

YASMINE APPES MOTA

**INFLUÊNCIA DO ENVELHECIMENTO HIDROTÉRMICO E DA FADIGA
MECÂNICA NA RESITÊNCIA À FLEXÃO EM CERÂMICAS DE
ZIRCÔNIA YTZ-P**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós - Graduação em Clínica Odontológica, da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora, como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre. Área de concentração: Clínica Odontológica

Orientadora: Prof^a. Dra. Fabíola Pessôa Pereira Leite

Coorientador: Prof. Dr. Rodrigo Othávio de Assunção e Souza

Juiz de Fora

2014

YASMINE APPES MOTA

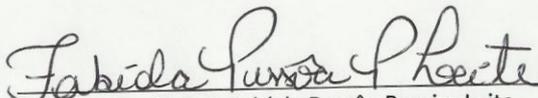
**"INFLUÊNCIA DO ENVELHECIMENTO HIDROTÉRMICO E DA FADIGA MECÂNICA EM
CERÂMICAS DE ZIRCÔNIA"**

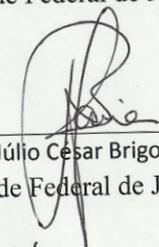
ORIENTADORA: Prof^ª. Dr^ª. Fabíola Pessoa Pereira Leite
COORIENTADOR: Prof. Dr. Rodrigo Othávio de Assunção e Souza

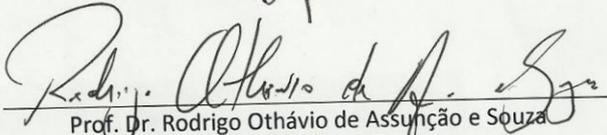
Dissertação de Mestrado submetida ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia, da
Universidade Federal de Juiz de Fora, como parte dos requisitos (parcial) para obtenção
do título de Mestre em Clínica Odontológica.

Aprovado em 26/08/2014

BANCA EXAMINADORA


Prof^ª. Dr^ª. Fabíola Pessoa Pereira Leite
Universidade Federal de Juiz de Fora


Prof. Dr. Júlio César Brigolini de Faria
Universidade Federal de Juiz de Fora


Prof. Dr. Rodrigo Othávio de Assunção e Souza
Universidade Federal do Rio Grande do Norte

“Diante da dificuldade podemos ter duas atitudes: sentar e desistir ou levantar os olhos e seguir. A mais fácil nunca será a que nos realizará.”

DEDICATÓRIA

A Deus, por ser a luz que me direcionou, de forma segura e confiante, em direção ao objetivo traçado, sem Ele, nada poderia ser feito. Obrigada por me dar forças e por ter colocado em meu caminho tantas pessoas boas.

Ao meu pai, Hélio por sua constante proteção e zelo. Você é um exemplo de equilíbrio e sabedoria. Um pai sempre presente e empenhado em nos proporcionar o melhor para a nossa formação.

À minha mãe, Jadetty por ser a mãe extremosa cuja paciência e amor incondicional fizeram dela meu porto seguro. Mesmo nos momentos mais difíceis você sempre tinha uma palavra de incentivo para me confortar.

Ao meu irmão, Nicholas, sempre presente com sua solicitude e companheirismo. Você é um exemplo de serenidade e paciência.

Ao Lucas, meu noivo, pelo seu carinho e compreensão nas horas críticas. Obrigada pelo apoio e por ser sempre presente mesmo estando longe.

Aos meus Avós, Tios e Dindos minha admiração e orgulho por serem a mão amiga de todas as horas.

Em especial ao meu avô Chaquib (*in memoriam*) que partiu antes da conclusão deste trabalho. Tenho certeza que se orgulharia de mim. Te amo muito, vovô!

Sem vocês essa caminhada teria sido muito mais difícil. Obrigada pelo incentivo e por acreditarem em mim! Amo muito vocês!

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

À professora **Fabíola Leite**, minha orientadora, pelo carinho e incentivo, tão importantes para a conclusão deste trabalho. Obrigada por ser tão atenciosa nos momentos que precisei e por contribuir muito para o meu amadurecimento. Mais que uma orientadora tenho você como uma grande amiga. Sem o seu apoio e incentivo hoje eu não estaria aqui! Sou muito grata por seus conselhos (que não foram poucos) e toda a ajuda desde a época de graduação.

Ao professor e coorientador, **Rodrigo Othávio Souza**, pela ajuda imensa em todo este trabalho, com disponibilidade incondicional para que o melhor trabalho fosse feito. Obrigada por sempre responder minhas dúvidas com toda a paciência e sabedoria.

Ao professor **João Paulo Machado**, do INPE, pela imensa ajuda na realização das análises complementares deste estudo. Obrigada pela dedicação e solicitude.

Ao professor **Júlio Brigolini**, o conhecimento que adquiri trabalhando ao seu lado serviu de base para a minha escolha em seguir na área de Prótese. Obrigada por tudo que me ensinou, por toda a disposição em me ajudar, pela amizade e por confiar em mim.

Ao grande amigo, **Rodrigo Carvalho**, por toda a ajuda e apoio incondicional para a realização deste estudo. Sem você nada disso teria sido possível. Obrigada pelo carinho e pela força! Sei que posso contar sempre com você!

A querida amiga **Caroline Côtes**, por me receber várias vezes em sua casa em São José dos Campos. Você foi fundamental para a concretização deste trabalho! Obrigada pelas análises estatísticas realizadas, tarde da noite, com toda a sua paciência e dedicação, pela descontração nos momentos de estresse e pelo apoio constante.

Aos colegas e amigos do mestrado, em especial a **Vivian Massi** e a **Elissa Rocha**, obrigada pelos momentos únicos partilhados entre risos e preocupações que já fazem parte de um

passado a ser recordado com saudades. A amizade e o apoio de vocês foi fundamental para que eu chegasse até aqui.

Aos meus amigos desde a graduação, **Francielle Verner, Rafael Binato, Andressa Vieira e Rafaela Martins**, por entenderem a minha ausência e por me fazerem acreditar que pessoas boas existem e estarão sempre ao meu lado, independente do que aconteça. Vocês são grandes e verdadeiros amigos!

À minha amiga-irmã **Beatriz Netto**, fico extremamente feliz por ter te conhecido e por você fazer parte da minha vida. Você é muito especial para mim, obrigada por me acompanhar em todos os momentos e por ser essa grande amiga!

À secretária de Pós-Graduação, **Wanessa Alonso**, por toda a paciência e disponibilidade incondicional para resolver qualquer problema ou prestar assistência. Obrigada por sua amizade e por me confortar nos momentos que precisei.

Ao colega de mestrado **João Paulo Sudré** pela ajuda na realização deste trabalho. Muito obrigada por tudo.

Aos **professores do Programa de Pós-graduação em Clínica Odontológica** pelas oportunidades de aprendizagem e troca de experiências.

Aos funcionários **Valéria e Anderson** da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora, pela colaboração e ajuda na realização deste trabalho. Sou muito grata por tudo que vocês fizeram por mim.

Aos funcionários do Laboratório de Pesquisa de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, **Thaís Paradella e Marcos Vestali**, pela prestatividade e colaboração para a realização deste trabalho.

Ao Programa de Pós-Graduação em Clínica Odontológica da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora, em nome do Coordenador Prof.^o **Antônio Márcio Resende do Carmo**.

À Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora, em nome da Diretora Profa^a **Maria das Graças Afonso Miranda Chaves**.

Ao **Laboratório Associado de Sensores e Materiais** do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais – **INPE**, em São José dos Campos.

Ao Laboratório de Pesquisa de Materiais Dentários da **Faculdade de Odontologia de São José dos Campos** – Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” UNESP.

À **Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES)**, pela bolsa concedida no período inicial do Mestrado, viabilizando a elaboração do projeto e o aprimoramento profissional.

A todos, o meu muito obrigada!

RESUMO

Este estudo avaliou a influência do envelhecimento hidrotérmico e da fadiga mecânica sobre a resistência à flexão de cerâmicas de zircônia YTZ-P. Foram confeccionados discos (ISO 6872, diâmetro: 12 mm e espessura: 1,2 mm) a partir de blocos de cerâmicas de zircônia parcialmente estabilizadas por ítria (Emax ZirCAD e ICE Zirkon Translucent) pré-sinterizados. Posteriormente, os discos foram divididos em quatro grupos (n=10) de acordo com o tratamento realizado: 1- controle (sem envelhecimento); 2- ciclagem mecânica (2×10^6 e carga de 200 N); 3- autoclave (134°C, 24 horas, 2 bar); autoclave (134°C, 24 horas, 2 bar) mais ciclagem mecânica (2×10^6 e carga de 200 N). Para determinar a quantidade e a profundidade de possíveis transformações de fase da zircônia (te-mo) induzida pela ciclagem mecânica e/ou pela autoclave, foi realizada a análise de difração de Raios X. A microscopia de força atômica foi utilizada para mensurar a rugosidade da superfície das amostras. O tamanho médio dos grãos foi quantificado por meio de microscopia eletrônica de varredura. Em seguida, todas as amostras foram submetidas ao ensaio de resistência à flexão biaxial (ISO 6872) em máquina de ensaio universal (EMIC, V=1 mm/min). Após ensaio de flexão, os dados obtidos (MPa) foram submetidos à Análise de Variância (2 fatores) e ao teste de Tukey (5%). Os resultados demonstraram que os valores de resistência à flexão biaxial das amostras controle Emax ZirCAD e ICE Zirkon foram de $779,961 \pm 114,065^a$ MPa e $716,502 \pm 185,732^a$ MPa, respectivamente. A ciclagem mecânica não alterou os valores de resistência à flexão das cerâmicas Emax ZirCAD ($719,706 \pm 130,781^a$ MPa) e ICE Zirkon ($743,961 \pm 119,150^a$ MPa). Após o envelhecimento em autoclave houve um aumento da resistência à flexão das cerâmicas Emax ZirCAD ($848,07 \pm 75,859^b$ MPa) e ICE Zirkon ($936,47 \pm 120,907^b$ MPa). As médias de resistência para os grupos autoclave/ciclagem Emax ZirCAD ($867,26 \pm 49,301^b$ MPa) e ICE Zirkon ($865,51 \pm 108,893^b$ MPa) foram semelhantes aos seus respectivos grupos autoclave. Adicionalmente, os grupos autoclave e autoclave mais ciclagem mecânica foram os que exibiram as maiores porcentagens de transformação de fase da zircônia de tetragonal para monoclinica, profundidade de transformação de fase e maiores valores de rugosidade média. O estudo concluiu que a ciclagem mecânica não influenciou significativamente os valores de resistência à flexão das duas cerâmicas estudadas, porém a degradação em baixa temperatura em autoclave aumentou os valores de resistência à flexão biaxial. As duas cerâmicas analisadas exibiram comportamentos semelhantes frente aos tratamentos realizados.

Palavras-chave: Envelhecimento. Resistência à flexão biaxial. Zircônia Y-TZP.

ABSTRACT

This study evaluated the influence of different aging methods on the biaxial flexural strength in YTZ-P zirconia ceramics. Discs specimens (12 mm, thickness: ISO 6872, diameter 1.2 mm) were made from blocks of partially yttria-stabilized zirconia ceramics (Emax ZirCAD and Zirkozah) pre sintered. Subsequently, the discs were divided into four groups (n = 10) according to the treatments performed: 1 - control (no aging); 2 - mechanical cycling (2 x 10⁶ and load 200 N); 3 - autoclave (134°C, 24 hours, 2 bar); autoclave (134°C, 24 hours, 2 bar) with mechanical cycling (2 x 10⁶ and 200 N). To determine the percentage and depth of possible zirconia transformations (te-mo) induced by mechanical cycling and/or autoclave, the analysis of X-ray diffraction was performed. The atomic force microscopy was used to measure surface roughness. The average grain size was measured by scanning electron microscopy. After, all specimens were tested for biaxial flexural strength (ISO 6872) in a universal testing machine (EMIC). The data were submitted to statistical tests ANOVA and Tukey (5%). The results showed that values of biaxial flexure strength of control samples Emax ZirCAD and ICE Zirkon were 779.961 ± 114.065^a MPa and 716.502 ± 185.732^a MPa, respectively. Mechanical cycling did not altered the values of flexural strength of ceramics Emax ZirCAD (719.706 ± 130.781^a MPa) and ICE Zirkon (743.961 ± 119.150^a MPa). After aging in autoclave there was an increase in flexural strength of ceramics Emax ZirCAD (848.07 ± 75.859^b MPa) and ICE Zirkon (936.47 ± 120.907^b MPa). The average strengths for the groups autoclave/mechanical cycling ZirCAD Emax (49.301 MPa ± 867.26^b) and ICE Zirkon (108.893 ± 865.51^b MPa) were similar to their respective groups autoclave. Additionally, autoclave and autoclave/mechanical cycling groups exhibited the highest percentages phase transformation of tetragonal to monoclinic, phase transformation depth and higher values of roughness. The study concluded that mechanical cycling did not significantly altered the values of flexural strength of two ceramics studied, but degradation in low temperature in autoclave increased the values of biaxial flexure strength. Both ceramics analyzed exhibited similar behavior to the treatments performed.

KEYWORDS: Aging. Flexural strength. Y-TZP zirconia.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1A	Bloco arredondado após recorte.	46
Figura 1B	Bloco montado na cortadeira durante o corte com disco diamantado.	46
Figura 1C	Amostras em forma de discos antes e após a sinterização.	46
Figura 2	Amostra no dispositivo com água destilada.	47
Figura 3	Vista frontal das amostras durante o ensaio de ciclagem mecânica em máquina simuladora de fadiga mecânica.	47
Figura 4	Difratômetro de Raios X (LAS-INPE).	48
Figura 5	Microscópio de força atômica (LAS-INPE).	51
Figura 6	Microscópio Eletrônico de Varredura INSPECT S50.	52
Figura 7	Dispositivo metálico para ensaio de flexão biaxial e da amostra em posição.	54
Figura 8	Momento do ensaio de flexão biaxial.	54
Figura 9	Fratura da amostra.	54
Figura 10 a-b	Comparação dos Gráficos obtidos após difração de Raios X realizada no grupo controle a) Emax e b) ICE Zirkon, evidenciado picos característicos da zircônia na fase tetragonal (T) e o pico monoclinico (M) em 28°.	57
Figura 11a-b	Comparação dos Gráficos obtidos após difração de Raios X realizada no grupo ciclagem a) Emax e b) ICE Zirkon, evidenciado picos característicos da zircônia na fase tetragonal (T) e o pico monoclinico (M) em 28°.	58
Figura 12 a-b	Comparação dos Gráficos obtidos após difração de Raios X realizada no grupo autoclave a) Emax e b) ICE Zirkon, evidenciado picos característicos da zircônia na fase tetragonal (T) e monoclinica (M).	58
Figura 13 a-b	Comparação dos Gráficos obtidos após difração de Raios X realizada no grupo autoclave + ciclagem a) Emax e b) ICE Zirkon, evidenciado picos característicos da zircônia na fase tetragonal (T) e monoclinica (M).	58
Figura 14a	MFA- Emax controle.	61
Figura 14b	MFA - Emax ciclado.	61

Figura 15a	MFA - ICE Zirkon controle.	61
Figura 15b	MFA - ICE Zirkon ciclado	61
Figura 15c	MFA - ICE Zirkon autoclave.	61
Figura 14c	MFA - Emax autoclave.	61
Figura 14d	MFA - Emax autoclave + ciclado.	62
Figura 15d	MFA - ICE Zirkon autoclave + ciclado.	62
Figura 16	Microscopia Eletrônica de Varredura (5.000x) do grupo Emax controle.	64
Figura 17	Microscopia Eletrônica de Varredura (5.000x) do grupo ICE Zirkon Controle.	64
Figura 18	Microscopia Eletrônica de Varredura (5.000x) do grupo Emax ciclado.	65
Figura 19	Microscopia Eletrônica de Varredura (5.000x) do grupo ICE Zirkon ciclado.	65
Figura 20	Microscopia Eletrônica de Varredura (5.000x) do grupo Emax autoclave.	66
Figura 21	Microscopia Eletrônica de Varredura (5.000x) do grupo ICE Zirkon autoclave.	66
Figura 22	Microscopia Eletrônica de Varredura (5.000x) do grupo Emax autoclave + ciclagem.	67
Figura 23	Microscopia Eletrônica de Varredura (5.000x) do grupo ICE Zirkon autoclave + ciclagem.	67
Figura 24	Representação gráfica da análise em EDS da superfície da cerâmica Emax.	68
Figura 25	Representação gráfica da análise em EDS da superfície da cerâmica ICE Zirkon.	68
Figura 26	Curva normal dos valores resíduos do modelo ANOVA para verificar a distribuição dos resíduos (normalidade).	69
Figura 27	Diagrama de dispersão dos valores resíduos do modelo ANOVA em relação aos valores ajustados pelo modelo para verificar a uniformidade dos resíduos (homocedasticidade).	70
Figura 28	Gráfico do Box-plot.	70

LISTA DE TABELAS

Tabela 1:	Nomes comerciais, tipos de material e fabricantes dos produtos utilizados nos experimentos.	45
Tabela 2:	Grupo experimental, material e número das amostras por grupo.	46
Tabela 3:	Fração volumétrica de fase monoclinica (%) nas amostras dos grupos controles e experimentais.	59
Tabela 4:	Profundidade da zona de transformação da zircônia (μm) nas amostras dos grupos controles e experimentais.	59
Tabela 5:	Valores de rugosidade média (R_a) em μm das amostras.	62
Tabela 6:	Resultados da ANOVA (dois fatores) para as condições testadas.	71
Tabela 7:	Resultado do teste de Tukey para os valores de resistência (MPa).	71

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

Å	Angstrom
AFM	Microscopia de Força Atômica
Al ₂ O ₃	Óxido de alumínio
bar	Unidade de pressão
CAD/CAM	<i>Computer Aided Desing/Computer Aided Machined</i>
Ce-TZP	Zircônia estabilizada por céria
DBT	Degradação em baixa temperatura
DP	Desvio padrão
DRX	Difração de raios X
EDS	Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios X
FM	Fração volumétrica de fase monoclinica
Gr	Grupo
Hz	Hertz
IE	Infraestrutura
IO	Interferometria óptica
ISO	<i>International Organization for Standardization</i>
kN	Quilonewton
Kg	Quilograma
kV	Quilovolt
EDS	Espectroscopia por energia dispersiva de Raios X
MAD/MAM	<i>Manual Assisted Machine/Manual Aided Machined</i>
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
mA	Miliampère
MAJ	Equação de Mehl–Avrami–Johnson
MFA	Microscopia por força atômica
MPa	Mega Pascal
mm ²	Milímetro quadrado
min	Minuto
mm	Milímetros
µm	Micrometro
mo	Fase monoclinica da zircônia

MPa	Mega pascal
nm	Nanômetro
N	Newton
PPF	Prótese parcial fixa
PZT	Profundidade da zona de transformação
rpm	Rotação por minuto
SiO ₂	Óxido de silício
V	Velocidade
Y-TZP	Zircônia tetragonal parcialmente estabilizada com óxido de ítrio
Y ₂ O ₃	Óxido de ítrio
ZrO ₂	Óxido de Zircônio
ZTA	Zircônia à base de alumina

LISTA DE SÍMBOLOS

%	Porcento
®	Marca registrada
+	Mais
N	Tamanho da amostra
°	Graus
X	Vezes
P	Nível de significância
>	Maior
±	Mais ou menos
<	Menor
>	Maior
∅	Diâmetro
≈	Aproximadamente
λ	Lambda
Cu-Kα	Radiação Cu k-alpha
C	Celsius

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	17
2	PROPOSIÇÃO	20
3	FUNDAMENTOS TEÓRICOS	21
3.1	Transformação de fase e envelhecimento hidrotérmico	21
3.2	Ciclagem mecânica	30
3.3	Transformação de fase e resistência à fratura	35
3.4	Desempenho clínico da Y-TZP	43
4	METODOLOGIA	45
4.1	Obtenção das amostras	45
4.2	Controle	46
4.3	Autoclave	47
4.4	Fadiga mecânica	47
4.5	Autoclave + ciclagem mecânica	48
4.6	Análises complementares	48
4.4.1	Difração de Raios X (DRX)	48
4.4.2	Microscopia de força atômica (MFA)	50
4.4.3	Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	51
4.4.4	Microscopia e espectrometria por energia dispersiva (EDS)	52
4.5	Ensaio de resistência à flexão biaxial	53
4.6	Análises estatísticas	55
5	RESULTADOS	57
5.1	Difração de Raios X	57
5.2	Microscopia de força atômica (MFA)	60
5.3	Microscopia eletrônica de varredura	62
5.4	Microscopia e espectrometria por energia dispersiva (EDS)	68
5.5	Ensaio de resistência à flexão biaxial	69
6	DISCUSSÃO	73
7	CONCLUSÃO	79
8	REFERÊNCIAS	80

1 INTRODUÇÃO

O tratamento restaurador, seguindo os princípios de bioestética funcional, requer materiais odontológicos que preencham, por meio de suas propriedades, os requisitos de resistência mecânica, estética favorável e longevidade no meio bucal. Dentre os materiais restauradores estéticos, as cerâmicas vêm suprimindo essas necessidades de maneira satisfatória, ocupando abrangente espaço na Odontologia (ITINOCHE et al., 2004) .

As cerâmicas odontológicas são classificadas quanto à composição química (feldspáticas; vitrocerâmicas como a dissilicato de lítio; cerâmicas compostas representadas pelo Sistema InCeram; policristalinas como as cerâmicas à base de zircônia estabilizadas por ítria (Y-TZP) e cerâmicas híbridas) e de acordo com o tipo de processamento laboratorial (prensagem, *slip-cast*, estratificação e fresagem) (LIN et al., 2012; MIYASHITA, PELLIZZER e KIMPARA, 2014).

A zircônia é um material polimórfico na natureza que existe em três principais formas cristalinas de acordo com a temperatura: monoclinica em temperatura ambiente, tetragonal em temperaturas de 1170°C até 2370°C e cúbica em temperaturas acima de 2370°C (PITTAYACHAWAN et al., 2009; HJERPPE et al., 2009; BORCHES et al., 2010). A estrutura tetragonal pode ser estabilizada a temperatura ambiente pela adição de óxidos como cálcio, magnésio, cério ou ítria sendo este último comumente utilizado para as aplicações dentárias (PITTAYACHAWAN et al., 2009; YILMAZ et al., 2011; KOHORST et al., 2012).

Quando a zircônia é submetida a condições de estresses localizados como tratamentos de superfície, mudanças de temperatura e presença de falhas na superfície ou no seu interior ocorre a transformação estrutural de tetragonal para monoclinica. Esse mecanismo é conhecido como tenacificação. Esta transformação está associada com a expansão de 3-4% no volume que induz tensões de compressão e microtrincas ao redor das partículas transformadas. Este mecanismo funciona como uma barreira que dificulta a propagação da trinca, aumentando assim a resistência à fratura do material. Essa vantagem estrutural, juntamente com seu alto teor cristalino e resistência à flexão (900-1200 MPa) permite que elas sejam indicadas para a confecção de infraestruturas, peças monolíticas e pilares de

implantes (PITTAYACHAWAN et al., 2007; YILMAZ et al., 2007 BORCHES et al., 2010; SCHERRER et al., 2011; KOHORST et al., 2012; LIMA et al., 2013; KEUPER et al., 2014).

No entanto, a transformação da fase tetragonal para a monoclínica pode ser involuntariamente induzida pela fadiga em baixas temperaturas no ambiente úmido da cavidade oral. Esse processo é referido como envelhecimento ou degradação em baixa temperatura (DBT) (120-400⁰C). Este fenômeno pode ser explicado pela ação da água que quebra a molécula de zircônia (ZrO₂), formando hidróxido de zircônio ou pela quebra da molécula de ítria (Y₂O₃), formando o hidróxido de ítrio (KOHORST et al., 2012). Essa transformação é iniciada a partir de grãos isolados na superfície da cerâmica que gradualmente se espalham ao longo da superfície e penetram nas porções profundas do material em um processo chamado “nucleação e crescimento”. Embora este mecanismo seja muito lento em temperaturas orais, ele pode diminuir drasticamente as propriedades mecânicas da Y-TZP como resistência e tenacidade por meio de aumento da rugosidade superficial, perda de grãos na superfície e surgimento de microfissuras. O que pode reduzir o sucesso a longo prazo dos *abutments* de zircônia e demais restaurações à base de zircônia (CHEVALIER et al., 1999; BORCHES et al., 2010; YILMAZ et al., 2011; FLINN et al., 2012; KOHORST et al., 2012).

As restaurações dentais funcionam em um ambiente agressivo com saliva, mudanças de pH e cargas cíclicas. Os *copings*/infraestruturas cerâmicas têm dupla proteção contra o envelhecimento por meio da cerâmica de cobertura na superfície externa e materiais cimentantes na superfície interna. No entanto, algumas partes das próteses fixas não podem ser cobertas pela cerâmica de cobertura e os cimentos absorvem a água via túbulos dentinários expondo o *coping* à umidade. Outro exemplo são os *abutments* expostos diretamente à saliva e ao sangue. Estas condições podem antecipar os problemas de envelhecimento em baixa temperatura comprometendo a longevidade dos materiais cerâmicos de zircônia (INOKOSHI et al., 2014).

Além disso, estudos clínicos apontam o lascamento da cerâmica de cobertura como um dos fatores responsáveis pelas falhas das próteses fixas em zircônia Y-TZP (RAIGRODSKI et al., 2006; SAILER et al., 2007; DELLA BONA e KELLY, 2008). Com isso, a tendência em se utilizar peças monolíticas vem crescendo na Odontologia (KIM et al., 2009; HMAIDOUCH et al., 2014). No entanto, essas

restaurações são apenas protegidas pela aplicação de uma camada de *glaze* que pode ser removida durante o processo de ajuste oclusal após a cimentação da peça, expondo-as diretamente à saliva, o que talvez favoreça a degradação em baixas temperaturas.

Sabendo-se que a transformação dos cristais da Y-TZP é ativada e acelerada pela presença da água, tratamentos com vapor de autoclave com temperaturas entre 120°C e 140°C podem induzir efetivamente a DBT e servir como um bom método de teste acelerador da DBT. Essa degradação é acelerada com repetidas aplicações de cargas no ambiente oral (durante a mastigação) que podem ser simuladas por meio da ciclagem mecânica (PITTA YACHAWAN et al., 2009; YILMAZ et al., 2011; AMARAL et al., 2013).

É imperativo para a consolidação da zircônia como um material restaurador, que o processo de envelhecimento e sua influência nas propriedades mecânicas a longo prazo sejam caracterizados e suas implicações clínicas compreendidas. Isso contribuirá para que os trabalhos protéticos com cerâmicas à base de zircônia sejam previsíveis, fato este que fará com que a comunidade odontológica indique este tipo de cerâmica para confecção de *copings* e de infraestruturas para prótese fixa de uma forma segura e precisa. Desta maneira, o objetivo geral do presente trabalho foi avaliar a resistência à flexão de cerâmicas YTZ-P após serem submetidas ao envelhecimento hidrotérmico e à fadiga mecânica.

2 PROPOSIÇÃO

Avaliar a influência do envelhecimento hidrotérmico e da fadiga mecânica sobre cerâmicas à base de zircônia.

Especificamente:

- 1) Avaliar o efeito dos protocolos de envelhecimento hidrotérmico e da fadiga mecânica na resistência à flexão e na rugosidade;
- 2) Avaliar o efeito das cerâmicas na fadiga mecânica na resistência à flexão e na rugosidade;
- 3) Avaliar o efeito do envelhecimento hidrotérmico e da fadiga mecânica na mudança de fase tetragonal para monoclinica.

Desta forma, frente aos objetivos deste estudo, as hipóteses são as de que:

- a) O envelhecimento hidrotérmico afeta negativamente a resistência à flexão da cerâmica de Y-TZP, independente da cerâmica analisada;
- b) Os valores de resistência à flexão da cerâmica de Y-TZP são afetados negativamente pela ciclagem mecânica;
- c) O envelhecimento hidrotérmico e a fadiga mecânica induzem a transformação da zircônia ($te \rightarrow mo$) e adicionalmente aumentam os valores de rugosidade superficial;
- d) A profundidade de transformação da zircônia ($te \rightarrow mo$) é diretamente proporcional a quantidade de fase monoclinica transformada.

3 FUNDAMENTOS TEÓRICOS

3.1 Transformação de fase e envelhecimento hidrotérmico

Chevalier et al. (1999) avaliaram a transformação isotérmica de cerâmicas Y-TZP biomédicas em água e vapor d'água de 70°C a 130°C e por DRX e Interferometria Óptica (IO). O tamanho de grão foi medido por MEV obtendo-se a média de 0,5 µm. Pequenos discos de 40 mm de diâmetro e 4 mm de espessura foram lixados e polidos com pasta diamantada para alcançar a rugosidade de superfície menor que 3 nm. O envelhecimento foi realizado em água destilada em diferentes temperaturas de 70°C a 100°C (banhos termostatizados $\approx 2^\circ\text{C}$) e em vapor a 120°C e 130°C, a 2 bar. As amostras foram analisadas em DRX antes e após o envelhecimento para identificar a presença de conteúdo monoclinico e não foi verificada a presença de fase monoclinica antes do envelhecimento. A análise por DRX após o envelhecimento mostrou que a quantidade de fase monoclinica aumentou com o tempo de acordo com o comportamento sigmoidal, por um processo de nucleação e crescimento. Esse processo sugerido pelo DRX foi confirmado pela IO. Foi observado que essa expansão de superfície é ligada ao aumento do tamanho do cristal e tamanho do grão devido à transformação te-mo. Após 5 horas, os pontos de nucleação inicial apresentaram pequeno aumento de tamanho de formato cônico, sugerindo que a transformação efetivamente ocorreu de um grão para os grãos vizinhos e assim por diante. Verificou-se que a propagação do início da transformação do grão até os grãos adjacentes foi relacionada com micro ou nanotrincas ao redor dos grãos transformados. Quando o conteúdo monoclinico alcança 10%, observou-se crescimento de pontos cônicos em taxa constante com o tempo, taxa constante de altura/diâmetro de aproximadamente 1%. Após 7 horas, a fração monoclinica foi de 20%, confirmando o processo de nucleação e crescimento. A saturação do conteúdo monoclinico medido pelo DRX foi alcançada no momento no qual a superfície foi completamente coberta por pontos cônicos. A transformação procedeu da superfície para dentro da infraestrutura do material. Com base nos dados obtidos, os autores concluíram que com o tempo iniciam-se mecanismos de nucleação e crescimento para transformação de fase devido à variação da fração monoclinica em todas as temperaturas. Os mecanismos de nucleação e crescimento foram confirmados com

observação por interferometria óptica. Foi utilizada a equação de Mehl–Avrami–Johnson (MAJ) para correlacionar a quantidade de fase monoclinica em função do tempo. Essa equação é utilizada para transformação isotérmica, que ocorre pelo processo de nucleação e crescimento, em função do tempo em ligas metálicas e metais. Essa equação permitiu a predição da fração monoclinica na superfície envelhecida da cerâmica Y-TZP para um determinado tempo à baixa temperatura. Os autores colocam que o estudo foi focado em uma determinada cerâmica de zircônia e a extrapolação para outras cerâmicas de zircônia, podem gerar erros devido à degradação e à baixa temperatura dependendo da microestrutura cerâmica (grão, tamanho, conteúdo de ítria, densidade e etc). Assim, parâmetros de degradação à baixa temperatura devem ser especificamente determinados para cada cerâmica Y-TZP.

Chevalier et al. (2004) concluíram que em nenhum dos experimentos de seu grupo foi atingido a porcentagem em 100% de fase monoclinica, mesmo em tempos prolongados de envelhecimento. Porém, os autores observaram que em Y-TZP sinterizada em temperaturas mais elevadas (1450°C), houve a formação de grãos cúbicos que possuem de 6-7% mol de ítria comparados aos de 2% a 5% mol de ítria para a fase tetragonal. Esses grãos atraíram a ítria ao redor dos grãos tetragonais que se tornaram menos estáveis. Quanto maior a porção de fase cúbica presente no material maior seria a taxa de nucleação de fase transformada. Apesar do envelhecimento, os grãos cúbicos, aparentemente, não foram atingidos e esse efeito fez com que o grão cúbico agisse como local de nucleação para a transformação de fase. Foi observado microtrincas ao redor dos grãos cúbicos devido à indução de transformação dos grãos tetragonais vizinhos que estavam instáveis, sem opção para sua acomodação. Neste estudo, apesar da sinterização não apresentar temperatura tão elevada e o grupo controle não possuir fase cúbica, o mesmo pensamento foi indicado. Ao observarmos a sobreposição dos picos, foi possível quantificar através do método de Rietveld a porcentagem de fase cúbica na amostra, observando-se o aumento da fase cúbica com o aumento da fase monoclinica e a diminuição da fase tetragonal. Esse fato pode ter ocorrido porque a fase monoclinica formada não apresenta íons estabilizantes de ítria. Assim, haveriam núcleos de maior concentração de ítria ultrapassando a quantidade necessária de dopante para a estabilização da fase tetragonal, gerando a fase cúbica. Neste caso, a fase cúbica

e tetragonal não foram totalmente estáveis variando de maneira pequena a sua taxa de fase.

No estudo de Deville et al., em 2005, os autores observaram que a técnica de DRX tradicionalmente utilizada para seguir quantitativamente a propagação de transformação de fase possui limitações. Nenhuma informação precisa pode ser obtida nos primeiros estágios de transformação, a precisão de medidas foi limitada pela taxa de ruído, especialmente na baixa taxa de transformação. Também há a possibilidade de haver variação nos resultados pela varredura do DRX em função da região em uma mesma amostra. Por estas razões, não foi possível obter-se uma informação precisa de DRX em frações de transformação menores que 5%, que são os primeiros estágios de transformação. Além disso, o raio-X incide somente na camada superficial não ultrapassando mais que alguns microns do topo. A informação providenciada do DRX é relacionada com a superfície e não com a infraestrutura da amostra levando à uma saturação aparente de transformação. Assim, quando a camada transformada é mais profunda que a profundidade de penetração de raio-X, o envelhecimento não pode mais ser acompanhado pelo DRX. Porém o DRX é um método não destrutivo e pode ser utilizado como primeiro passo para investigar a sensibilidade ao envelhecimento em qualquer grupo de zircônia.

Kawai et al. (2011) avaliaram a transformação de fase de cerâmicas de zircônia em consequência da degradação hidrotérmica. Dois tipos de zircônia foram utilizados, a Y-TZP (Daiichi Kigenso Kagaku Kogyo) e a ATZ (zircônia estabilizada com alumina) (Daiichi Kigenso Kagaku Kogyo). O diâmetro do pó de Y-TZP foi de 57 μm e para a ATZ de 51 μm . As amostras foram sinterizadas em temperaturas de 1350, 1400 e 1450°C. Foram obtidos discos de zircônia que foram polidos e autoclavados em água destilada, solução de Hank (solução salina) e ácido láctico a 140°C, 2 atm por 3, 7 e 14 dias. A análise cristalográfica foi realizada por DRX. Foi realizada a perfilometria de superfície para obter-se o perfil de superfície e a média de rugosidade (Ra) das amostras polidas e tratadas termicamente. Foi observado que o aumento da temperatura de sinterização aumentou o conteúdo de fase monoclinica devido ao tratamento hidrotérmico para ambas as zircônias. Porém, para a ATZ sinterizada a 1350°C os valores de conteúdo monoclinico foram menores de 40% em comparação aos 76% para a Y-TZP. Esses valores maiores para a Y-TZP também foram identificados para todos os diferentes tempos de autoclave. Em 14 dias o conteúdo monoclinico para a Y-TZP foi de 67% comparado a 37% para a

ATZ. Esses resultados indicaram que houve a supressão da transformação te-mo com a adição de alumina. Não houve diferença do conteúdo monoclinico quando autoclavado com solução de Hanks ou ácido láctico. A solução em si não afetou a degradação hidrotérmica. O perfil de superfície das amostras polidas e envelhecidas da Y-TZP apresentou-se liso com média Ra de 0,01 μm . Em contraste, a superfície da ATZ demonstrou maior rugosidade de superfície comparada com a YTZP, com Ra de 0,1 μm para a superfície polida e 0,13 μm para a amostra envelhecida. Não foram observadas mudanças significativas na rugosidade de superfície após o envelhecimento hidrotérmico. Micrografias obtidas em microscópio eletrônico de transmissão demonstraram estruturas de grão semelhantes tanto para a Y-TZP como para ATZ a 1350 e 1450°C. No entanto, observou-se o aumento do tamanho do grão com o aumento da temperatura de sinterização (menor na ATZ do que na Y-TZP). Os autores concluíram que a transformação de fase para ambas cerâmicas pode ser observada pelo DRX. A ATZ apresentou menor grau de transformação de fase monoclinica e a presença de alumina foi efetiva em suprimir a degradação hidrotérmica. Quando sinterizado em alta temperatura o grão da ATZ foi ligeiramente menor em comparação ao grão da Y-TZP. Foi concluído que há relação entre o tamanho do grão e a degradação hidrotérmica.

Chevalier et al. (2007) através de uma revisão de literatura explicaram os mecanismos da degradação à baixa temperatura da zircônia de implantes de aplicação biomédica. Descrevem que a zircônia exibe mecanismo de tenacidade à fratura que atua na resistência à propagação de trincas, podendo exibir resistência à flexão de mais de 1000 MPa, com tenacidade de aproximadamente de 5-10 MPa. A Y-TZP dentre todas as outras zircônias foi o material de eleição para aplicação biomédica devido às propriedades relatadas, com casuística superior a 600.000 casos de próteses implantadas de fêmur nos Estados Unidos e Europa. Na Odontologia sua aplicação vem crescendo em brackets, inlays, coroas e prótese parciais fixas confeccionadas pela técnica CAD-CAM. Apesar do fenômeno de degradação à baixa temperatura ter sido relatado desde 1980 por Kobayashi, mesmo após 20 anos de pesquisas, o seu mecanismo ainda continua em discussão. É provável que o aumento da tensão interna associado com a penetração de água na infraestrutura seja ponto de gatilho para o início de transformação. Eventos em cascata ocorrem com a transformação propagando primeiro dentro do grão e depois invadindo a superfície pelo mecanismo de nucleação e crescimento. Inicialmente, a

cinética de envelhecimento foi medida acima da temperatura ambiente ou corporal. Em temperaturas próximas a 250°C a taxa de transformação foi maior, porém, foi desconsiderada a transformação à temperatura de 37°C, o que ocasionou falha precoce em uma série de lotes de próteses de fêmur em zircônia implantadas. A empresa Saint Gobain Desmarquest, o fabricante de próteses de fêmur em zircônia, assumiu a responsabilidade de que houvera problemas de envelhecimento acelerado de algumas próteses (série Prozyr) à temperatura corporal em um pequeno período de tempo. Com o aumento da demanda de próteses de cabeça de fêmur, introduziu-se uma nova forma de processamento destes implantes reduzindo o tempo de sinterização e aumentando a produção em série. As maiores diferenças entre as tecnologias foram o ciclo e a pressão de sinterização levando a diferentes microestruturas de Y-TZP após a sinterização. As falhas precoces podem ter acontecido devido à combinação de fatores como tensão residual, presença de baixa densidade na infraestrutura, taxa de envelhecimento inesperada e defeitos na região de tensão máxima. Apesar de somente 7 lotes falharem precocemente, sendo fator isolado, esses eventos tiveram efeito negativo na utilização da zircônia. Além disso, relatos sugerem que o envelhecimento significativo ocorre *in vivo* na superfície de implantes processados em condições normais. Adicionalmente, demonstram que há grande variabilidade da sensibilidade da zircônia à degradação *in vivo* como uma consequência do tipo de microestrutura da Y-TZP.

Kim et al. (2009) investigaram a degradação de uma cerâmica Y-TZP, por meio do teste de flexão, submetida a vários tratamentos de envelhecimento em baixa temperatura e também avaliaram a estabilidade de fase e mudanças na microestrutura após o envelhecimento por meio da análise de difração em Raios X e microscopia eletrônica de varredura. Blocos cerâmicos totalmente sinterizados (Vita In-Ceram YZ - Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha), foram cortados em barras nas dimensões de 41 x 5 x 4 mm, as quais foram divididas em oito grupos, dez espécimes cada (n=10). Todos os espécimes foram polidos com pasta de diamante (granulações 6 µm e 1 µm) durante 10 minutos sob carga de 3 kg com o objetivo de remover todos os estresses residuais na superfície e eliminar todos os defeitos inerentes ao material. Em seguida, foram levados ao forno de porcelana a uma temperatura de 1200°C para remover todas as fases monoclinicas da superfície dos espécimes durante a sua preparação. As dimensões finais das amostras foram $40 \pm 0.2 \times 4 \pm 0.1 \times 3 \pm 0.1$ mm. As amostras foram envelhecidas em autoclave nas

temperaturas de 75, 100, 125, 150, 175, 200 e 225°C por 10 horas a fim de induzir a transformação de fase na superfície. Os espécimes foram submetidos ao ensaio de resistência à flexão de quatro pontos ($V= 0,5$ mm/mim). Análises de difração em Raios X e MEV foram realizadas em seguida. A resistência média à flexão da Vita In-Ceram YZ sinterizada sem autoclave foi 798 MPa. Quando aplicado a temperatura de envelhecimento inferior a 125°C por 10 horas, a resistência à flexão da Vita In-Ceram YZ aumentou até 1.161 MPa. No entanto, acima de 150°C, a resistência à flexão começou a diminuir. Embora o envelhecimento em baixa temperatura tenha levado a transformação de fase tetragonal para monoclinica, relacionada com a temperatura, a força mínima de flexão foi superior a 700 MPa. A fase monoclinica começou a aparecer após o tratamento de envelhecimento acima de 100°C. Com a maior temperatura de envelhecimento, a fração de fase monoclinica foi aumentada. A relação de fase monoclinica/tetragonal + fase monoclinica atingiu um pico, por volta de 75% acima de 175°C. O ponto de concentração monoclinica em que a resistência à flexão começou a diminuir foi entre 12% e 54%. Após o processo de envelhecimento sob várias temperaturas, foi mantido a resistência a flexão mínima de 700 MPa e o módulo mínimo de Weibull igual a 6.

A hipótese de Kim e colaboradores (2010), foi que a usinagem CAD / CAM e posteriores tratamentos de superfície como polimento e/ou jateamento causariam efeitos sobre o comportamento de degradação hidrotérmica da Y-TZP. A partir de blocos pré sinterizados de (IPS e.max® ZirCAD, Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foram confeccionados 15 barras nas dimensões de 10 x 10 x 0,5 mm, os quais foram posteriormente sinterizados de acordo com as orientações do fabricante. Os espécimes foram aleatoriamente divididos em cinco grupos. Controle, sem nenhum tratamento e os demais receberam vários tratamentos de superfície: jateamento com óxido de alumínio 50 μ m a uma pressão 0,5 MPa durante 5 segundos a uma distância de 10 mm ($n=3$); ou foram polidas com discos diamantados de várias granulações: granulação 80 (~200 μ m, $n = 3$), de granulação 120 (~162 μ m, $n = 3$), e de granulação 600 (~30 μ m, $n = 3$). A variação da granulação foi cuidadosamente selecionada a fim de simular as pontas diamantadas para polimento. As amostras foram envelhecidas em autoclave a 122 (± 1) °C com 2 bar por períodos pré-determinados. Foi realizado MEV antes e depois dos envelhecimentos. Análises de difração em Raios X foram realizadas em seguida. Os

resultados mostraram que as superfícies usinadas pelo CAD/CAM exibiram inicialmente uma resistência superior à degradação, porém deterioraram rapidamente quando submetidas ao tratamento prolongado em autoclave em comparação as amostras polidas e jateadas. Essa degradação hidrotérmica acelerada é atribuída aos danos da usinagem CAD/CAM e da ausência de tensões de compressão na superfície dos materiais totalmente sinterizados. Assim, a utilização de compressão para suprimir a degradação em baixa temperatura da Y-TZP por meio de polimento ou jateamento pode comprometer a sua resistência a longo prazo.

Cattani-Lorente et al. (2011) avaliaram a degradação à baixa temperatura de uma cerâmica Y-TZP dental. Cinco amostras de Y-TZP (Lava, 3M-ESPE, Irvine, CA) em formato de barra (40 x 5 x 3 mm) foram lixadas com lixas d'água de granulação de 250 a 600 e refinadas com pasta diamantada de 3 e 1 μm . Foi realizado tratamento térmico durante 32 minutos a 1450°C para exposição da microestrutura. Antes do envelhecimento, as amostras foram analisadas por espectroscopia de fluorescência de Raios X para caracterização química das amostras, DRX e MFA. Além disso, foi verificada a densidade das amostras pelo método de Archimedes. As amostras foram envelhecidas em vapor d'água a 140°C à pressão atmosférica. Cada amostra foi avaliada por DRX após 24, 96 e 168 horas de envelhecimento para identificar e quantificar as fases cristalinas existentes. Após o envelhecimento as amostras foram submetidas ao teste de nanoindentação para análise das propriedades mecânicas. Foi encontrada na composição química das amostras a presença de alumina e sílica. Antes do envelhecimento as fases identificadas pelo DRX foram predominantemente tetragonais (87%) e cúbicas (13%). A análise de mudança topográfica foi verificada por MFA, imagens demonstraram grãos equiaxiais com tamanhos de 270 a 800 nm e superfície lisa desprovida de textura notável. Após o envelhecimento de 168 horas foi verificado a presença de 48% e 52% de fase tetragonal e cúbica, respectivamente. Após 96 horas de envelhecimento a degradação manteve-se estável. As imagens de MFA apontaram para presença de placas martensíticas nos limites dos grãos. No teste de nanoindentação a maior penetração foi observada após o envelhecimento hidrotérmico devido à diminuição dos valores de módulo de Young e dureza. Antes do envelhecimento o módulo de Young foi de 237 GPa e dureza de 18,8 GPa na profundidade de 800 nm. Após 168 horas, de envelhecimento para mesma

profundidade foi encontrado módulo de Young de 163 GPa e dureza de 12,5 GPa. Os autores concluíram que a cerâmica Lava foi susceptível à degradação hidrotérmica quando exposta ao vapor d'água a 140°C, apesar de possuir alumina em sua composição. Além disso, a transformação te-mo foi seguida pela cinética de nucleação e crescimento, resultando na diminuição das propriedades mecânicas, com redução em 30% do módulo de Young e dureza. Houve forte correlação entre o aumento da fração monoclinica e declínio das propriedades mecânicas e a causa mais provável da degradação das propriedades mecânicas foi o surgimento de fase monoclinica e microtrincas.

Muñoz-Tabares e colaboradores (2011) realizaram um estudo no qual o objetivo foi avaliar microscopicamente a subestrutura e a resposta mecânica da degradação hidrotérmica da zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítria. Para isso, foram confeccionados amostras de zircônia prensada a 200 MPa formando cilindros de 10 mm de diâmetro. O corpo verde foi sinterizado a 1450°C por 2 horas. Os cilindros foram cortados em discos de 2 mm de espessura, os quais foram polidos com suspensão de diamante e sílica coloidal. Para os testes de degradação em baixas temperaturas, os espécimes foram degradados em autoclave a 131°C e 0.2 MPa de pressão para diferentes tempos até 96 horas. As amostras foram submetidas à degradação acelerada por diferentes tempos e várias técnicas foram utilizadas para analisar a degradação da superfície: Espectrografia de Raman, difração em Raios X, nanoindentação, microscopia de força atômica e microscopia de transmissão de elétron. Os resultados mostraram um gradiente não linear na distribuição em profundidade da fase monoclinica determinada pela espectroscopia de Raman, enquanto a queda de módulo de elasticidade e dureza gravada por nanoindentação é atribuída à extensa microfissura produzida pela grande deformação de corte da primeira placa de martensita formada durante a transformação. Além disso, mostrou que a camada monoclinica é mais espessa que a camada em que são detectadas as microfissuras. Os resultados da microscopia de transmissão de elétrons mostraram que a propagação de fase monoclinica (e microfissuras subsequente) durante a degradação é assistida por mecanismos de transformação induzidos por estresse (propagação autocatalítica e variantes de auto acomodação), onde a desestabilização da fase tetragonal através da água é necessária para ativar esses mecanismos.

Perdigão et al. (2012) estudaram *in vitro* o efeito da degradação em baixa temperatura (DBT simulada) e a fadiga térmica em saliva artificial sobre a estabilidade química e estrutural de três materiais a base de zircônia: Emax ZirCAD (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) (3Y-TZP); Lava (3M ESPE, Seefeld, Alemanha) (3Y-TZP) e NanoZr (Matsushita Electric Works) ($\text{Ce-ZrO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$). A partir de cada cerâmica foram confeccionados 36 discos (13.0 mm x 1.2 ± 0.2 mm, ISO 6872). Esses foram polidos sob água por 15 minutos a 120 rpm com lixas de 30 e 15 μm . Doze discos de cada material foram aleatoriamente designados para um dos três grupos: (1) controle: água destilada a 37°C por 5 horas; (2) DBT: envelhecimento a 134°C , 2 bar por 5 horas; (3) Fadiga térmica: 30.000 ciclos em saliva artificial em banhos de 5 e 55°C , 30 segundos cada. Para remoção da saliva as amostras foram lavadas em banho ultrassônico por 15 minutos. A análise em difração em Raios X revelou que foi identificada fase monoclinica em todos os grupos, porém a fadiga térmica acelerou a degradação somente do Lava através do aumento de fase monoclinica e da dispersão de grãos na superfície.

Inokoshi et al. (2014) avaliaram e determinaram o efeito das condições de sinterização nas propriedades mecânicas, na microestrutura e o comportamento da degradação em baixa temperatura (DBT) das cerâmicas de zircônia. A hipótese nula testada foi que diferentes condições de sinterização não afetam as propriedades mecânicas, a microestrutura e o comportamento da DBT. Foram confeccionadas 27 amostras a partir de três materiais pré-sinterizados de Y-TZP (Aadva, GC, Tóquio, Japão; IPS e.max ZirCAD, Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein; In-CeramYZ, Vita Zahnfabrik, BadSäckingen, Alemanha). Os blocos (12,5 x 12,5 x 3,75 mm) foram sinterizados em três temperaturas (1450°C , 1550°C e 1650°C) em três tempos de permanência (1, 2 e 4 horas) totalizando 27 espécimes com tamanho final de 10 x 10 x 3 mm. Em seguida, todas as amostras foram seccionadas em duas metades. Uma destinada para a medição do tamanho de grão e a outra submetida ao envelhecimento em autoclave 134°C , 2 bar durante 30 horas. A quantidade de fase monoclinica foi mensurada através da Difração em Raios X. O tamanho médio de grão dos espécimes sinterizados a 1450°C durante uma hora, foi de 0,26 μm . Por outro lado, o tamanho de grão médio dos espécimes do mesmo grupo sinterizados a 1650°C durante quatro horas foi de 0,69 μm . A DRX realizada nas amostras sinterizadas a 1450°C por uma hora, revelou para as três cerâmicas a presença de fase tetragonal. No entanto, quando a temperatura ou o tempo de sinterização foram

elevados, foram detectados picos referentes a fase cúbica. A DBT, para as três cerâmicas estudadas, resultou na transformação de fase tetragonal para monoclinica. Sendo que quando a temperatura e o tempo de sinterização foram elevados, mais rápida foi a degradação e maiores os valores de fase monoclinica. O estudo concluiu que diferentes condições de sinterização afetam o tamanho do grão e a composição de fase da Y-TZP. Temperaturas e tempos de sinterização mais elevados resultaram no aumento do tamanho de grão de ZrO_2 acompanhado por uma maior fração de grãos cúbicos e uma menor estabilidade nos grãos tetragonais remanescentes. O aumento do tamanho de grão e a menor estabilidade do conteúdo favorecem a degradação em baixa temperatura. Portanto, as condições ideais de sinterização da zircônia Y-TZP são 1450°C por uma hora.

3.2 Ciclagem mecânica

Pittayachawan et al. (2007) pesquisaram a microdureza e a influência da ciclagem mecânica na resistência à flexão biaxial de uma cerâmica de Y-TZP (Lava, 3M ESPE), com e sem pigmentação. Duzentos e quarenta discos (15 mm x 1,3 mm) confeccionados pelo fabricante foram divididos entre grupos de acordo com os fatores “ciclagem” e “cor” (n=30): F0- Sem pigmentação (controle) e F1 a F7: cores variando de A1 a D4. Para avaliar o efeito da ciclagem mecânica, amostras adicionais sem pigmentação foram divididas entre dois grupos de acordo com o número de ciclagem (n=10): 10.000 ciclos (250 N; 2 Hz; meio: água 37°C); 20.000 ciclos (2 Hz; meio: água 37°C). Objetivando determinar a curva clássica de estresse, amostras não pigmentadas (n=24), F4 (n=24) e F7 (n=32) foram submetidas a diferentes protocolos de fadiga (2 Hz, imersão: água 37°C), cuja força variava de 50 a 90% da resistência média à flexão biaxial dessa cerâmica, sendo 500.000 ciclos o limite de ciclos. Em seguida as amostras foram submetidas ao ensaio de resistência à flexão. Após ensaio de flexão, foi realizada avaliação da microdureza nos fragmentos dos grupos F0, F1 a F7. Os resultados demonstraram que a resistência à flexão biaxial foi similar entre os grupos, independente da cor da cerâmica: F0- 1.115±138 MPa; F1- 1.164±143 MPa; F2- 1.136±133 MPa; F3- 1.105±124 MPa; F4- 1.086±124 MPa; F5- 1.147±107 MPa; F6- 1.156±129 MPa; F7- 1.087±1213 MPa. Com relação ao cálculo da confiabilidade das amostras, a análise de Weibull revelou que a porcentagem de sobrevivência foi semelhante para todos os grupos (módulo

de Weibull: 9,34 a 12,9). Com relação à ciclagem mecânica, verificou-se que o número de ciclos não influenciou nos valores de resistência: controle (1.253 ± 93 N), 10.000 ciclos (1.253 ± 93 N) e 20.000 ciclos (1.151 ± 101 N). O teste de microdureza revelou que apenas os grupos F4 (não polida: 1.344 ± 75 μm ; polida: 1.319 ± 70 μm) e F7 (não polida: 1.343 ± 63 μm ; polida: 1.319 ± 48 μm) apresentaram valores inferiores estatisticamente aos demais e que não houve diferença entre as faces polidas e não polidas independente da cor da cerâmica. Adicionalmente, quando as amostras foram submetidas à ciclagem com carga equivalente a 65% da sua resistência, nenhuma amostra fraturou ao final dos 500.000 ciclos. Já quando foi utilizada uma carga equivalente a 70%, várias amostras fraturaram antes do final da ciclagem (500.000 ciclos). Os autores concluíram que a ciclagem mecânica com carga de 25% da resistência do material não afetou a sua resistência mecânica e que com o aumento da carga durante a ciclagem, é necessário um número menor de ciclos para causar a fratura da amostra.

Em 2008, Tsalouchou et al. avaliaram as propriedades de fratura e resistência de coroas de infraestrutura em Y-TZP (Zirconia Everest) e cerâmica de cobertura prensada ou sinterizada IPS e.max Zirpress e IPS e.max Ceram, respectivamente. Cinquenta coroas foram feitas utilizando moldes metálicos de 7 mm de altura, 8 mm de diâmetro na base, 4,2 mm de diâmetro na ponta e angulação de 8° , com margens de 0,5 mm de raio acabados em chanfro. Os moldes metálicos foram moldados e obtidos modelos em gesso que foram escaneados pelo scanner Kavo Everest. Após este procedimento, foram realizadas 50 infraestruturas pelo sistema Kavo CAD/CAM e sinterizadas a 1500°C . As cerâmicas de cobertura foram aplicadas como recomendado pelo fabricante. Vinte e cinco coroas foram prensadas e outras 25 sinterizadas. Após estes procedimentos foi realizada a ciclagem mecânica (50.000 ciclos, carga entre 20 e 200 N, 1 Hz, aplicadas perpendicularmente no meio da superfície oclusal). O teste de fadiga foi realizado sob carga dinâmica, velocidade de 1mm/min até causar a falha. Após o qual foram submetidas à análise fractográfica em MEV. Foi realizada a análise cristalográfica por DRX antes e depois da sinterização. Os dados coletados foram submetidos à análise de Bonferroni e análise de Weibull, permitindo obter a carga de falha característica de cada grupo. Não houve significância estatística para os resultados de fadiga, fratura e análise de Weibull entre os grupos. As imagens em MEV demonstraram falha coesiva dentro do material de cobertura e nenhuma fratura na infraestrutura. A origem da fratura foi

localizada no centro da superfície oclusal onde a carga estava sendo aplicada. A análise da infraestrutura revelou tamanho de grão de zircônia de aproximadamente 0,012-0,96 μm . Antes da sinterização das infraestruturas em zircônia foram encontrados picos de fase monoclinica e tetragonal e após a sinterização somente picos tetragonais. Os autores concluíram que apesar das limitações encontradas em estudos *in vitro*, os materiais utilizados apresentaram propriedades favoráveis tornando-os viáveis para construção de coroas com alta resistência. A sinterização ou prensagem da cerâmica de cobertura não teve efeito significativo na fadiga e fratura das infraestruturas em zircônia. Estudos no método de processamento e acabamento das cerâmicas de cobertura em contato com o ambiente oral e sujeitas à degradação química e física devem ser realizados. A natureza e composição química da zircônia pode ter tido efeito sobre a transformação de fase da zircônia antes e depois da sinterização.

Pittayachawan et al. (2009) avaliaram a resistência à flexão biaxial (\varnothing : 15 mm; espessura: 1,2 mm), a microdureza e o tempo de vida de uma cerâmica de Y-TZP (Cercon/Dentsply). As amostras foram submetidas a teste de dureza Vickers (superfícies polidas e sem polimento) e ao teste de fadiga cíclica. A transformação inicial de fase monoclinica foi analisada por Difração de Raios X e a transformação de fase local induzida pelas indentações provocadas pela variação de carga aplicada durante a análise de dureza Vickers foi feita por Espectroscopia de Raman. Os autores observaram que a média de resistência à flexão desta cerâmica foi de 823 ± 114 MPa. Após a ciclagem mecânica (2 Hz de frequência; carga variando entre 50% a 80% da média de resistência da cerâmica, meio: água 37°C), nenhuma amostra fraturou quando a carga aplicada na ciclagem foi de até 70% da média da resistência à flexão inicial da cerâmica. Com relação à microdureza da cerâmica, o polimento não foi significativo (controle: 1.378 HV; polida: 1.354 HV). Os autores também observaram que ocorreu transformação de fase da zircônia de tetragonal para monoclinica e cúbica apenas após a aplicação de uma carga elevada.

Souza e colaboradores (2009) avaliaram o efeito de diferentes protocolos de jateamento na resistência à flexão biaxial e na estabilidade estrutural de uma cerâmica de Y-TZP. Duzentos e dezesseis discos sinterizados de Y-TZP (Lava, 3M ESPE) (ISO 6872, diâmetro: 15 mm, espessura: 2 mm) foram confeccionados pelo fabricante. Para o ensaio de resistência à flexão, 180 discos (n=10) foram divididos entre 18 grupos de acordo com os fatores “tipo de partícula (Al_2O_3 - 50 e 110 μm ;

SiO₂- 30 e 110 µm)", "pressão (2,5 e 3,5 bar)" e "ciclagem mecânica (CM) (com e sem)". O jateamento foi realizado a uma distância de 10 mm e com duração de 20 segundos: Gr1- Controle – (sem tratamento de superfície); Gr2- Al₂O₃ 50 µm/2,5 bar; Gr3- Al₂O₃ 50 µm/3,5 bar; Gr4- Al₂O₃ 110 µm/2,5 bar; Gr5- Al₂O₃ 110 µm/3,5 bar; Gr6- SiO₂ 30 µm/2,5 bar; Gr7- SiO₂ 30 µm/3,5 bar; Gr8- SiO₂ 110 µm/2,5 bar; Gr9- SiO₂ 110 µm /3,5 bar. Os grupos Gr10 a Gr18 são respectivamente os grupos anteriores submetidos à CM (100.000 ciclos, 50 N, 4 Hz, água 37°C. Em seguida todas as amostras foram submetidas ao ensaio de resistência à flexão biaxial (ISO 6872) em máquina de ensaio universal (EMIC, 1 mm/min). Após ensaio de flexão, os dados obtidos (MPa) foram submetidos ao teste de Dunnett (5%) e à Análise de Variância (3 fatores). Para determinar a quantidade e profundidade de possíveis transformações de fase da zircônia (te→mo) induzidas pelo jateamento e/ou pela ciclagem mecânica, foi realizada a análise de difração de Raios X em vinte amostras (n=2) dos grupos Gr1 ao Gr9 e Gr18, antes e após tratamento térmico (ciclo de queima da VM9/Vita). Os resultados demonstraram que todos os protocolos de jateamento promoveram um aumento significativo da resistência à flexão da cerâmica de Y-TZP em relação ao grupo Controle (-), independente da CM (Dunnett 5%). A análise de variância revelou que o tipo de partícula (p=0,2746) e a pressão (p=0,5084) utilizadas durante o jateamento, bem como a CM (p=0,1610), não influenciaram os valores de resistência entre os grupos experimentais. Adicionalmente, os jateamentos com Al₂O₃ e SiO₂ e a CM promovem a transformação de fase da zircônia de tetragonal para monoclinica e que o tratamento térmico reverteu em 100% a zircônia de monoclinica para tetragonal. Concluiu-se que o jateamento com SiO₂ 30µm/2,5 bar e SiO₂ 30µm/3,5 bar, parecem ser os tratamentos de superfície mais indicados para aumentar a resistência mecânica da cerâmica de Y-TZP, já que não foi observada diminuição da resistência após a fadiga mecânica nas amostras desses grupos.

Borches e colaboradores em 2010 realizaram um estudo no qual o objetivo foi avaliar a influência de diferentes condições de tratamentos sobre a resistência mecânica de uma zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (3Y-TZP). Foram confeccionados 144 discos (15mm x 1,3mm) a partir de blocos cerâmicos de Lava Frame e de VITA In-Ceram YZ para laboratório. Os discos foram sinterizados em temperaturas de 1500°C (LA) e 1530°C (YZ). Posteriormente, as superfícies dos discos foram lixadas e polidas segundo as prescrições da norma ISO 6872. Os

espécimes foram divididos aleatoriamente em 10 grupos: (A) sem tratamento (controle); (B e C) 10^6 e 5×10^6 ciclos, mecânicos com carga de 100N, respectivamente; (D) 10^4 ciclos térmicos entre 5°C e 55°C , tempo de permanência de 30 segundos; (E) 200 dias de armazenamento em água destilada a 36°C ; (F) sucessiva combinação de condições B, D e E; (L) armazenamento em água destilada a 80°C durante 64 dias; (H) armazenamento em água em autoclave a 134°C e 3 bar durante 8 horas. Após os tratamentos, os espécimes foram submetidos ao ensaio de flexão biaxial em acordo com a ISO 6872. O conteúdo de fase monoclinica foi avaliado pela análise de difração em Raios X (DRX). A resistência à flexão das cerâmicas foi determinada pelo teste de flexão biaxial. As duas cerâmicas exibiram médias de resistência de 995 e 1239 MPa, respectivamente, de acordo com o tratamento realizado. Não houve diferença significativa na resistência para qualquer tratamento dos materiais testados. No entanto, a DRX revelou um aumento no teor de fase monoclinica, com valor inicial de 2% (controle) até 10%, de acordo com as condições de armazenamento. Como consequência dos tratamentos hidrotérmicos, a transformação da fase tetragonal para a monoclinica ocorreu na superfície dos materiais investigados, porém, a ciclagem térmica e a mecânica não ocasionou mudanças significantes na resistência da estrutura.

As cerâmicas estabilizadas por ítria são fabricadas a partir de finas partículas de ZrO_2 e 3-5% Y_2O_3 que formam uma estrutura parcialmente estabilizada tetragonal a temperatura ambiente após o tratamento térmico. Devido a opacidade desses materiais, as zircônias para infraestrutura são cobertas por uma cerâmica de revestimento. Clinicamente, o problema mais frequente que reduz o sucesso das próteses fixas de zircônia são a ocorrência de lascas na cerâmica de revestimento. Comparado com a resistência flexural uniaxial, a resistência biaxial tem maior aplicabilidade visto que esses materiais dentários estão sujeitos a uma carga multiaxial durante aplicações funcionais. Com isso, Yilmaz e colaboradores (2011) avaliaram e compararam o efeito da fadiga na resistência à flexão biaxial em discos com bicamadas de cerâmica estabilizada por ítria (Y-TZP-zircônia) utilizadas para fabricação de copings Cercon base (Cercon, DeguDent, Hanau, Alemanha) e Lava All-ceramic System (Lava, 3M ESPE, Seefeld, Alemanha) com suas respectivas cerâmicas de cobertura (Cercon Ceram Kiss - Cercon, DeguDent, Hanau, Alemanha e Lava Ceram Veneer - Lava, 3M ESPE, Seefeld, Alemanha – ambas feldspáticas).

Vinte discos de cada zircônia foram produzidos pelo fabricante. Esses foram montados em um molde de silicone para a aplicação das cerâmicas de cobertura por meio de um pincel (pó/líquido). Após sinterizados, o excesso de cerâmica de cobertura foi removido com discos de diamante de 30 μm e polidos com discos Soflex (20 segundos, 350 rpm). Ao final, cada camada ficou com aproximadamente 1 mm de espessura. As amostras foram lavadas em ultrassom com água destilada por 10 minutos. Dez espécimes de cada material foram testados quanto a resistência à flexão biaxial, com ou sem serem submetidos à fadiga (20.000 ciclos, 2 Hz, carga de 200 N) em uma máquina universal de ensaios (1 mm / min). As tensões geradas nas cerâmicas de infraestrutura e cobertura no topo, interface e interior dos discos foram calculadas usando Soluções de Huesh. Os dados foram analisados pela estatística de Weibull. As fraturas de infraestrutura foram examinadas por Espectroscopia de Raman e a fração monoclinica foi calculada no topo, meio das espessuras e no interior da fratura. A forma de análise desses dados foi realizada mediante a análise de variância (ANOVA) 3-fatores. O módulo de Weibull para Cercon controle (CC), Cercon fadiga (CF), Lava controle (LC) e Lava fadiga (LF) foram entre 11.8 e 14.3, 7.1 e 13.1, 9.4 e 13, e 7.1 e 8.2, respectivamente. Não houve diferença significativa entre as características de resistência de CC (970.9 MPa) e CF (947.7 MPa) ($p > 0.05$). Sendo que para o LF (1444.8 MPa) foi significativamente maior do que LC (1240.5 MPa) ($p < 0.05$). Nas interfaces, os valores para os grupos CC e CF não foram diferentes, enquanto que LF mostrou resistência mais elevada do que LC. A zircônia monoclinica foi menor para CF do que para CC e maior para LF do que LC.

3.3 Transformação de fase e resistência à fratura

Papanagiotou et al. (2006) desenvolveram uma pesquisa com o objetivo de estudar o efeito da temperatura e do polimento na resistência à fratura e na estabilidade estrutural de uma cerâmica de Y-TZP. Trezentas e dez barras (25 x 4 x 2 mm) foram confeccionadas a partir do seccionamento de blocos cerâmicos (Vita In-Ceram Y-TZP, Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha), os quais foram distribuídos de acordo com as variáveis temperatura e polimento (N=9): C- controle (após sinterizado); B24h- imersão em água fervente por 24 h; B7d- imersão em água fervente por 7 dias; H6h- armazenagem em umidificador de ar por 6 h (250°C); H24h- armazenagem em umidificador de ar por 24 h (250°C); H7d- armazenagem

em umidificador de ar por 7 dias (250°C); P- polimento com pontas diamantadas; Ja- jateamento com óxido de alumínio (tamanho: 50 µm; pressão: 5,5 bar; tempo: 2,5 minutos); Jb- Ja + imersão em água fervente por 7 dias. As amostras foram submetidas ao teste de resistência à flexão de três pontos ($V=0,5\text{mm/mim}$ e carga 10 kN. Observou-se que os procedimentos de envelhecimento e de acabamento/polimento não afetaram de maneira significativa a resistência à fratura das amostras, entretanto o grupo Ja ($950\pm 126,7$ MPa) foi o que apresentou os maiores valores de resistência: C ($827,9\pm 108$ MPa), B24h ($819,1\pm 131$ MPa), B7d (907 ± 110 MPa), H6h ($851,2\pm 126,5$ MPa), H24h ($796,7\pm 138$ MPa), H7d ($851,5\pm 98$ MPa), P ($844,3\pm 131,2$ MPa), Ja ($950\pm 126,7$ MPa), Jb (861 ± 166 MPa). A análise em difração em Raios X demonstrou que a armazenagem em água fervente durante 7 dias (B7d) e em umidificador de ar a 250°C por 7 dias (H7d) geraram maior transformação da fase tetragonal para monoclinica na cerâmica: C-6,76%; B7d-4,83%. O EDS revelou que a concentração de óxido de ítrio foi menor para o grupo B7d. Segundo os autores, o envelhecimento e o polimento não afetam a resistência das cerâmicas de Y-TZP.

Yilmaz et al. (2007) propuseram em seu estudo avaliar a resistência à flexão e a tenacidade à fratura de diferentes materiais cerâmicos utilizados para confecção de infraestruturas. Foram comparadas seis cerâmicas: Finesse (Dentsply Ceramco, York, Pa), Cergo (Dentsply DeguDent GmbH, Hanau-Wolfgang Alemanha), Empress (Ivoclar Vivadent, Schaan, Lichtenstein), In-Ceram Alumina (Vita Zahnfabrick, Bad Sackingen, Alemanha), In-Ceram Zircônia (Vita Zahnfabrick, Bad Sackingen, Alemanha) e Cercon (Dentsply DeguDent GmbH, Hanau-Wolfgang Alemanha). Para tanto, foram fabricados vinte e cinco discos (15 mm x 1,2 mm) de cada material, de acordo com as recomendações de cada fabricante. Quinze amostras de cada material foram submetidas ao teste de resistência à flexão biaxial ($V=0,15$ mm/mim) (ISO 6872). As demais amostras ($n=10$) foram utilizadas para a análise da tenacidade à fratura pelo método da indentação. Após ensaio mecânico e análise estatística dos dados, observou-se que a cerâmica do sistema Cercon ($1.140,89\pm 121,33$ MPa) apresentou valor de resistência superior estatisticamente às demais: Finesse ($88,04\pm 31,61$ MPa), Cergo ($94,97\pm 13,62$ MPa), Empress ($101,08\pm 13,49$ MPa), In-Ceram Alumina ($341,80\pm 61,13$ MPa), In-Ceram Zircônia ($541,80\pm 61,10$ MPa). Não houve diferença estatística entre os materiais Finesse, Cergo, Empress. Entretanto as cerâmicas In-Ceram Alumina, In-Ceram Zircônia e

Cercon foram superiores às demais ($p < 0,05$). O módulo de Weibull foi superior para os grupos Empress (10,13), In-Ceram Zircônia (10,17) e Cercon (13,26) comparado aos demais grupos: Finesse (3,17), Cergo (7,94) e In-Ceram Alumina (6,96). Já o teste de tenacidade à fratura revelou que a cerâmica Cercon apresentou maior tenacidade entre todos os demais materiais e a cerâmica Cergo a de menor tenacidade.

Alghazzawi et al. (2012) investigaram o efeito do envelhecimento na resistência à flexão, dureza da nanoindentação, módulo de Young, rugosidade da superfície e na estabilidade estrutural da zircônia estabilizada com ítria (Y-TZP); e determinaram a distribuição da profundidade da transformação. Sessenta e quatro espécimes de zircônias em forma de disco (11,78 mm x 1,35 mm) (TurboDent system-Pou-Yuen Technology Co., Ltd., Fusing Township, Taiwan) foram preparadas para simular os procedimentos laboratoriais de fabricação de restaurações de zircônia monolíticas. Os espécimes foram polidos com discos de diamante de 35 μm em uma velocidade normal e pressão sem água e posteriormente, coloridos com pigmento A1 de acordo com as instruções do fabricante. Os discos foram sinterizados (7,5 horas; 1530°C) e novamente polidos com filmes de diamante de 0,5 μm . Cada amostra foi sinterizada a 910°C para restaurar a fase tetragonal, como documentado na literatura. Os espécimes foram divididos em dois grupos iguais - o controle e o grupo de envelhecimento acelerado ($n=32$ para cada grupo). Quatro amostras foram usadas para difração em Raios X (DRX), rugosidade de superfície, dureza, módulos e análises elementares, e vinte e oito espécimes para resistência à flexão para cada grupo (controle e amostras envelhecidas). Várias medidas foram feitas em cada espécime para DRX (1 ponto de dados), rugosidade superficial (16 pontos de dados), dureza (97 pontos de dados), o módulo (97 pontos de dados) e análises elementares (12 pontos de dados). Foi utilizado a microscopia de força atômica para medir a rugosidade superficial. O grau de transformação tetragonal para monoclinica foi determinado utilizando a difração em Raios X. A dureza de nanoindentação e as medições dos módulos foram realizadas sobre a superfície das amostras, utilizando um sistema de zircônia nanoindentador XP/G200. Os níveis de ítria para os espécimes não envelhecidas e envelhecidas foram medidos por meio de espectroscopia de energia dispersiva. A resistência à flexão foi determinada pelo teste de três pontos. As médias e os desvios padrões foram calculados utilizando todas as observações para

cada condição e avaliadas utilizando o Teste-t ($p < 0,05$). O tratamento de degradação em baixa temperatura resultou no aumento da rugosidade da superfície (de 12,23 nm para 21,56 nm e 15,06 nm para 27,45 nm) e frações de fase monoclinica (de 2% a 21%), com uma concomitante diminuição na dureza (de 16,56 GPa para 15,14 GPa) e módulo de elasticidade (de 275,68 GPa para 256,56 GPa). A degradação por baixa temperatura induziu a transformação da fase tetragonal para monoclinica com rugosidade na superfície da zircônia. Não houve alteração significativa da resistência à flexão (MPa 586 a 578 MPa) e da quantidade de ítria na zircônia (4,43% a 4,46%).

Flinn et al. (2012) realizaram um estudo com a finalidade de determinar o efeito do envelhecimento acelerado sobre a resistência à flexão de barras de 0,2 mm de três tipos de zircônias Y-TZP comercialmente disponíveis Lava Zircônia (Lava; 3M ESPE, Seefeld, Alemanha), Zirkozahn (Zirkozahn GmbH, Gais, Itália) e Zirprime (Kuraray Noritake Dental Inc, Tóquio, Japão) utilizando o teste de flexão de quatro pontos. A hipótese nula foi a de que o envelhecimento acelerado não enfraquece a Y-TZP. Os corpos verdes das três marcas foram sinterizados de acordo com o fabricante. Posteriormente, eles foram cortados, com um disco de diamante, em trinta barras de 22 x 3 x 0,2 milímetros e lixados com rodas de diamante nas granulações 140 e 400 μm . Os espécimes do grupo controle ($n=10$) foram avaliados sem serem lixados. Amostras foram envelhecidas artificialmente em condições de esterilização padrão em autoclave (134°C a 0,2 MPa) ($n = 5$ por grupo de 50, 100, 150, e 200 horas) e em condições de envelhecimento industrial cerâmico padrão (180°C a 1,0 MPa) ($n = 5$ por grupo de 8, 16, 24, 28, e 48 horas). A transformação de tetragonal para monoclinica foi medida por meio da difração em Raios X (DRX) para todos os grupos. A resistência à flexão foi medida em 4 pontos (ASTM1161-B) para todos os grupos. As superfícies de fratura foram examinadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os dados foram analisados em função do tempo de envelhecimento. As comparações estatísticas foram baseadas no valor de log. O teste ANOVA (2- fatores) foi utilizado para comparar a força média entre a condição recebida e a condição após 134°C a 0,2 MPa para 200 horas totais e dentro de cada um dos produtos ($\alpha = .05$). A resistência à flexão depois de 200 horas a 134°C e 0,2 MPa diminuiu significativamente. Os valores do Lava foram de 1156 (87,6) MPa para 829,5 (71) MPa; 1406 (243) a 882,7 MPa (91) para Zirkozahn e 1126 (92,4) MPa a 976 (36,4) MPa para Zirprime com $P < 0,001$ para

todas as três comparações. Depois de 200 horas a 134°C e 0,2 MPa, alguns cristais tetragonais se transformaram em fase monoclínica. O envelhecimento hidrotérmico da Y-TZP pode causar uma significativa transformação de fase tetragonal para a monoclínica, o que resulta em uma diminuição estatisticamente significativa na resistência à flexão das barras. A relação de intensidade dos picos da fase monoclínica para tetragonal aumentou de 0.07 a 1.82 para Lava, de 0.06 a 2.43 para Zirkozahn, e de 0.05 a 0.53 para Zirprime. Após vinte e oito horas a 180°C e 1.0 MPa, todas as amostras de Lava e Zirkozahn fraturaram espontaneamente durante o envelhecimento. Já as amostras de Zirprime permaneceram intactas após quarenta e oito horas e não houve alterações significativas na resistência à flexão, 1156 (87.6) MPa para 1122 (108) MPa. A resistência à flexão foi reduzida com o aumento da fase monoclínica. A microscopia eletrônica de varredura revelou uma camada transformada nas superfícies de fratura. O envelhecimento hidrotérmico da Y-TZP levou a transformação da fase tetragonal para a monoclínica, o que resultou em uma diminuição significativa da resistência à flexão das barras. Embora a resistência dos três materiais de Y-TZP serem maiores do que os outros materiais utilizados para restaurações cerâmicas, sabe-se que existem diferenças notáveis entre eles.

As restaurações dentárias de zircônia estão expostas na cavidade oral a vários fatores que promovem degradação. A exposição a saliva, mudanças de temperatura, a acidificação durante a ingestão de alimentos e cargas cíclicas durante a mastigação todas tendem a conduzir a uma diminuição da estabilidade mecânica da zircônia. Kohorst et al. e colaboradores (2012) realizaram um estudo com o objetivo de investigar a influência do envelhecimento hidrotérmico simulado na transformação de fase tetragonal para monoclínica e na resistência à flexão de uma cerâmica Y-TZP, em comparação com cerâmica de zircônia com adição de alumina (ZTA) e zircônia estabilizada por céria (12 Ce-TZP). Para isso, foram confeccionados vinte discos de zircônia enriquecida com alumina e de Y-TZP (ambas prensadas), e trinta discos de zircônia estabilizada com céria foram produzidos pelo fabricante (diâmetro e espessura final de 14,0 e 1,2 mm, respectivamente) de acordo com a geometria uniforme descrito na norma ISO 6872 para o procedimento de teste de flexão biaxial. Ambos os lados foram lixados com um disco de diamante com granulação de 40 µm e apenas um dos lados com granulação de 15 µm. Posteriormente, foram polidos com pasta diamantada de 1 µm

e ensaiados em máquina de ensaio universal a uma velocidade de 200 mm^{-1} e $4,2 \text{ N cm}^{-2}$. Para a análise de microscopia de força atômica (MFA), os espécimes foram polidos com uma suspensão de sílica coloidal não cristalina por vinte e cinco minutos. As amostras de cada material foram divididas aleatoriamente em cinco grupos com $n=4$ (Y-TZP e ZTA) e $n=6$ (12 Ce-TZP). Em sequência, a topografia da superfície e a microestrutura de cada material foram analisadas por microscopia de força atômica com 512×512 pixels por imagem. Após a caracterização do material, as amostras dos grupos foram tratadas em autoclave por 0,16, 32, 64 ou 128 horas a uma temperatura de 134°C e 3 bar. Após a conclusão do envelhecimento, o conteúdo de fase monoclinica e tetragonal de cada espécime foi medido pela difração em Raios X. Nos grupos de 32 horas, as amostras foram também ensaiadas após 4 e 8 horas. Depois do envelhecimento, as superfícies dos espécimes selecionados representando diferentes passos de envelhecimento (16, 32, 64 e 128 horas) foram novamente caracterizados pela MFA. A microscopia eletrônica de varredura foi utilizada para estimar a profundidade da zona de transformação. A resistência à flexão foi investigada pelo teste de flexão biaxial. A DRX revelou um aumento significativo do teor de fase monoclinica para 3Y-TZP e ZTA devido ao envelhecimento, embora este aumento tenha sido menor para ZTA. Em contraste, o conteúdo de fase monoclinica de 12 Ce-TZP não foi influenciado. Para Y-TZP e ZTA, uma zona de transformação foi encontrada em que a linearidade de profundidade era correlacionada ao tempo de envelhecimento, enquanto que para 12CE-TZP nenhuma zona de transformação pode ser observada. As mudanças na resistência à flexão foram heterogêneas: enquanto que a Y-TZP mostrou uma significativa diminuição na resistência 1740-1169 MPa, com ZTA houve um aumento considerável 1093-1378 MPa. A resistência à flexão da 12Ce-TZP permaneceu inalterada no nível baixo de cerca de 500 MPa. Estes resultados indicaram que a alumina e a céria, como óxidos de estabilização, reduziram a susceptibilidade à degradação hidrotérmica da zircônia. O uso alternativo desses óxidos pode aumentar a estabilidade clínica a longo prazo de restaurações dentárias de zircônia.

Lin e colaboradores (2012) compararam o efeito das porcelanas de recobrimento (espécimes monolíticas e bicamadas) e as técnicas de fabricação de *copings* (prensada ou CAD/CAM) quanto à resistência à flexão biaxial e ao módulo de Weibull das cerâmicas vítreas reforçadas com leucita e dissilicato de lítio. Em adição, o efeito das técnicas de recobrimento (cobertura prensada ou pó/líquido)

dessas cerâmicas também foi estudado. Cinco cerâmicas (IPS Empress Esthetic, IPS Empress CAD, IPS Emax Press, IPS Emax CAD, IPS Emax ZirCAD – Ivoclar Vivadent, Schaan, Lichtenstein) e três porcelanas de cobertura correspondentes (IPS Empress Esthetic Veneer, IPS Emax Ceram, IPS Emax ZirPress - Ivoclar Vivadent, Schaan, Lichtenstein) foram selecionados para este estudo. Cada grupo dos materiais para coping continha três subgrupos de acordo com a espessura do *coping* e presença das porcelanas de cobertura correspondentes: 1) 1,5 mm do *coping* somente (subgrupo 1.5 C), 2) 0,8 mm do *coping* somente (0,8 C subgrupo) e 1,5 mm *coping* / cerâmica de cobertura: 0,8 mm *coping* com 0,7 mm de porcelana de recobrimento pela técnica de estratificação pó / líquido (subgrupo 0,8 C - 0.7 Ce). O grupo ZirCAD teve um subgrupo adicional 1,5 mm *coping* / cobertura com 0,7 mm de porcelana de recobrimento prensada (subgrupo 0,8 C - 0,7 Cp). A resistência à flexão biaxial ($V = 0,5$ mm/mim) foi comparada para cada subgrupo ($n = 10$) de acordo com a norma ISO 6872:2008, ANOVA e teste comparação múltipla de Tukey post hoc ($p \leq 0,05$). Dentre os resultados encontrados, para todos os materiais de *coping*, subgrupos *coping* / cobertura, 1,5 mm (0,8 C - 0.7 Ce, 0,8 C - 0,7 Cp) apresentaram média menor de resistência à flexão biaxial ($p < 0,0001$) comparado aos subgrupos 1,5 C e 0,8 C. Para o grupo ZirCAD o subgrupo 0,8 C - 0.7Ce, apresentou valores de resistência à flexão significativamente inferiores ($p = 0,004$) ao subgrupo 0,8 C - 0,7 Cp. No entanto, ambos os grupos ZirCAD com recobrimento, apresentaram melhor resistência à flexão em comparação ao Empress monolítico e aos grupos de Emax, independente da espessura do *coping* e da técnica de fabricação. Com relação as técnicas de fabricação, Empress Esthetic / CAD, Emax Press / CAD apresentaram valores de resistência à flexão biaxial semelhantes ($p = 0,28$ para Empress, $p = 0,87$ para Emax); no entanto, os grupos Emax CAD / Press exibiram maior resistência à flexão ($p < 0,0001$) quando comparados aos grupos Empress Esthetic / CAD. As amostras de *copings* monolíticos apresentaram maior módulo de Weibull de todos os grupos selecionados. Para o grupo de ZirCAD, embora o subgrupo de bicamada 0,8 C - 0.7 Ce tenha exibido valores de resistência à flexão significativamente menores, ele teve maior módulo de Weibull do que o subgrupo 0,8 C - 0,7 Cp. O estudo sugeriu que a cerâmica de recobrimento sobre o *coping* diminuiu a resistência à flexão e à confiabilidade de espécimes em bicamada. Copings de cerâmica vítrea reforçada com leucita revelaram menores valores de resistência do que os de dissilicato. A técnica de fabricação e a espessura da

amostra não afetaram a resistência de nenhuma cerâmica vítrea. Comparada a técnica de recobrimento por prensagem, a técnica pó/líquido exibiu menor resistência à flexão, porém maior módulo de Weibull para os espécimes em bicamada. As cerâmicas de zircônia para o recobrimento exibiram resistência à flexão maior do que a cerâmica monolítica reforçada com leucita e dissilicato de lítio, independente das técnicas usadas.

Os tratamentos de superfície da zircônia, assim como o seu envelhecimento, podem influenciar a resistência mecânica das cerâmicas. Além disso, quando ocorre a degradação por baixa temperatura (DBT) após alterações na superfície, diferentes valores finais de fase monoclinica são observados na superfície da cerâmica. Sabendo-se disso, Amaral e colaboradores em 2013 realizaram um estudo no qual o objetivo foi avaliar a influência de tratamentos de superfície de zircônia sobre a degradação por baixa temperatura. Espécimes em forma de discos foram confeccionados de acordo com a norma ISO 6872. Blocos pré sinterizados de YZ (Lava Frame, 3M ESPE, Irvine, CA) foram polidos com lixas d'água (granulação 600) sob refrigeração a água. Os cilindros de zircônia resultantes foram cortados em máquina Isomet em fatias com dimensões de 18 mm x 1,6 mm. A superfície dos discos foi lixada com lixas d'água (granulação 1200) e limpa em banho ultrassônico por oito minutos com álcool 96°. As amostras foram sinterizadas (Zyrcomat T, Vita Zahnfabrik, Alemanha) à temperatura de 1530°C. As dimensões finais dos discos foram de 15 mm x 1.2 mm. Os discos (n=15) foram divididos em quatro grupos de acordo com o tratamento de superfície realizado: controle (sem tratamento de superfície), Si (jateamento com partículas de 30 µm de alumina modificada por sílica), Al (jateamento com partículas de 50 µm de alumina) e Po (polidos com discos de diamante granulação 120 por um minuto). O jateamento foi realizado a uma distância de 10 mm por 20 segundos com pressão de 2,5 bar. Metade das amostras foi submetida a 12 horas de tratamento em autoclave (127°C, 1.5 bar). As amostras foram caracterizadas por difração em Raios X, análise de perfilometria e submetidas ao teste de resistência à flexão biaxial. Todos os grupos exibiram um aumento na quantidade de fase monoclinica após DBT. A transformação de fase tetragonal para monoclinica foi notável para os espécimes do grupo C, que também apresentaram um aumento significativo na resistência. O grupo Po também exibiu um aumento na resistência, porém baixa rugosidade inicial, o que provavelmente inibiu a BDT sobre a superfície da zircônia. As amostras submetidas ao jateamento exibiram valores

iniciais mais elevados de fase monoclinica e um pequeno aumento dessa fase após o envelhecimento. A resistência flexural não foi alterada nestes grupos. Os efeitos da DBT foram diferentes, de acordo com o tratamento de superfície realizado. Aparentemente, a DBT pode ser inibida por superfícies mais lisas ou pela presença de uma quantidade inicial de fase-mo na superfície da zircônia. A degradação por baixa temperatura por meio de autoclave foi capaz de causar a transformação de fase tetragonal para monoclinica, mas não foi suficiente para diminuir a resistência à flexão da zircônia testada.

3.4 Desempenho clínico da Y-TZP

Raigrodski et al., 2006 avaliaram a eficiência de próteses fixas de três elementos à base de zircônia (Lava - 3M ESPE, Irvine, CA), na região posterior, dando ênfase para a resistência. Depois de determinar os critérios de inclusão da pesquisa, 16 pessoas foram selecionadas, e um total de 20 próteses fixas à base de zircônia foram instaladas. O preparo dos dentes foi realizado com angulação das paredes axiais de 10^0 , término em ombro e ângulos internos arredondados para evitar a concentração de tensões. Para todas as próteses, a área mínima de conector foi de 9 mm^2 . Todas as próteses foram cimentadas com um cimento de ionômero de vidro modificado por resina. As próteses foram avaliadas por dois operadores calibrados após 15 dias, e 6, 12, 18, 24 e 36 meses. Como nem todos os casos foram acompanhados pelo tempo estipulado, a média de acompanhamento foi 31,2 meses. Nesse período, 5 das 20 próteses tiveram um pequeno lascamento, não expondo a infraestrutura nem prejudicando a estética. O primeiro lascamento ocorreu em um segundo molar utilizado como retentor, onde a força mastigatória é superior à encontrada nos demais locais. Nenhuma falha aconteceu na união entre a cerâmica de infraestrutura e a de cobertura, demonstrando a estabilidade dessa interface.

Sailer et al., 2007 determinaram a taxa de sucesso de próteses fixas à base de zircônia de 3 a 5 elementos em região posterior. Foram selecionados 45 pacientes para o estudo, totalizando 57 próteses fixas, sendo 47 próteses de 3 elementos, 8 de 4 elementos e 2 de 5 elementos. Todos os pilares foram preparados seguindo-se os preceitos para prótese metal *free*. As infraestruturas foram usinadas a partir de blocos pré-sinterizados, recobertas com a porcelana do sistema e

cimentadas com cimento resinoso. Após o tempo determinado, as próteses foram examinadas de acordo com o índice de falhas e complicações técnicas e biológicas. Do total de pacientes selecionados para a pesquisa, onze deles com dezessete próteses de três elementos deixaram o estudo antes de completar cinco anos de avaliação. Depois de cinco anos, doze próteses fixas (26,1%) tiveram que ser substituídas, o que resultou num índice de sucesso geral de 73,9%. Uma fratura da infraestrutura foi observada após 38 meses em uso, ocorrida por trauma agudo. Em vista disso, a taxa de sucesso da infraestrutura de zircônia foi de 97,8%, pois as demais falhas ocorreram por complicações técnicas e biológicas. Dentre os fatores que levaram ao insucesso do sistema, o lascamento da cerâmica de cobertura ocorreu em 15,2% dos casos, a fenda marginal encontrava-se evidente em 58,7% das próteses, e cárie secundária foi observada em 21,7% das reconstruções. Não houve diferença significativa entre os dois cimentos utilizados (Variolink e Panavia TC).

Em 2008, Della Bona e Kelly realizaram uma revisão de literatura no intuito de comparar as evidências clínicas de tratamentos baseados em restaurações totalmente cerâmicas. O índice de insucesso das facetas cerâmicas na maior parte dos estudos foi menor que 5% em 5 anos de uso clínico. Quando se realizou um levantamento das restaurações *inlays* e *onlays*, essa taxa de insucesso foi de aproximadamente 10% em 10 anos de uso clínico. Apesar da imensa diferença na microestrutura, composição e método de processamento dos materiais utilizados para coroas unitárias totalmente cerâmicas, esse tipo de restauração demonstrou um sucesso clínico superior a 90% independente do tempo de uso. Em geral, a taxa de fratura foi aparentemente menor em coroas anteriores comparadas a coroas posteriores. Um dos materiais mais estudados, a cerâmica à base de alumina, chegou a ter um índice de sucesso de 99,1% em restaurações unitárias anteriores e posteriores após 6 anos. O levantamento de estudos clínicos sobre pontes fixas totalmente cerâmicas sugere um maior sucesso dos sistemas à base de zircônia comparados aos outros sistemas, uma vez que apresentaram taxas muito menores de falhas e restritas à cerâmica de cobertura. A taxa de sucesso das restaurações cerâmicas evidencia que seu uso é bastante seguro, principalmente em áreas de exigência estética. Os sistemas totalmente cerâmicos mais promissores disponíveis para o clínico são aqueles à base de zircônia. No entanto, o lascamento pode ser considerado um problema desse material.

4 METODOLOGIA

4.1 Obtenção das amostras

Os materiais utilizados neste estudo, bem como suas respectivas marcas comerciais, fabricantes e lotes estão apresentados na tabela abaixo (Tabela 1).

Tabela 1: Nomes comerciais, tipos de material, fabricantes e lotes dos produtos utilizados nos experimentos.

Marca Comercial	Tipo do Material	Fabricante	Sistema de fresagem	Lote
Cerâmica IPS e.max® ZirCAD	Cerâmica Y-TZP	Ivoclar-Vivadent/ Schaan, Liechtenstein	CAD/CAM	K54200
Cerâmica ICE Zirkon Translucent	Cerâmica Y-TZP	Zirkonzahn GmbH/ Gais, Italy	MAD/MAM	ZB3204A

Blocos de cerâmica de zircônia parcialmente estabilizada por ítria pré-sinterizados (IPS e.max® ZirCAD - Ivoclar-Vivadent / Schaan, Liechtenstein e ICE Zirkon Translucent / Zirkonzahn GmbH - Gais, Itália) foram lixados e arredondados com lixas d'água granulação 180, 600 e 1200 sob irrigação com água em politriz EcoMet® 250 Grinder Polisher (Buehler, Lake Buff – IL, EUA) . Os cilindros de zircônia (Figura 1-A) resultantes foram cortados com dimensões padrões determinadas pela norma ISO 6872 (15 mm de diâmetro por 1,6 mm de espessura, como ilustra figura 1-c), com disco de corte diamantado Extec High Concentration (Extec, Enfield – CT, EUA) em cortadeira de precisão (IsoMet® 1000 Precision Saw, Buehler, Lake Buff – IL, EUA) (Figura 1-B) gerando noventa e seis discos cerâmicos para realização deste estudo (Tabela 2). Os dois lados das amostras foram regularizadas com lixas d'água de granulação 180 e 600 e receberam acabamento, com lixas d'água de granulação 1200 (Norton Saint- Gobain, São Paulo, Brasil), somente antes de serem sinterizadas.

Previamente à sinterização as amostras foram lavadas em banho ultrassônico (Lavadora Ultrassônica Cristófoli- Paraná, Brasil) em álcool isopropílico durante oito minutos. As amostras de Emax ZirCAD foram sinterizadas em forno Zyrcomat T (Vita Zahnfabrick, Alemanha) sob temperatura de 1530°C durante 120 minutos. Incluindo o tempo de aquecimento e de resfriamento, o processo de sinterização desta

cerâmica durou oito horas. Enquanto que os discos de Zirkozahn foram sinterizados em forno Zirkonofen 600/V2 (Zirkonzahn GmbH - Gais, Itália) sob temperatura de 1540°C durante 120 minutos. Incluindo o tempo de aquecimento e de resfriamento, o processo de sinterização desta cerâmica durou oito horas. As dimensões finais dos discos foram 12 mm x 1,2 mm (Figura 1-C).



Figura 1A: fotografia do bloco arredondado, B: fotografia do bloco montado na cortadeira durante o corte com disco diamantado e C: amostras em forma de discos antes (A) e após (B) a sinterização.

Quarenta espécimes para cada cerâmica (n=10) foram selecionados aleatoriamente e divididos entre quatro grupos (Tabela 2). Estas amostras foram posteriormente submetidas ao ensaio resistência à flexão biaxial.

Tabela 2: Grupo experimental, material e número das amostras por grupo (n=10).

Grupo Experimental	Material	
Controle (sem envelhecimento)	Emax ZirCAD (CAD/CAM)	ICE Zirkon (MAD/MAM)
Ciclagem Mecânica		
Autoclave		
Autoclave + Ciclagem mecânica		

4.2 Controle

As amostras do grupo controle foram sinterizadas e posteriormente ficaram armazenadas a seco e em temperatura ambiente até serem submetidas as análises complementares e ao ensaio de resistência à flexão.

4.3 Autoclave

Os espécimes do grupo autoclave foram submetidos ao tratamento envelhecedor acelerado em autoclave (Sercon - Mogi das Cruzes, SP - Brasil) com vapor a 134°C sob pressão de 2 bar por 24 horas, segundo a norma ISO 13356.

4.4 Fadiga mecânica

Dez discos de cada grupo foram submetidos à ensaio de ciclagem mecânica em máquina simuladora de fadiga mecânica (ERIOS, Modelo: ER-11000, São Paulo/SP, Brasil). Esta máquina apresenta dez células de ciclagem, o que permite ciclar dez amostras simultaneamente, sob as mesmas condições. Foram realizados dois milhões de ciclos, com frequência de 3.8 Hz e carga constante de 200 N. A carga foi aplicada no centro das amostras (identificada por uma pequena marcação realizada com caneta de retroprojektor) por um pistão de aço inoxidável com ponta arredondada e raio de curvatura de 1,5 mm. Durante toda a ciclagem as amostras ficaram imersas em água a 37°C, sendo a temperatura controlada por um termostato contido no próprio equipamento. Foi utilizado um dispositivo metálico ($\varnothing=41,5$ mm; altura: 25 mm): face superior contendo três esferas ($\varnothing= 3,2$ mm) fixadas equidistantes 10 mm entre seus centros, de acordo com a norma ISO 6872 (Figura 2 e 3).



Figura 2: amostra no dispositivo com água destilada.



Figura 3: vista frontal das amostras durante o ensaio de ciclagem mecânica em máquina simuladora de fadiga mecânica.

4.5 Autoclave + ciclagem mecânica

As amostras foram submetidas primeiramente ao tratamento envelhecedor acelerado em autoclave e em seguida ao ensaio de ciclagem mecânica.

4.6 Análises complementares

Para caracterização superficial e cristalográfica, foram realizadas análises complementares antes e após o envelhecimento *in vitro* das amostras. Essas análises foram realizadas nas faces de compressão das amostras dos grupos ciclagem mecânica e autoclave mais ciclagem.

4.4.1 Análise em Difração de Raios X (DRX)

A determinação da porcentagem das possíveis transformações de fase da zircônia (tetragonal para monoclínica) induzida pelo envelhecimento térmico e/ou mecânico *in vitro* foi realizada por difratometria de Raios X (Figura 4) (Modelo X'pert Powder, PANalytical, Holanda) em duas amostras de cada grupo.



Figura 4: Difratorômetro de raio-X (LAS-INPE).

Para realizar esta análise, cada amostra, após o envelhecimento *in vitro* foi limpa com acetona 60% e posicionada em um dispositivo metálico (porta amostra), com a superfície limpa voltada para cima, o qual foi em seguida fixado no compartimento de leitura do difratômetro. A análise por difratometria de Raios X

consistiu na irradiação da superfície da cerâmica (profundidade de aproximadamente 5,0 µm) com um feixe de Raios X, monocromático, de Cu-K α ($\lambda = 1,54060 \text{ \AA}$) filtrado com níquel, a uma tensão de 45 kV e 40 mA. Os raios são difratados pelos planos atômicos da amostra e captados por um sensor localizado no lado oposto da fonte de radiação. Cada fase cristalina, seja tetragonal ou monoclínica, apresenta um conjunto de picos característicos que a identifica em uma determinada estrutura, como se fosse uma impressão digital. O aparecimento de picos no espectro de Raios X representam a ocorrência de interferência construtiva de feixes que foram difratados por planos diferentes. Assim, as fases cristalinas presentes nas amostras foram identificadas por difração de Raios X, utilizando a radiação do Cu-K α com varredura entre 25 e 80°, passo angular de 0,02° e tempo de integração de 25 segundos, o que determinou a quantidade ou porcentagem de transformação de fase da amostra de Y-TZP.

Após obtenção dos dados, estes foram enviados para uma unidade computadorizada e os dados analisados por meio de gráficos, utilizando um programa computacional (Oring 7.0, California, EUA).

A quantificação de fração volumétrica da fase monoclínica (FM) foi calculada utilizando o método descrito por Toraya et al. (1984), que utiliza as intensidades dos picos monoclínicos (-111)_M e (111)_M e do pico tetragonal (101)_T, conforme as equações (1) e (2):

$$F_M = \frac{1.311 * X_M}{1 + 0.311 * X_M}$$

Equação 1

$$X_M = \frac{(-111)_M + (111)_M}{(-111)_M + (111)_M + (101)_T}$$

Equação 2

Onde:

$X_m =$	Fração monoclinica
$I_m(-111) \approx 31,2^\circ$	Intensidade do pico da ZrO_2 monoclinica
$I_m(111) \approx 30^\circ$	Intensidade do pico da ZrO_2 monoclinica
$I_t(101) \approx 28^\circ$	Intensidade do pico da ZrO_2 tetragonal

Foram realizadas duas mensurações em cada amostra para obtenção dos valores médios de FM.

A profundidade (μm) da zona de transformação (PZT) da zircônia (te \rightarrow mo) nas amostras dos grupos experimentais e controles, foi calculada utilizando o método descrito por Kosmac et al. (1981). De acordo com este método, a PZT pode se calculada baseado na quantidade de FM, assumindo a condição de que, dentro da camada superficial transformada, todos os grãos de zircônia tetragonal se transformaram em monoclinicos simetricamente, conforme equação (3).

$$PZT = \left(\frac{\text{sen}\theta}{2\mu} \right) \left[\ln \left(\frac{1}{1-FM} \right) \right]$$

Equação 3

em que:

$\theta = 15^\circ$ é o ângulo de reflexão

$\mu = 0,0642$ é o coeficiente de absorção

FM é a fração volumétrica da fase monoclinica obtida a partir das equações 1 e 2.

4.4.2 Microscopia de força atômica (MFA)

Foram feitas análises em microscópio de força atômica para observação das estruturas nanométricas presentes na superfície das mesmas amostras utilizadas para a análise de DRX. Foi utilizado um Microscópio de Força Atômica Veeco Multimode com estação de controle Nanoscope V, LAS-INPE (Figura 5), no modo de contato intermitente, e com ponta de silício dopado com antimônio. A área analisada

por amostra foi de $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$. Também foram obtidos os valores de rugosidade média de cada amostra analisada.

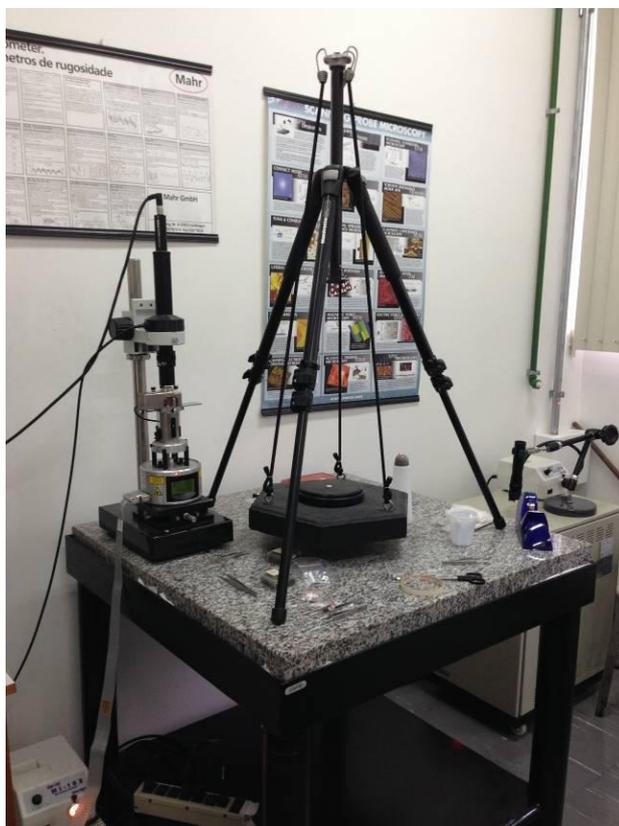


Figura 5: Microscópio de força atômica (LAS-INPE).

4.4.3 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As mesmas amostras analisadas anteriormente foram limpas com álcool 70% (Álcool Santa Cruz Ltda. - Guarulhos- São Paulo) com o auxílio de uma escova dental (Sorriso - Colgate Palmolive Comercial Ltda. – São Bernardo do Campo – São Paulo). Em seguida, foram lavadas em banhos ultrassônicos (Lavadora Ultrassônica Cristófoli- Paraná, Brasil) com álcool 70% (Álcool Santa Cruz Ltda. - Guarulhos- São Paulo) durante oito minutos, acetona 60% (Acetona Mithaza – R.T.R. Volante – EPP. Taquaritinga – São Paulo) durante oito minutos e posteriormente com álcool 70% durante oito minutos. As amostras foram secas sobre papel absorvente em temperatura ambiente e em seguida, posicionadas em uma plataforma de alumínio (stub) com o auxílio de uma fita condutora dupla face de carbono e em seguida foram metalizadas em metalizadora EMITECH SC7620, recebendo uma fina camada (12 nm) de liga de ouro. Por fim, foram colocadas em

Microscópio Eletrônico de Varredura INSPECT S50 (FEI – Czech Republic) (Figura 6) em alto-vácuo e com auxílio de detector de elétrons secundários ETD, foi realizada a análise de superfície e quantificação do tamanho médio dos grãos, com aumento de 5.000x.

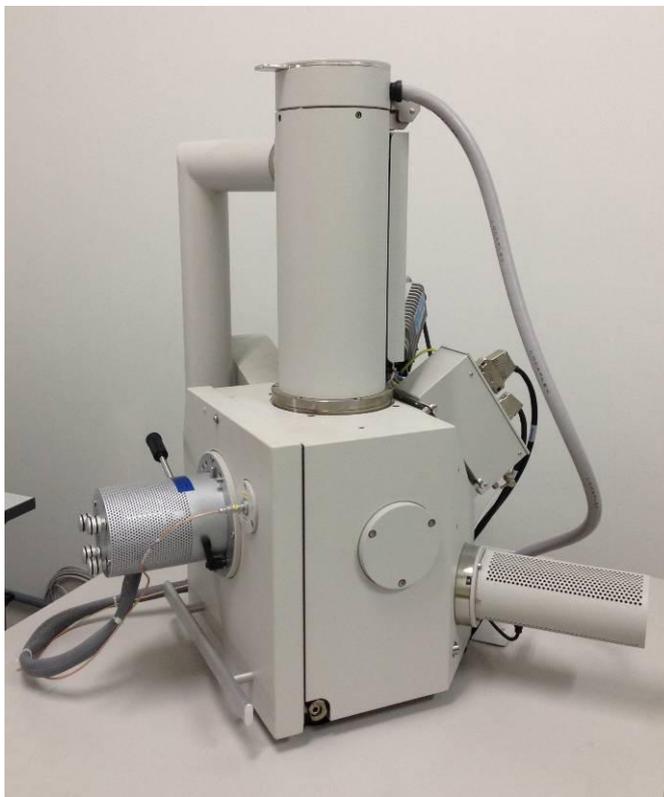


Figura 6: Microscópio Eletrônico de Varredura INSPECT S50.

4.4.4 Microscopia e espectrometria por energia dispersiva (EDS)

Para a análise dos elementos químicos presentes no material cerâmico foi utilizada a análise em Espectrometria por Energia Dispersiva de Raios X (EDS). Esta técnica é baseada na análise das energias características de Raios X emitidos por cada elemento que compõem a amostra, como resultado da incidência de um feixe de elétrons na superfície desta amostra. O espectrômetro EDS trabalha acoplado ao microscópio eletrônico de varredura (MEV) utilizado para as análises.

Foram analisadas em EDS uma amostra de cada grupo controle antes de serem flexionadas. Eles foram limpos com álcool 70% (Álcool Santa Cruz Ltda. - Guarulhos- São Paulo) com o auxílio de uma escova dental (Sorriso - Colgate Palmolive Comercial Ltda. – São Bernardo do Campo - São Paulo). Em seguida, foram lavados em banhos ultrassônicos (Lavadora Ultrassônica Cristófoli - Paraná,

Brasil) com álcool 70% (Álcool Santa Cruz Ltda. - Guarulhos- São Paulo) durante oito minutos, acetona 60% (Acetona Mithaza – R.T.R. Volante – EPP. Taquaritinga – São Paulo) durante oito minutos e posteriormente com álcool 70% durante oito minutos. As amostras foram secas sobre papel absorvente em temperatura ambiente e a sua superfície limpa foi, então submetida à análise em EDS.

A espectroscopia por dispersão de energia foi realizada na superfície da cerâmica utilizando-se MEV INSPECT S50 (FEI – Czech Republic) e utilizando o sistema EDS da Bruker com programa Spirit 1.0. As leituras de cada amostra foram realizadas a uma distância de trabalho de 12 mm e 20 kV de voltagem de aceleração. Não foi realizada aplicação de cobertura condutora nas amostras. Para cada área mensurada da amostra (1mm^2) os principais elementos foram analisados com real time de 100 segundos.

4.5 Ensaio de resistência à flexão biaxial

As oitenta amostras foram submetidas ao ensaio de resistência à flexão biaxial em máquina de ensaio universal (EMIC, DL-1000, São José dos Campos/SP, Brasil) a uma velocidade de 1 mm/min e célula de carga de 1.000 Kg até o momento da fratura catastrófica da amostra. Para os grupos que foram ciclados foi padronizada a face de compressão (pequena marcação no centro de cada face) que foi ensaiada. Para realização do ensaio de flexão biaxial, foi utilizado um dispositivo metálico ($\varnothing=41,5$ mm; altura: 25 mm) com: face superior contendo três esferas ($\varnothing=3,2$ mm) fixadas equidistantes 10 mm entre seus centros, de acordo com a norma ISO 6872 (Figura 7). Este dispositivo será encaixado em um recipiente metálico ($\varnothing=42$ mm; altura: 31 mm), o qual será preenchido com água para que a amostra permaneça imersa em água durante o ensaio. Após o posicionamento da amostra no dispositivo, uma ponta de tungstênio de base plana (ISO 6872, $\varnothing=1,6$ mm) fixada à célula de carga, exercerá uma carga crescente no centro da face superior das amostras (área de compressão), até ocorrer a fratura catastrófica (Figuras 8 e 9).

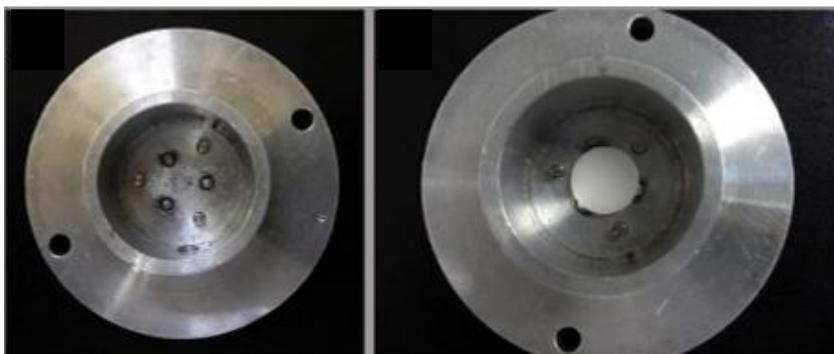
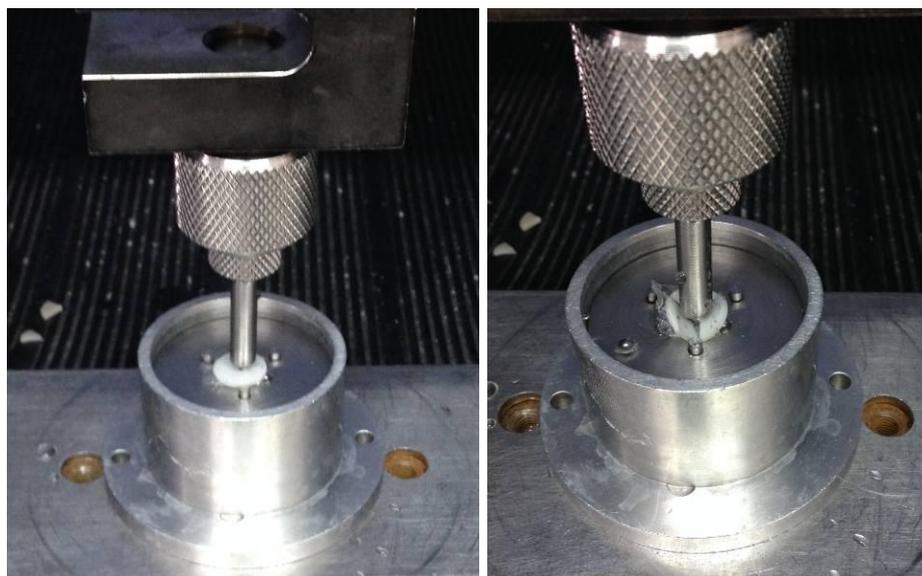


Figura 7: Fotografia do dispositivo metálico para ensaio de flexão biaxial e da amostra em posição.



Figuras 8 e 9: Fotografias do momento do ensaio de flexão biaxial e da fratura da amostra, respectivamente.

De acordo com a ISO 6872, os dados obtidos (N) após a fratura das amostras foram submetidos às equações A, B e C para o cálculo da resistência à flexão (MPa).

$$S = -0.2387 \frac{P(X - Y)}{d^2}$$

Equação A

Onde:

S = Força máxima de tensão, em Mega Pascal

P = Total de carga necessária para causar a fratura, em Newton

d = Espessura da amostra na origem da fratura, em milímetros

Os valores de X e Y foram determinados utilizando as seguintes fórmulas:

$$X = (1 + \nu) \ln \left(\frac{r_2}{r_3} \right)^2 + \left[\left(\frac{1 - \nu}{2} \right) \left(\frac{r_2}{r_3} \right)^2 \right]$$

Equação B

$$Y = (1 + \nu) \left[1 + \ln \left(\frac{r_1}{r_3} \right)^2 \right] + (1 - \nu) \left(\frac{r_1}{r_3} \right)^2$$

Equação C

Onde:

ν = Razão de Poisson

r_1 = Raio do círculo do suporte, em milímetros

r_2 = Raio da área da carga, em milímetros

r_3 = Raio da amostra, em milímetros

d = Espessura da amostra na origem da fratura, em milímetros

4.6 Análises estatísticas

Os valores numéricos obtidos das médias dos blocos foram submetidos à análise estatística descritiva (média e desvio padrão) e inferencial, mediante o teste paramétrico de análise de variância (ANOVA) dois fatores e o teste de Tukey ($\alpha=0,05$).

Neste estudo as variáveis experimentais, ou fatores em estudo, foram: o tipo de cerâmica e a condição de envelhecimento (ausência ou presença), seguindo um esquema fatorial do tipo 2 x 2. A variável resposta foi o valor de resistência obtido na máquina de ensaio universal.

A unidade experimental é o sistema formado pelo disco.

As condições experimentais foram designadas aleatoriamente às unidades experimentais. Ou seja, oito condições experimentais sob dez repetições.

Obteve-se 80 dados que foram submetidos à análise estatística por meio dos programas computacionais: MINITAB (Minitab, version 16.1, 2010) e PRISM (versão 5.0, GraphPad, 2009).

A estatística descritiva consistiu no cálculo de medidas de tendência central (média e mediana) e de dispersão (desvio padrão, coeficiente de variação e faixa interquartil) e tiveram representação (gráfico de colunas e box-plot). A estatística inferencial consistiu ANOVA dois fatores (efeito fixo).

O modelo estatístico da análise de variância, ANOVA (dois fatores), considera três possíveis efeitos: a existência de diferença estatisticamente significativa entre o tipo de cerâmica, o tipo de envelhecimento e a interação entre os dois fatores.

O nível de significância escolhido foi o valor convencional de 5%.

5 RESULTADOS

5.1 Difração de Raio-X

Foram obtidos gráficos após a análise de difração de Raios X para as amostras não envelhecidas (grupo controle) e após o envelhecimento (grupos: autoclave; ciclagem mecânica e autoclave + ciclagem mecânica).

Analisando os gráficos (Figuras 10a-b, 11a-b, 12a-b e 13a-b), foram observados diversos picos correspondentes à fase tetragonal da zircônia nas amostras analisadas, que juntos correspondem ao plano cristalográfico tetragonal $(101)_T$, sendo a intensidade do pico em 30° a utilizada para calcular a fração volumétrica da fase tetragonal da zircônia. Adicionalmente, foram detectados dois picos (28° e $31,2^\circ$) correspondentes à fase monoclinica, em todas as amostras dos grupos autoclave e nas amostras dos grupos autoclave + ciclagem. Esses dois picos juntos correspondem aos planos cristalográficos monoclinicos $(-101)_M$ e $(111)_M$, respectivamente. Os picos correspondentes a fase monoclinica para os grupos controles e após a ciclagem foram bastante reduzidos. As intensidades dos picos em 28° e $31,2^\circ$ foram as utilizadas para calcular a fração volumétrica de fase monoclinica.

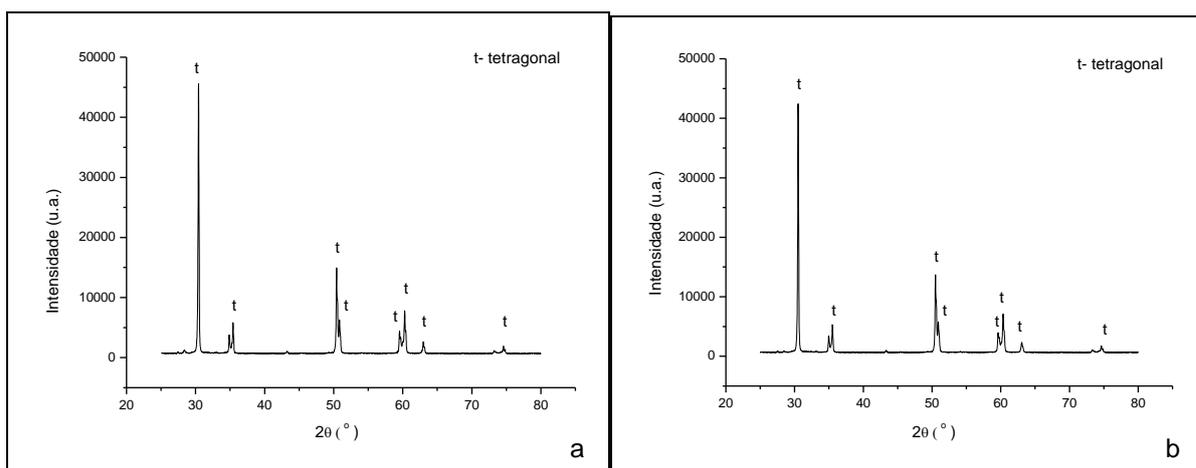


Figura 10a-b: Comparação dos Gráficos obtidos após difração de Raios-X realizada no grupo controle a) Emax e b) ICE Zirkon, evidenciado picos característicos da zircônia na fase tetragonal (T).

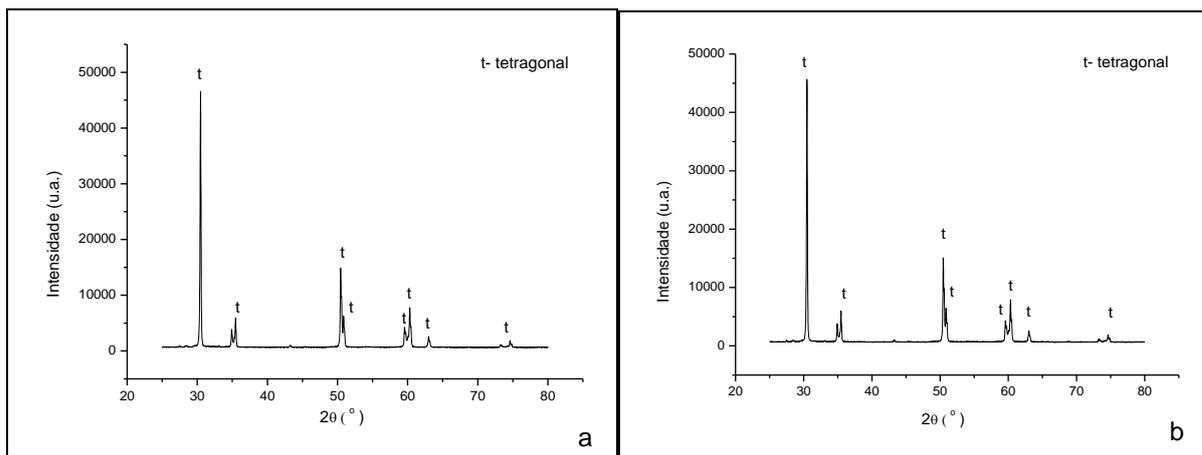


Figura 11a-b: Comparação dos Gráficos obtidos após difração de Raios-X realizada no grupo ciclagem a) Emax e b) ICE Zirkon, evidenciado picos característicos da zircônia na fase tetragonal (T).

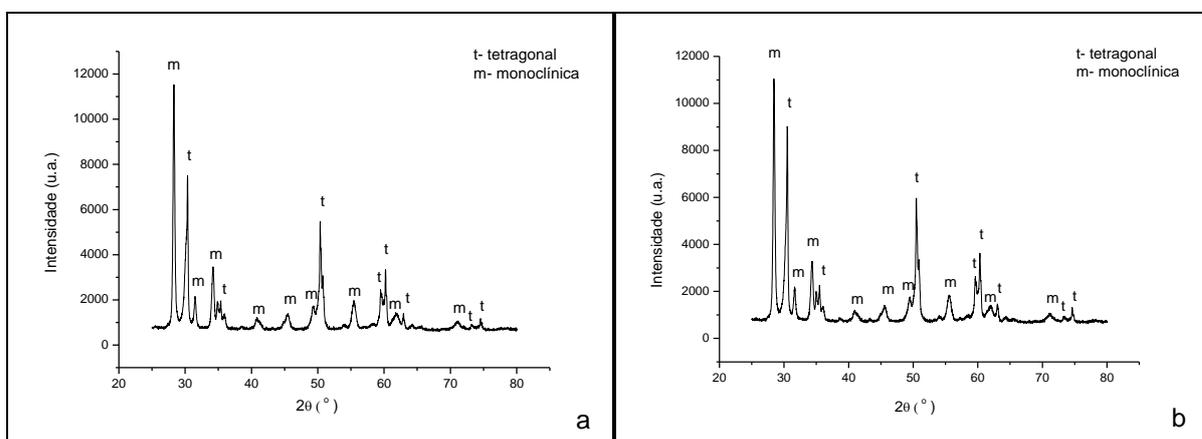


Figura 12a-b: Comparação dos Gráficos obtidos após difração de Raios-X realizada no grupo autoclave a) Emax e b) ICE Zirkon, evidenciado picos característicos da zircônia na fase tetragonal (T) e monoclinica (M).

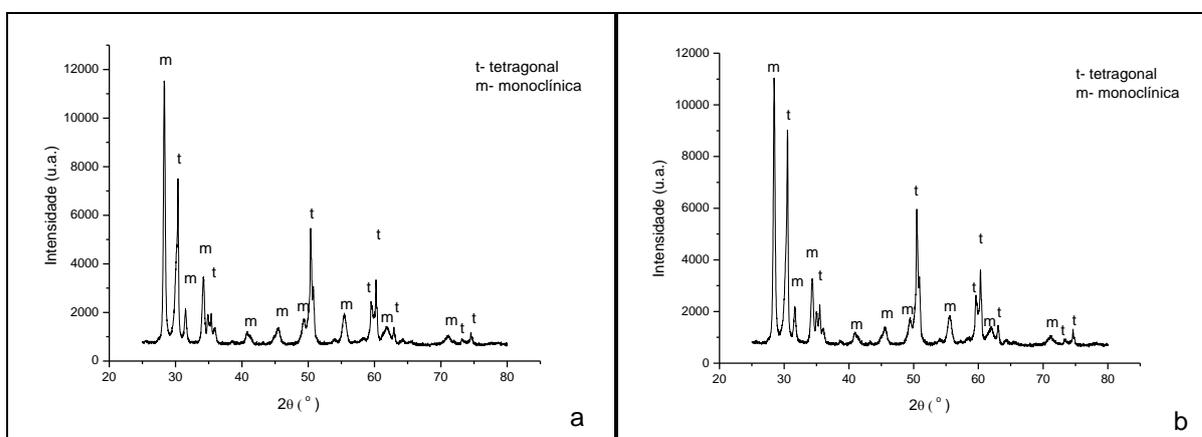


Figura 13a-b: Comparação dos Gráficos obtidos após difração de Raios-X realizada no grupo autoclave + ciclagem a) Emax e b) ICE Zirkon, evidenciado picos característicos da zircônia na fase tetragonal (T) e monoclinica (M).

A FM calculada após a análise em difração de Raios X nas amostras dos grupos experimentais e controles, sem e com tratamento térmico está apresentada na Tabela 3.

Verificou-se, Tabela 3, para todas as amostras, a modificação de fase da zircônia de temo, sendo a maior quantidade de fase monoclinica encontrada nas amostras do grupo Emax autoclave.

Tabela 3: Fração volumétrica de fase monoclinica (%) nas amostras dos grupos controles e experimentais.

Grupos experimentais	Emax ZirCAD	ICE Zirkon
Controle	0	0
Ciclagem	0	0
Autoclave	70,55	65,51
Autoclave/Ciclagem	70,47	65,77

Após a obtenção dos valores de FM (Tabela 3) das amostras dos grupos experimentais e controles, a profundidade da zona de transformação (PZT) foi calculada e representada pela Tabela 4.

Tabela 4: Profundidade da zona de transformação da zircônia (μm) nas amostras dos grupos controles e experimentais.

Grupos experimentais	Emax ZirCAD	ICE Zirkon
Controle	0	0
Ciclagem	0	0
Autoclave	6,18	5,38
Autoclave/Ciclagem	6,16	5,41

Observou-se na tabela 4, que a PZT variou de 0 a 6,18 μm entre os grupos, sendo os maiores valores obtidos nas amostras do grupo Emax autoclave e ICE Zirkon autoclave mais ciclagem.

5.2 Microscopia de Força Atômica

A análise em MFA da amostra do grupo controle Emax ZirCAD (Figura 14-a) demonstrou uma superfície regular composta por grãos nítidos e com bordas bem definidas.

Pouca diferença foi observada para as amostras do grupo ciclado Emax ZirCAD (Figura 14-b) quando comparadas com as imagens do seu grupo controle (Figura 14-a). Após a ciclagem a superfície ficou ligeiramente mais granulosa (Figura 14-b). Após o envelhecimento em autoclave, as amostras do grupo Emax ZirCAD (Figura 14-c) em relação ao seu controle (Figura 14-a) exibiram uma superfície composta por grãos pouco aparentes e sem definição de bordos. Quando os espécimes de Emax ZirCAD foram autoclavados e ciclados (Figura 14-d), pode-se observar grãos mais volumosos com contornos de bordos pouco aparentes em comparação a imagem obtida para o seu respectivo grupo controle (Figura 14-a).

Na superfície do grupo controle ICE Zirkon (Figura 15-a) observou-se grãos pouco volumosos com contornos nítidos, porém menores em relação a superfície da amostra controle Emax ZirCAD (Figura 14-a). A amostra de ICE Zirkon após a ciclagem (Figura 15-b) em comparação ao seu grupo controle (Figura 15-a) apresentou uma superfície mais granulosa e com contornos de grãos pouco aparentes. Para o grupo autoclave ICE Zirkon (Figura 15-c) observou-se uma superfície com textura granulosa e com perda de definição de bordas de grãos em comparação a superfície do seu grupo controle (Figura 15-a). Já a amostra do grupo autoclave mais ciclagem ICE Zirkon (Figura 15-d) demonstrou uma superfície granulosa composta por grãos menos nítidos em relação a sua amostra controle (Figura 15-a).

O grupo ciclado Emax ZirCAD (Figura 14-b) exibiu grãos mais nítidos e uma superfície menos granulosa em relação à superfície da amostra ciclada de ICE Zirkon (Figura 15-b). A superfície da amostra autoclave Emax ZirCAD (Figura 14-c), assim como a amostra autoclave ICE Zirkon (Figura 15-c) exibiram uma superfície com grãos pouco aparentes. Para a superfície de Emax ZirCAD autoclave mais ciclagem (Figura 14-d) foram exibidos grãos um pouco mais volumosos quando comparados aos observados na superfície do grupo ICE Zirkon autoclave mais ciclagem (Figura 15-d).

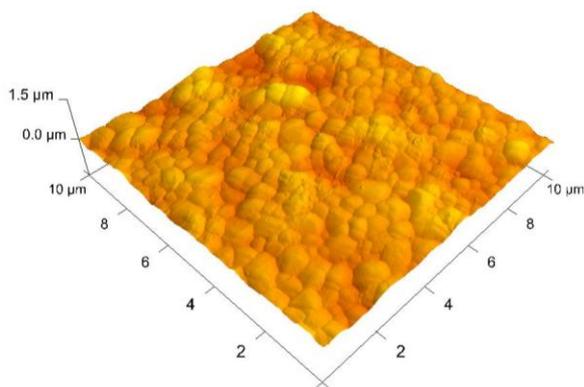


Figura 14-a : MFA- Emax controle.

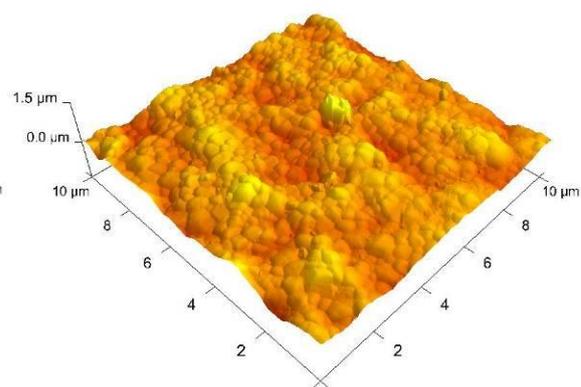


Figura 15-a: MFA- ICE Zirkon controle.

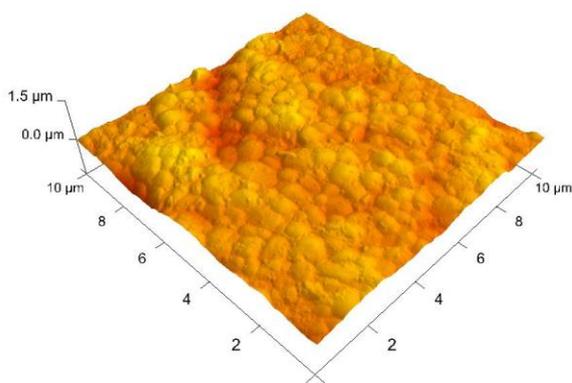


Figura 14-b: MFA -Emax ciclado.

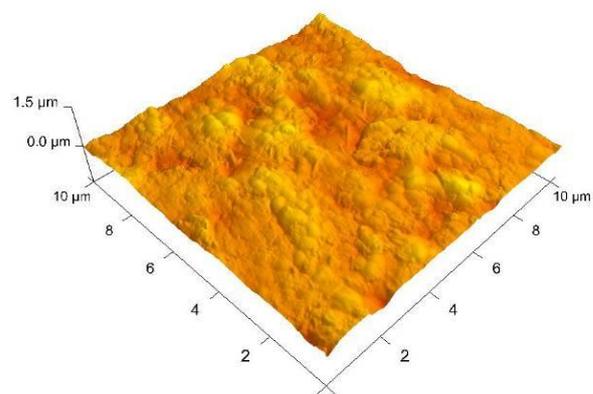


Figura 15-b: MFA -ICE Zirkon ciclado.

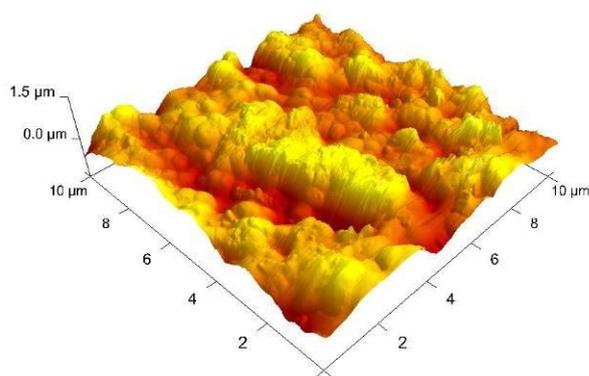


Figura 14-c: MFA- Emax autoclave.

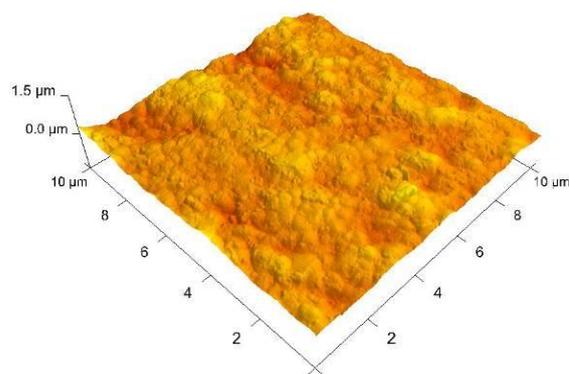


Figura 15-c: MFA -ICE Zirkon autoclave.

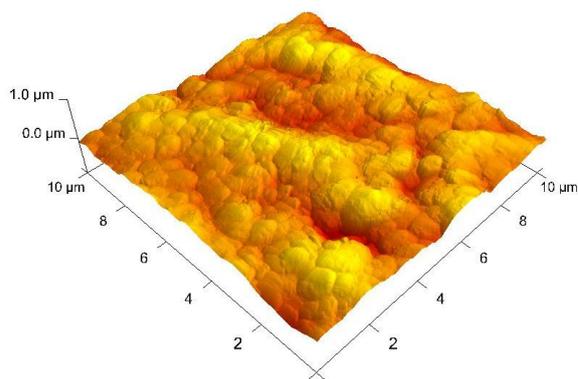


Figura 14-d: MFA-Emax autoclave + ciclado.

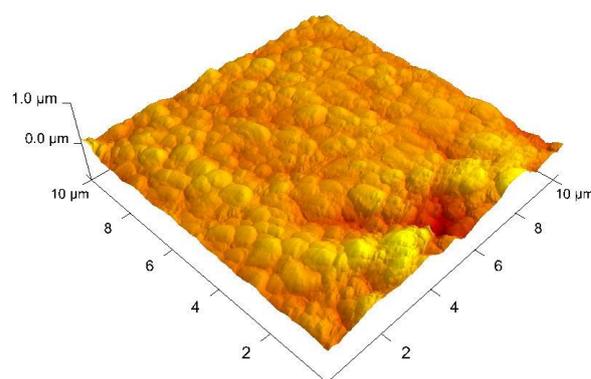


Figura 15-d: MFA- ICE Zirkon autoclave + ciclado.

Por meio da MFA, também foram obtidos os valores de rugosidade média (Ra) para todas as amostras analisadas (Tabela 5).

Tabela 5: Valores de rugosidade média (Ra) em μm das amostras.

Grupos experimentais	Emax ZirCAD	ICE Zirkon
Controle	0,0559	0,0477
Ciclagem	0,0633	0,0656
Autoclave	0,0853	0,0784
Autoclave/Ciclagem	0,0853	0,0878

5.3 Microscopia Eletrônica de Varredura

A análise em MEV da amostra do grupo controle Emax ZirCAD (Figura 16) demonstrou uma superfície homogênea composta por grãos de zircônia. Além disso, foi possível observar a presença de uma superfície com muitas ranhuras indicativas de arrancamento de grãos pela lixa durante a confecção das amostras. Pouca diferença foi observada para as amostras do grupo ciclado Emax ZirCAD (Figura 18) quando comparadas com as imagens do seu grupo controle (Figura 16). Também foi observada a presença de ranhuras na superfície, indicativas de arrancamento de grãos causados pela lixa durante a confecção dos espécimes. Após o envelhecimento em autoclave, as amostras do grupo Emax ZirCAD (Figura 20) em relação ao seu controle (Figura 16) exibiram uma superfície bastante irregular e

heterogênea. Também foram observadas falhas aparentes na superfície da amostra (circulada na imagem - Figura 21) indicativa da soltura de grãos.

Quando os espécimes de Emax ZirCAD foram autoclavados e ciclados (Figura 22), foram observadas menos ranhuras na superfície em comparação à imagem obtida para o seu respectivo grupo controle (Figura 16), também foi observado a formação de placa martensítica (seta figura 22). Na amostra do grupo controle ICE Zirkon (Figura 17) observou-se uma superfície também composta por grãos de zircônia, porém com ranhuras pouco aparentes em relação à superfície da amostra controle Emax ZirCAD (Figura 16). Para as amostras do grupo controle também foram obtidos os valores médios de tamanho de grãos, sendo 0,636 nm para Emax ZirCAD e 0,613 nm para a amostra ICE Zirkon. A amostra de ICE Zirkon após a ciclagem (Figura 19) em comparação ao seu grupo controle (Figura 17) apresentou uma superfície mais irregular com algumas ranhuras devido à etapa de lixamento. Quando comparada a amostra autoclave ICE Zirkon (Figura 21) a sua amostra controle (Figura 17) foi observada a presença de falha na superfície (circulada na imagem - Figura 21) indicativa da soltura de grãos.

Para o grupo autoclave mais ciclagem ICE Zirkon (Figura 23) houve a formação de placas martensíticas (indicadas pelas setas) em comparação às superfícies do seu grupo controle (Figura 17). O grupo ciclado Emax ZirCAD (Figura 18) exibiu uma superfície com ranhuras mais aparentes do que a superfície da amostra ciclada ICE Zirkon (Figura 19). A amostra autoclave Emax ZirCAD (Figura 20) demonstrou uma superfície com mais irregularidades em relação à superfície da amostra autoclave ICE Zirkon (Figura 21). Porém ambas revelaram falhas indicativas de arrancamento de grãos (circulada na imagem - Figura 20). Para a superfície de Emax ZirCAD autoclave mais ciclagem (Figura 22) foram exibidas áreas mais planas e regulares com áreas de arrancamento de grãos (risco observado na porção superior da figura 22) em relação à uma superfície mais irregular encontrada para o grupo ICE Zirkon autoclave mais ciclagem (Figura 23). Ambas exibiram a formação de placas martensíticas (indicadas por setas nas figura 22 e 23).

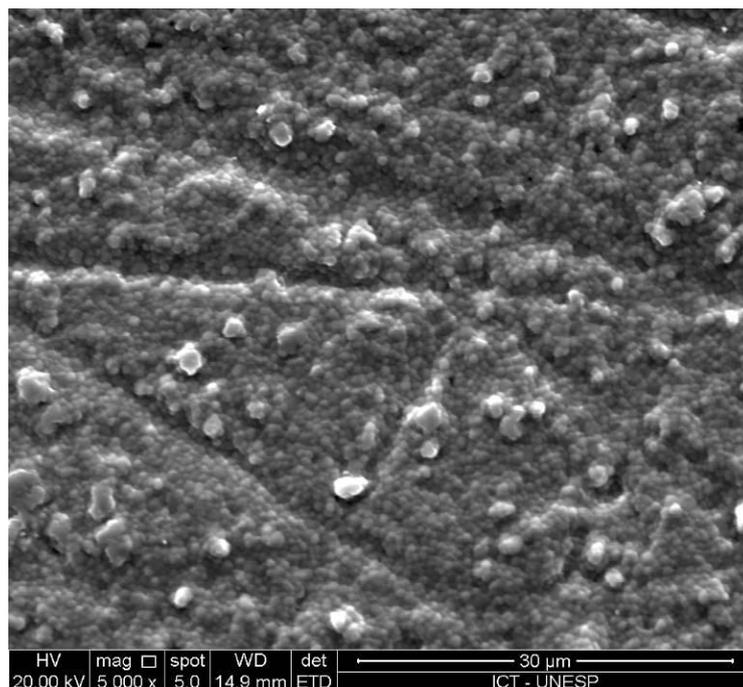


Figura 16: Microscopia Eletrônica de Varredura (5.000x) do grupo Emax controle.

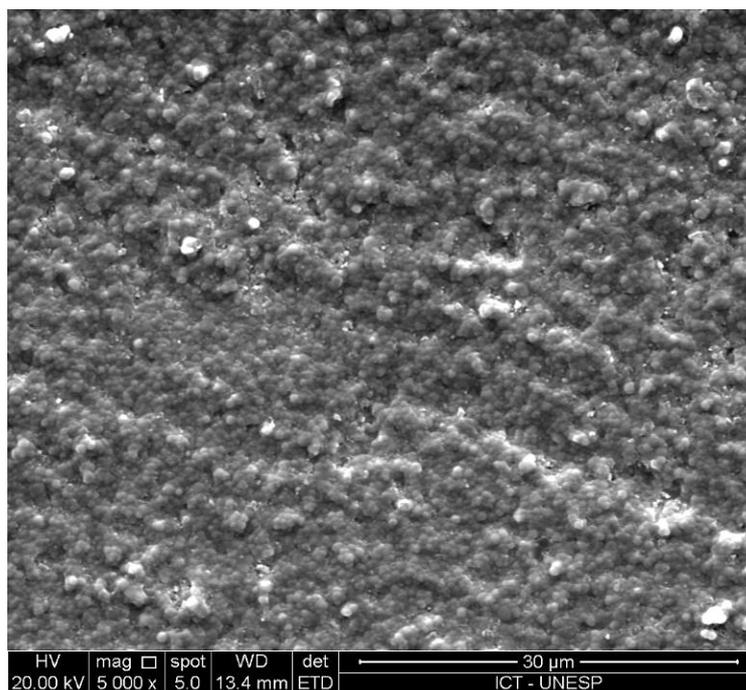


Figura 17: Microscopia Eletrônica de Varredura (5.000x) do grupo ICE Zirkon Controle.

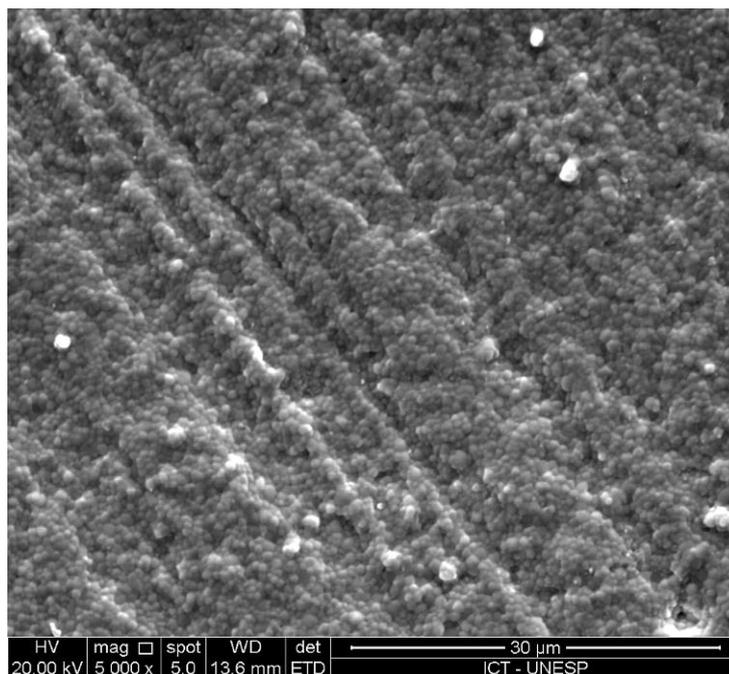


Figura 18: Microscopia Eletrônica de Varredura (5.000x) do grupo Emax ciclado.

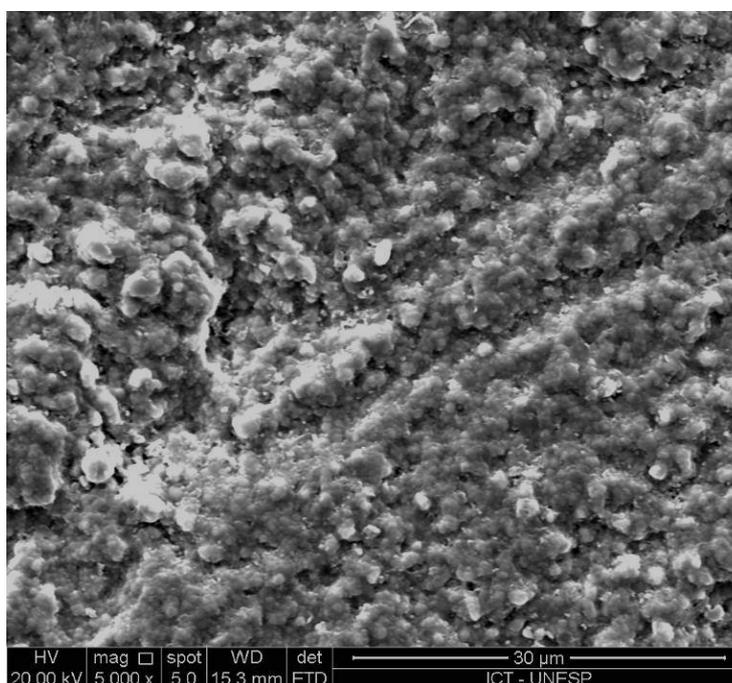


Figura 19: Microscopia Eletrônica de Varredura (5.000x) do grupo ICE Zirkon ciclado.

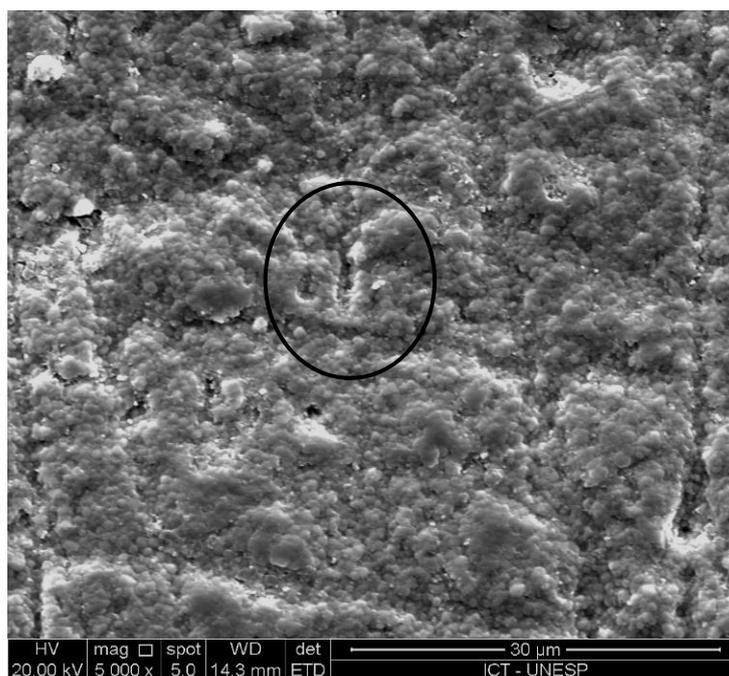


Figura 20: Microscopia Eletrônica de Varredura (5.000x) do grupo Emax autoclave.

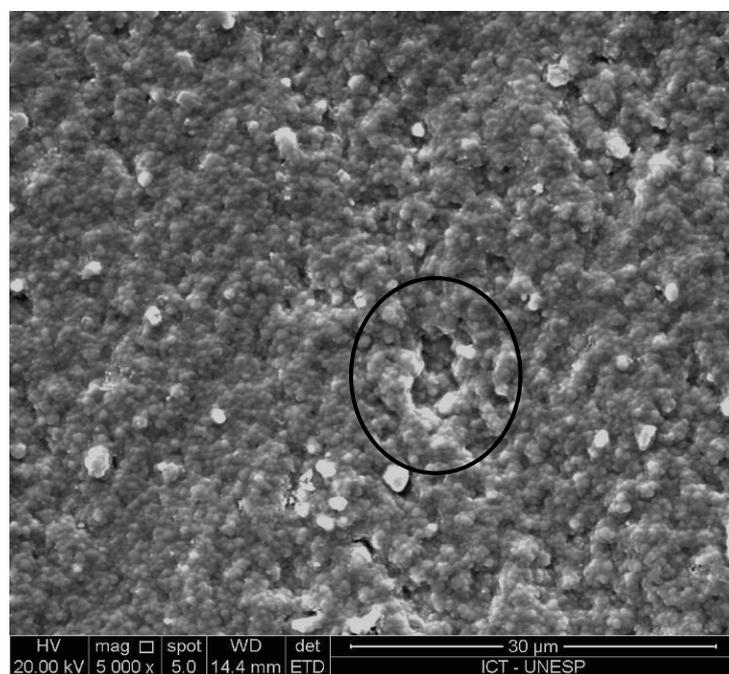


Figura 21: Microscopia Eletrônica de Varredura (5.000x) do grupo ICE Zirkon autoclave.

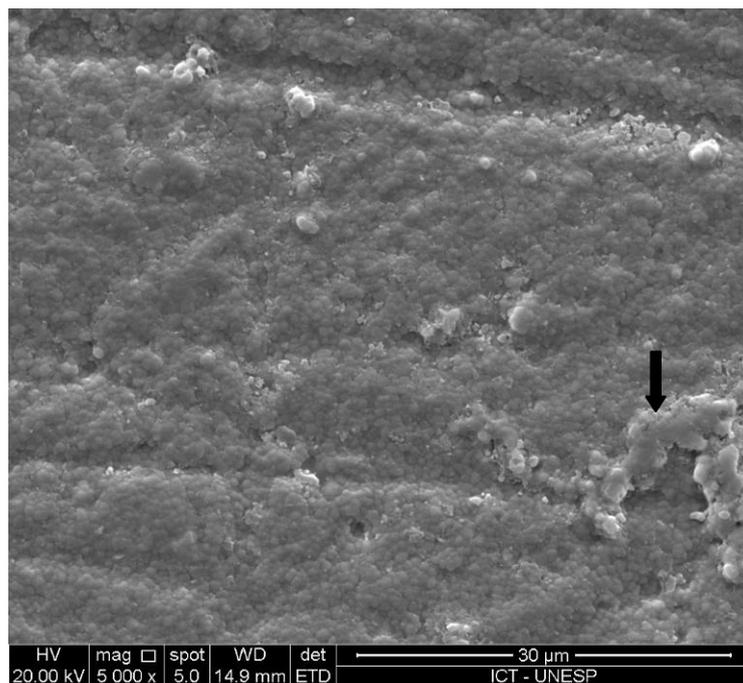


Figura 22: Microscopia Eletrônica de Varredura (5.000x) do grupo Emax autoclave + ciclagem.

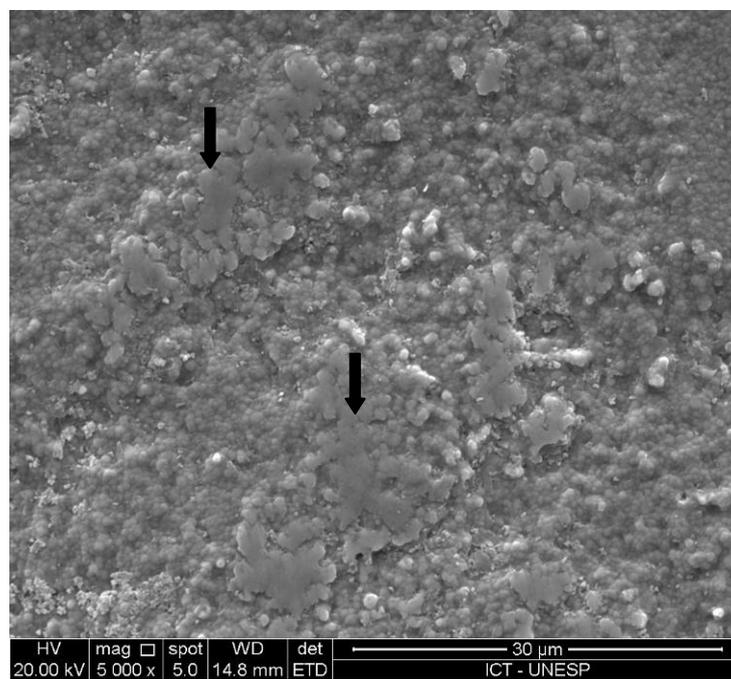


Figura 23: Microscopia Eletrônica de Varredura (5.000x) do grupo ICE Zirkon autoclave + ciclagem.

5.4 Microscopia e espectrometria por energia dispersiva (EDS)

A análise em EDS revelou que as cerâmicas (grupo controle) em estudo apresentam em sua composição os seguintes elementos: Oxigênio (O) e Zircônia (Zr). O peso (%) para cada elemento químico encontrado para a cerâmica Emax foi: O (20,5%) e Zr (79,42%) e para a cerâmica Zirkonzahn foi: O (21,9%) e Zr (70,02%). O óxido de ítrio não foi identificado devido ao seu baixo peso molecular. As figuras 24 e 25 ilustram graficamente esses dados, respectivamente.

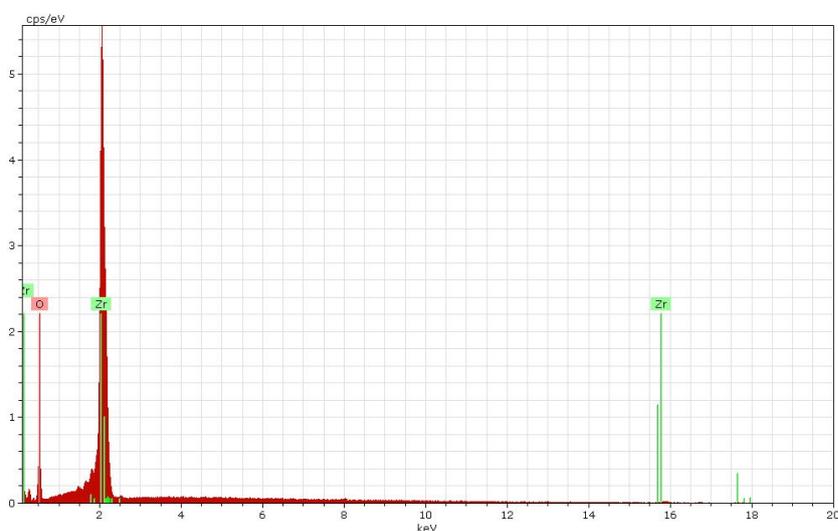


Figura 24: Representação gráfica da análise em EDS da superfície da cerâmica Emax.

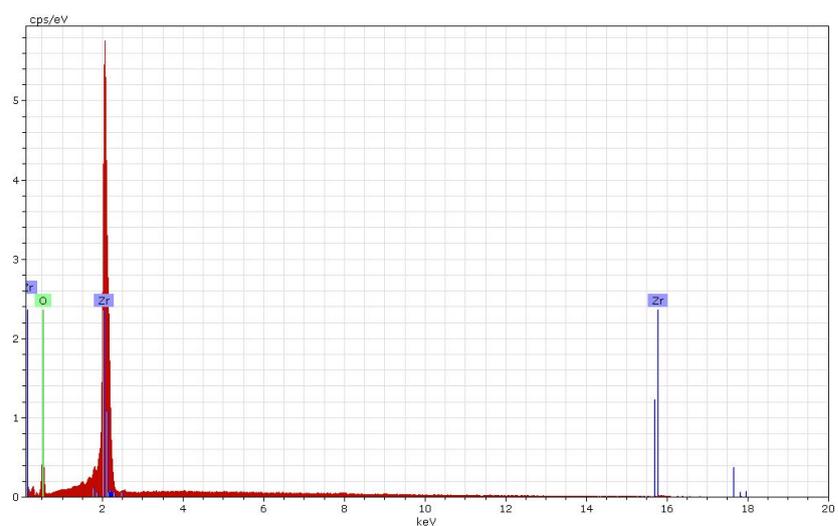


Figura 25: Representação gráfica da análise em EDS da superfície da cerâmica ICE Zirkon.

5.5 Ensaio de resistência à flexão biaxial

Para obtenção das médias da resistência à flexão biaxial dos grupos experimentais e controles foi realizada a média aritmética dos 10 valores de resistência obtidos em cada grupo.

Para avaliar a influência do tipo de cerâmica e de envelhecimento na resistência à flexão, os dados obtidos neste estudo foram submetidos ao modelo estatístico da análise de variância (ANOVA), após ser considerada a distribuição dos resíduos.

Os valores resíduos, decorrentes do ajuste desse modelo adotado, foram examinados para avaliar a adequabilidade do modelo para inferências estatísticas válidas. Sendo determinado que os dados originais propiciaram um adequado ajuste, pois os dados se ajustam a uma distribuição normal de probabilidade (Figura 26). Também foi verificada a uniformidade dos resíduos (homocedasticidade) por meio do gráfico dos valores resíduo em relação aos valores ajustados (Figura 27) e realizado o gráfico Box-plot (Figura 28).

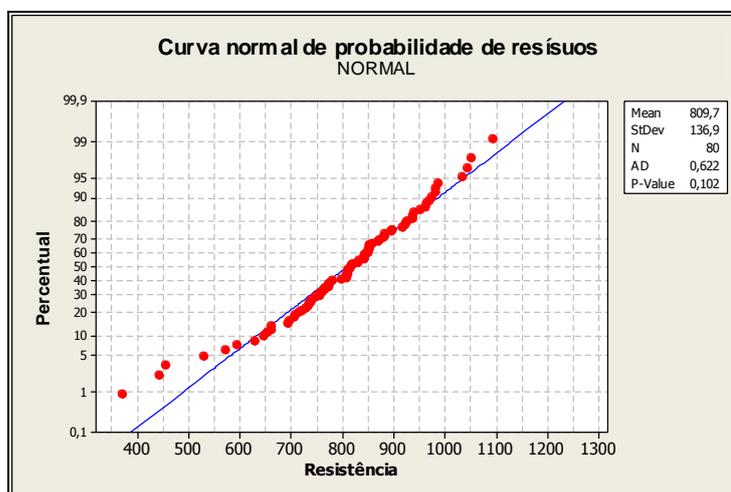


Figura 26: Curva normal dos valores resíduos do modelo ANOVA para verificar a distribuição dos resíduos (normalidade).

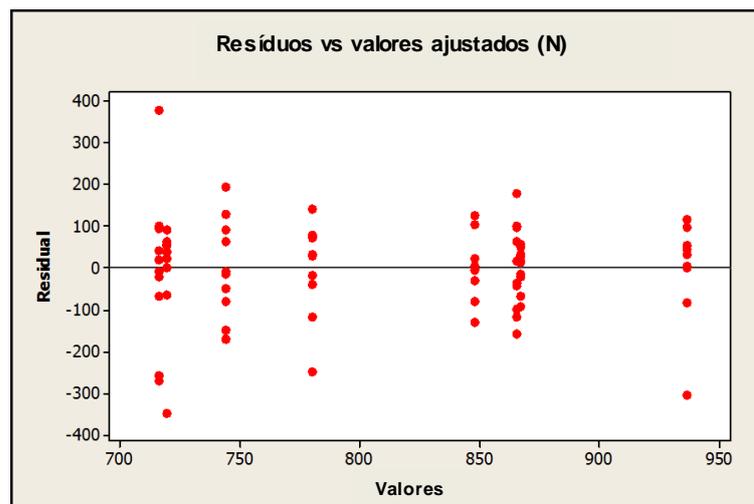


Figura 27: Diagrama de dispersão dos valores resíduos do modelo ANOVA em relação aos valores ajustados pelo modelo para verificar a uniformidade dos resíduos (homocedasticidade).

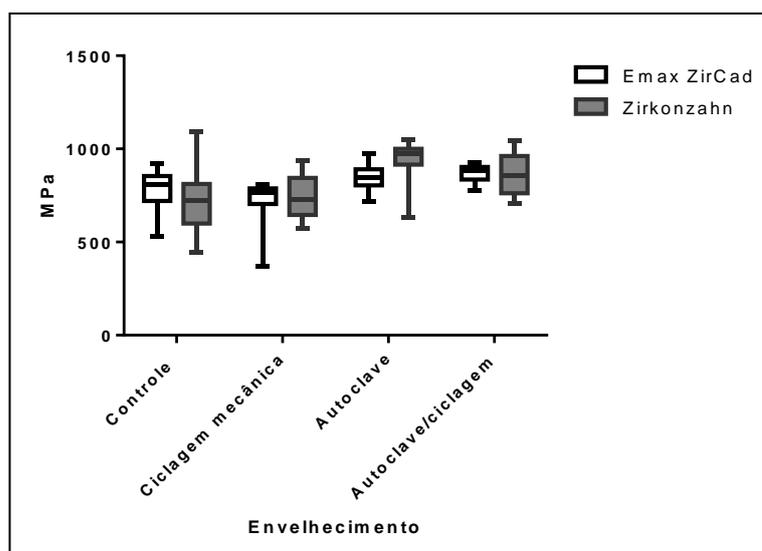


Figura 28: Gráfico do Box-plot.

O teste ANOVA dois fatores (Tabela 6) revelou um efeito de interação não significativa, o que indica que não houve alteração da resistência à flexão em razão da cerâmica (p -valor=0,657) ou da associação entre cerâmica e envelhecimento (p -valor=0,251).

A análise de variância mostrou haver significância do tratamento de envelhecimento (p -valor=0,000) na resistência dos materiais testados (Tabela 6). De acordo com o teste de Tukey os grupos autoclave e autoclave mais ciclagem foram os que apresentaram os maiores valores de resistência à flexão (Tabela 7).

Tabela 6: Resultados da ANOVA (dois fatores) para as condições testadas.

Efeito	Grau de liberdade	Soma dos quadrados	Quadrado médio	Razão F	Probabilidade P
Cerâmica	1	2816	2816	0,20	0,657
Envelhecimento	3	397428	397428	9,34	0,000*
Cerâm. x Envelh.	3	59355	59355	1,34	0,251
Erro	72	1021188	1021188		
Total	79	1480788			

*significância estatística ($p < 0,05$)

Tabela 7: Resultados do teste de Tukey para os valores de resistência (MPa).

Grupos experimentais	Emax ZirCAD	ICE Zirkon
Controle	779,961±114,065 a	716,502±185,732 a
Ciclagem	719,706±130,781 a	743,961±119,150 a
Autoclave	848,07±75,859 b	936,47±120,907 b
Autoclave/Ciclagem	867,26±49,301 b	865,51±108,893 b

Letras minúsculas distintas representam grupos diferentes entre si.

De acordo com a tabela 7 foi possível verificar, por meio de Teste de Tukey (5%) que:

Os valores de resistência à flexão dos grupos autoclave Emax ZirCAD (848,07±75,859 MPa) e autoclave mais ciclagem Emax ZirCAD (867,26±49,30193 MPa) foram estatisticamente superiores aos valores de resistência à flexão dos grupos controle Emax ZirCAD (779,961±114,065 MPa) e ciclado Emax ZirCAD (719,706±130,781 MPa).

Verificou-se que os valores de resistência à flexão dos grupos autoclave ICE Zirkon (936,47±120,907 MPa) e autoclave mais ciclagem ICE Zirkon (936,47±120,907 MPa) foram estatisticamente superiores aos valores de resistência à flexão dos grupos controle ICE Zirkon (716,502±185,732 MPa) e ciclado ICE Zirkon (743,961±119,150 MPa).

Quando comparadas as duas cerâmicas observou-se que os valores de resistência à flexão dos grupos controle Emax ZirCAD (779,961±114,065 MPa) e

ciclado Emax ZirCAD ($719,706 \pm 130,781$ MPa) foram estatisticamente semelhantes aos valores encontrados para os grupos controle e ciclado ICE Zirkon e estatisticamente inferiores aos valores de resistência obtidos para os grupos autoclave e autoclave mais ciclagem ICE Zirkon.

6 DISCUSSÃO

O desempenho clínico de restaurações cerâmicas está relacionado a diversos fatores como: resistência mecânica e tenacidade à fratura do material; danos causados à cerâmica durante sua manipulação como fundição, fresagem e jateamento; bem como a aplicação de cargas cíclicas durante a função oclusal. Por este motivo é contínua a procura pelo material cerâmico ideal, ou seja, aquele que possua excelente resistência mecânica, estética e desempenho clínico satisfatório em longo prazo (SOUZA et al, 2009).

Na literatura, são reportados diversos ensaios de resistência à flexão para avaliar a resistência de materiais cerâmicos, como: flexão de três pontos (PAPANAGIOTOU et al., 2006), flexão de quatro pontos (ASHKANANI et al., 2008; KIM et al., 2009; FLINN et al., 2012) e flexão biaxial (PITTAYACHAWAN et al. 2007; YILMAZ et al., 2007; LIN et al., 2012; AMARAL et al., 2013). Sabe-se que a resistência é o estresse máximo necessário para causar a fratura ou a deformação plástica de um material e é extremamente influenciada pelo tamanho das falhas (bolhas) e defeitos presentes na superfície do material que está sendo testado. No entanto, é uma propriedade condicional do material cerâmico, tendo valor apenas quando associada ao conhecimento da microestrutura do material, ambiente onde foi realizado o ensaio e metodologia do teste (SOUZA et al., 2013). O ensaio de flexão biaxial empregado neste estudo é considerado pela norma ISO 6872, um importante método de teste para a análise de resistência de materiais frágeis como as cerâmicas, que suportam de forma pior quando submetidas a uma tração do que a compressão.

Para a realização do ensaio de resistência à flexão biaxial são utilizados espécimes em forma de discos. Estes são escolhidos porque são mais fáceis de serem confeccionados e não apresentam o chamado “efeito de borda”, muito comum nos espécimes em forma de barra usados no ensaio de resistência à flexão de três pontos (flexão de 3 e 4 pontos). Nas barras, se os cantos da amostra não forem muito bem polidos, as fraturas irão se iniciar sempre a partir das bordas dos espécimes, o que não é desejável no ensaio de resistência. Já para as amostras em forma de disco, nenhum tratamento especial das bordas é necessário, já que no

ensaio biaxial a fratura inicia-se no centro do espécime devido a configuração do ensaio (YILMAZ 2007; SOUZA et al., 2013).

Com relação à DBT foram encontradas na literatura (CHEVALIER et al., 1999; MUÑOZ-TABARES et al., 2011; CATTANI-LORENTE et al., 2011; KEUPER et al., 2014) diferentes técnicas de análise para caracterizar o envelhecimento das zircônias por meio da observação da transformação de fase na superfície ou próximas a ela (KOHORST et al., 2012). No presente estudo, foi utilizado o DRX para quantificar o conteúdo de fase monoclinica e tetragonal das amostras antes e após o envelhecimento (Tabela 3). Quando não é realizado um polimento posterior à sinterização são obtidas superfícies mais rugosas que facilitam a penetração da água favorecendo a transformação de fase por DBT (AMARAL et al., 2013). O fato das amostras não terem sido polidas posteriormente a sinterização pode justificar os altos valores (> 65%) de fase monoclinica encontrados pelo DRX para os grupos Emax ZirCAD e ICE Zirkon (Tabela 3) após o envelhecimento em autoclave e autoclave mais ciclagem.

Além disso, após o envelhecimento foram comprovadas pela análise de MFA, valores um pouco maiores de rugosidade média (Tabela 5), o que provavelmente ocorreu devido ao desprendimento de grãos da superfície associado ao aumento de volume de grãos das amostras durante o processo de envelhecimento. O mesmo foi observado nos estudos de Alghazzawi et al. (2012) e Amaral et al. (2013). Adicionalmente, foram verificadas falhas na superfície decorrentes da soltura dos grãos, como relatado, por meio das análises das imagens de MEV das amostras envelhecidas (Figura 20 e 21). Já para as amostras dos grupos controles e cicladas, a análise de MEV revelou a presença de ranhuras (Figura 16 e 18) associadas ao arrancamento de grãos devido à etapa de lixamento realizada para obtenção de uma superfície lisa e uniforme das amostras previamente a sinterização.

Com relação aos resultados obtidos neste estudo (Tabela 7), os valores de resistência à flexão das amostras cicladas Emax ZirCAD e ICE Zirkon foram estatisticamente semelhantes aos encontrados para os seus respectivos grupos controle. Uma possível justificativa para esses valores pode ser o protocolo de dois milhões de ciclos e carga de 200 N terem sido insuficientes para alterar as porcentagens de fases monoclinicas nas amostras cicladas. No estudo de Yilmaz et al., 2007 os autores concluíram que a ciclagem mecânica com carga de 25% da resistência do material não foi suficiente para afetar a sua resistência mecânica. O

mesmo foi observado para o presente estudo, no qual a carga de 200 N utilizada correspondeu a aproximadamente 25% dos valores obtidos de fratura dos materiais analisados (aproximadamente 800 N). Adicionalmente, as profundidades de transformação de fase (entre 0,12 e 0,17 μm - Tabela 4) obtidas para os grupos Emax ZirCAD e ICE Zirkon controle e ciclados indicaram que a transformação de fase, iniciada na superfície das amostras não evoluiu em profundidade suficiente para alterar a resistência das amostras cicladas. Segundo a literatura (BORCHES et al., 2010; KOHORST et al., 2012; AMARAL et al., 2013) a profundidade mínima de transformação requerida para diminuir a resistência das cerâmicas é de 11 a 14 μm .

Corroborando com este achado, Borches et al. (2010) mostrou que a ciclagem mecânica, mesmo com ciclos superiores aos empregados neste estudo (10^6 e 5×10^6 ciclos, carga de 100 N) não alteraram os valores de resistência das amostras estudadas, visto que a profundidade encontrada após a teste foi menor que 11 μm . Kohorst et al. (2007) embora tenham utilizado valor de carga diferente (100 N) desta pesquisa, verificaram que não houve alteração nos valores de resistência à flexão, concordando com os resultados deste estudo.

Analisando-se a tabela 7, pode-se notar que as amostras dos grupos autoclave Emax ZirCAD e ICE Zirkon apresentaram valores de resistência à flexão estatisticamente superiores aos seus respectivos grupos controle e ciclado. Em relação aos resultados de transformação de fase (FM) (Tabela-3) e profundidade de transformação (PZT) (Tabela 4), pode-se verificar que os grupos Emax ZirCAD e ICE Zirkon autoclavados obtiveram, respectivamente, 70,55% e 65,51% de FM e 6,18 μm e 5,38 μm de PZT. Estes achados estão de acordo com os estudos de Kim et al. (2009) e Amaral et al. (2013), os quais afirmaram que o aumento de transformação de fase provoca a diminuição do estresse residual, assim como o aumento de volume por meio da transformação de fase inibe a propagação da trinca. Salienta-se ainda que este aumento de volume pode ter levado ao acúmulo de estresses compressivos após a DBT, que possivelmente compensaram os estresses de tração provocados pelo ensaio mecânico.

Em oposição, Flinn et al. (2012) concluíram que o envelhecimento em autoclave (134°C; 2 bar; 200 horas) diminuiu a resistência da zircônia Y-TZP. Tal fato pode ser explicado pelo superior protocolo de tempo adotado, em comparação ao utilizado no presente estudo (24 horas), que resultou em transformação de fase teste em 80% com profundidade de 60 μm . Já Kim e colaboradores (2009)

observaram que 10 horas de envelhecimento em autoclave a 125°C aumentou a resistência à flexão e que quando houve um aumento da temperatura para 150°C até 225°C houve uma diminuição da resistência. Encontraram ainda que a fase monoclinica foi de 75% acima de 175°C. Pode-se notar que houve uma diferença destes resultados em temperaturas mais elevadas (150 e 225°C) em relação aos obtidos neste estudo. O que pode ser justificado pelas altas temperaturas usadas por estes autores.

No presente estudo, os valores de resistência à flexão encontrados para os grupos autoclave mais ciclagem foram de 867,26 MPa para Emax ZirCAD e 865,51 MPa para ICE Zirkon. O comportamento dos grupos autoclave mais ciclagem Emax ZirCAD e ICE Zirkon foram estatisticamente semelhantes aos seus respectivos grupos que somente foram envelhecidos em autoclave (Tabela 7). A associação da ciclagem mecânica não foi suficiente para alterar os valores de FM e de PTZ. Porém, os valores de resistência à flexão, quando comparados aos seus respectivos grupos controles e ciclados, foram estatisticamente maiores (Tabela 7). Fato semelhante foi observado no estudo de Borches et al. (2010), onde foram realizados: ciclagem mecânica de um milhão e de cinco milhões de ciclos, termociclagem (um milhão; 5-55°C, armazenamento em água por 200 dias, (36°C), autoclave (134°C/ 3 bars/ 8 h) e a combinação destes. Verificaram que não houve redução dos valores de resistência à flexão dos discos de zircônia. Isto pode ser explicado pela área transformada, a qual não se estendeu para o interior da microestrutura do material cerâmico. As falhas internas do material não foram suficientemente críticas para afetar a sua resistência mecânica.

Segundo as análises estatísticas, obtidas neste estudo, as duas cerâmicas analisadas exibiram comportamentos estatisticamente semelhantes frente aos tratamentos propostos (Tabela 7). Os valores de resistência à flexão para a cerâmica Emax ZirCAD variaram de 719,706 a 867,26 MPa e de 716,502 a 936,47 MPa para ICE Zirkon, dependendo da condição de tratamento realizado. Embora, esses valores tenham sido menores do que os achados na literatura estudada (PAPANAGIOUTOU et al., 2006; KAWAI et al., 2011), eles se enquadram na resistência mínima à flexão (500 MPa) exigida pela ISO 13356; 2008, a qual é considerada maior do que a força usual exercida na região dos molares durante a mastigação (PITTA YACHAWAN et al., 2007; KIM et al., 2009; ALGHAZZAWI et al., 2012).

Além disso, quando as zircônias apresentam semelhança química e estrutural (como observadas nas análises de EDS) como concentração, distribuição e tipo de óxido estabilizador, tamanho de grãos e ainda são submetidas a protocolos de sinterização com temperaturas e tempos de permanência parecidos é esperado que elas respondam de forma semelhante aos tratamentos propostos pela pesquisa, como o observado neste estudo (BORCHES et al., 2010; PERDIGÃO et al., 2012; SOUZA et al., 2013). No entanto, o estudo de Perdigão e colaboradores (2012) obtiveram resultados diferentes. Tal fato pode ser justificado pelo uso, por parte destes autores, de duas cerâmicas de composição química idênticas e pelo uso de um diferente protocolo de sinterização.

Adicionalmente, de acordo com Chevalier et al. (2004), o comportamento de transformação de fase está diretamente relacionada com a temperatura e o tempo de permanência utilizadas para sinterizar as zircônias Y-TZP. Quando as cerâmicas são sinterizadas em condições superiores a 1450°C/1 hora, é previsto uma maior sensibilidade para a degradação em baixas temperaturas (INOKOSHI et al., 2014). Além disso, essa taxa de transformação pode estar relacionada com o tamanho dos grãos das cerâmicas. Quanto maior a temperatura e tempo, maior o tamanho do grão e conseqüentemente, maior probabilidade de transformação te→mo e menor resistência a DBT (AMARAL et al., 2013), como o observado neste estudo, no qual foram utilizados protocolos de sinterização de 1530°C e 1540°C/ 2 horas para as zircônias Emax ZirCAD e ICE Zirkon, respectivamente.

Em detrimento do protocolo parecido de sinterização das amostras foram obtidos valores de tamanho médio de grãos muito semelhantes entre os grupos controles Emax ZirCAD e ICE Zirkon, de 0,636 µm e 0,613 µm, respectivamente. Este achado também pode ser atribuído para que as duas cerâmicas respondessem de forma semelhante aos tratamentos realizados. No entanto, o maior valor de grão encontrado para o grupo Emax ZirCAD pode justificar a transformação de fase monoclinica um pouco maior após a DBT para as amostras de Emax ZirCAD envelhecidas em autoclave (Tabela 3).

No entanto, quando os tamanhos médios de grãos obtidos foram analisados em conjunto com os resultados de resistência mecânica, não foi possível estabelecer uma relação entre o tamanho de grão e os valores encontrados de resistência à flexão biaxial. O maior tamanho de grão não significou redução na resistência à flexão, assim como o observado no estudo de Hjerppe et al. (2009).

Com aumento da indicação de peças monolíticas devido aos problemas clínicos relacionados ao lascamento de cerâmicas de cobertura das restaurações, têm surgido no mercado novos blocos cerâmicos de Y-TZP que permitem a confecção de restaurações monolíticas com maior translucidez e resistência mecânica satisfatória. Com isso, estudos *in vitro* são necessários para avaliar o comportamento desses novos materiais com relação à degradação em baixas temperaturas.

Além disso, quando se realiza o ajuste oclusal de peças monolíticas após a cimentação ocorre a remoção da camada de *glaze*, o que aumenta a rugosidade da superfície dessas restaurações. Desta maneira um adequado acabamento e polimento após os ajustes devem ser realizados para que as ranhuras sejam minimizadas evitando-se assim, que ocorra a antecipação do processo de degradação em baixas temperaturas comprometendo a longevidade dos trabalhos protéticos. A utilização dos resultados do presente estudo com finalidade de prever o comportamento clínico das cerâmicas testadas deve ser feita com cautela, pois o ambiente bucal apresenta diferenças importantes em relação ao ambiente de ensaio utilizado neste estudo. Sendo assim, pode-se sugerir estudos futuros de envelhecimento em longo prazo utilizando temperaturas de 37°C em um ambiente oral.

Diante do exposto, é de fundamental importância que os profissionais conheçam os materiais cerâmicos à base de zircônia Y-TZP e entendam as suas limitações com relação à degradação que estes sofrem a baixas temperaturas e a transformação de fase que podem gerar a diminuição de resistência mecânica destes materiais. Sabendo disto, poderão utilizar essas cerâmicas Y-TZP de forma correta, proporcionando trabalhos com satisfatória longevidade.

7 CONCLUSÃO

De acordo com os resultados neste estudo foi possível concluir que:

1. A ciclagem mecânica não influenciou os valores de resistência à flexão das duas cerâmicas estudadas;
2. A degradação em baixa temperatura em autoclave aumentou os valores de resistência à flexão das duas cerâmicas estudadas;
3. As cerâmicas Emax ZirCAD e ICE Zirkon apresentaram valores de resistência à flexão semelhantes frente a ciclagem mecânica e a degradação em baixa temperatura em autoclave;
4. A porcentagem de transformação de fase e de profundidade da zona de transformação pela degradação em baixa temperatura por autoclave foi superior à induzida pela ciclagem mecânica;
5. O protocolo de envelhecimento em autoclave aumentou os valores de rugosidade das duas cerâmicas estudadas.

8 REFERÊNCIAS

- ALGHAZZAWI, T.F. Influence of low-temperature environmental exposure on the mechanical properties and structural stability of dental zirconia. *J Prosthodont.* v.21, n.5 p.363-369. Jul. 2012.
- AMARAL, M. et al. Low-temperature degradation of a Y-TZP ceramic after surface. *J Biomed Mater Res Part B.* v.101, n.8, p.1387–1392. Nov. 2013.
- ASHKANANI, H. M. et al. Flexural and shear strengths of ZrO₂ and a high-noble alloy bonded to their corresponding porcelains. *J Prosthet Dent.* v.100, n.4, p.274-284. Oct. 2008.
- BORCHES, L. et al. Influence of hydrothermal and mechanical conditions on the strength of zirconia. *Acta Biomaterialia.* v.6, n.12, p. 4547–4552. Nov. 2010.
- CATTANI-LORENTE, M. et al. Low temperature degradation of a Y-TZP dental ceramic. *Acta Biomaterialia.* v.7, n.2, p. 858-865. Feb. 2011.
- CHEVALIER, J. CALLES, B. DROUIN, J.M. Low temperature aging of Y–TZP ceramics. *J Am Ceram Soc.* v.82, n.8, p. 2150-2154. 1999.
- CHEVALIER, J. et al. Critical effect of cubic phase on aging in 3mol% yttria-stabilized zirconia ceramics for hip replacement prosthesis. *Biomaterials.* v.25, n.24 p.5539-5545. Nov. 2004.
- CHEVALIER, J., GREMILLARD, L., DEVILLE, S. Low-Temperature degradation of zirconia and implications for biomedical implants. *Annu. Rev. Mater. Res.* v.37, p.1-32. Aug. 2007.
- DELLA BONA, A. KELLY, J. R. The clinical success of all-ceramic restorations. *J Am Dent Assoc.* v.139, n.4, p.139:8S-13S. Sep. 2008.
- DEVILLE, S. GREMILLARD, L. CHEVALIER, J. FANTOZZI, G. A critical comparison of methods for the determination of the aging sensitivity in biomedical grade yttria-stabilized zirconia. *J Biomed Mater Res B Apply Biomater.* v.72, n.2, p.239-245. Feb. 2005.
- FLINN, B. D. et al. Accelerated aging characteristics of three yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystalline dental materials. *J Prosthet Dent.* v.108, n.4, p. 223-230. Oct. 2012.
- HJERPP, J. et al. Effect of sintering time on biaxial strength of zirconium dioxide. *Dent Mater.* v.25, n.2, p.166-171. Feb. 2009.
- HMAIDOUCH, R. Surface roughness of zirconia for full-contour crowns after clinically simulated grinding and polishing. *International Journal of Oral Science.* p.1-6. Jul. 2014.

INOKOSHI, M. Influence of sintering conditions on low-temperature degradation of dental zirconia. *Dent Mater.* v. 30, n.6, p.669-678. Jun. 2014.

International organization for standardization. Dental ceramic: amendment 1, ISO 6872. Geneva: ISO 1998.

ITINOCHE, M. K. et al. Avaliação da influência da ciclagem mecânica na resistência à flexão de cerâmicas. *Cienc Odontol Bras.* v.7, n.2, p. 47-54 Abr./Jun. 2004.

KAWAI, S. S. et al. Phase transformation of zirconia ceramics by hydrothermal degradation. *Dental Materials Journal.* v.30, n.3, p.286-292 . May. 2011.

KEUPER, M. BERTHOLD, C. NICKEL, K.G. Long-time aging in 3 mol.% yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystals at human body temperature. *Acta Biomater.* v.10, n.2, p.951-959. Feb. 2014.

KIM, H.T. et al. The effect of low temperature aging on the mechanical property & phase stability of Y-TZP ceramics. *J Adv Prosthodont.* v.1, n.3, p.113-117. Nov. 2009.

KIM, J. W. et al. Concerns of Hydrothermal Degradation in CAD/CAM Zirconia. *Journal of Dental Research.* v. 89, n.1, p.91-95. Jan. 2010.

KIM. H. K. et al. Effect of polishing and glazing on the color and spectral distribution of monolithic zirconia. *J Adv Prosthodont.* v.5, n.3, p.296-304. Aug. 2013.

KOHORST, P. et al. Load-bearing capacity of all-ceramic posterior four-unit fixed partial dentures with different zirconia frameworks. *J Oral Sci.* v.115, n. 2, p.161-166. Apr. 2007.

KOHORST, P. et al. Low-temperature degradation of different zirconia ceramics for dental applications. *Acta Biomaterialia.* v.8, n.3, p.1213-1220. Mar. 2012.

KOSMAC, T., WAGNER, R., CLAUSSEN, N. Determination of transformation depths in ceramics containing tetragonal ZrO₂. *J Am Ceram Soc.* v. 64, n.4, p.c72-c73. Apr. 1981.

LIMA, J. M. C. et al. Effects of thickness, processing technique, and cooling rate protocol on the flexural strength of a bilayer ceramic system. *Dental Materials.* v.29, n.10, p.1063-1072. Oct. 2013.

LIN, W. S. et al. The Effect of Core Material, Veneering Porcelain, and Fabrication Technique on the Biaxial Flexural Strength and Weibull Analysis of Selected Dental Ceramics. *Journal of Prosthodontics.* v.21, n. 5, p. 353–362. Jul. 2012.

MIYASHITA, E., PELLIZER, E. P., KIMPORA, E. T. Reabilitação oral contemporânea baseada em evidências científicas. 1ª edição. Nova Odessa Brasil. Editora Napoleão. p.273-311. 2014.

MUÑOZ-TABARES, J. A. Pique, E. J., Anglada, M. Subsurface evaluation of hydrothermal degradation of zircônia. *Acta Materialia*. v.59, n. 2, p.473-484. Jan. 2011.

PAPANAGIOTOU, H. P. et al. In vitro evaluation of low-temperature aging effects and finishing procedures on the flexural strength and structural stability of Y-TZP dental ceramics. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. v. 96, n.3, p.154-164. Sep. 2006.

PERDIGÃO, J. et al. Degradation of dental ZrO₂-based materials after hydrothermal fatigue. Part I: XRD, XRF, and FESEM analyses. *Dental Materials Journal*. v.31, n.2, p. 256-265. Mar. 2012.

PITTAYACHAWAN, P. et al. Flexural strength, fatigue life, and stress-induced phase transformation study of Y-TZP dental ceramic. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater*. v.88B, n.2, p.366–377. Feb. 2009.

SAILER, I. et al. Five-Year Clinical Results of Zirconia Frameworks for Posterior Fixed Partial Dentures. *Int J Prosthodont*. v.20, n.4, p.383-388. Jul-Aug. 2007.

RAIGRODSKI, A. J. et al. The efficacy of posterior three-unit zirconium-oxide-based ceramic fixed partial dental prostheses: a prospective clinical pilot study. *J Prosthet Dent*. v.96, n.4, p.237- 244. Oct. 2006.

SCHERRER, S. S. et al. Fatigue behavior in water of Y-TZP zirconia ceramics after abrasion with 30 µm silica-coated alumina particles. *Dent Mater*. v.27, n.2, p.28-42. Feb. 2011.

SOUZA, R. O. A, et al. Air-particle abrasion on zircônia ceramic using different protocols: Effects on biaxial flexural strength after cyclic loading, phase transformation and surface topography. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. v.26, p.155-163. Oct. 2013.

SOUZA, R. O. A, et al. Air-particle abrasion on zircônia ceramic using different protocols: Effects on biaxial flexural strength after cyclic loading, phase transformation and surface topography. *J Mech Behav Biomed Mater*. v.26, p:155-63, Oct. 2013.

TORAYA, H., YOSHIMURA, M., SOMIYA, S. Calibration curve for quantitative analysis of the monoclinic-tetragonal ZrO₂ system by x-ray diffraction. *J Amer Ceram Soc*. v. 67, n. 6, p. c119-c121. Jun. 1984.

TSALOUCHOU, E. et al. Fatigue and fracture properties of yttria partially stabilized zirconia crown systems. *Dent Mater*. v.24, n. 3, p. 308-318. 2008.

YILMAZ, H. AYDIN. C, GUL, B. E. Flexural strength and fracture toughness of dental core ceramics. *J Prosthet Dent*. v.98, n.2, p.120-128. Aug. 2007.

YILMAZ, H. Effect of fatigue on biaxial flexural strength of bilayered porcelain/zirconia (Y-TZP) dental ceramics. *Dental Materials*. v.27, n.8, p.786-795. Aug. 2011.

Ficha catalográfica elaborada através do Programa de geração automática da Biblioteca Universitária da UFJF, com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

Appes Mota , Yasmine .
Influência do envelhecimento hidrotérmico e da fadiga mecânica na resistência à flexão em cerâmicas de zircônia YTZ-P / Yasmine Appes Mota . -- 2014.
82 f. : il.

Orientadora: Fabíola Pessoa Pereira Leite
Coorientador: Rodrigo Othávio de Assunção e Souza
Dissertação (mestrado acadêmico) - Universidade Federal de Juiz de Fora, Faculdade de Odontologia. Programa de Pós-Graduação em Clínica Odontológica, 2014.

1. Envelhecimento. 2. Resistência à flexão biaxial. 3. .
Zircônia Y-TZP. I. Pessoa Pereira Leite , Fabíola , orient. II.
de Assunção e Souza, Rodrigo Othávio, coorient. III. Título.

UNIVERSIDADE FEDERAL DE JUIZ DE FORA
CENTRO INTEGRADO DE SAÚDE- FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PPG – MESTRADO EM CLÍNICA ODONTOLÓGICA

Yasmine Appes Mota

**INFLUÊNCIA DO ENVELHECIMENTO HIDROTÉRMICO E DA FADIGA
MECÂNICA NA RESITÊNCIA À FLEXÃO EM CERÂMICAS DE
ZIRCÔNIA YTZ-P**

Juiz de Fora

2014

LOMBADA**2014****PPGCO****YASMINE APPES MOTA****UFJF**