Isto significou um aumento do índice anual de insucesso de 1,5% entre 1 e 4 anos de estudo para 3,3% entre 5 e 7 anos. Das 99 restaurações avaliadas, 32 eventos requereram intervenção clínica para a manutenção das mesmas e 19 restaurações falharam

completamente, 12 delas por complicações técnicas, sendo o lascamento o principal problema observado (28% de incidência). Os autores concluíram que observações clínicas de médio prazo são essenciais para uma avaliação mais meticulosa dos sistemas cerâmicos disponíveis. (RINKE et al., 2013a).

Enquanto estudos clínicos de prazos mais extensos permanecem praticamente inexistentes para os materiais a base de zircônia, as restaurações metalocerâmicas já ultrapassaram o teste da longevidade e são reconhecidamente previsíveis em casos unitários e múltiplos. Estudos de curto, médio e longo prazos revelam que os índices de sobrevivência parecem sofrer menor variação ao longo do tempo: entre 94,4% após 5 anos e 89,2% após 10 anos (SAILER et al., 2007; PJETURSSON et al., 2007; PJETURSSON; LANG, 2008; LAYTON, 2011), permanecendo superiores a 78% após 18 anos de avaliação clínica retrospectiva (NÄPÄNKANGAS; RAUSTIA, 2011). Nestes estudos, o lascamento apresenta frequência de 2,5% (SAILER et al., 2007) a 18,1% (DE BACKER et al., 2007) entre 3 e 20 anos de acompanhamento clínico sem interferir no sucesso dessas restaurações.

No caso da zircônia, os resultados reforçam a importância a ser atribuída ao lascamento como a complicação técnica mais comum, capaz de impactar negativamente os índices de sucesso e de sobrevivência de coroas e próteses fixas. Embora algumas restaurações afetadas nem sempre precisem ser substituídas, vale ressaltar que as consequências clínicas da fratura da cerâmica de revestimento estão na dependência de sua extensão e localização. Na maior parte das vezes, a fratura do revestimento estético cria uma superfície rugosa e até mesmo bordas afiadas que requerem algum tipo de ajuste. Quando ocorrem em regiões anteriores, podem afetar a estética (LARSSON et al., 2011). Para pequenas extensões, um simples polimento da superfície rugosa poderá ser suficiente para manter a restauração protética em posição. Por outro lado, lascamentos em maior grau poderão comprometer a restauração como um todo (RINKE et al., 2013b).

2.4 TÉCNICAS PARA REDUÇÃO DA INCIDÊNCIA DE FRATURAS COESIVAS (LASCAMENTO):

Desde a introdução das restaurações de zircônia há mais de uma década e à medida que revisões sistemáticas (AL-AMLEH; LYONS; SWAIN, 2010;

RAIGRODSKI et al., 2012) passaram a revelar um aumento na incidência das complicações técnicas, o material de revestimento estético foi considerado seu elo mais fraco. A literatura aponta inúmeros fatores como responsáveis pelas fraturas do tipo lascamento, a saber:

- manuseio impróprio (STAWARCZYK et al., 2011)
- tipos de cerâmica de cobertura e zircônia (BEUER et al., 2009, ROSENTRITT et al., 2011)
- qualidade da superfície/áreas de porosidade (SWAIN, 2009; STAWARCKZYK et al., 2011)
- preparos dentários deficientes (EISENBERGER et al., 2011)
- espessura e suporte inadequados da cerâmica de cobertura (SWAIN, 2009; LARSSON et al., 2012; RINKE et al., 2013b; ALHASANYAH, VAIDYANATHAN e FLINTON, 2013)
- propriedades mecânicas inferiores da cerâmica de cobertura (SWAIN, 2009; LARSSON et al., 2012; RINKE et al., 2013b; ALHASANYAH, VAIDYANATHAN e FLINTON, 2013.)
- baixa resistência de união da interface zircônia-material estético (ABOUSHLIB et al., 2005; ABOUSHLIB; KLEVERLAAN; FEILZER, 2008; MOSHARRAF et al., 2011; TENG et al., 2012)
- tratamentos de superfície desfavoráveis da infraestrutura (ABOUSHLIB et al., 2005; ABOUSHLIB; KLEVERLAAN; FEILZER, 2008b; MOSHARRAF et al., 2011; HARDING; NORLING; TEIXEIRA, 2012; MARRELLI et al., 2013)
- métodos de aplicação do material cerâmico estético (ABOUSHLIB et al., 2005; ABOUSHLIB; KLEVERLAAN; FEILZER, 2008b; MOSHARRAF et al., 2011; HARDING; NORLING; TEIXEIRA, 2012; MARRELLI et al., 2013)
- tensões térmicas residuais desenvolvidas após a queima da cerâmica de cobertura (ABOUSHLIB et al., 2005; ABOUSHLIB; KLEVERLAAN; FEILZER, 2008a; MOSHARRAF et al., 2011; HARDING; NORLING; TEIXEIRA, 2012; MARRELLI et al., 2013)
- baixa condutibilidade térmica da zircônia (SWAIN, 2009)

- discrepância entre coeficientes de expansão térmica linear do material cerâmico estético e zircônia (ABOUSHLIB et al., 2005; SWAIN, 2009; MAINJOT et al., 2011b; MAINJOT et al., 2012b)
- rápido resfriamento da cerâmica de cobertura após a queima (ABOUSHLIB et al., 2005; SWAIN, 2009; MAINJOT et al., 2011a; MAINJOT et al., 2012a)

Ao mesmo tempo que estes fatores foram sendo relacionados, uma variedade de estratégias com a finalidade de reduzir a fratura de lascamento passou a ser desenvolvida e será descrita a seguir:

2.4.1. Desenho anatômico da infraestrutura

Apesar das porcelanas de cobertura normalmente utilizadas possuírem baixa resistência à flexão, na ordem de 62 a 95 MPa (WHITE et al., 2005; CHAIYABUTR et al., 2008), a espessura genérica das infraestruturas das cerâmicas fresadas foi inicialmente idealizada para ser pequena e uniforme, com base em protocolos empíricos que não levavam em consideração a necessidade de suporte e proteção dessa porcelana contra as forças de tração (SWAIN, 2009). Atualmente tem sido recomendada a individualização destes desenhos para redução das falhas mecânicas e equilíbrio dos efeitos negativos da porcelana mecanicamente mais fraca. Isto pode ser obtido pela técnica do *cutback*, na qual é realizado o enceramento real ou virtual do contorno anatômico completo do dente e posterior recorte reverso para a obtenção do desenho da infraestrutura previamente à usinagem (SWAIN, 2009).

A desvantagem estética está relacionada à possível visualização da zircônia branca e opaca nas superfícies lingual e palatina (MARCHACK et al., 2011). Além disso, permanecem relatos clínicos sobre a persistência de algum grau de lascamento ou fratura da porcelana de revestimento.

Tinschert et al. (2008) adotaram este desenho modificado de infraestrutura em suas próteses fixas, no entanto, as fraturas tipo lascamento ocorreram em 4 de 65 próteses após 3 anos de avaliação clínica. Por outro lado, Rinke et al. (2013b) atribuíram os bons resultados dos 3 anos de estudo clínico em coroas de zircônia em parte pelo desenho anatômico da infraestrutura de zircônia.

Alhasanyah, Vaidyanathan e Flinton (2013) observaram que o suporte do material cerâmico de cobertura é essencial para a redução do lascamento e sugeriram o uso de infraestruturas de espessura extra (1.7mm). Seus resultados revelaram que quando a camada da cerâmica de revestimento é mais espessa e não possui adequado suporte da infraestrutura, sua natureza poderá determinar o comportamento desse tipo de fratura. Uma espessura otimizada da infraestrutura mais tenaz sob a cerâmica de cobertura mais fraca poderá aumentar sua resistência.

2.4.2. Tratamentos de superfície

Considera-se que o acabamento da superfície da zircônia antes da aplicação do material de revestimento tenha efeito sobre a resistência de união de interface entre os dois materiais e que esta interface propriamente dita possa influenciar no insucesso da restauração, sendo esta uma observação de interesse. (ABOUSHELIB; KLEVERLAAN; FEILZER, 2008a; MOSHARRAF et al. 2011; HARDING, NORLING; TEIXEIRA, 2012). Este tratamento poderá ser realizado por remoção ou adição de materiais da superfície da infraestrutura de zircônia como: polimento, desgaste, jateamento de partículas e aplicação de *liner*.

Pré-tratamentos como o uso de *liner*, um material cerâmico sugerido para maximizar a resistência de união, efeitos de cor e fluorescência (HARDING; NORLING; TEIXEIRA, 2012), podem elevar a resistência adesiva da interface e reduzir o índice de complicações técnicas, conforme os resultados encontrados nos estudos *in vitro* de Aboushelib et al. (2005). Estes autores verificaram também que o polimento da zircônia previamente à aplicação da porcelana não traz qualquer efeito para a resistência de união da interface.

Aboushelib, Kleverlaan e Feilzer (2008a) analisaram a abrasão por jateamento de partículas em amostras de zircônia brancas e pigmentadas e observaram elevação da resistência de união apenas para a zircônia não pigmentada. Verificaram ainda que quando o *liner* é aplicado sobre uma superfície abrasionada poderá aumentar o percentual de falhas na interface, especialmente em blocos de zircônia coloridos.

Diferentes tipos de tratamento de superfície também foram avaliados por Mosharraf et al. (2011), considerando seus efeitos sobre a resistência ao

cisalhamento na interface em zircônias brancas e coloridas. O desgaste manual nas amostras de zircônia branca obteve os piores resultados, embora o uso de *liner* também tenha reduzido a resistência de união nesta zircônia.

Tada, Sato e Yoshinari (2012) investigaram a influência da rugosidade e do tratamento térmico da superfície de zircônia sobre a resistência de união da interface. Foram utilizados ensaios de difração de raios-x para verificar se o jateamento de partículas de óxido de alumínio poderia resultar em transição de fase na superfície, acompanhada por alterações no coeficiente de expansão térmica e enfraquecimento da resistência de união. O tratamento térmico desempenhado reverteu completamente a transição de fase, sem influências sobre a interface.

Nos estudos de microtração de Harding, Norling e Teixeira (2012) observou-se a abrasão por jateamento de partículas reduziu significativamente a resistência de união da interface. Foi considerada a hipótese de que o aumento de concentração de fase monoclinica provocado pelo jateamento tenha limitado a tenacificação por transformação e inibido a habilidade da zircônia em deter o crescimento de trincas.

Marrelli et al. (2013) estudaram os efeitos da rugosidade de superfície sobre a resistência mecânica da zircônia. A rugosidade desempenhou um papel crítico, pois foi observado um forte crescimento na resistência média à flexão, de cerca de 700MPa para 1000MPa, com desvio padrão mais baixo e Módulo de Weibull aumentado após o polimento mecânico das amostras. Para os autores, este resultado é decorrente da presença de ranhuras e fendas microscópicas superficiais que atuam como sítios de iniciação de trincas quando o polimento não é realizado.

2.4.3. Aprimoramento de técnicas de aplicação da cerâmica de cobertura

Aboushelib et al. (2005) e Aboushelib, Kleverlaan e Feilzer (2006, 2008b) apontaram a resistência de união da interface entre zircônia e material de revestimento como um dos elos mais fracos de uma restauração cerâmica em camadas (cerâmica-infraestrutura). Segundo os autores, a resistência destas estruturas compostas é igual a de sua parte mais fraca, por isso, uma frágil união da interface poderá resultar em lascamento (fratura coesiva) ou delaminação (fratura adesiva) da cerâmica de revestimento. Para se obter os benefícios de resistência do material com as melhores propriedades mecânicas, a interface deverá ter resistência

e tenacidade adequadas para transmissão de tensões funcionais para a infraestrutura subjacente mais resistente (ABOUSHELIB; KLEVERLAAN; FEILZER, 2008b).

Com objetivo de aprimorar esta união, além das diversas cerâmicas de revestimento estético especialmente desenvolvidas para serem utilizadas sobre as infraestruturas de zircônia, novas técnicas de aplicação destas cerâmicas foram introduzidas. Tradicionalmente, este material é aplicado por um técnico de laboratório de forma manual. Por meio de espátulas e pincéis e mistura pó-líquido, as camadas de material cerâmico sobrepostas estão sujeitas a um mínimo de três ciclos de queima, relativos a dentina, esmalte e glaze, e são superdimensionadas de forma a compensar a condensação e a contração resultantes (ISHIBE et al., 2011). Aboushelib, Kleverlaan e Feilzer (2006) estudaram uma forma alternativa de aplicação, que consiste na prensagem da cerâmica de cobertura liquefeita sobre a infraestrutura de zircônia, utilizando-se a técnica da cera perdida. Por esta técnica, o formato requerido do revestimento estético é construído previamente em cera ou em uma réplica de resina obtida por fresagem sobre a zircônia. Este conjunto é embutido em revestimento para posterior eliminação em um forno, criando espaço para a prensagem térmica da cerâmica e reproduzindo a anatomia criada pela cera. Devido à pressão externa aplicada, a superfície de contato na interface é aumentada, obtendo-se melhores resultados em testes de microtração.

No caso da aplicação manual, as múltiplas queimas da porcelana poderão induzir a formação de tensões residuais e a transformação de zircônia tetragonal para monoclinica, afetando a resistência da estrutura e da interface (STAWARKZYC, 2011). Aboushelib et al. (2008a, 2009) também verificaram que na técnica de aplicação manual, são observados defeitos e bolhas de ar com maior frequência, resultantes das variáveis relacionadas ao operador (proporção pó-líquido, técnica da mistura), enquanto a prensagem é um procedimento realizado sob temperatura, pressão e vácuo controlados. Desta forma, introduz menos defeitos estruturais e promove melhor molhamento e maior contato entre os dois materiais.

Beuer et al. (2009) descreveram uma terceira abordagem na forma de confecção destas restaurações, utilizando dissilicato de lítio sobre as infraestruturas de zircônia. Nesta técnica ambos os materiais são fresados separadamente e posteriormente unidos por meio de cimento adesivo ou por outra vitrocerâmica intermediária em uma única queima simultânea para a cristalização do dissilicato e a

sinterização de união com a zircônia. Quando comparada com as técnicas manual e de prensagem térmica, as restaurações fabricadas pela tecnologia CAD/CAM obtiveram melhores resultados em termos de resistência à fratura, podendo resultar em menor risco potencial de lascamento. Duas razões principais foram apontadas como responsáveis pelos resultados superiores: a maior resistência à flexão do material de revestimento (360 MPa), quando comparado ao material utilizado nas técnicas de aplicação manual (90 MPa) e prensagem (110 MPa) e a menor quantidade de defeitos resultantes do processo de fabricação.

2.4.4- Discrepância do coeficiente de expansão térmica (CET) entre zircônia e cerâmica de cobertura

A incompatibilidade térmica é normalmente caracterizada pela grande diferença de coeficiente de expansão térmica entre o material da infraestrutura e o material cerâmico de revestimento estético. Esta diferença é denominada como discrepância. Para restaurações em camadas, uma discrepância positiva entre estes materiais leva à formação majoritária de tensões do tipo trativas na infraestrutura, enquanto a cerâmica de cobertura fica sujeita a tensões compressivas. Uma discrepância negativa resultará no efeito reverso (DE KLER et al., 2007; ABOUSHELIB et al., 2008b).

Os fabricantes de produtos odontológicos desenvolveram sistemas cerâmicos nos quais as cerâmicas de cobertura possuem um coeficiente de expansão térmica ligeiramente inferior ao da infraestrutura, resultando em discrepância positiva. É esperado que esta discrepância induza tensões compressivas benéficas sobre o revestimento estético (KOHORST et al., 2010; MAINJOT et al., 2012a), considerando a alta resistência observada quando sujeitos a tensões compressivas. Entretanto, os materiais cerâmicos apresentam um comportamento frágil sob tensões de tração, facilitando a iniciação e a propagação de trincas (DITTMER et al., 2009; MAINJOT et al., 2011a; MAINJOT et al., 2012a).

Desta forma, todos os sistemas requerem que o coeficiente de expansão térmica da cerâmica de cobertura seja menor do que o da infraestrutura, colocando-a sob leve compressão. Para as cerâmicas aplicadas sobre a zircônia, este valor deverá ser consideravelmente menor do que a média de outras cerâmicas de cobertura, pois o CET da zircônia é superior ao de outros materiais utilizados como

infraestrutura. Sendo assim, considera-se a possibilidade de que alterações feitas na composição das tradicionais cerâmicas de cobertura para redução do CET possam afetar diretamente suas propriedades de resistência e fragilizá-las. (CHAIYABUTR et al., 2008).

Estudos revelam que quando o CET da cerâmica de cobertura é maior do que o da infraestrutura de zircônia (discrepância negativa), observa-se a formação massiva de microtrincas na restauração na fase de resfriamento do programa de queima (ABOUSHLIB et al, 2005). Por outro lado, a manutenção de uma diferença ligeiramente positiva é considerada importante para o sucesso destas restaurações, sendo os valores máximo e mínimo desta discrepância desconhecidos.

Fischer et al. (2007) não encontraram diferenças nos valores de resistência à fratura entre coroas construídas com cerâmicas de cobertura que apresentavam discrepâncias positivas variando entre 3% e 19%.

No entanto, ABOUSHLIB et al. (2008b) observaram *in vitro* que, quanto menor for a discrepância, mais resistente mecanicamente é uma restauração. Foi recomendado que esta variação seja reduzida ao máximo, pois uma discrepância térmica, ainda que positiva, poderia resultar em tensões na interface, delaminação ou lascamento.

2.4.5 Redução da taxa de resfriamento da cerâmica de cobertura

Gradientes térmicos constituem um importante fator no comportamento mecânico das cerâmicas de cobertura, pois são capazes gerar tensões residuais em seu interior sem que haja necessidade de aplicação de cargas funcionais. Tensões residuais correspondem a tensões aprisionadas que são desenvolvidas no período de resfriamento/solidificação do material de cobertura (MAINJOT et al., 2012b). Durante o processo de aplicação da cobertura estética, as restaurações cerâmicas sofrem queimas centenas de graus acima da temperatura de transição do vidro (T_g), que corresponde à temperatura na qual ocorre a transição reversível do material cerâmico para um estado relativamente liquefeito, até a temperatura de sinterização final da cerâmica (FISCHER et al., 2007). Após esta temperatura ser alcançada, as restaurações são resfriadas rapidamente com a porta do forno aberta (MAINJOT et al., 2011b). Em restaurações mistas, onde os materiais possuem diferentes coeficientes de expansão térmica, este rápido resfriamento poderá resultar no

desenvolvimento de tensões substanciais, que podem causar deformações da restauração (DITTMER et al., 2009; KOHORST et al., 2010), formação de trincas (ABOUSHLIB et al., 2005) ou aumentar a probabilidade de falha durante o carregamento funcional (RINKE et al., 2013b).

Este mecanismo ocorre à medida que a cerâmica de cobertura se resfria da superfície para o centro, formando gradientes térmicos e induzindo uma solidificação não uniforme, que resulta em discrepância de contração dentro da própria cerâmica com formação de tensões residuais. Quanto maior a espessura do material de cobertura sobre uma infraestrutura com baixa difusibilidade térmica como a zircônia, maiores serão as tensões trativas desenvolvidas, pois as tensões geradas por gradientes térmicos dependem da condutibilidade do material, de sua espessura e da taxa de resfriamento (MAINJOT et al., 2012a). As tensões sobre a cerâmica de cobertura são desenvolvidas apenas abaixo da T_g , durante o resfriamento, pois acima deste valor o desajuste térmico é compensado por sua fluidez plástica, havendo adaptação às deformações (FISCHER et al., 2007).

Swain (2009) propôs que as tensões térmicas residuais desenvolvidas na cerâmica de revestimento como consequência da taxa de resfriamento após a queima sejam a base para as fraturas do tipo lascamento. Este rápido resfriamento, em associação à baixa condutibilidade térmica da zircônia, poderá gerar gradientes térmicos significativos, favorecendo o desenvolvimento de tensões internas e o risco de formação de microtrincas na cerâmica de revestimento, com ocorrência de fratura. Segundo o autor, por meio de um resfriamento mais lento da restauração é possível prevenir o desenvolvimento dessas tensões. Esta abordagem de redução na taxa de resfriamento, que inclui 6 minutos adicionais após o último ciclo, é agora recomendada pela maior parte dos fabricantes e tem obtido bons resultados em estudos clínicos (RINKE et al., 2013b) e laboratoriais (LARSSON et al., 2012).

Contrariamente a estas afirmações, os trabalhos de Mainjot et al. (2011b) concluíram que as modificações no processo de resfriamento propostas pelos fabricantes poderão promover fratura coesiva da cerâmica próxima à interface com a zircônia devido à presença de tensões residuais de tração.

2.4.6 Eliminação da cerâmica de cobertura sobre a zircônia (restaurações monolíticas)

A maior parte das técnicas acima citadas, que visam minimizar o padrão típico de falha das restaurações de zircônia na prática clínica diária, pode resultar em trabalho e custo adicionais sem a contrapartida da eliminação completa desta ocorrência. Neste sentido, a fabricação industrial de monoblocos de zircônia por meio da tecnologia CAD/CAM, que exclui a necessidade de aplicação do material revestimento estético, parece representar a alternativa econômica mais viável, aumentando ao mesmo tempo a estabilidade mecânica e a longevidade destas restaurações (MARCHACK et al., 2011; BEUER et al., 2012; PREIS et al., 2012; RINKE; FISCHER, 2013). Este assunto será abordado com detalhes a seguir.

2.5 ZIRCÔNIA TRANSLÚCIDA MONOLÍTICA

Restaurações protéticas monolíticas correspondem às coroas ou próteses fixas confeccionadas a partir de um único material, sem a necessidade de aplicação de camadas de porcelana ou vitrocerâmicas de revestimento estético. São também chamadas de coroas de contorno total ou de anatomia completa (RINKE; FISCHER, 2013). Lin et al. (2012) recomendaram a fabricação deste tipo de restauração, pois consideram que a presença da cerâmica de revestimento sobre uma infraestrutura é capaz de reduzir sua resistência à flexão e confiabilidade.

Restaurações monolíticas produzidas pela tecnologia CAD/CAM têm sido aplicadas clinicamente há alguns anos, especialmente em coroas confeccionadas a partir de cerâmicas reforçadas por leucita ou dissilicato de lítio (LIN et al., 2012). Dados clínicos disponíveis para coroas de dissilicato de lítio produzidas pelo sistema CAD/CAM revelam índices de sobrevivência superiores a 97% (FASBINDER et al., 2010). No entanto, os monoblocos fabricados a partir de cerâmicas vítreas possuem propriedades mecânicas inferiores e seu rol de indicações está claramente limitado à coroas unitárias e próteses fixas de curta extensão (GUERRA et al., 2007; GOMES et al., 2008; MARTINS et al., 2010; GUESS et al., 2011; REKOW et al., 2011). Para a zircônia, mecanicamente mais resistente, a ideia de eliminar por completo a presença da porcelana e o subsequente lascamento parece atrativa, porém sua alta

opacidade tem representado uma limitação estética importante desde sua introdução na Odontologia.

Como um passo inicial na direção da fabricação de coroas monolíticas de zircônia, Marchack et al. (2011) descreveram o uso de restaurações de contorno parcial e total de zircônia opaca convencional no intuito de reduzir o lascamento e maximizar a espessura da infraestrutura. Quatro tratamentos clínicos representativos foram descritos, demonstrando os esforços feitos para diminuir ou eliminar a cobertura estética sobre coroas e próteses fixas de zircônia na região posterior. Uma variedade de marcas comerciais e métodos de fabricação foi utilizada. Apesar das etapas laboriosas, a estética obtida foi considerada apenas aceitável, longe da ideal. Nestas restaurações, a estrutura aumentada da cerâmica de corpo e a redução das camadas aplicadas de cerâmica de cobertura revelaram a presença da estrutura opaca e esbranquiçada da zircônia.

Recentemente, alterações na composição e processos de fabricação deste material resultaram no aumento de sua translucidez e consequente otimização estética. A zircônia translúcida passou a ser indicada também para a confecção de coroas e prótese fixas monolíticas, especialmente na região posterior, com resultados promissores do ponto de vista estético e mecânico (RINKE; FISHER, 2013).

Na ausência de estudos clínicos, alguns estudos laboratoriais compararam a resistência à fratura entre restaurações monolíticas de zircônia e infraestruturas revestidas por camadas de porcelana. Rosentritt et al., 2011, avaliaram quatro grupos de infraestruturas de zircônia de três elementos fabricadas por fresagem manual com variáveis relacionadas à cerâmica de cobertura e ao laboratório de prótese responsável pela aplicação. Foi também avaliado um quinto grupo onde a zircônia utilizada (Prettau zirconia, Zirkonzahn) permitiu a confecção de próteses fixas de contorno completo, sem aplicação de porcelana. Todos os grupos passaram por ciclagem térmica e carregamento mecânico com simulação de cinco anos de vida clínica e as amostras que sobreviveram aos ensaios foram carregadas mecanicamente até a fratura. Enquanto três grupos apresentaram lascamento da cerâmica de cobertura durante o processo de envelhecimento, nenhum espécime monolítico sofreu fratura coesiva. Como as trincas e fraturas de lascamento ocorreram na maior parte dos grupos testados, os autores observaram

que esta ocorrência representa um problema inerente de próteses com infraestruturas feitas em zircônia.

Beuer et al. (2012) observaram que as coroas de anatomia completa obtiveram maior resistência à fratura quando comparadas às coroas de zircônia revestidas, além de nítida superioridade em relação às propriedades óticas de translucidez. Segundo os autores, isso se deve à dificuldade de transmissão de luz nas restaurações que apresentam duas ou mais interfaces, favorecendo a reflexão.

Preis et al. (2012), verificaram que as restaurações monolíticas de zircônia obtiveram ótimos resultados sob a influência de diferentes tratamentos de superfície e procedimentos de ajuste. Foi recomendado o uso de restaurações protéticas monolíticas glazeadas como uma alternativa viável às tradicionais restaurações revestidas por camadas de cerâmica de cobertura. No entanto, os autores consideram que superfícies rugosas ou danificadas devem ser evitadas, pois podem resultar em crescimento subcrítico de trincas, lascamento e, por fim, em fratura catastrófica. Portanto o polimento após ajustes por desgaste é essencial.

Rinke e Fischer (2013) discutiram a indicação da zircônia translúcida e de seus aspectos técnicos e científicos em diversas situações clínicas: 1) para a obtenção de desenho anatômico da infraestrutura; 2) para otimização estética de restaurações anteriores; 3) para a fabricação de coroas e próteses fixas de anatomia completa, com redução da profundidade de preparo, eliminação do lascamento e menor custo. Do ponto de vista técnico, os autores consideraram que a incorporação das características de translucidez à zircônia permite, em uma mesma reabilitação, a combinação entre restaurações revestidas por material estético e restaurações de contorno anatômico total. Desta forma, dentes anteriores, caninos e pré-molares podem ser restaurados com estruturas de zircônia translúcida revestidas, enquanto retentores terminais de próteses fixas, que estão mais sujeitos ao lascamento, devem receber restaurações monolíticas. Foi enfatizada a importância da avaliação dos achados científicos disponíveis em relação aos riscos potenciais antes da recomendação generalizada de seu uso clínico.

3 Proposição

3 PROPOSIÇÃO

Considerando que alterações feitas na zircônia para maximização das propriedades óticas ainda não tenham sido objeto de estudos detalhados e que parâmetros específicos de sinterização possam ser alterados por laboratórios de prótese, os objetivos do presente trabalho são:

- (1) analisar e comparar a influência da microestrutura no comportamento mecânico de duas marcas comerciais de zircônias monolíticas e uma zircônia convencional para infraestruturas de próteses.
- (2) verificar se mudanças nos parâmetros de sinterização podem afetar este comportamento.

Nas condições deste estudo, a hipótese nula testada é de que não existam diferenças relativas ao comportamento mecânico e confiabilidade entre as marcas comerciais de zircônias monolíticas e a zircônia convencional, independente das variações nos parâmetros de sinterização

4 Material e Métodos

4 MATERIAL E MÉTODOS

Neste trabalho foram utilizados os seguintes materiais e equipamentos:

- Disco de óxido de zircônia 3Y-TZP Ceramill Zolid – AmannGirrbach AG – Koblach/Austria.
- Blocos de óxido de zircônio 3Y-TZP IPS e.max[®] ZirCad – Ivoclar Vivadent – Shaan/Liechtenstein.
- Disco de óxido de zircônia 3Y-TZP Prettau[®] Zirconia – Zirkonzahn GMBH – Gais/Italia.
- Motor para prótese dentária de 130W e 18.000 RPM – Bethil Indústria e Comércio Ltda – Marília/SP.
- Paquímetro digital Starret 799A-6/50 – Starret Indústria e Comércio Ltda – Itu/SP.
- Disco diamantado corta vidro 40mm Casemond Dremel – Robert Bosch Tool Corporation – Racine – Wisconsin/ USA.
- Disco diamantado 22 mm X 0,15 mm – Microdont Micro Usinagem de Precisão Ltda – Socorro/ SP.
- Lixas de carboneto de silício com granulometrias de 500, 1200 e 2000 – 3M do Brasil – Sumaré/SP.
- Forno de sinterização de zircônia VITA Zyrcomat – VITA Zahnfabrik H. RauterGmbH&Co. KG – BadSäckingen/Alemanha.
- Forno de sinterização de zircônia Zirkonofen 600 – Zirkonzahn GmbH – Gais/Italia.
- Forno de alta temperatura para sinterização de zircônia Ceramill therm 178300 – AmannGirrbach AG – Koblach/Austria.
- Balança analítica Gehaka AG200 – Ind.e Com. Eletro-Eletrônica Gehaka Ltda. – São Paulo/SP.
- difratômetro PANalytical X'Pert PRO – PANalytical B.V. – Almelo/The Netherlands.
- *software* HighScore Plus versão 3.0 e (3.0.5) 2012 – PANalytical B.V. – Almelo/The Netherlands.

- Microscópio eletrônico de varredura Quantas FEG 250 – FEI Co – Hillsboro/Oregon/USA.
- Resina acrílica incolor Jet – Artigos Odontológicos Clássicos LTDA – Campo Limpo Paulista/SP.
- Politriz automática Buehler AutoMet™ 250 – ITW Test & Measurement – Lake Bluff/IL/EUA.
- Lixa d'água de granulação 600-1200 Buehler – ITW Test & Measurement – Lake Bluff/IL/ EUA.
- Pasta diamantada para polimento ceramográfico de granulometrias 11, 9, 6, 3, 1 e ¼ µm – Arotec S.A. Ind. e Comércio – Cotia/SP.
- Panos auto-adesivos para polimento metalográfico DBM – Arotec S.A. Ind. e Comércio – COTIA/SP.
- Equipamento de deposição catódica Emitech modelo K550X – Quorum Technologies Ltd – East Sussex/UK.
- *Software* Photoshop CS6 – Adobe Systems Inc. – San Jose/CA/USA.
- *Software* Image-pro Plus 6.0 – Media Cybernetics Inc. – Washington/USA.
- Mesa digitalizadora Bamboo Create – Wacom Company Ltd. – Toquio/Japão.
- *Software* SketchBook Pro 5.0 – Autodesk Inc. – San Raphael/CA/USA.
- Ultrassom Unique Maxiclean 1400A – Unique Ind. e Com. de Produtos Eletrônicos Ltda. – Indaiatuba/SP.
- EMIC modelo DL-10000 – EMIC Equipamentos e Sistemas de Ensaio LTDA – São José dos Pinhais/PR.
- Micrômetro digital Pantec 13101 – Panambra Zwick Comércio de Máqs. e Equipamentos Ltda – São Bernardo do Campo/ SP.

4.1 DELINEAMENTO EXPERIMENTAL

Discos e blocos pré-sinterizados de zircônia tetragonal policristalina estabilizada por 3%mol de ítria (3Y-TZP) comercializados no mercado nacional por três diferentes empresas foram utilizados para a confecção dos corpos de prova deste trabalho, a saber:

- a) ceramill Zolid: zircônia translúcida monolítica;
- b) IPS e.max ZirCAD MO 0 B85 L22: zircônia de opacidade média para infraestruturas;
- b) Prettau Zirconia : zircônia translúcida monolítica.

Os discos e blocos representados na Figura 1 foram cortados para a obtenção dos corpos de prova.

Figura 1 – Discos e blocos de zircônia pré-sinterizados: (a) ceramill Zolid; (b) IPS e.max ZirCAD; (c) Prettau.

Após o corte, foram divididos em cinco grupos de acordo com o fabricante e a temperatura de sinterização utilizada, como mostra o diagrama da figura 2:

Figura 2 - Distribuição dos grupos de acordo com o fabricante e temperatura de sinterização.

Em três dos cinco grupos estabelecidos, os corpos de prova foram sinterizados de acordo com as temperaturas recomendadas pelos fabricantes e receberam a denominação de: **Z1450** para a zircônia ceramill Zolid a 1450°C, **I1530** para a zircônia IPS e.max ZirCAD a 1.530°C e **P1600**, para a zircônia Prettau a 1.600°C.

Nos dois grupos adicionais, foi simulada a possibilidade de que laboratórios de prótese pudessem misturar inadvertidamente em um mesmo ciclo materiais a base de zircônia que requeiram parâmetros de sinterização diferentes entre si. Estes grupos, denominados **Z1530** e **Z1600**, foram formados por corpos de provas obtidos a partir do disco da zircônia monolítica ceramill Zolid.

Esta zircônia foi escolhida para formar estes dois novos grupos por possuir a menor temperatura de sinterização entre todos os materiais sob estudo. Por esse motivo, estará sujeita a temperaturas mais elevadas quando misturada a outros materiais que requeiram parâmetros distintos.

O grupo **Z1530** foi submetido ao processo de sinterização a uma temperatura de 1.530°C, com taxas de aquecimento e resfriamento de 5°C/min e patamar de sinterização de 2 horas. Este corresponde ao mesmo ciclo da zircônia IPS e.max ZirCAD, sendo também o mais utilizado entre os principais fabricantes de materiais a base de zircônia comercial microparticulada (DENRY; KELLY, 2008).

O grupo **Z1600** foi sinterizado a 1.600°C, com taxa de aquecimento e resfriamento de 8°C/min e o mesmo patamar de sinterização de 2 horas. Neste grupo, foi simulado um aquecimento mais rápido a uma temperatura ainda mais elevada, de forma idêntica ao ciclo de sinterização da zircônia Prettau.

Os grupos formados foram submetidos a ensaios diversos para caracterização microestrutural e avaliação das propriedades mecânicas em função da variação do material e das condições específicas de sinterização. A sequência dos ensaios está representada no fluxograma da figura 3:

Figura 3 - Sequência para a caracterização da microestrutura e ensaio mecânico.

4.2 PREPARO DOS CORPOS DE PROVA

4.2.1 Corte dos blocos e discos de zircônia

Utilizando-se o equipamento e a metodologia desenvolvidos por Santos, H.E.S. (2012), o corte dos blocos de zircônia pré-sinterizados foi realizado em um dispositivo que consta de um motor para prótese dentária com potência de 130W rotação de 18.000 RPM, montado sobre uma bancada de madeira revestida por alumínio. Os discos e blocos de zircônia foram apoiados sobre placas de vidro e um batente vertical que servia como referência para o ajuste da distância do disco de corte. Esta distância, utilizada para a determinação da espessura zircônia a ser cortada, era regulada através da fixação do mandril do disco de corte ao motor com o auxílio de um paquímetro digital com precisão de 0,01 mm.

Fonte: SANTOS, H. ,2012

Figura 4 - Dispositivo para o corte dos blocos e discos de zircônia e regulagem da distância do disco de corte em relação ao batente vertical

Para o corte dos blocos de zircônia IPS e.max ZirCAD foram utilizados discos diamantados com diâmetros de 22mm X 0,15mm e granulometria média de 45µm. Para o corte dos discos de zircônia Prettau e ceramill Zolid foram necessários discos mais espessos de 40mm X 0, 20mm com a mesma granulometria. A Figura 5 mostra os cortes sendo realizados no dispositivo utilizado.

Figura 5 - Corte dos blocos de zircônia ceramill zolid (a) e IPS e.max ZirCAD (b).

A norma ASTM C1161-08 (ASTM, 2008), que descreve a metodologia para a determinação da resistência à flexão de cerâmicos avançados à temperatura ambiente, foi utilizada para a confecção dos corpos de prova para o ensaio de flexão.

Os corpos de prova tinham dimensões de 2mm de largura, 1,5mm de altura e 25mm de comprimento após sinterizados. No entanto, para compensar sua contração de sinterização, foi necessário observar o fator de variação dimensional indicado por cada fabricante e estabelecer uma geometria inicial superdimensionada.

O ajuste das dimensões e da geometria dos corpos de prova foi realizado por lixamento manual utilizando-se lixas de carboneto de silício com granulometrias de 500, 1200 e 2000. Em seguida foi realizado o biselamento das arestas dos corpos de prova em 45°, conforme recomendação da norma.

Figura 6 – Detalhe do bisel realizado nas arestas dos corpos de prova de flexão

4.3 SINTERIZAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Os corpos de prova dos grupos **Z1450**, **I1530** e **P1600** foram sinterizados respeitando-se os parâmetros de sinterização recomendados pelos fabricantes dos respectivos discos e blocos de origem em fornos de sinterização próprios. Esta etapa foi concretizada no Laboratório de Prótese Odontológica RHB para o grupo **Z1450**; na Clínica de Serviços Odontológicos de Luca para o grupo **I1530** e no Laboratório de Prótese Odontológica LJ para o grupo **P1600**, todos eles sediados na cidade do Rio de Janeiro.

Figura 7 - Fornos de sinterização: a) VITA Zyrcomat (*I1530*), b) Zirkonofen (*P1600*), c) Ceramill therm (*Z1450*, *Z1530* e *Z1600*)

Para os corpos de prova da zircônia ceramill Zolid, foram formados três grupos distintos de acordo com a temperatura de sinterização eleita: **Z1450**, sinterizado a 1.450°C (temperatura recomendada pelo fabricante); **Z1530**, sinterizado a 1.530°C e **Z1600**, sinterizado a 1.600°C. Os parâmetros de sinterização estão descritos na tabela 3.

Tabela 3 - Parâmetros de sinterização dos corpos de prova.

	<i>I1530</i>	<i>P1600</i>	<i>Z1450</i>	<i>Z1530</i>	<i>Z1600</i>
Temperatura de sinterização	1.530°C	1.600°C	1.450°C	1.530°C	1.600°C
Patamar	120 min	120 min	120 min	120 min	120 min
Taxa de aquecimento	5°C/min	8°C/min	8°C/min	5°C/min	8°C/min
Taxa de resfriamento	5°C/min	8°C/min	5°C/min	5°C/min	5°C/min

Esses parâmetros foram estabelecidos estritamente de acordo com as instruções dos fabricantes apenas para os grupos **I1530** e **P1600**. Nos corpos de

prova formados pela zircônia ceramill Zolid, além da variação na temperatura de sinterização, a taxa de aquecimento foi programada de formas distintas: enquanto os grupos **Z1450** e **Z1600** foram submetidos a uma taxa de aquecimento mais rápida de 8°C/min, o grupo **Z1530** foi submetido a uma taxa de 5°C/min.

Desta forma, os grupos **Z1600** e **Z1530** passaram pelo mesmo ciclo de sinterização indicado respectivamente para as zircônias Prettau e IPS e.max ZirCAD, simulando uma possível mistura de ciclos em laboratórios de prótese que também utilizem esses materiais como rotina.

O gráfico 1 ilustra todos os ciclos de sinterização utilizados para os 5 grupos:

Gráfico 1 – Ciclos de sinterização dos grupos **Z1450**, **Z1530**, **Z1600**, **I1530** e **P1600**.

4.4 CARACTERIZAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

4.4.1 Densidade

A densidade relativa foi determinada pela equação (eq.1):

$$\rho_{Rel} = \left(\frac{\rho_{Sint}}{\rho_{Teórica}} \right) \times 100 [\%] \quad (1)$$

onde:

ρ_{Rel} → Densidade relativa,

ρ_{Sint} → Densidade de massa aparente dos corpos de prova sinterizados,

$\rho_{Teórica}$ → Densidade de massa aparente teórica da zircônia

Esta densidade corresponde à relação entre a densidade de massa aparente dos corpos de prova de zircônia após a sinterização e a densidade de massa aparente teórica, que para zircônia foi considerada como 6,05 g/cm³ (SANTOS, H.E.S., 2012).

A densidade de massa aparente dos corpos de prova sinterizados foi calculada pelo princípio de Arquimedes, utilizando-se uma balança analítica com precisão de 10⁻⁴ g. Para cada grupo estudado, quatro corpos de prova foram unidos por meio de um fio de nylon para formarem um corpo único, o qual foi posteriormente submetido a seis ensaios para o cálculo da densidade de massa aparente.

Para a medida da massa, este conjunto foi suspenso por um fio de nylon e imerso totalmente no interior de um Becker contendo água purificada por osmose reversa a uma temperatura de 20°C. Em um primeiro momento, a massa foi medida sem que se tocasse o fundo do Becker e, em seguida, foi medida novamente com o conjunto repousando sobre o fundo do recipiente sem qualquer tensão sobre o fio de nylon (Figura 8).

Figura 8 - Medida de massa com o corpo de prova suspenso por um fio de nylon.

Quando um corpo totalmente imerso em um fluido fica suspenso por um fio sem tocar o fundo, submete-se à ação de três forças:

- a) a força no fio (T)
- b) o peso do corpo ($m \times g$)
- c) o empuxo (E)

O empuxo pode ser expresso pela seguinte equação (eq.2):

$$E = \rho_f \times g \times V \quad (2)$$

onde:

- E → empuxo,
- ρ_f → densidade do fluido,
- g → gravidade,
- V → volume do corpo.

Como o corpo está em equilíbrio e suspenso pelo fio, a força T no fio pode ser expressa pela equação (eq.3):

$$T = (m \times g) - (\rho_f \times g \times V) \quad (3)$$

Pela terceira lei de Newton, a mesma força que o líquido exerce sobre o corpo (empuxo) o corpo exerce sobre o líquido na mesma direção e sentido contrário. Portanto a força (F_1) medida pela balança será equivalente ao empuxo (eq.4)

$$F_1 = \rho_f \times g \times V \quad (4)$$

Quando o corpo está imerso repousando sobre o fundo do recipiente, a força (F_2) medida pela balança é o peso do corpo, expressa na equação (eq. 5):

$$F_2 = m \times g = \rho \times V \times g \quad (5)$$

A densidade de massa aparente do corpo (ρ) será a razão entre F_2 e F_1 (eq.6):

$$\frac{F_2}{F_1} = \frac{\rho \times V \times g}{\rho_f \times g \times V} \therefore \rho = \frac{F_2}{F_1} \times \rho_f \quad (6)$$

Desta forma, a densidade de massa aparente dos corpos de prova sinterizados pode ser calculada aplicando-se a equação (eq.7):

$$\rho_{sint} = \frac{M_2}{M_1} \times \rho_{H_2O(T)} \quad (7)$$

onde:

ρ_{sint} → Densidade de massa aparente dos corpos de prova sinterizados,

M_1 → Massa do corpo imerso suspenso pelo fio de nylon,

M_2 → Massa do corpo imerso repousando no fundo do recipiente,

$\rho_{H_2O(T)}$ → Densidade da água na temperatura T.

$\rho_{H_2O(T)} = 0,99823 \text{ g/cm}^3$ à 20°C

4.4.2 Caracterização das fases cristalinas nos corpos de prova

As fases cristalinas presentes nos corpos de prova foram identificadas por difração de raios-X antes e após o procedimento de sinterização destes materiais. Este é um ensaio não destrutivo que tem por objetivo caracterizar materiais cristalinos. Esta metodologia permite determinar as fases presentes e sua concentração relativa (SANTOS, H.E.S., 2012).

Neste estudo, apenas as fases foram identificadas. As análises foram realizadas na condição pré-sinterizada dos corpos de prova representados pelas três marcas comerciais sob estudo (ceramill Zolid, Prettau e IPS e.max ZirCAD) e na condição sinterizada para os cinco grupos de eleição (**Z1450, Z1530, Z1600, I1530, P1600**).

Quatro corpos de prova por grupo foram posicionados lado a lado no porta amostras para que se obtivesse uma área suficiente de varredura do feixe em cada ensaio realizado.

O difratômetro PANalytical X'Pert PRO com detector PIXcel do laboratório de Difração de Raios-X do Instituto Militar de Engenharia - IME foi utilizado para a realização das análises (Figura 9).

Figura 9 - Difratômetro PANalytical X'Pert PRO

Os parâmetros instrumentais utilizados para a realização da difração estão descritos na tabela 4.

Tabela 4 - Parâmetros de varredura das amostras.

Parâmetro	Valor
Configuração	Θ - 2Θ
Anodo	Co
K-Alpha 1 [Å]	1,78901
K-Alpha 2 [Å]	1,7929
K-Beta [Å]	1,62083
Razão KA-2/KA-1	0,5
Corrente e energia no tubo	45mA, 40kV
Faixa angular($^{\circ}2\Theta$)	25,00500 $^{\circ}$ a 80,99909 $^{\circ}$
Passo angular ($^{\circ}2\Theta$)	0,0197 $^{\circ}$
Tempo de varredura	19,55min

As fases presentes, em especial os picos referentes às fases tetragonal e monoclinica, foram identificadas utilizando-se o *software* HighScore Plus, que permitiu a comparação dos difratogramas obtidos com as fichas constantes dos bancos de dados PDF2-2004 do ICDD (*International Centre for Diffraction Data*), COD-Jan2012 (*Crystallography Open Database*) e ICSD (*Inorganic Crystal Structure Database*).

4.4.3 Caracterização microestrutural

Após o preparo ceramográfico realizado no Laboratório de Engenharia de Materiais do Centro Universitário de Volta Redonda-UNIFOA Campus Três Poços, e o recobrimento por deposição de ouro, feito no laboratório de nanopartículas do Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas-CBPF, a microestrutura dos corpos de prova sinterizados de cada grupo foi analisada por meio de microscópio eletrônico de varredura do Laboratório de Microscopia Eletrônica de Varredura do Instituto Militar de Engenharia-IME.

4.4.3.1 Preparo ceramográfico dos corpos de prova após a sinterização

Foi reservado um corpo de prova sinterizado de cada grupo estudado para análise microestrutural.

Os corpos de prova foram embutidos em resina acrílica incolor e desbastados em politriz automática (Figura 10) a 200 rpm e 120N de força de compressão por 20 minutos, com lixa d'água de granulação 600-1200, para a obtenção de uma superfície plana. Em seguida foram polidos no mesmo equipamento com pasta diamantada de diferentes granulometrias na sequência de 9, 6, 3, 1 e $\frac{1}{4}$ μm , por meio de panos auto-adesivos para polimento metalográfico. Cada etapa de polimento foi efetuada por um período de 20 minutos, efetuando-se a lavagem das amostras em água corrente e a substituição do pano de polimento a cada nova granulometria introduzida.

Figura 10 - a) Lixamento e polimento das amostras na Politriz Buehler AutoMet™ b) detalhe dos parâmetros de lixamento e polimento.

Concluído o polimento, os corpos de prova foram removidos do embutimento e imersos em álcool isopropílico para lavagem ultrassônica durante 10 minutos com a finalidade de remoção dos eventuais resíduos acumulados durante o processo de preparo ceramográfico.

Em seguida foram realizados ataques térmicos para exposição da microestrutura de superfície da zircônia e revelação dos contornos dos grãos, permitindo a caracterização microestrutural de cada grupo sob estudo. Os corpos de prova foram aquecidos a uma taxa de 20°C/min até a temperatura de 1.400°C nos grupos **I1530**, **Z1450** e **Z1530**, e até a temperatura de 1.450°C nos grupos **Z1600** e **P1600**, com um patamar de 20 minutos para todos os grupos. O resfriamento ocorreu na inércia do forno até a temperatura ambiente. Esta etapa foi realizada nos fornos de sinterização próprios de cada sistema.

4.4.3.2 Determinação do tamanho médio de grão

Para a realização da microscopia eletrônica de varredura, foi efetuada uma deposição de ouro prévia nos corpos de prova, utilizando-se o equipamento de deposição catódica do Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF).

O tempo de deposição foi de 2 minutos em uma corrente de 50 mA, o que proporcionou uma camada de ouro de 30 nm.

Em cada grupo estudado, foram obtidas três imagens de diferentes regiões em microscópio eletrônico de varredura (MEV) por elétrons secundários com tensão de 30 kV e aumento de 30.000 vezes (Figura 11). As imagens foram utilizadas para determinação de tamanho médio de grão.

Figura 11 – Microscópio eletrônico de Varredura Quantas FEG 250

Antes de serem analisadas, as imagens obtidas foram processadas no *software* Photoshop CS6 para ajuste de exposição, contraste e redução de ruído.

O tamanho de grão foi determinado pelo método do diâmetro de Feret, de acordo com a metodologia sugerida por Santos, H.E.S. (2012). Este diâmetro corresponde à distância entre duas tangentes paralelas a uma determinada direção que enquadram o contorno do objeto (Figura 12). O diâmetro de Feret máximo é a maior distância entre dois pontos ao longo do contorno do objeto, independente de sua rotação angular no momento em que a imagem foi capturada. A medida da menor distância é o Feret mínimo, sendo o Feret médio a média entre os dois (MOTTA et al., 2001).

Fonte: Tamanho das partículas e sua distribuição, 2011.

Figura 12 - Medidas do diâmetro de Feret.

Estas medidas foram obtidas por análise automática de imagem através do *software* Image-pro Plus 6.0. Para melhorar a precisão de leitura do *software*, os contornos de grãos das imagens foram realçados individualmente utilizando-se uma mesa digitalizadora com o auxílio do *software* SketchBook Pro 5.0 (Figura 13).

Figura 13 - Contornos de grãos sendo traçados no *software* SketchBook Pro 5.0

Os contornos de grão foram traçados como uma camada adicional sobre a imagem original, que foi posteriormente removida mantendo-se apenas o arcabouço traçado (Figura 14):

Figura 14 – a) traçado final dos contornos de grãos b) arcabouço.

As imagens tratadas foram analisadas através do *software* Image-pro Plus 6.0. Optou-se por identificar o diâmetro de Feret médio, de modo que o software forneceu automaticamente os valores para cada grão observado na imagem, assim como a média e o desvio padrão (Figura 15).

Figura 15 - Exemplo de análise automática de imagem realizada pelo *software* Image-pro Plus 6.0 para determinação do diâmetro de Feret.

4.5 AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS

4.5.1 Resistência à fratura por flexão

Foram confeccionados 65 corpos de prova a partir dos discos e blocos dos diferentes fabricantes de zircônia eleitos para o estudo. Para cada um dos cinco grupos, havia um total de 13 corpos de prova. Todos eles foram previamente mensurados por meio de um micrômetro digital com precisão de 0,001 mm para a obtenção do cálculo preciso das tensões de flexão máxima.

A medida da resistência à flexão foi realizada de acordo com a metodologia proposta pela norma ASTM C 1161-08 (ASTM, 2008), que descreve os ensaios de resistência à flexão de materiais cerâmicos avançados à temperatura ambiente. Para isso, foi utilizada a máquina universal de ensaios EMIC do laboratório de ensaios mecânicos do Instituto Militar de Engenharia, com taxa de carregamento de 0,2 mm/min e célula de carga de 1000 N.

Figura 16 - Máquina universal de ensaios EMIC com corpo de prova de flexão posicionado

O ensaio de resistência à flexão em quatro pontos foi escolhido para a determinação da resistência à fratura. Este ensaio consiste em uma barra biapoiada com aplicação de carga em dois pontos equidistantes dos apoios, posicionados a um quarto da distância total entre eles. Os quatro apoios formados por este conjunto têm formato cilíndrico para aliviar as restrições impostas pelo atrito entre o corpo de prova e os componentes (Figura 17):

Fonte: ASTM (2008)

Figura 17 - Representação esquemática do ensaio de resistência à flexão em quatro pontos de acordo com a norma ASTM C 1161-08.

A norma determina que a distância entre os roletes de apoio para os corpos de prova com comprimento de 25 mm seja de 20 mm.

Para o cálculo da resistência à flexão dos corpos de prova utilizou-se a equação recomenda a norma ASTM C 1161-08 (eq.7)

$$S = \frac{3PL}{4bd^2} \quad (7)$$

onde:

S → Tensão de flexão máxima (MPa)

P → Força de ruptura (N)

L → Distância entre apoios (mm)

b → Largura do corpo de prova (mm)

d → Altura do corpo de prova (mm)

4.6 TRATAMENTO ESTATÍSTICO DOS DADOS

Foi utilizada a análise de variância (ANOVA) a 1 critério, empregando-se o *software Origin pro 9* (*OriginLab Corporation*) com nível de significância de 0,05. Como houve diferença estatística significativa, foi realizado o teste de Tukey DMS (Diferença mínima significativa) para comparação múltipla entre todas as médias dos tratamentos obtidas nos experimentos tomadas duas a duas.

Complementarmente, considerando que uma avaliação exclusiva da média dos valores obtidos em ensaios de ruptura não resulte em caracterização precisa das propriedades de um material cerâmico, a dispersão dos valores de resistência à flexão foi calculada pela estatística de Weibull através do *software Weibull++ 8* (*ReliaSoft Corporation*). O coeficiente de Weibull (m) fornece uma medida da confiabilidade do material com base na homogeneidade ou dispersão dos valores de resistência máxima obtidos. Quanto maior o valor deste coeficiente, menor a dispersão dos resultados e maior a homogeneidade de um material cerâmico.

5 Resultados

5 RESULTADOS

5.1 DENSIDADE

Os resultados dos cálculos de densidade pelo método de Arquimedes para os diversos grupos estão apresentados na tabela 5:

Tabela 5 – Média e desvio padrão de densidade de massa aparente e densidade relativa dos grupos estudados.

Grupo	Densidade de massa aparente (g/cm ³)	Densidade relativa (%DT)
Z1450	5,936±0,036 ^a	98,122±0,608
Z1530	5,986±0,030 ^{a,b}	98,953±0,496
Z1600	5,949±0,025 ^a	98,332±0,418
I1530	6,030±0,005 ^b	99,683±0,08
P1600	6,031±0,047 ^b	99,759±0,791

Letras idênticas (a,b) representam diferença estatística não significativa no nível $p \leq 0,05$.

Apenas os grupos **I1530** e **P1600** apresentaram valores médios de densidade relativa acima de 99%. O menor valor de densidade foi observado para o grupo **Z1450**.

A análise de variância mostra a existência de diferença estatística significativa entre os grupos (Tabela 6). O Teste de Tuckey foi utilizado para determinar os pares dessas diferenças (Tabela 7).

Tabela 6 – Análise de variância dos valores de densidade de massa aparente

ANOVA					
	Graus de liberdade	Soma dos Quadrados	Quadrado Médio	Valor de F	Prob>F
Modelo	4	0,04957	0,01239	11,87373	1,52648E-5
Erro	25	0,02609	0,00104		
Total	29	0,07567			

Tabela 7 – Teste de Tuckey para os valores de densidade de massa aparente

Teste de Tuckey								
	Dif. Médias	SEM	Valor de q	Prob	Alpha	Sig	LCI	LCS
Z1530 Z1450	0,05027	0,01865	3,8115	0,08323	0,05	0	-0,00451	0,10505
Z1600 Z1450	0,01269	0,01865	0,9623	0,95888	0,05	0	-0,04209	0,06747
Z1600 Z1530	-0,03758	0,01865	2,8492	0,28829	0,05	0	-0,09236	0,0172
P1600 Z1450	0,09904	0,01865	7,500935	1,51113E-4	0,05	1	0,04426	0,15382
P1600 Z1530	0,04877	0,01865	3,69785	0,09792	0,05	0	-0,00601	0,10355
P1600 Z1600	0,08635	0,01865	6,54705	8,50152E-4	0,05	1	0,03157	0,14113
I1530 Z1450	0,09442	0,01865	7,15887	2,83408E-4	0,05	1	0,03964	0,1492
I1530 Z1530	0,04415	0,01865	3,34737	0,15774	0,05	0	-0,01063	0,09893
I1530 Z1600	0,08173	0,01865	6,19657	0,00159	0,05	1	0,02695	0,13651
I1530 P1600	-0,00462	0,01865	0,35048	0,99911	0,05	0	-0,0594	0,05016

Não foram encontradas diferenças estatísticas significativas entre os resultados de densidade de massa aparente para os grupos formados pela zircônia ceramill Zolid (**Z1450**, **Z1530** e **Z1600**), os quais revelaram as menores médias entre todos os grupos.

Os grupos **I1530** e **P1600**, representados respectivamente pelas zircônias IPS e.max ZirCAD e Prettau, obtiveram as médias mais elevadas e mais próximas da densidade teórica da zircônia ($6,05\text{g/cm}^3$), sem diferenças significativas entre si.

Apenas o grupo **Z1530** não apresentou diferenças estatísticas em relação a nenhum outro grupo submetido às medidas de densidade.

O gráfico de colunas a seguir (gráfico 2) mostra a variação das médias de densidade de massa aparente apresentada entre os grupos. Nota-se que para o grupo **Z1530**, formado pela zircônia ceramill Zolid sinterizada a uma temperatura mais alta do que a recomendada pelo fabricante e sob uma taxa de aquecimento mais lenta, apresentou aumento no valor absoluto da densidade de massa aparente em relação aos demais grupos formados pelo mesmo material, embora esta diferença não tenha sido considerada estatisticamente significativa.

Gráfico 2 – Densidade de massa aparente média apresentada pelos grupos sob estudo.

5.2 FASES CRISTALINAS

Os picos característicos de difração de raios-X para os materiais a base de zircônia pré-sinterizados e para os grupos formados após a sinterização são apresentados nos difratogramas combinados (gráfico 3). As fases presentes foram identificadas nos difratogramas antes e após a sinterização dos corpos de prova.

A fase cristalina tetragonal foi encontrada em todos os materiais pré-sinterizados, assim como em todos os grupos após a sinterização.

A fase cristalina monoclinica foi encontrada em todos materiais antes da sinterização, mas após a mesma, não foi encontrada nos grupos **Z1450 e Z1600**.

Gráfico 3 - Segmentos dos difratogramas obtidos na difração de raios-X a) zircônias pré-sinterizadas, b) grupos formados após a sinterização.

5.3 TAMANHO MÉDIO DE GRÃO

A tabela 8 apresenta o tamanho médio de grão informado pelos fabricantes das zircônias utilizadas neste estudo considerando as temperaturas de sinterização recomendadas e o tamanho médio de grão calculado pelo diâmetro de Feret médio para os materiais analisados sob condições diversas de sinterização.

Tabela 8 – Tamanhos médios de grão calculados e informados pelo fabricante

Marca comercial	Grupo estudado	Temperatura de sinterização	Média informada	Média obtida	Desvio padrão	População avaliada
Ceramill Zolid	Z1450	1450°C	≤0,6 µm	0,463µm	0,175	824
Ceramill Zolid	Z1530	1530°C	–	0,480 µm	0,171	768
Ceramill Zolid	Z1600	1600°C	–	0,654 µm	0,246	413
IPS e.max ZirCAD	I1530	1530°C	0,520 µm	0,774 µm	0,311	274
Prettau	P1600	1600°C	não informado	0,814 µm	0,281	131

Na comparação isolada entre os três diferentes materiais cerâmicos de zircônia (ceramill Zolid, IPS e.max ZirCAD e Prettau) submetidos às temperaturas de sinterização recomendadas, verificou-se uma tendência de aumento no tamanho de grãos de acordo com o aumento da temperatura de sinterização (Gráfico 4).

Essa tendência também foi verificada para os grupos formados exclusivamente pela zircônia ceramill Zolid nos diferentes ciclos de sinterização utilizados, embora nos grupos **Z1450** e **Z1530** esta variação não tenha sido representativa (Gráfico 5):

Gráfico 4 – Tamanho médio de grão em função da temperatura de sinterização recomendada para as diferentes marcas comerciais de zircônia

Gráfico 5 – Tamanho médio de grão em função da variação da temperatura de sinterização na zircônia ceramill Zolid

A figura 18 ilustra o fenômeno do crescimento de grãos entre os grupos representados pela zircônia ceramill Zolid por meio das imagens de microscopia eletrônica de varredura em um aumento de 30.000 vezes:

Figura 18– Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura de acordo com a variação no parâmetro de sinterização para os grupos: a) **Z1450**, b) **Z1530** e c) **Z1600**.

Vale ressaltar que os valores médios de tamanho de grão encontrados ficaram abaixo do limite máximo de tamanho de grão informado pelo fabricante nos grupos **Z1450** e **Z1530**, enquanto no grupo **Z1600**, sinterizado a uma temperatura 150°C acima da temperatura de sinterização recomendada, observou-se a presença de grãos maiores que os preconizados pelo fabricante (Gráfico 6). Este fato também foi observado no grupo **I1530**, ainda que a temperatura de sinterização utilizada tenha sido a temperatura recomendada pelo fabricante. O fabricante da zircônia Prettau (grupo **P1600**) não informou o tamanho de grão esperado após a sinterização deste material, não sendo possível fazer esta comparação.

Gráfico 6 – Comparativo entre os tamanhos de grão informados pelo fabricante e os tamanhos de grão calculados pelo diâmetro de Feret médio.

5.4 RESISTÊNCIA MECÂNICA À FLEXÃO EM 4 PONTOS

Os resultados referentes à média, ao desvio padrão e ao módulo de Weibull dos ensaios mecânicos de flexão em quatro pontos são apresentados na Tabela 9.

Tabela 9 – Resistência mecânica à flexão dos diferentes grupos analisados

RESISTÊNCIA MECÂNICA À FLEXÃO EM 4 PONTOS			
GRUPO	Média (MPa)	Desvio Padrão	Módulo de Weibull
Z1450	621,01	138,08	5,42
Z1500	713,10	175,44	4,58
Z1600	630,15	112,08	6,87
I1530	1057,41	150,54	7,80
P1600	864,18	118,21	8,22

Com base nos dados de resistência à flexão média, a zircônia convencional representada pelo grupo **I1530** apresentou os maiores valores. Os grupos formados pela zircônia monolítica ceramill Zolid (**Z1450**, **Z1530** e **Z1600**) apresentaram os menores valores (Gráfico 7).

Gráfico 7 – Resistência média à fratura dos grupos analisados

Em todos os grupos houve grande dispersão dos valores de resistência à fratura em flexão.

A análise de Weibull foi aplicada aos resultados de resistência à flexão levando-se em consideração a particularidade estatística dos eventos de fratura relativos aos materiais frágeis. O módulo de Weibull (m), diretamente relacionado ao espalhamento observado nos valores de tensões de ruptura, foi utilizado para determinar a homogeneidade do comportamento dos materiais (confiabilidade), com

ou sem alteração dos parâmetros de sinterização utilizado neste estudo. Os diagramas de Weibull são apresentados abaixo (Gráfico 8):

Gráfico 8 - Diagrama de Weibull dos grupos analisados. Eixo x= Resistência à Flexão σ (MPa); eixo y= Probabilidade de Falha $F(\sigma)=1-R(\sigma)$.

Observa-se que os menores valores para o coeficiente de Weibull também estão relacionados aos grupos representados pela Zircônia Ceramill Zolid, independentemente dos parâmetros de sinterização utilizados para os três grupos constituídos por este material.

A análise estatística dos valores de resistência à flexão obtida foi realizada por meio da análise de variância (ANOVA) e do Teste de Tuckey (Tabelas 10 e 11).

Tabela 10 – Análise de variância dos valores de resistência à flexão

ANOVA					
	Graus de liberdade	Soma dos Quadrados	Quadrado Médio	Valor de F	Prob>F
Modelo	4	1,77073E6	442682,02318	22,34692	2,47014E-11
Erro	60	1,18857E6	19809,52888		
Total	64	2,9593E6			

Tabela 11 – Teste de Tuckey para os valores de resistência à flexão

Teste de Tuckey								
	Dif. Médias	SEM	Valor de q	Prob	Alpha	Sig	LCI	LCS
<i>Z1530 Z1450</i>	92,08757	55,20525	2,35904	0,4611	0,05	0	0,00451	0,10505
<i>Z1600 Z1450</i>	9,14043	55,20525	0,23415	0,99983	0,05	0	0,04209	0,06747
<i>Z1600 Z1530</i>	-82,94715	55,20525	2,12489	0,56493	0,05	0	0,09236	0,0172
<i>P1600 Z1450</i>	243,16542	55,20525	6,22926	4,1482E-4	0,05	1	0,04426	0,15382
<i>P1600 Z1530</i>	151,07785	55,20525	3,87022	0,06022	0,05	0	0,00601	0,10355
<i>P1600 Z1600</i>	234,02499	55,20525	5,99511	7,266989E-4	0,05	1	0,03157	0,14113
<i>I1530 Z1450</i>	436,39907	55,20525	11,1794	3,2302026E-8	0,05	1	0,03964	0,1492
<i>I1530 Z1530</i>	344,39907	55,20525	8,82036	5,05883E-7	0,05	1	0,01063	0,09893
<i>I1530 Z1600</i>	427,25864	55,20525	10,94524	3,38296E-8	0,05	1	0,02695	0,13651
<i>I1530 P1600</i>	193,23365	55,20525	4,95014	0,00759	0,05	1	-0,0594	0,05016

O Teste de Tuckey revelou diferença estatística significativa para o grupo da zircônia convencional **I1530**, que apresentou a maior resistência mecânica em relação aos demais grupos. O grupo **P1600**, referente à zircônia monolítica Prettau, obteve o segundo maior resultado de resistência à flexão. Embora não tenha demonstrado diferença estatisticamente significativa em relação ao grupo **Z1530**,

apresentou o maior valor de módulo de Weibull entre todos os grupos. Os grupos formados pela zircônia monolítica ceramill Zolid exibiram a menor resistência mecânica e não apresentaram diferenças estatísticas significantivas entre si. Ainda assim, pôde-se observar uma tendência de comportamento diferenciado para o grupo **Z1530**, com valor médio de resistência maior que os demais grupos formados pelo mesmo material.

Na comparação entre os resultados de densidade e resistência mecânica, estas propriedades apresentaram uma relação direta de proporcionalidade, conforme ilustrado no gráfico 9. O mesmo comportamento não foi observado em relação ao tamanho médio de grãos para os grupos analisados.

Gráfico 9 – Variação da resistência à flexão como função da densidade

5.5 INTERAÇÃO DOS RESULTADOS DOS ENSAIOS REALIZADOS

Os ensaios realizados e os resultados obtidos foram combinados para possibilitar a avaliação da influência das variáveis estudadas (material e parâmetros de sinterização) sobre a microestrutura e propriedades mecânicas das zircônias.

A tabela 12 resume todos os resultados apresentados nos ensaios realizados em todos os grupos sob estudo:

Tabela 12 – Resumo dos resultados obtidos e análises realizadas. Letras idênticas (a,b,c) representam diferença estatística não significativa no nível $p \leq 0,05$

Grupo	Parâmetro de sinterização (°C)/(°C/min)	Densidade de massa aparente (g/cm ³)	Fase cristalina presente	Tamanho médio de grão μm	Resistência média à flexão (MPa)	Módulo de Weibull
Z1450	1.450/8	5,936±0,036 ^a	Tetragonal	0,463±0,175	621,01±138,08 ^a	5,42
Z1530	1.530/5	5,986±0,030 ^{a,b}	Tetragonal e Monoclínica	0,480±0,171	713,10±175,44 ^{a,b}	4,58
Z1600	1.600/8	5,949±0,025 ^a	Tetragonal	0,654±112,08	630,15±112,08 ^a	6,87
I1530	1.530/5	6,030±0,005 ^b	Tetragonal e Monoclínica	0,774±0,311	864,18±118,21 ^b	7,80
P1600	1.600/8	6,031±0,047 ^b	Tetragonal e Monoclínica	0,814±0,281	1057,41±150,54 ^c	8,22

6 Discussão

6 DISCUSSÃO

Atualmente, os sistemas ceramocerâmicos podem ser divididos em duas categorias com relação à presença de cerâmica de cobertura: (1) caracterizados pelo uso de uma infraestrutura de material cerâmico com alta resistência revestida por cerâmica de cobertura para simular a estética de um dente natural ou (2) fabricados inteiramente por um material totalmente cerâmico específico.

As restaurações constituídas por infraestruturas resistentes revestidas por materiais estéticos de cobertura representam até os dias de hoje a pedra fundamental na odontologia protética, combinação esta que tem comprovando seu sucesso por muitas décadas.

A zircônia convencional é relativamente opaca e monocromática (LIN et al., 2012), por isso requer o revestimento de uma cerâmica de cobertura para que o resultado estético esperado seja alcançado. A combinação entre a resistência da infraestrutura e a estética do material de cobertura permite a fabricação de restaurações com características individualizadas capazes de resistir a altas demandas funcionais. A superioridade mecânica, no entanto, não é o único pré-requisito para o sucesso clínico de longo prazo, pois a resistência de uma estrutura cerâmica de múltiplas camadas é normalmente determinada pelo seu componente mais frágil (ABOUSHELIB et al., 2005; ABOUSHELIB et al., 2008a; TENG et al., 2012).

Desta forma, a questão do lascamento do material de revestimento estético parece ser um problema inerente às restaurações à base de zircônia e independe de suas propriedades mecânicas intrinsecamente superiores. Embora inúmeras tentativas de redução de sua incidência tenham sido desenvolvidas, esta continua sendo a principal complicação técnica encontrada, podendo trazer sérias consequências clínicas relacionadas ao insucesso da restauração protética (AL-AMLEH; LYONS; SWAIN, 2010; RAIGRODSKI et al., 2012).

Novos materiais à base de zircônia, que prometem suprimir a vulnerabilidade ao lascamento e ao mesmo tempo proporcionar estética e resistência mecânica, estão agora disponíveis no mercado para a fabricação de restaurações protéticas monolíticas. Estes materiais, ainda que compartilhem uma estrutura química relativamente similar à estrutura da zircônia convencional 3Y-TZP, podem diferir significativamente quanto a composição, técnica de fabricação,

procedimento de usinagem e parâmetros de sinterização. O produto final poderá ser influenciado por todas estas variáveis, de tal forma que resulte em diferenças nos tamanhos de grão obtidos, fases cristalinas presentes, densificação final e propriedades mecânicas relacionadas (ABOUSHLIB; KELVERLAAN; FEILZER, 2008a).

Para avaliar esta questão, foram analisadas duas marcas comerciais de zircônias monolíticas escolhidas com base em sua disponibilidade no mercado nacional, as quais foram comparadas a uma zircônia convencional para infraestrutura. Parâmetros de sinterização também foram modificados para simular a mistura entre materiais que requeiram especificações diferentes no momento da sinterização, observando sua influência sobre a microestrutura e as propriedades da zircônia.

Após a análise dos dados obtidos a partir dos ensaios realizados, verificou-se rejeição da hipótese nula, pois existiram diferenças significativas para as médias de resistência à flexão entre os grupos formados pelas zircônias monolíticas e o grupo representado pela zircônia convencional para infraestrutura, havendo ou não modificação dos parâmetros de sinterização.

A primeira análise realizada neste estudo foi a difração de raios-x, que teve como objetivo uma avaliação qualitativa das fases cristalinas presentes, no intuito de caracterizar os corpos de prova como materiais cerâmicos a base de zircônia 3Y-TZP. Conforme esperado, estes ensaios identificaram a presença da fase cristalina tetragonal antes e após a sinterização em todos os grupos. O alto conteúdo de fase tetragonal está relacionado às propriedades mecânicas superiores destes materiais (KELLY e DENRY, 2008; VAGKOPOULOS et al., 2009; KOUTAYAS et al., 2009).

A fase monoclinica foi identificada nos corpos de prova pré-sinterizados das três marcas comerciais estudadas e sua presença pode ser justificada pelas tensões mecânicas geradas no processo de corte, que induziram a transformação da fase tetragonal para monoclinica ($t \rightarrow m$). Esta transformação é normalmente revertida durante o processo de sinterização realizado a uma temperatura acima da temperatura de transformação $t \rightarrow m$, resultando na retenção da fase tetragonal metaestável após o resfriamento. No entanto, pode-se supor, pela intensidade dos picos gerados nos espectros de difração, que tenha existido um percentual maior de fase monoclinica nos grupos **Z1530**, **I1530** e **P1600** também após a sinterização.

Este fato está relacionado à transformação espontânea de fase por ausência de restrição próxima à superfície livre, assim como às tensões térmicas residuais desenvolvidas durante o resfriamento.

A presença de fase monoclinica nestes grupos contribuiu para a superioridade no comportamento mecânico verificado, uma vez que nos grupos onde esta fase não foi identificada (**Z1450** e **Z1600**) foram observados valores de resistência menores. Esta melhoria é decorrente das tensões compressivas superficiais geradas, responsáveis por manter os defeitos críticos da superfície sob compressão e evitar a propagação de trincas a partir dos mesmos. Quando defeitos de superfície estão sob compressão, é necessário o emprego de tensões mais elevadas para que se vença a tensão compressiva superficial e ocorra a propagação de trincas, o que melhora a resistência de um material (SILVA, 2009; SANTOS, H.E.S., 2012).

O segundo ensaio realizado neste trabalho referiu-se às medidas de densidade para todos os grupos estabelecidos após a sinterização. É esperado que os materiais a base de zircônia obtenham a densificação completa durante o último estágio deste processo, sendo este um dos requisitos necessários para se alcançar um comportamento mecânico otimizado, especialmente no que se refere à resistência à flexão, dureza e tenacidade à fratura (LUO; ADAK; STEVENS, 1998). Estas propriedades são afetadas pela densidade final da zircônia sinterizada, pois eventuais poros presentes no interior deste material podem atuar como concentradores de tensão e contribuir para a redução da seção resistente, fragilizando o material (TEKELI e ERDOGAN; 2002).

A literatura recomenda que a densidade relativa da zircônia após a sinterização seja superior a 99% da densidade teórica deste material ou o mais próxima possível da densidade completa (TRUNEC, 2008; CASOLCO et al., 2008; WANG et al., 2011; KIM, M.J. et al., 2013). Os resultados deste estudo revelaram valores médios de densidade relativa acima de 98% para os grupos formados pela zircônia Ceramill Zolid e acima de 99% para os demais materiais, o que pode ter contribuído para as diferenças nos valores de resistência à flexão obtidos.

Diversos estudos reportam que a densidade final poderá variar em função dos parâmetros de sinterização, como velocidade de aquecimento, temperatura final e patamar de sinterização (LUO; ADAK; STEVENS, 1998; TEKELI E ERDOGAN, 2002; HJERPPE et al, 2009; JIANG et al., 2011; WANG et al, 2011; KIM, M.J. et al,

2013). Neste trabalho, apenas o patamar de sinterização, correspondente a um período de 2 horas, não foi modificado e por isso não exerceu influência sobre os resultados de densificação final.

Quanto à temperatura, os grupos formados pelos três diferentes fabricantes e os grupos constituídos exclusivamente pela zircônia ceramill Zolid foram submetidos a variações, embora tenham permanecido na faixa recomendada para a obtenção de um corpo sinterizado denso, entre 1.400°C e 1.650°C (TRUNEC, 2008). Nesta faixa, os estudos ora reportam que os valores de densidade permanecem constantes até 1.650°C, quando então começam a decrescer em função do aumento do tempo de sinterização (TRUNEC, 2008), ora concluem que um aumento da temperatura poderá contribuir de forma efetiva para uma maior densificação (JIANG et al., 2011; SANTOS, H.E.S., 2012).

No presente trabalho, não foi possível constatar que a elevação da temperatura tenha sido capaz por si só de afetar os valores de densidade observados, o que indica que outros fatores possam ter suplantado sua influência. Este fato pode ser exemplificado pelo grupo **Z1600**, que submetidos a maiores temperatura de sinterização, obteve valores de densidade de massa aparente inferiores aos valores registrados para o grupo **P1600**, sinterizado sob as mesmas condições, e para o grupo **I1530**, submetido a uma temperatura de sinterização mais baixa. É possível que fatores inerentes à composição e ao processo de fabricação das três marcas comerciais que representam estes grupos tenham influenciado estes resultados.

No que se refere à taxa de aquecimento, uma rápida elevação da temperatura representa uma condição de sinterização possível quando se pretende otimizar o tempo de trabalho em um laboratório de prótese. Por isso uma variação nesta taxa foi simulada entre os grupos formados pela zircônia ceramill Zolid. O grupo **Z1530** foi submetido a uma taxa de aquecimento mais lenta em relação aos demais e revelou uma tendência de aumento de densidade, que também se refletiu nos resultados dos ensaios mecânicos de flexão. No entanto, não foram observadas diferenças estatísticas significativas em relação aos outros grupos representados pela mesma zircônia em nenhuma das duas análises, o que corrobora com os achados da literatura (HJERPPE et al., 2009; WANG et al., 2011).

Ainda assim, experimentos convencionais de sinterização de materiais cerâmicos demonstram que a taxa de aquecimento poderá afetar o comportamento

de densificação, de tal forma que uma menor taxa resulte em densidade final maior (KIM, B.N. et al, 2009). Vale ressaltar que pequenas diferenças entre valores absolutos de densidade, mesmo sem significado estatístico, podem resultar em grandes diferenças na resistência de um material cerâmico, conforme observado nos resultados apresentados. Este fato se deve à insensibilidade do método de Arquimedes para detectar porosidades extremamente baixas. (CASOLCO et al., 2008; WANG et al., 2011).

Desta forma, embora o fabricante da zircônia ceramill Zolid permita que o processo de sinterização seja realizado com taxa de aquecimento entre 5 e 10°C/min, os presentes resultados levam a crer que um rápido aumento na temperatura possa originar um ciclo total reduzido que gere uma condição mais crítica de sinterização deste material.

Um outro aspecto analisado neste estudo foi a microestrutura representada pelo tamanho dos grãos de zircônia constituintes dos corpos de prova após a sinterização. Os trabalhos relativos ao comportamento da zircônia mediante condições diversas de fabricação reportam que o tamanho resultante destes grãos poderá exercer grande influência sobre suas propriedades (LUO; ADAK; STEVENS, 1998; TEKELI e ENDORGAN, 2002; TRUNEC, 2008, YANG; RAJ; CONRAD, 2010; JIANG et al., 2011; KIM, M.J. et al., 2013).

Todos os valores médios de tamanho de grão obtidos mantiveram-se dentro da escala submicrométrica, ou seja, abaixo de 1µm. O desvio padrão observado em todos os grupos pode ser considerado normal, uma vez que em materiais policristalinos, apesar dos grãos serem normalmente equiaxiais, raramente possuem o mesmo tamanho. Contudo geralmente mostram uma distribuição gaussiana de tamanho normal (TEKELI e ERDORGAN, 2002), como observado nas imagens de microscopia eletrônica de varredura.

Acima de 1µm os grãos atingem o tamanho considerado crítico, a partir do qual sofrem transformação espontânea para a fase monoclinica, podendo comprometer a tenacidade à fratura do material (TRUNEC, 2008). É necessário um equilíbrio entre este parâmetro e a concentração do óxido de ítrio utilizado como agente dopante para que se favoreça a metaestabilidade da fase tetragonal presente e, conseqüentemente, seu comportamento mecânico (TRUNEC, 2008; SILVA, 2009; SANTOS, H.E.S. 2012).

Os maiores valores de tamanho médio de grão foram encontrados respectivamente nos grupos formados pelas zircônias Prettau (**P1600**) e IPS e.max ZirCAD (**I1530**), sendo que no grupo **I1530** os valores obtidos ficaram acima do valor informado pelos fabricantes. Esta comparação não foi possível para o grupo **P1600**, cujas informações sobre tamanho de grão não foram fornecidas.

Entre os corpos de prova constituídos pela zircônia Ceramill Zolid, apenas os do grupo **Z1600** ultrapassaram o tamanho de grão previsto nas especificações. Nos outros dois grupos (**Z1450** e **Z1530**), foram verificados os menores tamanhos médios de grãos.

De uma forma geral, o crescimento dos grãos variou de acordo com o aumento de temperatura, conforme reportado na literatura (TEKELI e ERDOGAN, 2002; TRUNEC, 2008; SILVA, 2009; SANTOS, H.E.C. 2012). No entanto, essa correlação foi verificada exclusivamente entre os grupos formados pelas diferentes marcas comerciais submetidos aos parâmetros de sinterização recomendados pelos fabricantes (**Z1450**, **I1530**, **P1600**) ou entre os grupos constituídos apenas pela zircônia ceramill Zolid com variação nestes parâmetros (**Z1450**, **Z1530**, **Z1600**).

Em detrimento deste aumento de temperatura, valores muito semelhantes foram obtidos entre os grupos **Z1450** e **Z1530**. Estes resultados podem ser explicados pela utilização de menor taxa de aquecimento para o grupo **Z1530**, reconhecidamente capaz de prevenir o crescimento excessivo de grãos (JIANG et al., 2011). É importante observar que o aumento do tempo total de sinterização como resultado de uma taxa de aquecimento menor promova maior densificação do material sem que haja crescimento significativo dos grãos. O fenômeno de crescimento de grãos só se torna relevante no momento em que se atinge a temperatura final no último estágio do processo de sinterização. Até lá, o fenômeno de densificação é predominante e poderá ser favorecido por uma velocidade menor de aquecimento (LUO, ADAK, STEVENS, 1998).

Quando os tamanhos médios de grãos obtidos foram analisados em conjunto com os resultados mecânicos, não foi possível estabelecer uma relação entre o tamanho de grão e a resistência mecânica. O maior tamanho de grão não significou redução na resistência à flexão, a não ser para os grupos representados pelas zircônia IPS e.max ZirCAD (**I1530**) e Prettau (**Z1600**). Esta observação contraria os relatos de estudos relacionados aos efeitos do tamanho de grão sobre

as propriedades mecânicas das zircônias 3Y-TZP (TEKELI e ERDOGAN, 2002; TRUNEC, 2008; SILVA, 2009; FRANCISCO, 2009; SANTOS, H.E.S., 2012).

Esta constatação pode ser atribuída aos processamentos diversos inerentes a materiais de distintas procedências que resultem em diferentes microestruturas de zircônia e que não puderam ser controlados por este estudo (LUO; ADAK; STEVENS, 1998). Desta forma, além do tamanho de grão obtido após a sinterização, outros parâmetros microestruturais como porosidade, distribuição de ítria nos grãos, pureza e conjunto de fases de um material específico devem ser levados em consideração quando se avalia suas propriedades (LUO; ADAK; STEVENS, 1998).

A avaliação global do comportamento mecânico foi feita através do módulo de Weibull (m), calculado após a determinação dos valores de resistência à flexão em 4 pontos. Desta forma, esses dois resultados foram observados conjuntamente, pois uma análise isolada da média dos valores de resistência à flexão não representaria uma caracterização precisa das propriedades de um material cerâmico como a zircônia, que está sujeito a uma grande variação em seus índices de falhas (SANTOS, C. et al, 2003).

Este coeficiente adimensional m , cuja estimativa considera a variação de resistência obtida, representa a homogeneidade destes valores, além da distribuição da população de defeitos na cerâmica (MIGLIORE JÚNIOR e ZANOTTO, 1992). Por isso foi utilizado para determinar a confiabilidade dos materiais representados pelos diversos grupos.

No presente trabalho, enquanto os valores de resistência à flexão observados para os cinco grupos variaram entre $621,01 \pm 138,08$ MPa e $1057,41 \pm 150,54$ MPa, e portanto em alguns casos estiveram aquém do limite inferior de 900MPa normalmente atribuído às zircônias (PICONI e MACCAURO, 1999; GUAZZATO et al., 2004; GUAZZATO et al., 2005), o valor de m dos grupos manteve-se dentro da faixa citada para cerâmicas odontológicas, entre 5 e 15 (BAN e ANUSAVICE; 1990). A única exceção correspondeu à zircônia ceramill Zolid sinterizada a 1.530°C , que apresentou um valor de $m=4,58$. Isso significa que os valores de resistência à flexão encontrados neste grupo estão heterogeneamente distribuídos, tornando este material menos confiável por apresentar maior probabilidade de fratura.

Um baixo valor de m está relacionado ao tamanho da população de defeitos, representado pela dimensão, número e distribuição destes defeitos no corpo e na superfície de um material. Quanto maior esta população, aumenta-se o risco da prevalência de um defeito crítico, responsável pela falha do material cerâmico (SWAIN, 2009). Estes defeitos podem estar relacionados ao material propriamente dito ou podem ser incorporados durante todo o seu processamento, quer na fase de produção dos discos e blocos pré-sinterizados a serem comercializados, quer durante a fabricação dos corpos de prova nas condições de sinterização determinadas pelo estudo (LUO, ADAK, STEVENS, 1998, TEKELI e ERDORGAN, 2002). Portanto, não se deve atribuir os resultados exclusivamente às variáveis analisadas através dos ensaios aplicados.

Defeitos estruturais na superfície ou no corpo de um material cerâmico tendem a concentrar tensões e podem agir como sítios de iniciação e propagação de trincas e fraturas. Cada poro ou imperfeição representa um sítio potencial de iniciação para trincas e, portanto, de insucesso clínico das restaurações cerâmicas. Como as cerâmicas odontológicas são frágeis por natureza, possuem limitadas habilidades para absorver energia elástica; portanto, as tensões de tração e os defeitos estruturais podem resultar em falhas prematuras ainda que sob forças funcionais reduzidas (ABOUSHELIB; KLEVERLAAN; FEILZER, 2006; SWAIN, 2009), o que explica a variação ou espalhamento de resultados.

Analisando todos estes aspectos, os resultados deste estudo revelaram uma nítida tendência de diferenciação no comportamento mecânico entre as três marcas comerciais estudadas, de tal forma que o grupo controle representado pela Zircônia convencional IPS e.max ZirCAD tenha se sobressaído em relação às zircônias monolíticas Prettau e ceramill Zolid.

A zircônia monolítica ceramill Zolid apresentou menor resistência à flexão em todas as condições de sinterização para os ensaios mecânicos. Este grupo apresentou os menores valores médios de resistência à flexão e confiabilidade, mesmo quando submetido a ciclos de sinterização idênticos ao de outros materiais. Pode-se supor que a variação dos parâmetros de sinterização para esta zircônia não alterou de forma efetiva seu comportamento mecânico, apesar da tendência de melhoria deste comportamento quando sinterizada a uma temperatura sob taxa de aquecimento lenta. Ainda assim, a baixa confiabilidade representada pelo valor de m destes grupos poderia indicar futuro enfraquecimento deste material, resultando em

falhas inesperadas. Como até presente data não foram publicados estudos clínicos ou laboratoriais que investigassem as propriedades deste material em particular, torna-se difícil realizar uma comparação direta destes resultados.

A zircônia monolítica Prettau apresentou um comportamento intermediário no comparativo entre as três marcas comerciais submetidas aos ensaios mecânicos. O próprio fabricante deste material indica em seu manual de processamento que a resistência à flexão da zircônia Prettau é 10% inferior à verificada para uma zircônia regular (Prettau Zirconia: Processing and coloring of Prettau Zirconia, 2009). Este valor pode estar relacionado à elevada temperatura de sinterização utilizada, favorecendo a presença de grãos maiores, acima de $0,8\mu\text{m}$, e, portanto, próximos ao valor crítico de grão. No entanto, o fabricante considera que a menor resistência mecânica seja compensada pela dimensão extra da estrutura de contorno total da restauração finalizada, já que nas restaurações monolíticas não há necessidade de se manter espaço para o revestimento cerâmico estético.

A zircônia convencional IPS e.max ZirCAD, aplicada exclusivamente como infraestrutura para coroas e próteses fixas e utilizada como controle, apresentou o melhor comportamento mecânico entre todos os materiais, com confiabilidade acima da observada para a zircônia Ceramill Zolid e próxima à da zircônia Prettau. Os resultados estão acima dos valores de flexão encontrados para esta marca comercial em alguns estudos (FRANCISCO, 2009; SILVA, 2009), o que podem ser justificado por variações no processo de confecção dos corpos de prova. Neste trabalho, nenhum corpo de prova foi submetido a procedimento de polimento antes dos ensaios de flexão, de forma a se evitar a redução ou eliminação da camada monoclinica presente na superfície. Esta camada produz tensões compressivas superficiais capazes de reduzir a propagação de trincas a partir de defeitos superficiais e a sua presença pode ter aumentado os valores de flexão encontrados (SANTOS, H.E.S., 2012).

Por fim, vale lembrar que os resultados obtidos podem ser aplicados apenas às marcas avaliadas. Além disso, os mecanismos de falhas permanecem pouco compreendidos, pois muitos fatores envolvidos no desempenho de uma restauração protética, incluindo umidade, configuração da restauração, cimentação, fadiga, entre outros, não foram avaliados. Testes laboratoriais costumam oferecer apenas previsão limitada sobre o desempenho clínico de materiais testados, mas

são muito valiosos quando se estuda e se compara fatores específicos em um ambiente controlado.

Os materiais investigados puderam ao menos ser classificados em uma ordem relativa, considerando o uso de um material consagrado como controle. Foi possível obter informações sobre o comportamento mecânico associado à microestrutura das zircônias monolíticas, abrindo caminho para estudos futuros que reproduzam as condições clínicas ideais para melhor caracterização dessa nova categoria de zircônias odontológicas. Novas pesquisas são necessárias para a compreensão completa destes mecanismos em coroas e próteses fixas, avaliando a microestrutura, o comportamento mecânico e os aspectos relativos às propriedades óticas de translucidez. Até que os parâmetros de desempenho de materiais recebam estudos adicionais, recomendações precisas ou previsões clínicas confiáveis não poderão ser feitas com segurança.

7 Conclusões

7 CONCLUSÕES

Dentro das limitações deste estudo foi possível verificar a rejeição da hipótese nula, considerando que:

-A zircônia convencional para infraestrutura IPS e.max ZirCAD apresentou o melhor comportamento mecânico entre os grupos, seguida pela zircônia monolítica Prettau, com diferença estatística significativa entre ambas.

-A zircônia monolítica ceramill Zolid apresentou a menor resistência mecânica, bem como a menor homogeneidade, independente dos parâmetros de sinterização utilizados.

-A redução na taxa de aquecimento proporcionou uma tendência de aumento na densidade final e impediu o crescimento excessivo de grãos na Zircônia ceramill Zolid. No entanto isso não se refletiu de forma expressiva na resistência mecânica à flexão.

Referências

REFERÊNCIAS

Aboushelib MN, De Jager N, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. *Dental Mater.* 2005; 21(10):984–991.

Aboushelib MN, De Kler M, Van Der Zel JM, Feilzer AJ. Effect of veneering method on the fracture and bond strength of bilayered zirconia restorations. *Int J Prosthodont.* 2008a; 21(3):237–240.

Aboushelib MN, De Kler M, Van Der Zel JM, Feilzer AJ. Microtensile bond strength and impact energy of fracture of CAD-veneered zirconia restorations. *J Prosthodont.* 2009;18(3):211–216.

Aboushelib MN, Feilzer AJ, De Jager N, Kleverlaan CJ. Prestresses in bilayered all-ceramic restorations. *J Biomed Mater Res B: Appl Biomater.* 2008b; 87(1): 139–145.

Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations Part II: Zirconia veneering ceramics. *Dental Mater.* 2006; 22(9): 857–863.

Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Effect of zirconia type on its bond strength with different veneer ceramics. *J Prosthodont.* 2008a;17(5):401–408.

Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. Part 3:double veneer technique. *J Prosthodont.* 2008b; 17 (1):9–13.

Al-Amleh B, Lyons K, Swain M. Clinical trials in zirconia: a systematic review. *Journal Oral Rehabil.* 2010; 37(8):641–652.

Alhasanyah A, Vaidyanathan, TK, Flinton, RJ. Effect of core thickness differences on post-fatigue indentation fracture resistance of veneered zirconia crowns. *Journal Prosthodont.* 2013; 22(5):383–390.

American Society for Testing and Materials. ASTM C1161-08: Standard Test Method for flexural strength of advanced ceramics at ambient temperatures. West Conshohocken:The Society; 2008.

Andreiuolo R, Gonçalves SA, Dias KRHC. A zircônia na odontologia. *Rev bras odontol.* 2011; 68(1):49-53.

Ban S, Anusavice KJ. Influence of test method on failure stress of brittle dental materials. *J Dent Res*. 1990;69(12):1791-9.

Beuer F, Schweiger J, Eichberger M, Kappert HF, Gernet W, Edelhoff D. High-strength CAD/CAM-fabricated veneering material sintered to zirconia copings: a new fabrication mode for all-ceramic restorations. *Dental Mater*. 2009; 25(1):121–128.

Beuer F, Stimmelmayer M, Gernet W, Edelhoff D, Güh JF, Naumann M. Prospective study of zirconia-based restorations: 3-year clinical results. *Quintessence Int*. 2010;41(8):631–637.

Beuer F, Stimmelmayer M, Guetha J-F, Edelhoff D, Naumann M. In vitro performance of full-contour zirconia single crowns. *Dental Mater*. 2012; 28(4):449–456.

Carden RA. Changing direction in dentistry: full-contour zirconia. *J Dent Technol*. 2011:14-16.

Casolco SR, Xu J, Garay JE. Transparent/translucent polycrystalline nanostructured yttria stabilized zirconia with varying colors. *Scr Mater*. 2008; 58:516–519.

Çehreli MC, Kokat AM, Akça 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.

Chaiyabutr Y, McGowan S, Phillips KM, Kois JC, Giordano RA. The effect of hydrofluoric acid surface treatment and bond strength of a zirconia veneering ceramic. *The Journal of Prosthet Dentist*. 2008; 100(3):195-202.

Chen Y-M, Smales RJ, Yip KH-K, Sung W-J. Translucency and biaxial flexural strength of four ceramic core materials. *Dent Mater*. 2008; 24(11): 1506–1511.

De Backer H, Van Maele G, Decock V, Van Den Berghe L. Long-Term survival of complete crowns, fixed dental prostheses, and cantilever fixed dental prostheses with posts and cores on root canal-treated teeth. *Int J Prosthodont*. 2007; 20(3):229-234.

De Kler M, De Jager N, Meegdes M, Van Der Zel JM. Influence of thermal expansion mismatch and fatigue loading on phase changes in porcelain veneered Y-TZP zirconia discs. *J Oral Rehab*. 2007; 34(11):841–847.

Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater*. 2008; 24(3):299-307.

Dittmer MP, Borchers L, Stiesch M, Kohorst P. Stresses and distortions within zirconia-fixed dental prostheses due to the veneering process. *Acta Biomaterialia*. 2009; 5(8):3231–3239.

Eisenberger M, Mache T, Borchers L, Stiesch M. Fracture stability of anterior zirconia crowns with different core designs and veneered using the layering or the press-over technique. *Eur J Oral Sci*. 2011; 119 (3):253-257.

Fasbinder DJ, Dennison JB, Heys D, Neiva G. A Clinical evaluation of chairside lithium disilicate CAD/CAM crowns: A two-year report. *J Am Dent Assoc*. 2010; 141 suppl 2:10S-14S.

Fischer J, Stawarczyk B, Tomic M, Strub JR, Hämmerle HF. Effect of thermal misfit between different veneering ceramics and zirconia frameworks on *in vitro* fracture load of single crowns. *Dent Mater*. 2007; 26(6):766-772.

Francisco MG. Propriedades mecânicas de cerâmicas de zircônia tetragonal policristalina contendo ítrio (Y-TZP) após aplicação de cerâmica.[tese]. Taubaté (SP): Departamento de Odontologia, Universidade de Taubaté; 2009.

Giordano R, Sabrosa CE. Zirconia: material background and clinical application. *Comp Contin Educ*. 2010; 31(9):710-715.

Gomes EA, Assunção WG, Rocha EP, Santos PH. Cerâmicas odontológicas: o estado atual. *Cerâmica*. 2008; 54:319-325.

Guazzato M, Probst K, Quach L, Swain MV. Strength, reliability and mode of fracture of bilayered porcelain/zirconia (Y-TZP) dental ceramics. *Biomaterials*. 2004; 25(20): 5045–5052.

Guazzato M, Quach L, Albakry M, Swain M V. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of Y-TZP dental ceramic. *J Dent*. 2005; 33(1):9–18.

Guerra CMF, Neves CAF, de Almeida ECB, Valones MAA, Guimarães RP. Estágio atual das cerâmicas odontológicas. *Int J Dent*. 2007; 6(3):90-95.

Guess PC, Schultheis S, Bonfante EA, Coelho PG, Ferencz JL, Silva NRFA. All-ceramic systems: laboratory and clinical performance. *Dent Clin N Am*. 2011; 55(2):333-352.

Harding AB, Norling BK, Teixeira EC. The effect of surface treatment of the interfacial surface on fatigue-related microtensile bond strength of milled zirconia to veneering porcelain. *J Prosthodont*. 2012; 21(5):346–352.

Heintze SD, Rousson V. Survival of zirconia and metal-supported fixed dental prostheses: a systematic review. *Int J Prosthodont*. 2010; 23 (6): 493-502.

Hjerpe J, Vallittu PK, Fröberg K, Lassila LVJ. Effect of sintering time on biaxial strength of zirconium dioxide. *Dent Mater*. 2009; 25(2):166-171.

Ishibe M, Raigrodski, MA, Flinn BD, Kwok-Hung, Winter RR. Shear bond strengths of pressed and layered veneering ceramics to high noble alloy and zirconia cores. *J Prosthet Dent*. 2011;106(1):29-37.

Jiang L, Liao Y, Wan Q, Li W. Effects of sintering temperature and particle size on the translucency of zirconium dioxide dental ceramic. *J Mater Sci: Mater Med*. 2011;22(11):2429–2435.

Kelly R, Denry I. Stabilized zirconia as a structural ceramic: An overview. *Dent Mater*. 2008; 24(3):289-298.

Kim B-N, Hiraga K, Morita K, Yoshida H. Effects of heating rate on microstructure and transparency of spark-plasma-sintered alumina. *J Eur Cer Soc*. 2009; 29(2):323–327.

Kim M-J, Ahn J-S, Kim J-H, Kim H-Y, Kim W-C. Effects of the sintering conditions of dental zirconia ceramics on the grain size and translucency. *J Adv Prosthodont*. 2013;5(2):161-166.

Kohorst P, Brinkmannh, Dittmer MP, Borchers L, Stiesch M. Influence of the veneering process on the marginal fit of zirconia fixed dental prostheses. *J Oral Rehabil*. 2010; 37(4):283–291.

Koutayas SO, Vagkopoulos T, Pelekanos S, Koidis P, Strub JR. Zirconia in dentistry:Part 2. Evidence-based clinical breakthrough. *Eur J Esthet Dent*. 2009; 4(4):348-380.

Larsson C, El Madhoun S, Wenneberg A, Von Steyern, PV. Fracture strength of yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystals crowns with different design:an in vivo study. *Clin Oral Impl Res*. 2012; 23(7):820-826.

Layton D. A critical appraisal of the survival and complication rates of tooth-supported all-ceramic and metal-ceramic fixed dental prostheses: the application of evidence-based dentistry. *Int J Prosthodont*. 2011;24(5):417–427.

Lin W-S, Ercoli C, Feng C, Morton D. The effect of core material, veneering porcelain, and fabrication technique on the biaxial flexural strength and weibull analysis of selected dental ceramics. *J Prosthodont*. 2012; 21(5):353-362.

Luo J, Adak S, Stevens R. Microstructure evolution and grain growth in the sintering of 3Y-TZP zirconia. *J Mater Sci*. 1998; 33:5301-5309.

Mainjot AK, Schajer GS, Vanheusden, AL, Sadoun MJ. Influence of cooling rate on residual stress profile in veneering ceramic: measurement by hole-drilling. *Dent Mater*. 2011a; 27(9):906-914.

Mainjot AK, Schajer GS, Vanheusden, AL, Sadoun MJ. Residual stress measurement in veneering ceramic by hole-drilling. *Dent Mater*. 2011b; 27(5):439-444.

Mainjot AK, Schajer GS, Vanheusden, AL, Sadoun MJ. Influence of veneer thickness on residual stress profile in veneering ceramic: measurement by hole-drilling. *Dent Mater*. 2012a;28(2):160-167.

Mainjot AK, Schajer GS, Vanheusden, AL, Sadoun MJ. Influence of zirconia framework thickness on residual stress profile in veneering ceramic: measurement by hole-drilling. *Dent Mater*. 2012b; 28(4):378-384.

Marchack BW, Sato S, Marchack CB, White SN. Complete and partial contour zirconia designs for crowns and fixed dental prostheses: A clinical report. *J Prosthet Dent*. 2011;106(30):145-152.

Marrelli M, Maletta C, Inchingolo F, Alfano M, Tatullo, M. Three-point bending tests of zirconia core/veneer ceramics for dental restorations. *Int J Dent*. 2013; 2013(ID831976):5 pages.

Martins LM, Lorenzoni FC, Farias BC, Lopes, LDS, Bonfante G, Rubo JH. Comportamento biomecânico das cerâmicas odontológicas: revisão. *Cerâmica*. 2010; 56(338):148-155.

Migliore AR Júnior, Zanotto ED. Sobre a determinação dos parâmetros de Weibull. *Cerâmica*. 1992; 38(253):7-11.

Monaco C, Caldari M, Scotti R. Clinical evaluation of 1,132 zirconia-based single crowns: a retrospective cohort study from the AIOP clinical research group. *Int J Prosthodont.* 2013; 26(5):442.

Mosharraf R, Rismanchian, M, Savabi O, Ashtiani A. Influence of surface modification techniques on shear bond strength between different zirconia cores and veneering ceramics. *J Adv Prosthodont.* 2011; 3(4):221-228.

Motta M, Amaral AL, Pons MN, Ferreira EC, Vivier H, Mota M. Estudo por análise de imagem do comportamento de uma estação de tratamento de efluentes sob condições transientes. *Energias Renovables y Medio Ambiente.* 2001; 9:49-55.

Näpänkangas R, Raustia A. An 18-Year retrospective analysis of treatment outcomes with metal-ceramic fixed partial dentures. *Int J Prosthodont.* 2011;24(4):314–319.

Örtop A, Kihl MI, Carlsson GE. A 3-year retrospective and clinical follow-up study of zirconia single crowns performed in a private practice. *J Dent.* 2009; 37(9):73 –736.

Pecho OE, Ghinea R, Ionescu AM, Cardona JC, Paravina R, Pérez MM. Colour and translucency of zirconia ceramics, human dentine and bovine dentine. *J Dent.* 2012; 40 Suppl 2:e34-40.

Pelaéz J, Cogolludo PG, Serrano B, Lozano JFL, Suárez MJ. A four-year prospective clinical evaluation of zirconia and metal-ceramic posterior fixed dental prostheses. *Int J Prosthodont.* 2012a; 25(5):451-458.

Pelaéz J, Cogolludo PG, Serrano B, Lozano JFL, Suárez MJ. A prospective evaluation of zirconia posterior fixed dental prostheses: three-year clinical results. *J Prosthet Dent.* 2012b;107:373-379.

Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials.* 1999; 20(1):1-25.

Pjetursson BE, Brär U, Lang NP, Zwahlen M. Comparison of survival and complication rates of tooth-supported fixed dental prostheses (FPDs) and implant-supported FPDs and single crowns (SCs). *Clin Oral Implants Res.* 2007; 18 suppl 3:97-113.

Pjetursson BE, Lang NP. Prosthetic treatment planning on the basis of scientific evidence. *J. Oral Rehabil.* 2008; 35(suppl 1):72-79.

Preis V, Behr M, Hahnel S, Handel G, Rosentritt M. In vitro failure and fracture resistance of veneered and full-contour zirconia restorations. *J Dent*. 2012;40(11):921-928.

Prettau Zirconia:processing and coloring of Prettau Zirconia [texto na internet], 2009:4 [acesso em 2012 out 9] Disponível em: http://www.mikodental.rs/katalog/en_brochure_prettau_web_2009.pdf.

Raigrodski AJ, Hillstead MB, Meng GK, Chung K-H. Survival and complications of zirconia-based fixed dental prostheses: a systematic review. *J Prosthet Dent*. 2012;107(3):170-177.

Rekow ED, Silva NRFA, Coelho PG, Zhang Y, Guess P, Thompson VP. Performance of dental ceramics:challenges for improvements. *J Dent Res*. 2011;90(8):937-52.

Rinke S, Fischer C. Range of indications for translucent zirconia modifications: clinical and technical aspects. *Quintessence Int*. 2013; 44(8): 557-566.

Rinke S, Schäfer S, Lange K, Gersdorff N, Roediger M. Practice-based clinical evaluation of metal-ceramic and zirconia molar crowns:3-year results. *J Oral Rehabil*. 2013a;40(3):228-237.

Rinke S, Nikolaus G, Lange K, Roediger M. Prospective evaluation of zirconia posterior fixed partial dentures:7-Year clinical results. *Int J Prosthodont*. 2013b;26(2):164-171.

Roediger M, Gersdorff N, Huels A, Rinke S. Prospective Evaluation of zirconia posterior fixed partial dentures: four-year clinical results. *Int J Prosthodont*. 2010;23(2):141–148.

Rosentritt M, Kolbeck C, Handel G, Schneider-Feyrer S, Behr M. Influence of the fabrication process on the in vitro performance of fixed dental prostheses with zirconia substructures. *Clin Oral Invest*. 2011; 15:1007-1012.

Sailer I, Holderegger C, Jung RE, Auster A, Pietrobon N, Gebhard-Achilles W et al. Clinical study of the color stability of veneering ceramics for zirconia frameworks. *Int J Prosthodont*. 2007; 20(3):263-269.

Santos C, Strecker K, Neto FP, Silva OMM, Baldacim SA, Silva CRM. Evaluation of the reliability of $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-CTR}_2\text{O}_3$ Ceramics analysis through Weibull. *Materials Research*. 2003; 6(4):463-467.

Santos HES. Propriedades mecânicas da zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria submetida à degradação hidrotérmica. [dissertação]. Rio de Janeiro (RJ): Departamento de Ciência e Tecnologia, Instituto Militar de Engenharia; 2012.

Silva CP. Caracterização mecânica de cerâmicas à base de ZrO_2 (3% Y_2O_3) nano e microparticuladas. [dissertação]. Brasília (DF): Faculdade de Tecnologia, UnB; 2009.

Sorrentino R, De Simone G, Tetè S, Russo S, Zarone F. Five-year prospective clinical study of posterior three-unit zirconia-based fixed dental prostheses. *Clin Oral Invest*. 2012;16:977-985.

Stawarczyk B, Özcan M, Roos M, Trottman A, Sailer I, Hämmerle CHF. Load-bearing capacity and failure types of anterior zirconia crowns veneered with overpressing and layering techniques. *Dent Mater*. 2011(10); 27:1045-1053.

Swain MV. Unstable cracking (chipping) of veneering porcelain on all-ceramic dental crowns and fixed partial dentures. *Acta Biomaterialia*. 2009;5(5):1668-1677.

Tada K, Sato, T, Yoshinari M. Influence of surface treatment on bond strength of veneering ceramics fused to zirconia. *Dent Mater J*. 2012; 31(2):287-296.

Tamanho das partículas e sua distribuição.gif [imagem na internet]. 2011. Altura 270 pixels, Largura 249 pixels, 300dpi, 4,2 Mb, formato gif [acesso em 2013 out 9]. Disponível em :http://www.ctb.com.pt/?page_id=3592.

Tekeli S, Erdogan M. A quantitative assessment of cavities in 3 mol% yttria-stabilized tetragonal zirconia specimens containing various grain size. *Ceram Int*. 2002; 28(7):785–789.

Teng J, Wang H, Liao Y, Liang X. Evaluation of a conditioning methods to improve core-veneer bond strength of zirconia restorations. *J Prosthet Dent*. 2012;107(6):380-387

Tinschert J, Schulze KA, Natt G, Latzke P, Heussen N, Spiekerman H. Clinical behavior of zirconia-based fixed partial dentures made of DC-Zirkon:3-year results. *Int J Prosthodont*. 2008; 21(3):217-222.

Tinschert J, Zvez D, Marx R, Anusavice KJ. Structural reliability of alumina-, feldspar-, leucite-, mica- and zirconia-based ceramics. *J Dent*. 2000; 28(7):529–535.

Trunec M. Effect of grain size on mechanical properties of 3Y-TZP ceramics. *Ceramics*. 2008; 52(3): 165-171.

Vagkopoulos T, Koutayas SO, Koids P, Strub JR. Zirconia in dentistry:Part 1. Discovering the nature of an upcoming bioceramic. *Eur J esthet dent*. 2009; 4(2);131-151.

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):265-269.

Wang Y, Huang H, Gao L, Zhang F. Investigation of a new 3Y-stabilized zirconia with an improved optical property for applications as a dental ceramic. *J Ceram Process Res*. 2011;12(4): 473-476.

White SN, Miklus VG, McLaren EA, Lang LA, Caputo AA. Flexural strength of a layered zirconia and porcelain dental all-ceramic system. *J Prosthet Dent*. 2005; 94(2):125-131.

Yang D, Raj R, Conrad H. Enhanced sintering rate of zirconia (3Y-TZP) through the effect of a weak dc electric field on grain growth. *Am. Ceram. Soc*. 2010;93(10):2935–2937.