INFLUÊNCIA DA ESPESSURA DO CORPO DE PROVA SOBRE O VALOR DA RESISTÊNCIA À FLEXÃO POR TRÊS PONTOS DE UM ZTA INFILTRADO COM VIDRO DE LANTÂNIO

Marcus Vinicius Ruybal Bica

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DA COORDENAÇÃO DOS PROGRAMAS DE PÓS-GRADUAÇÃO DE ENGENHARIA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISISTOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS.

Aprovada por:

Tsuneharu Ogasawara, DSc

Maria Cecília de Souza Nóbrega, DSc.

Rogério Fulgêncio Pinheiro, DSc.

RIO DE JANEIRO - RJ MARÇO DE 2006

BICA, MARCUS VINICIUS RUYBAL

Influência da espessura do corpo de prova sobre o valor da resistência à flexão por três pontos de um ZTA infiltrado com vidro de lantânio. [Rio de Janeiro] 2006.

IX, 67 p. 29,7 cm (COPPE/UFRJ, M.Sc., Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2006)

Dissertação de Mestrado - Universidade

Federal do Rio de Janeiro, COPPE

- 1. Cerâmicas Odontológicas
- 2. Espessura do corpo de prova
- 3. Resistência Flexural

I. COPPE/UFRJ II. Título (série)

AGRADECIMENTOS

À Alessandra, pelo seu amor e paciência durante estes três anos de muito trabalho e abdicações.

Aos meus pais, pelos seus ensinamentos e legado.

Aos meus superiores hierárquicos no CBMERJ pela autorização e flexibilização de meu horário quando necessário para que eu pudesse cumprir os créditos deste mestrado.

Ao professor Tsuneharu Ogasawara, pela orientação e elucidação incondicional de todas as dúvidas que foram surgindo durante este aprendizado.

Ao professor e Amigo Rogério Fulgêncio Pinheiro, pelos "conselhos" e apoio a este trabalho.

À professora Maria Cecília, por nos prestigiar fazendo parte da banca examinadora desta dissertação.

À amiga Raquel Costa, que "trilhou" caminhada semelhante a minha.

Ao amigo Vinicius Bemfica, que com seu bom humor e extrema dedicação, faz com que o Laboratório F-207 seja um excelente "celeiro" de pesquisas.

Ao amigo Rodrigo, que sempre está disposto a ajudar no que for preciso, seja para fazer algum experimento ou para "consertar" o aparelho telefônico do laboratório.

À amiga Marilia Beltrão, sábia e sensata, sempre elucidando as dúvidas deste amigo.

Aos demais amigos, parentes e funcionários da UFRJ.

A Deus.

Resumo da Dissertação apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Mestre em Ciências (M.Sc.)

INFLUÊNCIA DA ESPESSURA DO CORPO DE PROVA SOBRE O VALOR DA RESISTÊNCIA À FLEXÃO POR TRÊS PONTOS DE UM ZTA INFILTRADO COM VIDRO DE LANTÂNIO

Marcus Vinicius Ruybal Bica Março / 2006

Orientador: Tsuneharu Ogasawara Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

As próteses parciais fixas posteriores (PPFP) totalmente cerâmicas apresentam um limitado potencial de carregamento, especialmente em próteses com maior extensão entre os pilares. Falhas no design que levam ao fracasso da prótese sempre foram motivos de estudo dos pesquisadores. Este trabalho insere-se neste contexto e teve por objetivo avaliar a influência da espessura do corpo de prova sobre o valor da resistência à flexão uniaxial por três pontos de um ZTA infiltrado com vidro de lantânio. Trinta barras foram preparadas, sendo dez para cada parâmetro analisado (25x4x1mm³, 25x4x2 mm³, 25x4x3 mm³), correspondente aos grupos 1, 2 e 3. Os resultados de resistência à flexão indicaram uma significativa influência desses parâmetros na resistência do material. A análise de variância e o teste de Tukey confirmaram que o resultado do grupo 1 diferiu-se estatisticamente dos demais grupos, enquanto que, não houve diferença significativa entre os grupos 2 e 3. O módulo de Weibull do grupo 1 foi igual a 7,06 demonstrando uma menor dispersão dos resultados e maior confiabilidade quando comparado aos grupos 2 e 3, cujos valores de Módulo de Weibull foram, respectivamente 3,80 e 4,73.

Abstract of Dissertation presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M.Sc,)

INFLUENCE OF THE THICKNESS OF THE SPECIMEN ON THE VALUE OF THE THREE-POINT FLEXURAL STRENGTH OF A ZTA INFILTRATED WITH LANTHANUM GLASS

Marcus Vinicius Ruybal Bica March / 2006

Advisor: Tsuneharu Ogasawara Department: Metallurgy and Materials Engineering

All-ceramic posterior fixed partial dentures (PFPD) shows limited load bearing capacity, especially in protheses with longer span. Design fails that led to protheses failure were always the aim of the study of the researchers This research work make part of this context and it s objective was to evaluate the influence of the test sample thickness on the three-point flexural strength value of a partially sintered ZTA infiltrated with lanthanum oxide glass. Thirty bars had been prepared, being ten for each analyzed parameter (25x4x1mm3, 25x4x2 mm3, 25x4x3 mm3), corresponding to groups, 1, 2 and 3. The results of the flexural strength tests indicated a significant influence of these parameters on the strength of the materials. The analysis of variance and the Tukey statistical test showed that the results of group 1 was statiscally different from those of other groups, while no difference was observed between groups 2 and 3. The Weibull modulus of group 1 was equal to 7.06 demonstrating a smaller dispersion and greater reliability of its results when compared to those of groups 2 and 3, whose Weibull modulus were, respectively 3.80 and 4.73.

ÍNDICE

1. Introdução	01
2. Revisão de Literatura	04
2.1 Cerâmicas utilizadas em odontologia	04
2.2 Zircônia	10
2.3 – Óxido de Lantânio	12
2.4 - Vidro de Aluminossilicato de Lantânio	13
2.5 Cerâmica de alumina tenacificada por zirconia (ZTA) infiltrada por	
vidro	14
2.6 Propriedades mecânicas das cerâmicas odontologicas	19
3. Materiais e Métodos	23
3.1 Confecção e preparo dos corpos de prova	23
3.2 Ensaios Mecânicos	36
3.3 Análise estatística dos resultados	38
3.4 Microscopia eletrônica de varredura e EDS	38
4. Resultados	40
5. Discussão	53
6. Conclusões	58
7. Sugestões	59
8. Referências Bibliográficas	60

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1 – Diagrama de fase do sistema CeO_2 - ZrO_2	11
Figura 2.2 – Aplicação da lama sobre o refratário	17
Figura 2.3 – Casquete pré-sinterizado e usinado	17
Figura 2.4 – Cerâmica infiltrada pelo vidro de lantânio	17
Figura 2.5 - Gráfico ilustrativo das diferenças de resistência à flexão X	
tenacidade à fratura de diversas cerâmicas odontológicas	20
Figura 3.1 – Padrões de acrílico	25
Figura 3.2 – Molde de polivinilsiloxano, Elite Double 8	26
Figura 3.3 – Gesso especial cormecializado pela VITA Zahnfabrik	26
Figura 3.4 – Aplicação do antibolhas	27
Figura 3.5 – Modelo de gesso após o acabamento	27
Figura 3.6 – Conjunto de ingredientes ("Kit") do sistema In-Ceram Zircônia	28
Figura 3.7 – A barbotina sendo manipulada com o auxilio do ultra-som (A) e	
em (B) a divisão da barbotina em porções semelhantes	29
Figura 3.8 – conjunto posicionado na base de alumina do Inceramat 3®	30
Figura 3.9 – Amostra sinterizada e usinada	32
Figura 3.10 – ZTA infiltrado com o vidro de lantânio	32
Figura 3.11 –Vidro de lantânio do Sistema In-Ceram Zircônia	33
Figura 3.12 - Remoção do excesso de vidro de lantânio com auxilio da pedra	
montadas de diamante	34
Figura 3.13 - Remoção do excesso de vidro de lantânio com auxilio do jato	~ ~
de óxido de alumínio	35
Figura 3.14 – EMIC modelo DL 1000, acoplada ao computador	36
Figura 3.15 - Garras, em (A) vista lateral do conjunto. Detalhe dos apoios	
inferiores intercambiáveis para ajustar as diversas espessuras possíveis de	
corpo de prova (B)	37
Figura 3.16 – Amostra posicionada na garra (A). Ensaio em execução(B)	38
Figura 4.1 - Gráfico da média / desvio padrão dos valores da resistência	10
flexural em função da espessura do corpo de prova	42
Figura 4.2 - MEV por elétrons restroespalhados da superfície de fratura de	
uma amostra de ZTA do grupo 1 com aumento de 75x	43

Figura 4.3 - MEV por elétrons restroespalhados da superfície de fratura de	
uma amostra de ZTA do grupo 1 com aumento de 200x	43
Figura 4.4 - MEV por elétrons restroespalhados da superfície de fratura de	
uma amostra de ZTA do grupo 1 com aumento de 1.500x	44
Figura 4.5 - MEV por elétrons restroespalhados da superfície de fratura de	
uma amostra de ZTA do grupo 2 com aumento de 50x	44
Figura 4.6 - MEV por elétrons restroespalhados da superfície de fratura de	
uma amostra de ZTA do grupo 2 com aumento de 200x	45
Figura 4.7 - MEV por elétrons restroespalhados da superfície de fratura de	
uma amostra de ZTA do grupo 2 com aumento de 1.500x	45
Figura 4.8 - MEV por elétrons restroespalhados da superfície de fratura de	
uma amostra de ZTA do grupo 3 com aumento de 30x	46
Figura 4.9 - MEV por elétrons restroespalhados da superfície de fratura de	
uma amostra de ZTA do grupo 3 com aumento de 200X	46
Figura 4.10 - MEV por elétrons restroespalhados da superfície de fratura de	
uma amostra de ZTA do grupo 3 com aumento de 1.500X	47
Figura- 4.11 – MEV por elétrons restroespalhados da superfície de fratura de	
uma amostra de ZTA, com aumento de 3.000X, diferenciando os grãos de	
alumina (seta verde), grãos de zircônia (seta laranja) e o infiltrado de vidro	
(seta rosa) e ressaltando uma fratura transgranular	47
Figura 4.12 – MEV por elétrons secundários do pó do vidro de lantânio, (A)	
com aumento de 400X, e em (B) com aumento de 100X evidenciando a	
distribuição de tamanho de partícula	48
Figura 4.13 – EDS da amostra do grupo 1	49
Figura 4.14 – EDS da amostra do grupo 2	49
Figura 4.15 – EDS da amostra do grupo 3	50
Figura 4.16 – Do pó do vidro de alumino-silicato de lantânio	50
Figura 4.17 – Gráfico da análise de Weibull do grupo 1	51
Figura 4.18 – Gráfico da análise de Weibull do grupo 2	52
Figura 4.19 – Gráfico da análise de Weibull do grupo 3	52

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1.1 - Classificação dos materiais cerâmicos odontológicos para	
restauração totalmente cerâmica	02
Tabela 2.1 - Propriedades Físico-químicas do lantânio	12
Tabela 2.2 - Estrutura cristalográfica do Lantânio	13
Tabela 3.1 – Composição Química do Sistema In-Ceram Zircônia®, de acordo	
com o fabricante	23
Tabela 3.2 – Propriedades físicas do Sistema In-Ceram Zircônia®, de acordo	
com o fabricante	24
Tabela 3.3 – Espessura dos corpos de prova de acordo com os grupos 1, 2 e 3.	24
Tabela 3.4 – Espessura dos padrões de acrílico	25
Tabela 3.5 – Obtenção do espaço necessário para a confecção das amostras	28
Tabela 3.6 – 1º estágio da sinterização do In-ceram zircônia no Inceramat 3	31
Tabela 3.7 – 2° estágio da sinterização do In-ceram zircônia no Inceramat 3	31
Tabela 3.8 – Estágio de infiltração do vidro de lantânio do sistema In-ceram	
zircônia no Inceramat 3	33
Tabela 3.9 – Queima de controle do infiltrado de vidro no Vita Vacumat	34
Tabela 3.10 – Diâmetro dos apoios cilíndricos de acordo com o grupo de teste	37
Tabela 4.1 – Resultados do Grupo 1 (1 mm de espessura)	40
Tabela 4.2 – Resultados do Grupo 2 (2 mm de espessura)	40
Tabela 4.3 – Resultados do Grupo 3 (3 mm de espessura)	41
Tabela 4.4 – Análise de variância (ANOVA de fator único)	41
Tabela 4.5 – Teste de Tukey	42
Tabela 4.6 – Módulo de Weibull (m)	51

1 INTRODUÇÃO

A substituição parcial ou total dos tecidos dentários perdidos devido à cárie, traumatismo ou doença periodontal, pode ser feita por meio de materiais poliméricos, compósitos, metálicos ou cerâmicos.

As cerâmicas odontológicas até pouco tempo atrás eram muito suscetíveis às fraturas quando expostas às tensões de tração ou flexão, devido à baixa tenacidade à fratura e baixa resistência mecânica.

O estudo do comportamento mecânico das próteses parciais fixas sempre foi motivo de estudo por parte dos pesquisadores para tentar minimizar o insucesso devido à falhas estruturais (KAMPOSIORA et al, 1996; CAMPBELL & SOZIO, 1998; ANUSAVICE, 2005).

As cerâmicas foram introduzidas no âmbito odontológico no final do século XVIII, quando o francês Aléxis Duchâteau confeccionou dentaduras de porcelana (CRAIG & POWERS, 2004; WILDGNOOSE et al., 2004).

Uma dureza de cerâmica odontológica similar à do esmalte dentário seria altamente desejável, para minimizar-se o desgaste produzido no tecido dentário pelas restaurações cerâmicas. A inércia química é uma importante característica, visto que reduz o risco da superfície tornar-se rugosa e consequentemente aumentar a susceptibilidade de adesão bacteriana.

As porcelanas feldspáticas têm sido usadas em restaurações metalocerâmicas há mais de 50 anos, contudo não possui resistência à fratura suficiente para a utilização confiável na confecção de coroas totalmente cerâmica (ANUSAVICE, 1993; CHRISTENSEN, 1994; CRAIG & POWERS, 2004; GUAZZATO et al, 2004a; ANUSAVICE, 2005).

Entretanto, o apelo estético faz com que os pesquisadores e a indústria busquem novos materiais para substituir as ligas metálicas utilizadas na confecção de próteses metalocerâmicas (ANUSAVICE, 1993; KAMPOSIORA et al, 1996; KELLY & NISHIMURA & CAMPBELL, 1996; CAMPBELL & SOZIO, 1998; BOTTINO, 2000).

Desta forma, na década de 60, McLean e Hughes, desenvolveram uma vidrocerâmica reforçada com alumina, prevenindo a propagação de trinca e fortalecendo o casquete de alumina, o qual é recoberto com a cerâmica da cor do dente (CRAIG & POWERS, 2004; RIZKALLA & JONES, 2004).

Apenas no final do mesmo século, foram introduzidos vários sistemas inovadores para a fabricação de restaurações totalmente cerâmica, como por exemplo: Dicor® (Dentsply), Finesse® (Dentsply), Empress 1® e Empress 2® (Ivoclair/Vivadent), In-Ceram Alumina® (Vita Zahnfabrik), In-Ceram Zirconia® Vita Zahnfabrik) e Procera (Nobel Biocare) (CRAIG & POWERS, 2004; ANUSAVICE, 2005).

Tabela 1.1 - Classificação dos materiais cerâmicos odontológicos pararestauração totalmente cerâmica. (CRAIG & POWERS, 2004)

Método de Fabricação	Fase Cristalina	Resistência Flexural (MPa)
Parcialmonto Sintorizada o	Alumina (Al ₂ O ₃)	446
infiltrada com vidro	ZTA (Al ₂ O ₃₋ ZrO ₂)	604
infiltrada com vidro	Espinélio (MgAl ₂ O ₄)	378
Pronsada a quente / Inietada	Leucita (KAlSi ₂ O ₆)	121
r rensada a quente / injetada	Dissilicato de Lítio (Li ₂ Si ₂ O ₅)	350
Sinterizada e	Alumina (Al ₂ O ₃)	139
Usinada	Mica (KMg _{2,5} Si ₄ O ₁₀ F ₂)	229

Os biomateriais totalmente cerâmicos de alta resistência mecânica que são utilizados atualmente em odontologia consistem de alumina, zircônia, e vitro-cerâmicas prensadas, fundidas ou usinadas (RIZKALLA & JONES, 2004).

O método do In-Ceram® foi desenvolvido através do pincelamento de barbotina (Slip Coating) do óxido de alumínio usado para construção da infra-estrutura, a qual é sinterizada parcialmente até obter uma microestrutura com poros abertos e interconectados. O material obtém sua resistência através da infiltração do material poroso com um vidro de lantânio (BOTTINO, 2000; CRAIG & POWERS, 2004; ANUSAVICE, 2005). A alta resistência flexural da alumina infiltrada por vidro de lantânio (500 MPa) depende da união entre as partículas de óxido de alumínio e do completo molhamento da microestrutura porosa pelo vidro de lantânio infiltrado.

Com a finalidade de aumentar a tenacidade à fratura do material (K_{Ic}), óxido de zircônio pode ser adicionado (GUAZZATO et al, 2004a, 2004b). A adição de 33 % de zircônia eleva a resistência flexural até 630 (± 58) MPa enquanto que o K_{Ic} dobra. A mais recente versão desse sistema comercial utiliza espinélio no lugar da alumina, presumidamente para aumentar a translucidez, enquanto que ao mesmo tempo sacrificase a resistência mecânica (RIZKALLA & JONES, 2004).

Os ZTAs utilizados em odontologia são indicados para confecção de infraestrutura de próteses parciais fixas posteriores (PPFP). O estudo do comportamento mecânico das PPFP sempre foi motivo de estudos e de preocupação dos pesquisadores, para evitar que falhas estruturais ou de design levassem ao fracasso da prótese (MAGNE et al., 2002; OH & ANUSAVICE, 2002). Os trabalhos de pesquisa realizados para avaliar a resistência mecânica das cerâmicas de uso odontológico, em sua maioria, realizam ensaios de flexão uniaxial por três pontos, em barras pré-dimensionadas com espessura entre 1,0 e 1,4 mm. Entretanto, nas PPFPs totalmente cerâmicas com infra-estrutura de ZTA, a espessura na região de conectores pode ultrapassar 3,0 mm. Neste contexto, a presente dissertação de mestrado teve por objetivo avaliar a influência da variação da espessura do corpo de prova sobre o valor da resistência à flexão por três pontos de um ZTA de uso odontológico (In-Ceram Zirconia®) infiltrado com vidro de lantânio.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 CERÂMICAS UTILIZADAS EM ODONTOLOGIA

O interesse em cerâmicas tem tomado a atenção dos profissionais de odontologia desde o século XVIII. Apesar da dureza intrínseca e natureza frágil destes materiais, sua estética insuperável e biocompatibilidade, quando comparadas àquelas dos metais e compósitos, têm gerado estimulo para sobrepujar suas limitações (PIDDOCK & QUALTROUGH, 1990; FISCHER & RENTZSCH & MARX, 2002; LAWN, 2002).

Tradicionalmente em odontologia, as restaurações cerâmicas são utilizadas em associação com uma infra-estrutura, casquete, metálico, associando desta forma as qualidades estéticas dos cerâmicos com a resistência e tenacidade dos metais; este sistema é conhecido como metalo-cerâmico (QUALTROUGH & PIDDOCK, 1997; NOORT, 2002) e as ligas mais utilizadas são as de Ni-Cr, que possuem um ponto de fusão entre 1300-1450° C (RIZKALLA & JONES, 2004).

As cerâmicas utilizadas para as restaurações de porcelana fundida sobre metal devem preencher cinco requisitos: (1) simular a aparência de dente natural, (2) fundir-se em temperaturas relativamente baixas, (3) possuir coeficiente de expansão térmica compatível com aquela do metal utilizado, (4) suportar o ambiente oral e (5) não devem desgastar indevidamente os dentes opostos. As porcelanas de feldspato de sódio ou potássio se enquadram nos requisitos necessários para a utilização neste sistema (CRAIG & POWERS, 2004). Cabe ainda assinalar que a produção de restaurações metalo-cerâmicas requer tempo, e demanda procedimentos técnicos apropriados (QUALTROUGH & PIDDOCK, 1997).

O desenvolvimento de fornos a vácuo para cerâmicas odontológicas em meados da década de 60 produziu uma melhoria na estética e diminuição das porosidades internas das porcelanas, consequentemente maior resistência, aproximadamente 60 MPa, e maior translucidez (PIDDOCK & QUALTROUGH, 1990; McLEAN, 2001).

Concomitantemente, cerâmicas com altos percentuais em peso de óxido de alumínio foram introduzidos na prática odontológica, por McLean e Hughes. As pesquisas para o desenvolvimento desta nova cerâmica se basearam nos materiais utilizados na indústria de componentes elétricos. Tais cerâmicas apresentam maior resistência flexural (130 MPa) quando comparadas com as cerâmicas antecessoras, contudo apresentavam uma maior opacidade, o que prejudica a estética. Portanto, eles são utilizados para a confecção de uma subestrutura, sobre a qual é feita a aplicação de uma porcelana feldspática, para alcançar uma estética aceitável (QUALTROUGH & PIDDOCK, 1997; McLEAN, 2001; RIZKALLA & JONES, 2004; WILDGNOOSE, JOHNSON & WINSTANLEY, 2004).

Embora avanços tenham sido conseguidos obtendo-se baixo percentual de falhas (2%) após cinco anos de controle para próteses unitárias anteriores, os resultados em dentes posteriores apresentavam taxas de 15% de insucesso (MCLEAN, 1979).

Vários sistemas inovadores para a fabricação de restaurações dentárias totalmente cerâmica foram introduzidos no final do século XX. O primeiro a ser desenvolvido foi um sistema vidro-cerâmico, no qual a restauração era fundida utilizando-se a técnica da cera perdida, dando um produto vítreo que era depois tratado termicamente para transformar-se em uma vidro-cerâmica. Esse sistema foi abandonado devido às dificuldades de processamento e à alta incidência de fraturas. Cerâmicas

infiltradas, prensadas a quente e usinadas foram então desenvolvidas na última década (CRAIG & POWERS, 2004).

Em um trabalho de revisão sobre os sistemas para restaurações metalocerâmicas e totalmente cerâmicas, WOHLWEND & STRUB & SCHÄRER (1989) relacionaram os valores para resistência flexural média de 5 cerâmicas odontológicas, a partir de estudos realizados em espécimes com 10 mm de comprimento, 2 mm de altura e 4 mm de largura. Os resultados obtidos foram os seguintes: Cerostore 88 MPa, Cerostore Hi-Strength 162 MPa, Dicor 114 MPa, Hi-Ceram 181 MPa e Porcelana Feldspática 71 MPa. Estes valores são considerados baixos e os autores concluíram que é necessário desenvolver um material cerâmico que apresente maior flexibilidade para possibilitar um prognóstico adequado a longo prazo, além da necessidade do desenvolvimento de melhores técnicas e materiais para cimentação de restaurações totalmente cerâmicas.

O processo de cristalização controlada e o reforço da estrutura com alumina, resultam em um aumento da resistência flexural das cerâmicas odontológicas, quando comparado com as porcelanas feldspáticas (SEGHI & DAHER & CAPUTO, 1990).

Devido ao grande número de falhas em restaurações totalmente cerâmicas em dentes posteriores e até que se obtenha progresso significativo para melhorar o design, a composição e as técnicas de processamento, este tipo de restauração deve ser restrito aos dentes anteriores (HOJJATIE & ANUSAVICE, 1990).

Em 1990, uma vidro-cerâmica moldada por injeção sobre prensagem a quente, o IPS Empress (Ivoclar/Vivadent) contendo aproximadamente 34% em volume de cristais de leucita foi lançado. Este sistema também se baseia na técnica de cera perdida.

A utilização do sistema IPS Empress® na região posterior está limitada à confecção de "insertos" ("inlays") e preparos parciais oclusais ("onlays"). O lançamento

(em 1998) do sistema IPS Empress 2® (Ivoclar/Vivadent), uma vidro-cerâmica moldada por injeção sobre prensagem a quente, que é reforçada com aproximadamente 70% em volume de cristais de dissilicato de lítio, tornou disponível uma cerâmica dental apresentando cerca de 400 MPa de resistência à flexão por três pontos, e 3,3 MPa m^{1/2} de tenacidade à fratura, o que possibilita a sua indicação em próteses unitárias anteriores e posterioes, bem como em PPFs de até 3 elementos até a região do 2º pré-molar (GUAZZATO et al., 2004; ANUSAVICE, 2005).

KERN & KNODE & STRUB (1991), descreveram o In-Ceram® como um novo material que apresenta resistência flexural de 3 a 4 vezes maior do que aquela das cerâmicas tradicionais, afirmando que as trincas neste material não se propagam devido à intima união entre os grãos de alumina, o que faz com que se acredite que próteses fixas livres de metal confeccionadas com este material apresentem um bom prognóstico se o protocolo de confecção for respeitado. Na confecção de próteses fixas na região anterior a espessura mínima da infra-estrutura deve ser de 0,5 mm e este tipo de prótese deve ser contra-indicado em pacientes com sobremordida ou bruxismo.

PROBSTER & DIEHL (1992), descreveram os procedimentos clínicos e laboratoriais para a confecção de próteses fixas com o sistema In-Ceram®, ressaltando a baixíssima contração durante a sinterização, possibilitando uma excelente adaptação marginal. O *Slip* de alumina, aplicado sobre o troquel, é primeiro parcialmente sinterizado e posteriormente infiltrado por vidro de lantânio, quando adquire a densificação final. A combinação destes dois procedimentos dá ao material propriedades finais necessárias para resistir às tensões mastigatórias.

Das cerâmicas infiltradas por vidro, Sitema In-Ceram® (Vita Zahnfabrik), o In-Ceram® Alumina (ICA) foi o primeiro a ser desenvolvido. Composto de 100% de

alumina (antes da infiltração com vidro de lantânio), este material possui após o processamento final, 500 MPa de resistência à flexão por três pontos, 3.9 MPa m^{1/2} de tenacidade à fratura e 280 GPa de módulo de Young. Desta forma, a indicação do ICA é semelhante àquela do IPS Empress 2.

A resistência das porcelanas reforçadas por alumina é dependente da fração volumétrica de material cristalino incorporado à matriz vítrea (QUALTROUGH & PIDDOCK, 1997).

Com a finalidade de reduzir a fragilidade das cerâmicas, foram desenvolvidos compósitos de alumina-zircônia (ZTA), a partir da introdução de finas partículas de zircônia na matriz de alumina. O ZTA, devido às suas excelentes propriedades mecânicas, é utilizado em várias aplicações como cerâmicas estruturais. Por meio de um ajuste apropriado na concentração dos componentes, pode apresentar elevada resistência mecânica, associada com tenacidade e dureza (SZUTKOWSKA, 2004).

O In-Ceram® Zircônia (ICZ), por ser um ZTA, possui propriedades mecânicas superiores quando comparado ao ICA. Essas propriedades superiores qualificam este material para ser utilizado em próteses parciais fixas posteriores (KOSMAC et al, 1999; ANUSAVICE, 2005). Ainda de acordo com ANUSAVICE (2005), o elevado grau de opacidade do ICZ, desrecomenda a sua utilização em próteses anteriores, devido ao prejuízo estético.

2.2 ZIRCÔNIA

Até 1975, a zircônia pura (ZrO₂) possuía aplicações limitadas como cerâmica estrutural, e sua utilização estava restrita a refratários. Este limite de utilização estava

associado à transformação espontânea, da fase tetragonal para monoclínica $(t \rightarrow m)$ durante o resfriamento a uma temperatura de aproximadamente 950 °C, acompanhada de cisalhamento e expansão volumétrica de 4%. Estas alterações morfológicas podem resultar em fratura do material, impossibilitando desta maneira a fabricação de componentes estruturais (HEUER, 1987; HANNINK & KELLY & MUDDLE, 2000,).

A descoberta de que a transformação $(t\rightarrow m)$ poderia ser controlada, para aprimorar as propriedades do material, tornou-se um dos alicerces do desenvolvimento de cerâmicas de engenharia em geral e particularmente do estudo de tenacificação dos sistemas cerâmicos (HEUER, 1987; HANNINK & KELLY & MUDDLE, 2000,).

É aceito pelos pesquisadores que esta transformação (t \rightarrow m) ocorra por meio de um processo adifusional próximo a velocidades sônicas, com a presença de uma histerese entre os ciclos de aquecimento e resfriamento (STEVENS, 1986).

Assim como na transformação martensítica dos aços, a transformação $(t\rightarrow m)$ da zircônia pode ser usada para aumentar a resistência e a tenacidade à fratura de materiais com composição apropriada por meio de cuidadoso controle da microestrutura e processamento. (HANNINK & KELLY & MUDDLE, 2000).

A transformação, martensítica, tetragonal para monoclínica (t \rightarrow m) ocorre em temperaturas cada vez menores, na medida em que o tamanho de partícula diminui (STEVENS, 1986).

Dentre as aplicações da Zircônia como material estrutural estão as ZTCs (*Zirconia toughened ceramics*) cerâmicas tenacificadas por Zircônia onde se encontra a ZTA (*Zirconia toughened alumina*) Alumina tenacificada por Zircônia. Na ZTA a fase tenacificada é a zircônia tetragonal estabilizada com Céria (t-ZrO_{2 (12% mol - CeO2)}) ou estabilizada com Ítria (t-ZrO_{2 (3% mol - Y2O3)}).

Nestas cerâmicas que possuem uma considerável distribuição de t-ZrO₂ metaestável, a transformação (t \rightarrow m) no campo de tensão de uma trinca potencialmente prejudicial gera uma tenacidade primordial à cerâmica por meio de mecanismos de tenacificação associados com a acomodação das mudanças na morfologia da zircônia. O aumento de volume cria campos de compressão na ponta da trinca se opondo a propagação da mesma. Contribuições adicionais à tenacidade podem resultar de microtrincas associadas com a acomodação do cisalhamento e a deflexão de trinca através da zona de transformação ao redor da falha.

A estabilização da t-ZrO₂ no "sistema" CeO₂ - ZrO₂ pode ocorrer por meio de uma grande variedade de composição, 12-20 mol% de CeO₂, contudo a composição preferencial é de 12% mol. Cerâmicas à base de t-ZrO₂ estabilizada com céria apresentam uma estabilidade maior do que àquelas estabilizadas com Ítria sob condições de ambientes similares.



Figura 2.1 – Diagrama de fase do sistema CeO₂ - ZrO₂. (STEVENS, 1986)

2.3 ÓXIDO DE LÂNTANIO

O elemento químico Lantânio foi descoberto em 1839 por Carl Gustaf Mosander na Suécia. Em grego, *Lanthanein*, significa estar escondido (LOS ALAMOS NATIONAL LABORATORY, 2006; WINTER, 2006).

O lantânio pertence à família das terras raras, a qual compreende a série dos Lantanídeos. Além de não ser encontrado isoladamente na natureza, a separação dos demais terras raras (purificação) é extremamente complexa e difícil. A principal fonte de Lantânio é a areia monazítica. O preço no mercado norte americano é de cerca de US\$ 5 por grama (LOS ALAMOS NATIONAL LABORATORY, 2006; WINTER, 2006).

O Lantânio é um dos mais reativos terras raras; este reage rapidamente com: C, N, B, Se, Si, P, S e halogênios (LOS ALAMOS NATIONAL LABORATORY, 2006; WINTER, 2006).

Propriedades		
Ponto de Fusão	918° C	
Ponto de Ebulição	1897° C	
Raio Atômico	187,7 pm	
Peso Atômico	138,9055	
Coeficiente de Expansão	12.1 $[/V^{-1} + 10^{6}]$	
Térmica Linear	12,1 [/K X 10]	

Tabela 2.1 - Propriedades Físico-químicas do lantânio (LOS ALAMOS NATIONAL LABORATORY, 2006; WINTER, 2006).

Estrutura	Temperatura (°C)	
НС	Até 310	
CFC	> 310	
CCC	> 865	

 Tabela 2.2 - Estrutura cristalográfica do Lantânio (LOS ALAMOS NATIONAL LABORATORY, 2006; WINTER, 2006).

2.4 VIDRO DE ALUMINO-SILICATO DE LÂNTANIO

Os vidros de alumino-silicato (ALS) que possuem ítrio ou lantânio na composição apresentam baixa solubilidade em meio alcalino (BOIS et al, 2000a, 2000b, 2001; GAVARINI et al, 2001).

A despeito da estrutura destes vidros, uma de suas peculiaridades é a ausência de modificadores de redes clássicos, como metais alcalinos ou alcalinos terrosos (BOIS et al, 2000a, 2000b, 2001; GAVARINI et al, 2001).

A adição de ítrio e magnésio melhora as propriedades mecânicas dos vidros de alumino-silicato de lantânio, ao passo que a substituição de Oxigênio por Nitrogênio reforça a estrutura e aprimora as propriedades físicas do vidro, como módulo de elasticidade, tenacidade à fratura e dureza. Esta substituição também aumenta a temperatura de transição vítrea (BOIS et al, 2001).

O ítrio, quando adicionado ao vidro de alumino-silicato de lantânio, aprimora a durabilidade do mesmo em meio aquoso (BOIS et al, 2001).

Tanto o ítrio quanto o lantânio pertencem à família das terras raras, e estão situados na mesma coluna, 3B, na tabela periódica, portanto é esperado que estes

apresentem efeitos similares na resistência à corrosão em meio aquoso (PENG et al, 2003).

2.5 CERÂMICA DE ALUMINA TENACIFICADA POR ZIRCONIA (ZTA) INFILTRADA POR VIDRO

O "Slip Casting" é a técnica do preparo de suspensões estáveis e fabricação de uma estrutura através da construção de uma camada contínua na superfície de um molde poroso que absorva a fase líquida por meio das forças capilares. O material mais comumente utilizado como molde é o gesso (sulfato de cálcio hemihidratado ou "Plaster of Paris"). Este processo é usado para dar forma a corpos de argila desde o século XVIII (McLEAN, 2001).

SADOUN (1989) refinou a técnica de "Slip Casting" para produzir uma infraestrutura de alta resistência, a qual foi introduzida no mercado sob o nome de comercial de In-Ceram (Vita Zahnfabrik). O autor mostrou que uma alumina parcialmente sinterizada poderia ser infiltrada com um vidro de Alumino-silicato de lantânio de baixa fusão para produzir um composto cerâmico denso com elevada resistência mecânica. A difusão do vidro através da estrutura porosa preenche os espaços vazios entre as partículas da alumina. Concentrações mais elevadas de alumina são usadas para o In-Ceram (72%) do que para as porcelanas aluminosas (50%).

Compósitos de Alumina Tenacificada por Zircônia (ZTA) consistem numa matriz porosa sinterizada de óxido de alumínio e partículas de zircônia infiltrada pela segunda fase contínua de vidro de alumino-silicato de lantânio que resulta em aumento das propriedades mecânicas básicas como resistência flexural e tenacidade à fratura. Tal

aprimoramento nas propriedades mecânicas faz com que este material seja candidato a aplicações que requerem alta resistência ao desgaste e moderada tenacidade à fratura (CASELLAS et al, 1999, DE AZA et al, 2002).

O método do In-Ceram® foi desenvolvido através do pincelamento de barbotina ("Slip Coating") do óxido de alumínio usado para construção da infra-estrutura, a qual é sinterizada parcialmente até obter uma microestrutura com poros abertos e interconectados. A subestrutura adquire a sua resistência por intermédio da infiltração desta infra-estrutura porosa com o referido vidro de lantânio. A alta resistência flexural da alumina infiltrada por vidro de lantânio (594 ± 52 MPa) depende da união entre as partículas de óxido de alumínio e do completo molhamento da microestrutura porosa pelo infiltrado vidro de lantânio. Com a finalidade de aumentar a tenacidade à fratura do material (K_{1c}), óxido de zircônio pode ser adicionado. A adição de 33 % de zircônia eleva a resistência flexural até 630 (± 58) MPa enquanto que o K_{1c} dobra. A mais recente versão deste sistema comercial utiliza espinélio no lugar da alumina, presumidamente para aumentar a translucidez, às expensas da redução na resistência mecânica (GUAZZATO et al, 2004a, 2004b; RIZKALLA & JONES, 2004).

O aumento do K_{Ic} do ZTA é diretamente proporcional à percentagem de zircônia (CASELLAS et al, 1999).

Outro fator importante observado por CASELLAS et al (2003) é que valores mais elevados de tenacidade à fratura são obtidos à medida em que cresce o tamanho de grão, associado principalmente com o efeito do tamanho de partícula em relação à transformação de fase.

O núcleo cerâmico é formado sobre o modelo refratário a partir de uma fina "lama" de pó de alumina-zircônia, através do processo conhecido como pincelamento

barbotina "*Slip Coating*". Após a aplicação da lama de alumina-zircônia sobre o refratário, ocorre a sinterização parcial do pó cerâmico no estado sólido na temperatura de 1100° C durante 2 horas e complementado por mais 2 horas a 1180° C. A sinterização da ZTA não passa do seu estágio inicial. Por causa da baixa temperatura usada, obtém-se um produto sinterizado com uma estrutura porosa (NOORT, 2002).

A resistência mecânica deste núcleo cerâmico parcialmente sinterizado é somente de 6-10 MPa, possibilitando nesta etapa, a usinagem da peça de cerâmica. Com a subseqüente aplicação, sobre o casquete poroso, do vidro de lantânio, o qual possui baixa viscosidade quando aquecido a 1140° C durante 2,5 horas, os poros do material cerâmico são infiltrados pela de capilaridade, produzindo um corpo denso, com propriedades mecânicas finais elevadas (QUALTROUGH & PIDDOCK, 1997; NOORT, 2002; GUAZZATO et al, 2004b).

Materiais de alto desempenho, como a alumina tenacificada por zircônia, geralmente carecem de características de cor e translucidez dos dentes naturais (PIDDOCK & QUALTROUGH, 1990; QUALTROUGH & PIDDOCK, 1997; QUINN & SUNDAR & LLOYD, 2003; RIZKALLA & JONES, 2004; WILDGNOOSE & JOHNSON & WINSTANLEY, 2004).

O sistema de cerâmicas infiltradas por vidro de lantânio tem sido utilizado para produzir tanto infraestruturas de prótese unitária como de próteses parciais fixas de três elementos (QUALTROUGH & PIDDOCK, 1997).

Ligas metálicas e metais dúcteis possuem valores de K_{Ic} que ultrapassa 50 . À baixa temperatura, alguns metais tornam-se frágeis, e a tenacidade à fratura cai para aproximadamente 10 MPa m^{1/2}. As cerâmicas odontológicas raramente possuem um K_{Ic} que exceda 5 MPa m^{1/2} (QUINN & SUNDAR & LLOYD, 2003).



Figura 2.2 - Aplicação da lama sobre o refratário [Fonte http://www.vita-in-ceram.de/en/techniker/schlicker.html].



Figura 2.3 - Casquete pré-sinterizado e usinado [Fonte http://www.vita-in-ceram.de/en/techniker/schlicker.html].



Figura 2.4 - Cerâmica infiltrada pelo vidro de lantânio [Fonte http://www.vita-in-ceram.de/en/techniker/schlicker.html].

As propriedades mecânicas singulares da zircônia, já exploradas em várias aplicações na medicina e na engenharia, são principalmente devidas à transformação da fase tetragonal para monoclínica (t \rightarrow m), que pode ser induzida por tensão externa, como atrito, resfriamento e impacto e resultam em um aumento teórico de 4% no volume que gera forças compressivas. Quando esta compressão ocorre na vizinhança da ponta de uma trinca, esta terá que suplantar tais forças para continuar a propagar-se, explicando o aumento da tenacidade à fratura da zircônia comparada a outras cerâmicas. Tenacificação por transformação pode ocorrer quando as partículas de zircônia estão na forma metaestável tetragonal. O caráter metaestável da zircônia tetragonal é dependente da composição, tamanho e morfologia das partículas de ZrO₂, do tipo e o percentual de óxidos estabilizantes, da interação da zircônia com outras fases e do processamento. Além disso, a tenacificação por transformação não é o único mecanismo atuando em cerâmicas baseadas na zircônia. Tenacificação por microtrincamento, campos compressivos e deflexão de trinca, também contribuem para aumento do K_{Ic} da cerâmica (APHOLT et al, 2001; GUAZZATO et al, 2004b, 2004c; RIZKALLA & JONES, 2004).

Sheng et al (2003), estudaram diversas composições de ZTA, com a finalidade de desenvolver uma cerâmica odontológica através do processo de infiltração com vidro, com baixa contração e boas propriedades mecânicas. Composições de 0 a 20% de alumina com densidades teóricas de 60 a 70% após sinterização parcial foram investigadas. A matriz foi infiltrada com um vidro de Borosilicato de lantânio a uma temperatura de 1200 °C por durante 4 horas três (03) vezes. Os autores concluíram que a taxa de contração decai com a redução no percentual de alumina.

2.6 PROPRIEDADES MECÂNICAS DAS CERÂMICAS ODONTOLÓGICAS

As porcelanas feldspáticas possuem propriedades mecânicas baixas, como modulo de ruptura em torno de 62 MPa, o qual é insuficiente para resistir às tensões geradas durantes os ciclos mastigatórios, impedindo desta forma sua utilização em próteses totalmente confeccionadas com este material apenas (McLEAN, 2001; CRAIG & POWERS, 2004; ANUSAVICE, 2005).

A espessura ideal para confecção de uma infra-estrutura de restaurações totalmente cerâmica em áreas onde houvesse concentração de forças mecânicas deveria ser de pelo menos 1,0 mm sendo que em áreas estéticas poderia ser de até 0,3 mm. A confecção de um colar na região cervico-vestibular e cervico-lingual da infra-estrutura como forma de aumentar a resistência poderia ser feita da mesma forma que nas próteses metalo-cerâmicas (McLEAN & KEDGE, 1987).

As próteses parciais fixas totalmente cerâmicas exibem proeminente estética e excelente biocompatibilidade. Entretanto, um aspecto problemático é seu limitado potencial de carregamento. Isto é crítico para próteses com maior extensão entre os pilares e especial no exemplo de uma ponte posterior, porque as forças mastigatórias são muito maiores na região de molares do que na bateria labial. Esta limitação no carregamento é causada pela limitada resistência flexural e baixa tenacidade à fratura de materiais cerâmicos. Estes fenômenos são explicados pelo crescimento de trincas subcríticas. As falhas microscópicas que são distribuídas estatisticamente em componentes cerâmicos podem estender-se como fraturas mesmo com um nível baixo de tensão. Quanto mais os defeitos microscópicos crescerem, menor será a resistência

do material cerâmico, isto é, menor é a capacidade de carregamento da ponte totalmente cerâmica (FISCHER & WEBER & MARX, 2003).

Na avaliação das propriedades mecânicas, de cerâmicas dentais para infraestrutura, discrepâncias foram observadas entre as condições laboratoriais e àquelas observadas clinicamente na cavidade bucal. Observou-ser que valores maiores de resistência flexural uniaxial por três pontos eram obtidos em corpos de prova de menor espessura, quando comparados amostras de 0,5 à 3,0 mm (KELLY, 1999).



Figura 2.5 – Gráfico ilustrativo das diferenças de resistência à flexão X tenacidade à fratura de diversas cerâmicas odontológicas (LÜTHY et al, 2005)

Os valores de resistência mecânica são frequentemente utilizados como indicadores do desempenho estrutural para materiais dentais frágeis, como as cerâmicas. Entretanto, trata-se apenas de uma propriedade inerente do material e os seus valores, sozinhos não podem ser diretamente extrapolados para prever o desempenho estrutural da prótese dental em serviço. Os dados da resistência mecânica são significativos quando colocados no contexto através do conhecimento da microestrutura do material, histórico do processamento, a metodologia e ambiente de teste e o(s) mecanismo(s) da falha (KELLY, 1995).

Os corpos de prova, de porcelana dental, em forma de barras fabricadas por uma técnica de pincelamento possuem menores valores de resistência do que barras da construção monolítica. As dimensões dos corpos de prova podem ser muito diferentes das restaurações que eles tentam representar, conduzindo aos problemas especiais de processamento para alguns materiais (KELLY, 1995).

As microtrincas presentes na superfície das cerâmicas dentais podem causar fraturas devido à concentração de tensão. Ao redor das trincas as tensões atingem níveis altíssimos (ROSENSTIEL & PORTER, 1998).

A resistência mecânica do material é afetada pela quantidade e severidade dessas microtrincas. Falhas microscópicas na superfície do material agem como concentradoras de tensão e quando forças de tração são aplicadas ocorre a propagação dos defeitos. A probabilidade de falha é diretamente proporcional à tensão aplicada sobre o material (HONDRUM, 1992; KELLY, 1995; SCHERRER & DENRY & WISKOTT, 1998; ALBAKRY & GUAZZATO & SWAIN, 2003).

Uma característica importante da tenacidade à fratura é sua habilidade de indicar a aplicabilidade de um material na cavidade oral (ALBAKRY & GUAZZATO & SWAIN, 2003).

O fracasso estrutural é determinado pelas variáveis adicionais da probabilidade de falha (em conjunto com a resistência mecânica) as quais descrevem distribuições a tensão e distribuições de tamanho da falha (KELLY, 1995).

LÜTHY et al (2005), realizaram um estudo sobre resistência mecânica e confiabilidade de próteses parciais fixas posteriores totalmente cerâmicas. Os materiais

utilizados para confecção das amostras foram: Cercon blanks (CEZ) (DeguDent, Hanau, Germany) t-ZrO_{2 (3% mol - Y2O3)}, In-Ceram blanks (ICZ) (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany) t-ZrO_{2 (12% mol - CeO2)} e IPS Empress2 (E2) (Ivoclar, Schaan, Liechtenstein) dissilicato de lítio. Os autores concluíram que o CEZ possui capacidade média de carregamento de 706 N a qual é 1,5 vezes maior que a do ICZ (407 N) e 2,7 vezes maior que a do E2 (260 N). Os resultados do módulo de Wiebull demonstraram que o CEZ apresenta menor dispersão dos resultados (m=7), ou seja, maior confiabilidade em relação ao E2 (m=5,7) e ICZ (m=4,5).

Em um estudo sobre a influência dos tratamentos de superfície e térmico na resistência flexural de um ZTA infiltrado com vidro de uso odontológico In-Ceram Zirconia (ICZ) (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany), os autores utilizaram corpos de prova com dimensões de 1,2 x 4 x 20 mm (espessura x largura x comprimento) e obtiveram valores que variaram de 452 (\pm 35) MPa para o grupo em que foi realizado apenas o jateamento da superfície até 563 (\pm 62) MPa para as amostras que foram usinadas paralelamente ao longo eixo e depois sofreram tratamento térmico (GUAZZATO et al, 2005).

Em ANUSAVICE (2005), o valor descrito de resistência flexural uniaxial por três pontos para o ICZ é de 700 MPa.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 CONFECÇÃO E PREPARO DOS CORPOS DE PROVA

Neste trabalho foi utilizado o sistema In-Ceram® Zircônia, material comercial da VITA Zahnfabrik (Bad Säckingen, Alemanha), o qual é composto por: VITA In-Ceram Zircônia Powder® (ZTA) e VITA In-Ceram Zircônia Glass Powder® (vidro de alumino-silicato de lantânio). A composição química e as propriedades físicas segundo o fabricante, estão dispostas respectivamente nas tabelas 3.1 e 3.2.

Tabela 3.1 – Composição Q	uímica do Sisten	na In-Ceram Zircó	ônia®, de acordo	com o
	fabricante (VIT.	A, 2005a).		

Óxidos	Zirconia Powder®	Zirconia Glass Powder®
	% peso	% peso
Al ₂ O ₃	67	14 - 18
t-ZrO _{2 (12% mol - CeO2)}	33	-
SiO ₂	-	14 - 18
B_2O_3	-	11 - 15
TiO ₂	-	2 - 7
La ₂ O ₃	-	25 - 30
CeO ₂	-	6 - 10
CaO	-	4 - 8
ZrO ₂	-	1 - 4
Y ₂ O ₃	-	2 - 6

Propriedade	Valor	Unidade
Coeficiente de Expansão térmica (20-500 °C)	7,8	$10^{-6} \mathrm{K}^{-1}$
Solubilidade Química (ISO 6872)	1118	µg/cm ²
Densidade	4,24	g/cm ³
Resistência Flexural (ISO 6872)	600	MPa
Tenacidade à Fratura	4,4	MPa m ^{1/2}
Módulo de Young (Método de ressonância)	258	GPa

Tabela 3.2 – Propriedades físicas do Sistema In-Ceram Zircônia®, de acordo com o fabricante (VITA, 2005b).

Trinta (n=30) corpos de prova foram confeccionados e divididos de acordo com a espessura dos mesmos, em 3 grupos distintos contendo 10 amostras cada. Os espécimes possuem formato retangular com 25,0 mm de comprimento e 4,0 mm de largura. A espessura (altura) dos corpos de prova está descrita na tabela 3.3.

Tabela 3.3 – Espessura dos corpos de prova de acordo com os grupos 1, 2 e 3.

Grupo	Espessura (mm)
1	1,00
2	2,00
3	3,00

Para obtenção do espaço necessário referente a confecção das amostras, foram confeccionados 4 padrões de acrílico (A, B, C e D), com formato retangular com 25,0 mm de comprimento e 4,0 mm de largura e espessuras de 3,0, 4,0, 5,0 e 6,0 mm respectivamente, de acordo com a tabela 3.4.

Grupo	Espessura (mm)	Quantidade
А	3,00	2
В	4,00	1
С	5,00	1
D	6,00	1

Tabela 3.4 – Espessura dos padrões de acrílico.

De posse dos padrões de acrílico, moldes de polivinilsiloxano Elite Double 8 (Zhermack, Itália) foram obtidos com as dimensões internas equivalentes a cada um dos 4 padrões.



Figura 3.1 – Padrões de acrílico.

Nos moldes de polivinilsiloxano equivalente ao padrão do grupo A (3,00 mm de espessura), foi vertido o gesso especial disponibilizado comercialmente pela VITA Zahnfabrik (Bad Säckingen, Alemanha). Para evitar a ocorrência de bolhas e /ou deformações na superfície do modelo de gesso, os moldes foram limpos com álcool

isopropílico, após a secagem era aplicado antibolhas e então o gesso era vertido no molde, com auxilio de um vibrador de gesso.



Figura 3.2 – Molde de polivinilsiloxano, Elite Double 8.



Figura 3.3 – Gesso especial cormecializado pela VITA Zahnfabrik.

Após o preenchimento dos moldes do grupo A com o gesso especial, esperou-se pelo menos 2 horas antes de retirar o modelo de gesso, já cristalizado, do molde de polivinilsiloxano. O gesso então removido recebe um acabamento com lamina de bisturi nº 12 e lixa nº 600 e 1200 (a seco), para corrigir qualquer diferença entre este e o padrão acrílico.



Figura 3.4 – Aplicação do antibolhas.



Figura 3.5 – Modelo de gesso após o acabamento.

Após o acabamento, o modelo de gesso especial é posicionado dentro de um dos moldes dos grupos B, C ou D, para obtenção do espaço necessário para confecção dos corpos de prova respectivamente dos grupos 1, 2 e 3, de acordo com a tabela 3.5.
Molde Grupo	Espessura (mm)	Espaço obtido após inserção do modelo de gesso (mm)
В	4,00	1,00
С	5,00	2,00
D	6,00	3,00

Tabela 3.5 – Obtenção do espaço necessário para a confecção das amostras.

A barbotina da ZTA é então manipulada de acordo com as especificações do fabricante, a seguir:

Materiais:

- 45 g de pó (Zirconia powder);
- 1 ampola de VITA In-Ceram ZIRCONIA Mixing Liquid;
- 4 gotas de aditivo (VITA In-Ceram ZIRCONIA Additive);



Figura 3.6 – Conjunto de ingredientes ("Kit") do sistema In-Ceram Zircônia

Modus operandi:

• Dispensar a ampola de VITA In-Ceram ZIRCONIA Mixing Liquid e as 4

gotas do aditivo no becher;

- Com o auxilio do ultra-som Vitasonic II®, acrescentar, no becher, ¼ do pó (Zirconia powder) a cada 4 minutos;
- Manter a barbotina no ultra-som durante 7 minutos, após todo o pó cerâmico previamente pesado tiver sido adicionado ao becher.

Durante a utilização do ultra-som, este deve ter sua cuba preenchida com água gelada e pedras de gelo, para facilitar a manipulação da barbotina.

Ao término da manipulação, a barbotina foi separada em três porções semelhantes, em recipientes plásticos. A barbotina que não seria utilizada no mesmo dia foi congelada para utilização posterior.



Figura 3.7 – A barbotina sendo manipulada com o auxilio do ultra-som (A) e em (B) a divisão da barbotina em porções semelhantes

A barbotina de ZTA foi então pincelada sobre o gesso especial, o qual esta posicionado dentro do molde de polivinilsiloxano, até atingir a borda superior do molde. Nesta fase do processo observa-se que o volume de barbotina aplicado no molde vai diminuindo com o passar do tempo, fato este explicado pela absorção por capilaridade de parte do solvente pelo modelo de gesso. A suspensão de In-Ceram Zirconia® foi

pincelada novamente sobre a amostra à medida que o nível baixava, para que a espessura do corpo de prova não se alterasse.

Durante o pincelamento da barbotina, o molde de polivinilsiloxano foi posicionado sobre o vibrador de gesso, para que a vibração auxiliasse no escoamento da suspensão e reduzisse a probabilidade de ocorrência de bolhas na amostra.

Após um período de secagem equivalente a duas horas, o conjunto modelo de gesso especial + amostra de ZTA pôde então ser removido de dentro do molde de polivinilsiloxano (figura 3.2). Nesta fase alguns excessos do ZTA podem ser removidos de maneira cuidadosa, com o auxilio da lâmina de bisturi nº 12.

O conjunto modelo + amostra é posicionado na base de alumina do forno Inceramat 3® (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha), para poder ser sinterizada (figura 3.8). Este processo de sinterização ocorre em duas fases.



Figura 3.8 – conjunto posicionado na base de alumina do Inceramat 3®.

A primeira queima de sinterização consiste em um período de 10 horas. Nas primeiras seis horas, o forno atinge a temperatura de 120°C para promover a secagem do

conjunto modelo + amostra; após este período de secagem, o forno passa por uma rampa de aquecimento com taxa de 8,3°C/min durante 2 horas, atingindo desta forma a temperatura final de 1120°, na qual é mantido por mais duas horas de acordo com a tabela 3.6. Após este período de 10 horas, aguarda-se o resfriamento do interior do forno até a temperatura ambiente onde remove-se o modelo de gesso especial, que se contraiu do interior do forno, e posiciona-se a amostra diretamente sobre a base de alumina do próprio forno para então proceda-se a segunda fase do processo de sinterização.

Tabela 3.6 – 1º estágio da sinterização do In-ceram zircônia no Inceramat 3.

Tempo 1	Temper. 1	7	7	Temper. 2	Tempo 2
H:Min	° C	Min	°C/min	° C	H:Min
6:00	120	120	8,3	1120	2:00

Na segunda fase, a amostra é aquecida no interior do forno rapidamente até 120°C; ao atingir essa temperatura, o forno é aquecido a uma taxa de aproximadamente 17,6°C/min durante uma hora para então atingir a temperatura final de aproximadamente 1180°C (tabela 3.7), onde permanece por mais duas horas, sendo em seguida resfriado no interior do forno até atingir a temperatura ambiente.

Tabela 3.7 – 2° estágio da sinterização do In-ceram zircônia no Inceramat 3.

Tempo 1	Temper. 1	7	7	Temper. 2	Tempo 2
H:Min	° C	Min	°C/min	° C	H:Min
0:00	120	60	17,6	1180	2:00

Após a sinterização parcial os corpos de prova de ZTA, são usinados a seco com auxilio de pedras montadas de diamante a 5000 RPM, com o auxilio do motor elétrico da W&H, MF-PERFECTA 9975 até alcançarem as dimensões corretas.



Figura 3.9 – Amostra sinterizada e usinada.

Após a usinagem, os corpos de prova foram recobertos com a suspensão de vidro de alumino-silicato de lantânio em água bi-destilada.



Figura 3.10 – ZTA infiltrado com o vidro de lantânio

As amostras são levadas ao Inceramat 3® sobre uma lâmina de platina (95% Pt + 5% Au, em peso) para então sofrer o ciclo que queima de infiltração do vidro. Nesta etapa o forno se aquece rapidamente até 200°C; ao atingir esta temperatura o forno passa a ter uma taxa de aquecimento de 18,8°C/min durante 50 minutos, o que leva a uma temperatura final de aproximadamente 1140°C. As mostras então permanecem por mais duas horas e meia na temperatura final. A esta temperatura, o vidro de alumino-

silicato de lantânio funde-se e infiltra-se na estrutura porosa de ZTA, por meio de forças capilares, densificando-se desta forma a estrutura final.

<text>

Em todas as amostras, foi utilizada a mesma cor do vidro de lantânio (Z22) e do mesmo lote (lote nº. 6491).

Figura 3.11 – Vidro de lantânio do Sistema In-Ceram Zircônia.

Tabela 3.8 – Estágio de infiltração do vidro de lantânio do sistema In-ceram zircônia no Inceramat 3.

Tempo 1	Temper. 1	7	7	Temper. 2	Tempo 2
H:Min	° C	Min	°C/min	° C	H:Min
0:00	200	50	18,8	1140	2:30

O excesso de vidro das amostras foi removido primeiramente com a utilização de pontas diamantadas (EVE-DIABOND- granulação grossa DB-15g) a 20000 RPM, com o auxilio do motor elétrico da W&H, MF-PERFECTA 9975, seguindo sempre a mesma orientação de sentido e direção.

Após a remoção inicial do excesso de vidro de lantânio dos corpos de prova sinterizados e infiltrados com vidro, procedeu-se o jateamento dos mesmos com óxido de alumínio de 110 µm de tamanho de partícula e pressão constante de 3,5 *bar*. As

amostras foram posicionadas a aproximadamente 2,5 a 3,0 cm de distância da saída do jato de alumina com uma angulação de 45° em relação à mesma.



Figura 3.12 –Remoção do excesso de vidro de lantânio com auxilio da pedra montadas de diamante.

Após a constatação por meio de inspeção visual que todo o excesso de vidro lantânio foi removido, proporcionando desta forma uma superfície sem brilho, as amostras são posicionadas sobre uma lã de vidro e levadas ao interior do Vacumat 40®, forno para queima de cerâmicas de recobrimento. O forno é pré-aquecido até 600°C, a partir de então a base de alumina é elevada automaticamente, fechando desta forma o compartimento do forno. Durante os 5 minutos subseqüentes, o forno aquece-se até 1000°C onde então permanece por mais 5 minutos. O processo inteiro decorre sem a presença de vácuo.

Tabela 3.9 – Queima de controle do infiltrado de vidro no Vita Vacumat

Temper. 1	7	7	Temper. 2	Tempo 2	Vácuo
° C	Min	°C/min	° C	Min	
600	5	80	1000	5	Desligado

Procede-se novamente o jateamento com óxido de alumínio, apenas nos pontos onde porventura observou-se a presença de brilho, o que significa que o vidro de alumino-silicato de lantânio aflorou. Repete-se a queima de controle para certificar-se que não aflorará mais vidro.



Figura 3.13 –Remoção do excesso de vidro de lantânio com auxilio do jato de óxido de alumínio

Depois de remover todo o excesso de vidro das amostras, as arestas são ligeiramente arredondadas e os corpos de prova são polidos, a seco, com lixas d'água com granulação de 220, 360, 600, e por fim com lixas d'água 1200 com o auxilio da pasta de polimento produzida com diamante de granulação 2 a 4 μ m (DIAMOND EXCEL, FGM).

3.2 ENSAIOS MECÂNICOS

As amostras foram submetidas à limpeza com álcool isopropílico previamente ao ensaio mecânico.

A resistência flexural uniaxial foi aferida através do teste de flexão a três pontos, de acordo com as diretrizes da ISO 6872, em uma máquina de ensaios mecânicos (EMIC modelo DL 1000, São José dos Pinhais, Brasil) com velocidade de 0,5mm/s e distância entre os apoios de 14 mm.

O valor da resistência à flexão a três pontos (M) foi calculado a partir da equação (3.1),

$$M = \frac{3Wl}{2bd^2}$$
(3.1)

onde W é tensão de fratura (N); l é a distancia entre os apoios do teste (mm); b e d são, respectivamente a largura e espessura do corpo de prova.



Figura 3.14 – EMIC modelo DL 1000, acoplada ao computador.

Devido às dimensões inadequadas das garras originais da EMIC modelo DL 1000, um conjunto de novas garras foi projetado e confeccionado para que as normas da ISO 6872 fossem seguidas.

Crupo	Espessura da	Diâmetro do Apoio
Grupo	Amostra (mm)	Cilíndrico (mm)
1	1,00	1,4
2	2,00	2,9
3	3,00	4,5

Tabela 3.10 – Diâmetro dos apoios cilíndricos de acordo com o grupo de teste

Os apoios cilíndricos intercambiáveis das garras foram confeccionados com diâmetro de aproximadamente 1,5 vezes a espessura dos corpos de prova (ASTM, Designation C 1161-90), de acordo com a tabela 3.10.



Figura 3.15 – Garras, em (A) vista lateral do conjunto. Detalhe dos apoios inferiores intercambiáveis para ajustar as diversas espessuras possíveis de corpo de prova (B).



Figura 3.16 – Amostra posicionada na garra (A). Ensaio em execução(B).

3.3 ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS

Os resultados de resistência flexural uniaxial (M) a três pontos foram analisados pelo teste de análise de variância (ANOVA de fator único) com alfa = 0,05 e pelo teste de Tukey.

Realizou-se o calculo do módulo de Weibull para avaliar a dispersão dos resultados obtidos por cada grupo.

3.4 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA E EDS

Uma amostra de cada grupo (total de 3 amostras) foram selecionadas aleatoriamente para análise por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), JOEL 6460LV; utilizou-se imagens por elétrons retroespalhados, com 7 KV. Além do MEV, as superfícies de fratura e uma amostra do pó de lantânio foram analisadas por meio de Espectrometria de Energia Dispersiva (EDS) no equipamento NORAN SYSTEM SIX 200, para caracterizar a presença de determinados elementos químicos nos materiais.

4 RESULTADOS

Os valores individuais relativos aos ensaios de resistência flexural uniaxial a três pontos, as médias e desvio padrão dos grupos 1, 2 e 3 estão descritos nas tabelas 4.1, 4.2 e 4.3 respectivamente.

Corpo de Prova	Força Máxima	Resistência Flexural			
	(N)	(MPa)			
1	119,28	626,22			
2	87,84	461,16			
3	105,95	556,24			
4	78,95	414,49			
5	98,77	518,54			
6	100,48	527,52			
7	139,79	733,90			
8	101,17	531,14			
9	110,39	579,55			
10	104,24	547,26			
Média	104,69	549,60			
Desvio Padrão	16,64	87,34			

Tabela 4.1 – Resultados do Grupo 1 (1 mm de espessura).

Tabela 4.2 Resultados do Orupo 2 (2 min de espessura)					
Corpo de Prova	Força Máxima	Resistência Flexural			
	(N)	(MPa)			
1	339,04	444,99			
2	275,85	362,05			
3	350,66	460,24			
4	376,30	493,89			
5	162,69	213,53			
6	366,73	481,33			
7	235,49	309,08			
8	280,94	368,73			
9	441,92	580,02			
10	406,72	533,82			
Média	323,63	424,77			
Desvio Padrão	84,51	110,91			

Tabela 4.2 – Resultados do Grupo 2 (2 mm de espessura).

Corpo de Prova	Força Máxima	Resistência Flexural
	(N)	(MPa)
1	648,00	383,40
2	772,42	457,02
3	698,25	413,13
4	852,39	504,33
5	743,37	439,83
6	789,51	467,13
7	803,18	475,21
8	393,73	232,96
9	800,79	473,80
10	644,94	381,59
Média	714,66	422,84
Desvio Padrão	131,89	78,04

Tabela 4.3 – Resultados do Grupo 3 (3 mm de espessura).

Os resultados obtidos foram analisados primeiramente através do teste de análise de variância (ANOVA de fator único), onde o valor de alfa utilizado foi de 0,05.

A análise de variância mostrou que o efeito da espessura, sobre a resistência flexural uniaxial a três pontos, foi significativo com 95% de confiança (p=0,0066), ver tabela 4.4.

Tabela 4.4 – Análise de variância (ANOVA de fator único)

ANOVA – Fator Unico						
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	105517,9141	2,0000	52758,9570	6,0830	0,0066	3,3541
Dentro dos grupos	234176,5995	27,0000	8673,2074			
Total	339694,5136	29,0000				

Embora a análise de variância (ANOVA de fator único) confirmar que há diferença estatística entre os grupos, esta não mostra entre quais grupos existe significância. Portanto utilizou-se para efeito de comparação entre os grupos, o teste de Tukey, com um intervalo de confiança de 95%.

O teste de Tukey mostrou que o resultado do grupo 1 diferiu-se estatisticamente dos demais grupo, enquanto que, não houve diferença significativa entre os grupos 2 e 3, pois o intervalo de valores desta comparação passa por zero, não podendo desta forma rejeitar a hipótese nula, ou seja, de que estes tenham valores iguais.

Tabela 4.5 – Teste de Tukey						
		TESTE DE TUKEY				
	DIFERENÇAS NÂO SIGNIFICATIVAS QUANDO O INTERVALO PASSA POR ZERO					
Comparações	(I)	(II)	(III)			
Grupo 1 vs 2	227,02	22,64				
Grupo 1 vs 3	228,95		24,57			
Grupo 2 vs 3		104,12	-100,26			



Figura 4.1 – Gráfico da média / desvio padrão dos valores da resistência flexural em função da espessura do corpo de prova.

A superfícies de fratura dos corpos de prova foi analisada através da microscopia eletrônica de varredura (MEV - JOEL 6460LV). Selecionou-se aleatoriamente duas interfaces de cada grupo.



Figura 4.2 – MEV por elétrons restroespalhados da superfície de fratura de uma amostra de ZTA do grupo 1 com aumento de 75X.



Figura 4.3 – MEV por elétrons restroespalhados da superfície de fratura de uma amostra de ZTA do grupo 1 com aumento de 200x.



Figura 4.4 – MEV por elétrons restroespalhados da superfície de fratura de uma amostra de ZTA do grupo 1 com aumento de 1.500x.



Figura 4.5 – MEV por elétrons restroespalhados da superfície de fratura de uma amostra de ZTA do grupo 2 com aumento de 50X.



Figura 4.6 – MEV por elétrons restroespalhados da superfície de fratura de uma amostra de ZTA do grupo 2 com aumento de 200x.



Figura 4.7 – MEV por elétrons restroespalhados da superfície de fratura de uma amostra de ZTA do grupo 2 com aumento de 1.500x



Figura 4.8 – MEV por elétrons restroespalhados da superfície de fratura de uma amostra de ZTA do grupo 3 com aumento de 30x



Figura 4.9 – MEV por elétrons restroespalhados da superfície de fratura de uma amostra de ZTA do grupo 3 com aumento de 200X



Figura 4.10 – MEV por elétrons restroespalhados da superfície de fratura de uma amostra de ZTA do grupo 3 com aumento de 1.500X



Figura- 4.11 – MEV por elétrons restroespalhados da superfície de fratura de uma amostra de ZTA, com aumento de 3.000X, diferenciando os grãos de alumina (seta verde), grãos de zircônia (seta laranja) e o infiltrado de vidro (seta rosa) e ressaltando uma fratura transgranular.

Observou-se claramente na figura 4.11, através da micrografia eletrônica de varredura a presença de grãos de alumina (mais escuros), finos grãos de zircônia espalhados ou em pequenos aglomerados (mais claros) e do infiltrado de vidro de alumino-silicato de lantânio num tom de cinza intermediário. A presença de uma trinca transgranular também foi evidenciada na mesma figura.

O pó do vidro de alumino-silicato de lantânio também foi analisado através da microscopia eletrônica de varredura. Na figura 4.12 verifica-se uma distribuição do tamanho de partícula de aproximadamente 30 a 600 µm.



Figura 4.12 – MEV por elétrons secundários do pó do vidro de lantânio, (A) com aumento de 400X, e em (B) com aumento de 100X evidenciando a distribuição de tamanho de partícula.

As análises por EDS foram realizadas no modo de varredura por área da superfície de fratura dos elementos do grupo 1, 2 e 3, evidenciando a presença dos elementos químicos Zircônio (Zr), Alumínio (Al), Oxigênio (O), Silício (Si), Cálcio (Ca), Sódio (Na) e Lantânio (La).



Figura 4.13 – EDS da amostra do grupo 1.



Figura 4.14 – EDS da amostra do grupo 2.



Figura 4.15 – EDS da amostra do grupo 3.





Com a finalidade de verificar a dispersão dos resultados de resistência flexural uniaxial por três pontos obtidos em cada grupo, realizou-se o cálculo do módulo de weibull (m), a partir da expressão (4.1):

$$P(\sigma) = 1 - \exp\left[-\left(\frac{\sigma}{\sigma_o}\right)^m\right]$$
(4.1).

Os valores do módulo de Weibull, para cada grupo estão descritos na tabela 4.6.

Tabela 4.6 – Módulo de Weibull (m)				
Grupo Módulo de Weibull				
1	7,06			
2	3,80			
3	4,73			

A figuras 4.17, 4.18 e 4.19 descrevem respectivamente as distribuições dos resultados dos grupos 1, 2 e 3, através do gráfico de ln ln(1/1-Pf) X ln σ (MPa).



Figura 4.17 – Gráfico da análise de Weibull do grupo 1.



Figura 4.18 – Gráfico da análise de Weibull do grupo 2.



Figura 4.19 – Gráfico da análise de Weibull do grupo 3.

5 DISCUSSÃO

As próteses parciais fixas totalmente cerâmicas exibem proeminente estética e excelente biocompatibilidade. Entretanto, um aspecto problemático é seu limitado potencial de carregamento. Isto é crítico para próteses com maior extensão entre os pilares e especial no exemplo de uma ponte posterior, porque as forças mastigatórias são muito maiores na região de molares do que na bateria labial. Esta limitação no carregamento é causada pela limitada resistência flexural e baixa tenacidade à fratura de materiais cerâmicos (Fischer & Weber & Marx, 2003).

Com a finalidade de reduzir a fragilidade dos cerâmicos, foram desenvolvidos compósitos de alumina-zircônia (ZTA) com vidro, a partir da introdução de finas partículas de zircônia na matriz de alumina. A ZTA, devido às suas excelentes propriedades mecânicas, é utilizado em várias aplicações como cerâmicas estruturais. Um ajuste apropriado na concentração dos componentes pode prover elevada resistência mecânica, associada com tenacidade e dureza (SZUTKOWSKA, 2004).

Na avaliação das propriedades mecânicas, de cerâmicas dentais para infraestrutura, discrepâncias foram observadas entre as condições laboratoriais e àquelas observadas clinicamente na cavidade bucal (KELLY, 1999).

De acordo com a análise de variância (ANOVA de fator único), com o valor de alfa igual a 0,05, dos resultados de resistência flexural uniaxial por três pontos de cada grupo, constatou-se que havia diferença estatisticamente significativa entre os resultados.

A partir do resultado da ANOVA, optou-se por realizar uma analise através do teste de Tukey, para poder identificar entre quais grupos existia diferença estatisticamente significante. Com um intervalo de confiança de 95%, O teste de Tukey

mostrou que o resultado do grupo 1 diferiu-se estatisticamente dos demais grupo, enquanto que, não houve diferença significativa entre os grupos 2 e 3. Resultados semelhantes foram encontrados por KELLY (1999), que observou valores maiores de resistência flexural uniaxial por três pontos em corpos de prova de menor espessura, quando comparados amostras de 0,5 a 3,0 mm (KELLY, 1999).

O módulo de Weibull (m) é a distribuição de resultados. Este pode ser calculado através do coeficiente angular (inclinação) da reta de probabilidade acumulada. Quanto maior for o valor de m, menor a dispersão de resultados e consequentemente maior confiabilidade no material (SULLIVAN & LAUZON 1986; LÜTHY et al, 2005).

LÚTHY et al (2005), realizaram um estudo sobre resistência mecânica e confiabilidade de próteses parciais fixas posteriores totalmente cerâmicas. Os materiais utilizados para confecção das amostras foram: Cercon blanks (CEZ) (DeguDent, Hanau, Germany) t-ZrO_{2 (3% mol - Y2O3)}, In-Ceram blanks (ICZ) (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany) t-ZrO_{2 (12% mol - CeO2)} e IPS Empress2 (E2) (Ivoclar, Schaan, Liechtenstein) dissilicato de lítio. Os autores concluíram que o CEZ possui capacidade média de carregamento de 706 N que é 1,5 vezes maior do que a do ICZ (407 N) e 2,7 vezes maior que a do E2 (260 N). Os resultados do módulo de Wiebull demonstraram que o CEZ apresenta menor dispersão dos resultados (m=7), ou seja, maior confiabilidade em relação ao E2 (m=5,7) e ICZ (m=4,5).

Os módulos de Weibull no presente estudo variaram de acordo com o grupo, sendo que o grupo 1 apresentou resultado de m=7, enquanto que os resultados dos grupos 2 e 3 foram respectivamente m=3,80 e m=4,73. Foram obtidos, no presente estudo, valores de resistência flexural que variaram de 549,60 (\pm 87,34) MPa, 424,77 (\pm 110,91) MPa e 422,84 (\pm 78,04) MPa respectivamente para os grupos 1, 2 e 3.

Valores de até 630 (\pm 58) MPa, foram descritos nos trabalhos de GUAZZATO et al (2004a, 2004b), com a utilização de amostras tendo dimensões de 1,2 x 4 x 20 mm (espessura x largura x comprimento).

Em um outro estudo de GUAZZATO et al (2005) onde se estudou a influência dos tratamentos de superfície e térmico em corpos de prova In-Ceram Zirconia (ICZ) com dimensões de 1,2 x 4 x 20 mm (espessura x largura x comprimento) os valores variaram de 452 (\pm 35) MPa para o grupo em que foi realizado apenas o jateamento da superfície até 563 (\pm 62) MPa para as amostras que foram usinadas paralelamente ao longo eixo e depois sofreram tratamento térmico.

Já ANUSAVICE (2005), descreve o valor resistência flexural uniaxial por três pontos para o ICZ como sendo igual a 700 MPa.

De acordo com as patentes United States Patent nº 4,772,436, USA, September 20, 1988 e United States Patent nº 5,250, 352, USA, October 5, 1993 de TYSZBLAT e com os dados do fabricante, (VITA, 2005a), os óxidos que podem estar presentes nos pós são: Al₂O₃, SiO₂, B₂O₃, La₂O₃, CaO, ZrO₂, TiO₂, CeO e Y₂O₃.

Nas análises por EDS, realizadas neste trabalho, da ZTA parcialmente sinterizada e infiltrada com vidro verificou-se a presença dos elementos químicos: Zircônio (Zr), Alumínio (Al), Oxigênio (O), Silício (Si), Cálcio (Ca), Sódio (Na) e Lantânio (La).

Na técnica de EDS, apenas elementos químicos com massa atômica superior ao do Boro e que estejam presentes em concentrações superiores a 1% são detectados.

Nas micrografias das figuras 4.2 a 4.10, não foi observada diferença significativa entre os padrões das superfícies de fratura dos grupos 1, 2 e 3; presumindo-se desta forma que a espessura do corpo de prova não influenciou no processo de sinterização parcial. A avaliação do efeito da espessura sobre o processo da infiltração com vidro de alumino-silicato de lantânio requer uma observação micrográfica muito mais acurada ao longo da seção de fratura, no seu estado lixado e polido, para melhor identificar a fase vítrea.

Um tal trabalho bem executado requereria a varredura (por campos de observação de 30µm x 40µm, correspondente a uma ampliação de 3000x) da seção de fratura da amostra ao longo de 25, 50 e 75 campos seqüenciais correspondentes, respectivamente, às amostras de 1mm, 2mm e 3mm de espessura, fotografando-os e os mapeando por EDS quanto aos elementos presentes em cada campo. Infelizmente, tal volume de trabalho analítico experimental está fora da viabilidade no contexto da presente pesquisa de mestrado, mas poderia ser sugerido para uma pesquisa de tese de doutorado.

Através da figura 4.11 observa-se um padrão das estruturas semelhantes àqueles observados por GUAZZATO et al (2004a) e SHENG et al (2004), onde estão presentes grãos de alumina (mais escuros), finos grãos de zircônia espalhados ou em pequenos aglomerados (mais claros) e do infiltrado de vidro de alumino-silicato de lantânio.

O que se espera que aconteça com o aumento da espessura da amostra, mantendo-se constante o tempo e a temperatura de infiltração é que a profundidade de penetração do vidro seja a mesma em todas as amostras e, portanto, as amostras mais espessas terão menor fração da seção reta infiltrada pelo vidro de lantânio, enquanto o cálculo da resistência flexural é feito considerando toda a seção reta da amostra. Daí,

56

espessuras maiores resultam com menores resistências flexurais. Naturalmente, espessuras maiores requerem tempos maiores de infiltração e o uso do vácuo desde o início do aquecimento (para deslocar o ar inserido nos poros); um pequeno aumento de temperatura (10 a 15°C) também deveria ajudar.

Naturalmente a resistência flexural em amostras In-Ceram® contém duas contribuições: (a) a da cerâmica parcialmente sinterizada e porosa; e (b) a do vidro de alumino-silicato de lantânio sob compressão do arcabouço cerâmico.

Em espessura muito grande a proporção de seção reta onde existe vidro infiltrado decresce proporcionalmente à espessura. Por isso, a partir de certa espessura de amostra a resistência flexural da mesma é ditada predominantemente pelo arcabouço cerâmico poroso tornando-se desprezível a contribuição da fase vítrea. Esta tendência explica, até certo ponto, a inexistência de diferença significativa entre os valores de resistência flexural dos grupos 2 e 3.

6 CONCLUSÕES

- Constatou-se que a espessura do corpo de prova de ZTA infiltrado com vidro de lantânio influenciou no valor de resistência flexural uniaxial por três pontos nos testes *in-vitro*;
- Os corpos de prova com espessura de 1,0 mm apresentaram valores de resistência flexural significativamente maiores do que as amostra com 2,0 e 3,0 mm;
- Não foi verificada diferença estatística significante dos valores de resistência flexural entre os grupos 2 e 3, através da analise de variância e do teste de Tukey;
- As amostras do grupo 1 apresentaram módulo de Weibull (m) = 7,06 demonstrando uma menor dispersão dos resultados e maior confiabilidade quando comparado aos grupos 2 e 3, respectivamente 3,80 e 4,73;
- 5. Os resultados das analises por meio de EDS de ZTA parcialmente sinterizado e infiltrado com o vidro de lantânio e no pó do vidro de lantânio, mostraram algumas diferenças em relação à patente e aos dados divulgados pelo fabricante, pois não foram identificados os elementos químicos: Ce, Ti e Y, provavelmente decorrente da insensibilidade do método aos baixos teores com que estes elementos aparecem no vidro de lantânio e do volume relativamente baixo do mesmo vidro no compósito vidro-ZTA.

7 SUGESTÕES

 (a) Lixar e polir as seções de fratura de todas as 30 (trinta) amostras ensaiadas nos testes de flexão uniaxial a três pontos.

(b) Analisar microscopicamente (fotografando todos os campos e realizando EDS de todos os campos). Toda a seção reta de cada amostra com aumento de 3000x e campo de observação de 40 μ m x 30 μ m (25 campos seqüenciais em amostras de 1 mm de espessura, 50 campos seqüenciais de amostras de 2 mm de espessura e 75 campos seqüenciais em amostras de 3 mm de espessura)

(c) Repetir a experiência com as amostras de 2 e 3 mm , mas usando infiltração à vácuo e maior tempo de infiltração

(d) repetir a experiência (c) com aumento em 15º na temperatura de infiltração

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] ALBAKRY, M., GUAZZATO, M., SWAIN, M.V., "Fracture toughness and hardness evaluation of three pressable all-ceramic dental materials", *Journal* of *Dentistry*, v. 31, n.3, pp. 181-188, 2003.
- [2] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM C1161-02C. Standard Test Method for Flexural Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature. Philadelphia: American Society for Testing and Materials, 2002.
- [3] ANUSAVICE, K.J., "Recent developments in restorative dental ceramics", J. Amer. Dental Association, pp. 72-84, Feb, 1993.
- [4] ANUSAVICE, K.J., <u>Materiais Dentários</u>, Trad. Edson J.L. Moreira, 11^a edição, Elsevier Editora Ltda., Rio de Janeiro, 2005.
- [5] APHOLT, W., et al., "Flexural strength of Cerec 2 machined and jointed In-Ceram Alumina and In-Ceram Zirconia bars", *Dental Materials*, v.17, pp. 260-7, 2001.
- [6] BOIS, L., et al. "Aqueous alteration of lanthanum alumino-silicate glasses", *Journal of Non-Crystalline Solids*, v. 276, pp. 181-94, 2000a.
- [7] BOIS, L., et al. "Dissolution of lanthanide alumino-silicate oxynitride glasses", *Journal of Nuclear Materials*, v. 277, n.1, pp. 57-66, 2000b.
- [8] BOIS, L., et al. "Aqueous corrosion of lanthanum aluminosilicate glasses: influence of inorganic anions", *Journal of Nuclear Materials*, v. 300, pp. 141-150, 2001.

- [9] BOTTINO, M., A., et al., <u>Estética em reabilitação: metal free</u>, Artes Médicas, 1^a edição, São Paulo, 2000.
- [10] CAMPBELL, S.D., SOZIO, R.B., "Evaluation of the fit and strength of an all-ceramic fixed partial denture", *J Prosthet Dent*, v.59, n.3, pp. 301-306, 1998.
- [11] CASELLAS, D., et al., "Fracture toughness of zirconia-alumina composites", *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, v.17, pp. 11-20, 1999.
- [12] CASSELAS, D., et al., "Fracture toughness of alumina and ZTA ceramics: microstructural coarsening effects", *Journal of Materials Processing Technology*, v.143-144, pp. 148-152, dec, 2003.
- [13] CHRISTENSEN, G.J., "Ceramic vs. porcelain-fused-to-metal crowns: give your patients a choice", J. Amer. Dental Association, pp. 311-314, Mar, 1994.
- [14] CRAIG, R.G., POWERS, J.M., <u>Materiais Dentários Restauradores</u>, Livraria e Editora Santos, 11^a edição, São Paulo, 2004.
- [15] DE AZA, A.H., et al., "Crack growth resistance of alumina, zirconia and zirconia toughened alumina ceramics for joint prostheses", *Biomaterials*, v.23, n.3, pp. 937-945, 2002.
- [16] FISCHER, H., RENTZSCH, W., MARX, R., "R-Curve Behavior of Dental Ceramic Materials", *Journal of Dent Res.*, v.81, n.8, pp. 547-551, 2002.
- [17] FISCHER, H., WEBER, M., MARX, R., "Lifetime Prediction of All-ceramic Bridges by Computational Methods", *Journal of Dent Res.*, v.82, n.3, pp. 238-242, 2003.

- [18] GAVARINI, S., et al. "Behavior of lanthanide aluminosilicate glass in water: Preliminary results", *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, v. 181, pp. 413-418, 2001.
- [19] GUAZZATO, M., et al., "Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based ceramics", *Dental Materials*, v.20, pp. 449-456, 2004a.
- [20] GUAZZATO, M., et al., "Strength, reliability and mode of fracture of bilayred porcelain/zircônia (Y-TZP) dental ceramics", *Biomaterials*, v.25, n.20, pp. 5045-52, 2004b.
- [21] GUAZZATO, M., et al., "Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part I. Pressable and alumina glassinfiltratesd ceramics", *Dental Materials*, v.20, pp. 441-8, 2004c.
- [22] GUAZZATO, M., et al., "Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of a glass-infiltrated alumina/zirconia-reinforced dental ceramic", *Dental Materials*, v.21, n.5, pp. 454-463, 2005.
- [23] HANNINK, R.H.J., Kelly, P.M., Muddle B.C., "Transformation Toughening in Zirconia-Containing Ceramics", *Journal of the American Ceramic Society*, v.83, n.3, pp. 461-487, 2000.
- [24] HEUER, A.H., "Transformation Toughening in ZrO2-Containing Ceramics", *Journal of the American Ceramic Society*, v.70, n.10, pp. 689-698, 1987.
- [25] HOJJATIE, B., ANUSAVICE, K.J., "Three-dimensional finite element analysis of glass-ceramic dental crowns", *Journal of Biomechanics..*, v.23, n.11, pp. 1157-1166, 1990.

- [26] HONDRUM, S.O., "A review of the strength properties of dental ceramics", *Journal of Prosthet Dent*, v.67, n.6, pp. 859-865, 1992.
- [27] INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, Dental Ceramic ISO Standard 6872. Geneva: ISO, 1995.
- [28] KAMPOSIORA, P., et al., "Stress concentration in all-ceramic posterior fixed partial denture", *Quintessence Int*, v.27, n.10, pp. 701-706, 1996.
- [29] KELLY, J.R., "Perspectives on strength", *Dental Material.*, v.11, pp. 103-110, mar, 1995.
- [30] KELLY, J.R., "Clinically relevant approach to failure testing of all-ceramic restorations", *Journal of Prosthet Dent*, v.81, n.6, pp. 652-661, 1999.
- [31] KELLY, J.R., NISHIMURA, I., CAMPBELL, S.D., "Ceramics in dentistry: Historical roots and current perspectives", *J Prosthet Dent*, v.75, n.1, pp. 18-32, 1996.
- [32] KERN, M., KNODE, H., STRUBB, J.R., "The all-porcelain, resin-bonded bridge", *Quintessence Int.*, v.22, n.4, pp. 257-262, 1991.
- [33] KOSMAC, T., et al., "The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic", *Dental Materials*, v.15, n.6, pp. 426-433, 1999.
- [34] LAWN, B.R., et al., "Materials Design of Ceramic-based Layer Structures for Crowns", *Journal of Dent Res.*, v.81, n.6, pp. 433-438, 2002.
- [35] LOS ALAMOS NATIONAL LABORATORY, Periodic Table of the Elements, disponível em < http://periodic.lanl.gov/>, acesso em laneiro de 2006.
- [36] LÜTHY, H. et al, "Strength and reliability of four-unit all-ceramic posterior bridges", *Dental Materials*, v.21, n.10, pp. 930–937, 2005.
- [37] MAGNE, P., et al. "Stress distribution of inlay-anchored adhesive fixed partial dentures: A finite element analysis of the influence of restorative materials and abutment preparation design", *J Prosthet Dent*, v.87, pp. 516-527, 2002.
- [38] McLEAN, J.W.: <u>The Science and Art of Dental Ceramics, Vol 1.,</u> Quintessence Publ. Co, Chicago, 1979.
- [39] MCLEAN J.W., KEDGE M.I., "High-strength ceramics", *Quintessence Int*, v.18, n.2, pp. 97-106, 1987.
- [40] McLEAN, J.W., "Evolution of dental ceramics in the twentieth century", *Journal of Prosthet Dent*, v.85, n.1, pp. 61-66, 2001.
- [41] NOORT, R.V., "An introduction to Dental Materials", 2nd edition, Mosby, Sheffield, UK, 2002.
- [42] OH, W., ANUSAVICE, K.J., "Effect of connector design on the fracture resistance of all-ceramic fixed partial dentures", *J Prosthet Dent*, v.87, pp. 536-542, 2002.
- [43] PENG, D.Q., et al. "Influence of lanthanum ion implantation on the aqueous corrosion behavior of zirconium", *Surface and Coatings Technology*, v. 165, pp. 268-272, 2003.
- [44] PIDDOCK, V., QUALTROUGH, A.J.E., "Dental Ceramics an update", *Journal of Dentistry*, v. 18, n.5, pp. 227-35, 1990.
- [45] PROBSTER, L., DIEHL, J., "Slip-casting alumina ceramics for crown and bridge restorations", *Quintessence Int.*, v.23, n.1, pp. 25-31, 1992.

- [46] QUALTROUGH, A.J.E, PIDDOCK, V., "Ceramics Update", Journal of Dentistry, v. 25, n.2, pp. 91-95, 1997.
- [47] QUINN, J.B., SUNDAR, V., LLOYD, I.K., "Influence of microstructure and chemistry on the fracture toughness of dental ceramics", *Dental Materials*, v.19, pp. 603-11, 2003.
- [48] RIZKALLA, A.S., JONES, D.W., "Mechanical properties of commercial high strength ceramic core materials", *Dental Materials*, v.20, n.3, pp. 207-12, 2004.
- [49] ROSENSTIEL, S.F., PORTER, S.S., "Apparent fracture toughness of dental porcelain with metal substructure", *Dental Materials*, v.4, n.4, pp. 187-190, 1988.
- [50] SADOUN, M. "Slip cast alumina ceramics", GC International Conference on Dental Ceramics, Leeds Castle, Inglaterra, Setembro, 1989.
- [51] SCHERRER, S.S., DENRY, I.L., WISKOTT, A.H.W., "Comparison of three fracture toughness testing techniques using a dental glass and a dental ceramic", *Dental Materials*, v.14, n.4, pp. 246-255, 1998.
- [52] SEGHI, R.R., DAHER, T., CAPUTO, A.A., "Relative flexural strength of dental restorative ceramics", *Dental Materials*, v.6, n.3, pp. 181-184, 1990.
- [53] SHENG, X.J., et al, "Preparation of glass-infiltrated 3Y-TZP/Al₂O₃/glass composites", *Materials Letters*, v.58, n.11, pp. 1750-1753, 2004.
- [54] STEVENS, R., <u>An Introduction to zirconia</u>, Magnesium Elektron Ltd, 2nd edition, Leeds, U.K., 1986.

- [55] SULLIVAN, J.D., LAUZON, P.H., "Experimental probability estimators for weibull plots", *Journal of Materials Science Letters*, v.5, pp. 1245-1247, 1986.
- [56] SZUTKOWSKA, M., "Fracture resistance behavior of alumina-zirconia composites", *Journal of Materials Processing Technolog.*, v.153-154, pp. 868-874, 2004.
- [57] TYSZBLAT, M., "Process for the preparation of a dental prosthesis by slight solid phase fritting of a metal oxide based infrastructure", United States Patent nº 4,772,436, USA, September 20, 1988.
- [58] TYSZBLAT, M., "Process for the preparation of a dental prosthesis and the prosthesis produced by said process", United States Patent nº 5,250, 352, USA, October 5, 1993.
- [59] VITA, Product Information for VITA In-Ceram Classic ZIRCONIA: Chemical Data, disponível em <<u>http://www.vita-in-</u> ceram.de/en/media/chem_zirconia.pdf>, acesso em dezembro de 2005a.
- [60] VITA, Product Information for VITA In-Ceram Classic ZIRCONIA: Physical Data, disponível em <<u>http://www.vita-in-ceram.de/en/media/phy_zirconia.pdf</u>>, acesso em dezembro de 2005b.
- [61] WILDGNOOSE, G.D., JOHNSON, A., WINSTANLEY, R.B., "Glass/ ceramic/ refractory techniques, their development and introduction into dentistry: A historical review", *The Journal of Prosthetic Dentistry*, v.91, n.2, pp. 136-43, 2004.
- [62] WINTER, M., WebElements[™] Periodic table (professional edition), disponível em <http://www.webelements.com>, acesso em janeiro de 2006.

66

 [63] WOHLWEND, A., STRUB, J.R., SCHÄRER, P., "Metal ceramic and allporcelain restorations: Current considerations", *Int. Journal of Prosthodont..*, v.2, n.1, pp. 13-26, 1989.