



**UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA**  
**“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”**  
Campus de São José dos Campos  
Instituto de Ciência e Tecnologia

**EVELYN BARBOSA CARMONA MONTEIRO**

**CONFIABILIDADE DE COROAS COM INFRAESTRUTURA  
EM ZIRCÔNIA SOB FADIGA DESLIZANTE: efeito do tipo de  
tratamento interno para cimentação.**

2014

**EVELYN BARBOSA CARMONA MONTEIRO**

**CONFIABILIDADE DE COROAS COM INFRAESTRUTURA EM  
ZIRCÔNIA SOB FADIGA DESLIZANTE: efeito do tipo de tratamento  
interno para cimentação.**

Dissertação apresentada ao curso de Odontologia do Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP–Universidade Estadual Paulista, Campus de São José dos Campos, como parte dos requisitos para a obtenção do título de MESTRE, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Especialidade de Prótese dentária.

Orientadora: Prof. Dra. Renata Marques de Melo Marinho

São José dos Campos

2014

## **Banca Examinadora**

**Profa. Dra. Renata Marques de Melo Marinho** (Orientador)

Instituto de Ciência e Tecnologia  
UNESP–Universidade Estadual Paulista  
Campus de São José dos Campos

**Prof. Dr. Marco Antonio Bottino**

Instituto de Ciência e Tecnologia  
UNESP–Universidade Estadual Paulista  
Campus de São José dos Campos

**Prof. Dr. Paulo Francisco César**

Universidade de São Paulo  
USP–Faculdade de Odontologia  
Campus de São Paulo

São José dos Campos, 28 de novembro de 2014

## DEDICATÓRIA

A minha mãe **Antonia Conceição Barbosa** que sempre esteve ao meu lado me apoiando e me ajudando no que fosse preciso, nunca hesitando em nada que envolvesse a palavra conhecimento. Não há palavras pra agradecer esse carinho.

Ao meu pai **Cid Monteiro** que não deixou de acreditar que esse momento seria muito importante para a minha carreira, obrigada.

Ao meu irmão **Felipe Barbosa Carmona Monteiro** por ser a melhor pessoa e o melhor irmão do que eu poderia ter.

Ao meu noivo **André da Silva da Dall'Acqua** que compartilhou cada segundo dessa jornada, me ajudando e me acalmando. Certamente sem você, tudo seria mais difícil.

A todos os amigos que conheci, em especial: **Carolina Souza de Almeida, Nathália de Carvalho Ramos, Lígia Tiaki Yamamoto e Gabriela Freitas Ramos** que foram meu ombro amigo pra todas as horas.

As minhas queridas *repsister* **Ana Carolina de Souza, Anna Karina Faria Costa** por terem me recebido tão bem, e me ajudado tanto no início.

Aos meus queridos sogrinhos **Maria Lazara da Silva Dall'Acqua e Flavio Dall'Acqua** por todo carinho e dedicação que me receberam como uma filha.

As minhas queridas amigas **Vivian Machado e Erica Pinheiro** pela amizade e eterno carinho. Vocês são duas irmãzinhas que eu vou levar pra sempre, muito obrigada por tudo.

## **AGRADECIMENTOS**

À Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, na pessoa do diretor do Instituto de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos, Professor Assistente Doutor CARLOS AUGUSTO PAVANELLI e do vice-diretor Professor Titular ESTEVÃO TOMOMITSU KIMPARA.

Ao Programa de Pós-graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, na pessoa da coordenadora Profa. Titular MARCIA CARNEIRO VALERA GARAKIS

Aos docentes do Programa de Pós-graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA.

À Profa. Pesquisadora Renata Marques de Melo Marinho, pela dedicação, pela amizade e pela paciência sempre.

Ao Prof. Dr. Marco Antonio Bottino, pelo convívio fraterno, pela amizade e pelos aprendizados adquiridos.

Ao Prof. Dr. Paulo Francisco César, pela simpatia e simplicidade, sempre muito solícito.

À CAPES pela concessão de bolsa.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do estado de São Paulo (FAPESP) pela concessão do Auxílio à Pesquisa que possibilitou a aquisição dos materiais necessários para a realização deste trabalho.

## SUMÁRIO

<b>RESUMO</b> .....	12
<b>ABSTRACT</b> .....	13
<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	14
<b>2 REVISÃO DE LITERATURA</b> .....	19
<b>2.1 Histórico da zircônia como biomaterial</b> .....	19
<b>2.2 Condicionamento de superfície da zircônia para cimentação adesiva</b> .....	21
<b>2.3 Fadiga</b> .....	27
2.3.1 Fadiga Axial.....	28
2.3.2 Fadiga Deslizante.....	31
<b>3 PROPOSIÇÃO</b> .....	37
<b>4 MATERIAL E MÉTODOS</b> .....	38
<b>5 RESULTADOS</b> .....	50
<b>5.1 Fadiga</b> .....	50
<b>5.2 Análise de Weibull</b> .....	51
<b>5.3 Fractografia</b> .....	53
5.3.1 Grupo Silicatização.....	53
5.3.2 Grupo <i>Primer MDP</i> .....	55
5.3.3 Grupo <i>Glaze</i> .....	56
<b>6 DISCUSSÃO</b> .....	58
<b>7 CONCLUSÃO</b> .....	64
<b>8 REFERÊNCIAS</b> .....	65
<b>ANEXOS</b> .....	72

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 -	Randomização dos dentes.....	38
Figura 2 -	A) Demarcação do dente para inclusão; B) Poliuretano.....	39
Figura 3 -	Inclusão do dente por meio do dispositivo no poliuretano.....	39
Figura 4 -	A) Dente posicionado no microscópio óptico adaptado; B) Preparo para coroa total finalizado .....	40
Figura 5 -	A) Moldagem de dupla mistura do preparo dental; B) Troquel recortado em Gesso especial tipo IV .....	40
Figura 6 -	A) Troquel <i>scaneado</i> ; B) Desenho do <i>coping</i> ; C) <i>Coping</i> posicionado no bloco .....	41
Figura 7 -	A) Vista oclusal do troquel no modelo de trabalho; B) Vista lateral do troquel no modelo de trabalho com o antagonista; C) Moldes de silicone de adição para aplicação da cerâmica de revestimento.....	42
Figura 8 -	A) Inserção da porção vestibular com um pincel fino; B) Inserção da porção oclusal; C) Inserção da porção lingual.....	43

Figura 9 -	A) Forno Vita Vacumat 6000 MP; B) Colocação da <i>Coping</i> aplicado para segunda queima de porcelana; C) Coroa posicionada no modelo padrão.	43
Figura 10 -	A) Pontas utilizadas para o acabamento da coroa; B) Acabamento da coroa; C) Aplicação do glaze.....	43
Figura 11 -	Aplicação do líquido evidenciador de trinca <i>Metal Chek</i> .....	44
Figura 12 -	A) Dispositivo e jateador; B) Posicionamento da coroa 10 mm distante da ponta jateadora; C) Jateamento da coroa; D) <i>Clearfil Ceramic Primer</i> ; E) Aplicação do <i>primer</i> na superfície interna da coroa...	45
Figura 13 -	Simulador de ciclos mastigatórios.....	47
Figura 14 -	Posicionamento da amostra no simulador de ciclos mastigatórios.....	48
Figura 15 -	Imagem representativa do modo de falha (trinca) de uma coroa após o teste de fadiga deslizante.(A) A seta indica o sentido do movimento deslizante de vestibular para lingual. (B) Extensão da zona de dano causa pela ponta aplicadora de carga.....	50
Figura 16 -	O gráfico de confiabilidade <i>versus</i> tempo com um intervalo de confiança bilateral de 95 %.....	52
Figura 17 -	O gráfico de contorno dos grupos Silicatização, <i>Primer</i> e Vitrificação.....	53



- Figura 18 - Imagem representativa do modo de falha (lascamento) de uma coroa que recebeu o tratamento interno com jateamento com óxido de alumínio revestido por sílica 30  $\mu\text{m}$ . A imagem mostra a área de dano causada pelo deslizamento do pistão e nota-se que o início da fratura ocorreu no começo do deslizamento. (seta)..... 54
- Figura 19 - Imagem aproximada da coroa na região de dano da ponta aplicadora de carga e *arrest lines* (setas) confirmam o início da falha pelo deslizamento do pistão sobre a coroa..... 55
- Figura 20 - Imagem representativa do modo de falha (lascamento) de uma coroa que recebeu o tratamento interno com *primer* MDP. A imagem mostra a área de dano também causada pelo deslizamento do pistão, porém nota-se que a falha ocorreu no final do deslizamento do pistão. (seta)..... 55
- Figura 21 - Na imagem aproximada da coroa, a presença do *cone crack* próximo da região de contato na ponta aplicadora de carga mostra que a origem da fratura foi no final do deslizamento do pistão..... 56
- Figura 22 - Imagem representativa do modo de falha (lascamento) de uma coroa que recebeu o tratamento interno com *glaze*..... 57

Figura 23 - Imagem aproximada da área onde de encontram *wake hackles* (setas vermelhas) direcionando o início da falha e *arrest lines* (seta branca) na subsuperfície..... 57

## LISTA DE QUADROS E TABELAS

Quadro 1 - Ciclo de queima da cerâmica VM9 de acordo com o fabricante, Vita Zahnfabrik. ( <b>Predr.</b> °C-Temperatura inicial; → <b>min</b> : tempo de pré-secagem em min; ↗ <b>min</b> : tempo de aquecimento,↗°C/min: elevação da temperatura em °C/min; <b>Approx. temp</b> °C: temperatura final; →°C: tempo de espera na temperatura final, → <b>min</b> : tempo de resfriamento longo, <b>VAC. min</b> : tempo de vácuo).....	44
Quadro 2 - Grupos de estudo (n = 20), com as características do preparo, o tipo de tratamento de superfície, e o cimento utilizado.....	46
Tabela 1 - Número de espécimes que falharam e os tipos de falha de cada grupo (n = 20).....	50
Tabela 2 - Número de espécimes que falharam em um número de ciclos.....	51
Tabela 3 - Valores de $\beta$ (beta) e $\eta$ (eta) em cada grupo.....	51
Tabela 4 - Probabilidade e taxa de falha das coroa sem 10 anos de acordo como grupo experimental.....	51

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

mm	= milímetro
µm	= micrometro
min	= minuto
N	= Newton (unidade de medida de força)
Hz	= Hertz (unidade de medida de frequência)
MDP	= monômeros ácidos fosfatados
β	= Beta
η	= Eta
Y-TZP	= Cerâmica zircônia parcialmente estabilizada por óxido de ítrio
Ø	= diametro
C	= Celsius (unidade de temperatura)
mL	= mililitro
s	= segundos
g	= gramas (unidade de medida de massa)

Monteiro EBC. Confiabilidade de coroas com infraestrutura em zircônia sob fadiga deslizante: efeito do tipo de tratamento interno para cimentação. São José dos Campos (SP): Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP-Universidade Estadual Paulista; 2014.

## RESUMO

O estudo avaliou a vida em fadiga de coroas cerâmicas com infraestrutura em zircônia (Vita In-Ceram® YZ) recobertas com cerâmica feldspática (Vita VM9). Foram utilizados 60 molares hígidos, preparados para coroa total e distribuídos em 3 grupos de acordo com o tratamento de superfície: *primer* (MDP); silicatização (Jateamento de óxido de alumínio 30 µm revestida por sílica + silano); vitrificação (*glaze* + ácido fluorídrico 10% + silano). A porcelana foi aplicada sobre os *copings* de zircônia seguindo a anatomia do primeiro molar superior. As coroas foram tratadas internamente, cimentadas com RelyX ARC e cicladas em máquina de fadiga deslizante (BIOPDI Sliding) na vertente interna da cúspide méso vestibular. Para fadiga foi utilizada carga de 200 N, a 3 Hz de frequência e um pistão 3,18 mm de diâmetro, até falharem ou até completarem  $2 \times 10^6$  ciclos. A cada 500.000 ciclos os espécimes foram inspecionados para verificar a presença de falhas, em estereomicroscópio. Para a determinação da confiabilidade foi feita a análise de *Weibull*, comum intervalo de confiança bilateral de 95%. As falhas predominantes foram trincas ocorrendo também falhas por lascamento e delaminação. Os parâmetros de *Weibull* (*beta* e *eta*) para os grupos *primer*, silicatização e vitrificação foram respectivamente: 1,51 e  $1,6 \cdot 10^6$  ciclos; 1,50 e  $0,739 \cdot 10^6$  ciclos; 1,53 e  $0,882 \cdot 10^6$  ciclos. A confiabilidade de todas as coroas diminuiu com o tempo, mas as coroas que receberam o tratamento interno com um *primer* MDP apresentaram as taxas de sobrevivência mais elevadas. Significado Clínico: O uso de um *primer* MDP antes da cimentação de uma coroa com infraestrutura em zircônia pode aumentar a sua tolerância aos danos.

Palavras-chave: cerâmica, Porcelana Dentária, fadiga, Confiabilidade

Monteiro EBC. Reliability of veneer-zirconia crowns under sliding fatigue: Surface treatment effect of cementation. São José dos Campos(SP):Institute of Science and Technology, UNESP-Universidade Estadual Paulista; 2014.

## ABSTRACT

The aim of the present study was to evaluate the fatigue life of zirconia crowns veneered with feldspathic porcelain. Sixty first molars were selected, prepared for full crown and divided into 3 groups according to surface treatment: primer (MDP); tribochemical silica coating (Rocatec Soft + silane); glaze (Vita Akzent + Hydrofluoric acid 10 % + silane). The veneering porcelain was applied respecting the anatomy of upper first molar. The zirconia inner surface was treated according to the group, cemented using resin cement. The specimens were cycled in sliding fatigue machine (200N, 3Hz), using a piston of 3.18 mm diameter, on the inner side of the mesial buccal cusp, until specimens fail or up to  $2 \times 10^6$  cycles. Every 500,000 cycles, the specimens were evaluated for the presence of flaws in stereomicroscope (10 ×). To determine the probability of survival (reliability), Weibull analysis was performed, considering a two-sided confidence interval of 95 %. The predominant type of failure was cracking and chipping of the feldspathic porcelain followed by delamination. Weibull parameters (beta and eta) for primer, silica coating and glaze groups were respectively 1,51 and  $1,6 \cdot 10^6$  cycles; 1,50 and  $0,739 \cdot 10^6$  cycles; 1,53 and  $0,882 \cdot 10^6$  cycles. The reliability of all crowns decreased with time, but the crowns cemented with an MDP primer presented higher survival rates. Clinical Significance: The use on an MDP primer before cementation of a veneered zirconia crown can increase its tolerance to damage.

Keywords: Ceramics, Dental Porcelain, fatigue, Reproducibility of Results

## 1 INTRODUÇÃO

A utilização das cerâmicas odontológicas teve um crescimento significativo na prática clínica. Isso ocorreu devido às suas boas propriedades mecânicas, ópticas, estabilidade química, biocompatibilidade e alta resistência a fratura (900 MPa) (Deng et al., 2002).

Dentre os diversos tipos de cerâmicas, tem-se as cerâmicas à base de zircônia parcialmente estabilizada por óxido de ítrio (Y-TZP) que são um material multifase. Quando solicitada mecanicamente a concentração de tensões fazem com que a zircônia tetragonal se transforme em monoclinica havendo um aumento de volume de 3 a 5% no local da solicitação. Esse aumento de volume cria tensões compressivas que previnem a propagação de uma trinca (Garvie e Nicholson, 1972). Assim, também, aumenta sua confiabilidade e a torna um dos materiais mais seguros para infraestrutura de restaurações *metalfree*, fabricadas e fresadas nas dimensões desejadas com a tecnologia de processamento CAD/CAM. (Silva et al., 2011; Kosmac et al., 2000; Kelly et al., 2008).

Depois do seu processamento, a infraestrutura é revestida com porcelana que, por sua vez é mais estética devido à maior porcentagem de fase vítrea. Porém, este material apresenta resistência à fratura bem inferior a da zircônia. (Deng et al., 2002, Kitayama et al., 2010, Xie et al., 2011, Piasek et al., 2009). Além disso, as tensões residuais resultantes de coeficientes térmicos diferentes entre porcelana e zircônia, aliadas às forças de mastigação, apertamento e umidade do meio podem resultar em fratura da porcelana. Essa baixa resistência à

fratura provoca falhas típicas (trincas, lascamento, delaminação) das cerâmicas de revestimento. (Rosentritt et al.,2009,Rekow et al., 2011).

As coroas e próteses parciais fixas de zircônia podem ser cimentadas utilizando-se os métodos convencionais: cimento de fosfato de zinco e cimentos ionoméricos (Piwowarczyk et al., 2005). No entanto a ligação da resina, entre um substrato dental e a restauração, promovem uma melhora na retenção, adaptação marginal e a inibição de cáries secundárias (Kramer et al .; 2000; Luthy et al.; 2006, Piwowarczyk A, et al.; 2005, Yoshida et al; 2006).

Uma das principais limitações quanto à utilização de zircônia é a dificuldade de se aderi-la a resina, pois nem o condicionamento com ácido fluorídrico, nem os resultados de silanização, propiciam ligações adequadas, devido ao elevado conteúdo cristalino dessa cerâmica (Pape et al., 1991, Kern e Wegner, 1998; Atsu et al., 2006; Amaral et al., 2006).

Assim, busca por procedimentos que visem a aumentar a união entre a zircônia e o cimento tem estimulado o surgimento de novos estudos (Kern e Wegner,1998; Oyagüe et al., 2009; Aboushelib et al., 2008; Casucci et al., 2010; Piascik et al., 2009; Attia et al., 2011, Tsukakoshi et al., 2008Valandro et al.,2006 ;Kitayama et al., 2010;Magne et al.,2010; Chai et al., 2011; Keul et al., 2013; Valentino et al., 2012; Everson et al., 2012; Liu et al.,2014).Dentre os métodos de tratamentos sugeridos na literatura podemos citar a silicatização que seria a abrasão com deposição de partículas revestidas por sílica na superfície cerâmica antes da cimentação a fim de alcançar uma força de união elevada. Os resultados da incorporação da sílica na superfície da cerâmica sob pressão de jato torna a superfície quimicamente mais reativa para a resina através do acoplamento de silanos, um monômero composto de radicais orgânicos reativos e grupos monovalentes hidrolisáveis. A molécula de silano entra em contato com a sílica que propicia uma união química entre a fase inorgânica da cerâmica e a fase orgânica do agente



de união aplicado sobre a superfície cerâmica por meio de uniões siloxanas (Kern e Wegner, 1998 Valandro et al., 2006; Piascik et al., 2009; Kim et al., 2005, Matinlinna e Lassila, 2011; Matinlinna e Vallittu, 2006).

Um novo método de tratamento de superfície que possibilita o condicionamento ácido e silanização da zircônia é a infiltração com vidro. Neste novo método a superfície de zircônia é revestida com uma fina camada de vidro, como por exemplo, uma fina camada de *glaze* (Valentino et al., 2012; Everson et al., 2012), que propiciaria melhor resistência de união.

Existem estratégias de ligação química que envolvem o uso de monômeros adesivos que estão presentes em alguns agentes de cimentação e *primers* de zircônia / metal (como 10-metacryloyloxydecyl dihydrogenphosphate -MDP, 4-methacryloxyethyl trimellitic anhydride- 4-META, thiophosphoric acid methacrylate - MEPS ou agente de união de zirconato). Estes monômeros ácidos podem reagir com o óxido de zircônio da superfície cerâmica, semelhantemente à reação entre o silano e a sílica da cerâmica (Yoshida et al., 2006, Tsuo et al., 2006, Akgungor et al., 2008, Ozcan et al., 2008, Magne et al., 2010). Como os silanos, os monômeros organofosfatados tem uma parte organofuncional, na maioria das vezes um grupo metacrilato que podem ser co-polimerizados com os monômeros da resina (Matinlinna e Vallittu, 2006).

Clinicamente, fraturas da porcelana de cobertura e descolamento das restaurações com infraestrutura de zircônia são as maiores causas de necessidade de intervenção para manutenção da função do paciente. Assim, muitos estudos tem se focado nos efeitos das tensões térmicas entre a zircônia e a porcelana de revestimento para explicar as fraturas por lascamento e delaminação (Sundhet al., 2005; Kim et al., 2007; Bonfante et al., 2010; Coelho et al., 2009; Zhang et al., 2010; Bonfante et al., 2010), por outro lado, outros estudos têm avaliado os testes de resistência de união depois de vários tratamentos de superfície

para zircônia para os procedimentos de cimentação adesiva (Kitayama et al., 2010; Kim et al., 2005; Matinlinna et al., 2011; Valandro et al., 2006; Matinlinna et al., 2006; Chai et al., 2011; Keul et al., 2013; Valentino et al., 2012; Everson et al., 2012; Liu et al., 2014). Entretanto, nenhum estudo avaliou o efeito protetor da cimentação nas coroas com infraestrutura em zircônia após fadiga em água. Um estudo recente sobre fadiga mostrou que o cimento resinoso protegeu os espécimes de In-Ceram Alumina recobertos com porcelana contra os danos do jateamento (Rungruanganunt e Kelly, 2012). Não temos essa informação com relação a espécimes de zircônia recobertos com porcelana.

Sabe-se que alguns fatores podem causar fraturas nas cerâmicas quando expostas ao meio bucal, como por exemplo: defeito estrutural, desenho do preparo e espessura inadequada do material, forças de impacto e tensões repetitivas geradas durante o ciclo mastigatório que resultam na fadiga do material (Smyd, 1961). A fadiga é um fator de grande importância quanto à avaliação do comportamento mecânico dos materiais cerâmicos. Para Fissore et al. (1991), os estudos de fadiga sobre os materiais são mais informativos que os ensaios de impacto. Na cavidade bucal, as forças aplicadas sobre os materiais assemelham-se a ciclagem mecânica, que pode ser simulada por uma máquina de ciclos mastigatórios, que tende a se aproximar das condições fisiológicas de um paciente (Itinoche, 2004; Coelho et al., 2009).

Estudos de fadiga com coroas totalmente cerâmicas ou apenas em espécimes cerâmicos em multicamadas revelam que o tipo de dano mais comum e que leva à fratura são as trincas radiais provenientes da superfície de cimentação da infraestrutura (Deng et al., 2002; Rekow et al., 2011). Para as zircônias é possível que, por sua alta tenacidade, a ocorrência de trincas subsuperficiais que levam à fratura a partir da superfície de cimentação seja improvável. Porém, não se sabe até que ponto os tratamentos de superfície que abrasionam essa cerâmica podem fragilizá-la e incorrer em fraturas. Também não é conhecido o efeito do

tipo de cimentação (adesiva ou tradicional) sobre o comportamento dessas restaurações sob fadiga (Tsalouchou et al., 2008; Sundh et al., 2005). Finalmente, para simular condições orais, a análise de diferentes interfaces cimento-cerâmica devem considerar qualquer processo de envelhecimento, já que este fator pode contribuir para a degradação das ligações da resina na cerâmica com o tempo (Kern et al., 1998; Toledano et al., 2007, Kelly et al., 1990). Sendo assim, o presente estudo buscou responder a estas perguntas, tão importantes para a predição da longevidade das coroas com infraestrutura em zircônia.

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 Histórico da zircônia como biomaterial

O nome do metal, zircônio, vem do árabe Zargon (na cor dourada), que por sua vez vem de duas palavras persas Zar (ouro) e Gun (Cor). A zircônia, o dióxido de zircônio ( $ZrO_2$ ), foi identificado como tal em 1789 pelo químico alemão Martin Heinrich Klaproth no produto da reação obtido após o aquecimento de algumas pedras preciosas, e foi usado por um longo tempo misturado com óxidos como pigmento para cerâmica.

Este material foi inicialmente estudado por Garvie et al. (1975) , onde foi documentado como um material polimórfico, que podeexibir mais do que uma estrutura cristalina dependendo das condições de temperatura e de pressão. Transformações polimórficas são seguidas por alterações na densidade e outras propriedades físicas do material. A zircônia pura é monoclínica à temperatura ambiente. Esta fase é estável até 1170 °C. Sob altas temperaturas, ela irá transformar em uma fase tetragonal, e depois em uma fase cúbica em 2370 ° C. Além dessas características, apresenta boa estabilidade química e dimensional, resistência mecânica e tenacidade, acoplado a um módulo de Young na mesma ordem de grandeza de ligas de aço inoxidável, desta forma surgiu a origem do interesse pela utilização do dióxido de zircônio como um biomaterial cerâmico. Em meados dos anos 80, a zircônia teve aplicações médicas sendo utilizada como substituição para próteses de quadril (Cristhel, 1989).

A zircônia pura apresenta essas transformações de fase acompanhada por uma expansão volumétrica. Quando ocorre o

resfriamento da cerâmica, a partir das altas temperaturas de sinterização, torna-se um material instável. No entanto, a adição de 3-6% em peso de óxidos de ítrio ( $Y_2O_3$ ) estabiliza parcialmente a zircônia em fase tetragonal, o que gera uma cerâmica mais estável e com propriedades otimizadas de tenacidade a fratura e resistência à fratura (Garvie e Nicholson, 1972).

Dentre diversos estudos da zircônia na odontologia Deng et al. (2002) estudaram diferentes materiais cerâmicos avaliados através de ensaio mecânico. Para o ensaio foi utilizado um indentador esférico aplicado sobre bicamadas planas de cerâmicas odontológicas unidas a um substrato de policarbonato. Foram obtidos dados de módulo de elasticidade, resistência, dureza e tenacidade à fratura. Concluiu-se que os materiais cerâmicos que tiveram o menor desempenho foi o grupo de porcelanas estéticas (Mark II, Empress) com infraestrutura de cerâmicas aluminizadas infiltradas por vidro (Vita alumina e zircônia) seguido por cerâmica vítrea reforçada (Empress II) e o melhor comportamento foi da cerâmica zircônia totalmente densa (Y-TZP).

Vários trabalhos têm sido investigados a respeito das propriedades da cerâmica zircônia na odontologia. Guazzato et al. (2004) investigaram as propriedades de força, tenacidade à fratura e microestrutura de materiais cerâmicos: DC Zirkon, zircônia experimental parcialmente estabilizada por óxido de ítrio e In-Ceram Zirconia, cerâmica à base de alumina infiltrada por vidro reforçada por zircônia. Os espécimes foram submetidos ao teste de flexão de três pontos. Também foi estudada a transformação de fases por meio de difração de raios-X. E como resultados de valores de força e tenacidade à fratura a zircônia parcialmente estabilizada por óxido de ítrio apresentou um melhor comportamento desta cerâmica.

Yilmaz et al. (2007) avaliaram e compararam as propriedades mecânicas de seis materiais cerâmicos comumente utilizados na confecção de infraestruturas em odontologia (Finesse,

Cergo, IPS Empress, In-Ceram Alumina, In-Ceram Zirconia e Cercon Zirconia) com testes de resistência à flexão biaxial e tenacidade à fratura. Foram encontradas diferenças significativas nos valores de resistência e tenacidade dos materiais avaliados, sendo os materiais a base de zircônia os que apresentaram o melhor comportamento. E como resultados o material Cercon Zirconia apresentou altos valores de resistência à flexão biaxial e tenacidade à fratura quando comparado às outras cerâmicas estudadas.

## **2.2 Condicionamento de superfície da zircônia para cimentação adesiva**

Para as mais recentes aplicações dentárias de Y-TZP, não existe um protocolo de cimentação que alcance a longevidade esperada para essas restaurações. Isso porque na literatura ainda existe falta de consenso a respeito dos métodos de cimentação da cerâmica à base de zircônia. O ataque com ácido fluorídrico e posterior silanização, que é o método mais preconizado para a união de cimento resinoso e cerâmica a base de sílica, não melhora a resistência de união da resina com cerâmica à base de alumina ou zircônia (Pape et al., 1991). Assim, os métodos mais utilizados para esse fim são o jateamento com partículas de óxido de alumínio com ou sem revestimento de sílica e/ou aplicação de primers à base de monômeros fosfatados.

Inicialmente, Kern e Wegner em 1998 estudaram a resistência à tração entre a resina e a cerâmica Y-TZP utilizando tratamentos de superfície conhecidos para cimentação de cerâmica à base de alumina. Foram utilizados 16 discos de Y-TZP por grupo e foram realizados 7 tipos de tratamento de superfície sendo ainda divididos em 8 subgrupos de acordo com o método de envelhecimento: armazenagem

em água destilada por 3 dias ou 150 dias com termociclagem (37.500 ciclos). Todas as amostras foram jateadas com partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 110  $\mu\text{m}$  previamente à cimentação com um cimento resinoso de cura dual. Os grupos que receberam a aplicação de *primers* com monômeros fosfatados (MDP) tiveram os maiores valores de resistência de união após a termociclagem, já os grupos que receberam o jateamento com óxido de alumínio revestido por sílica (30  $\mu\text{m}$ ) com ou sem aplicação de silano não apresentaram uma resistência de união durável para a cerâmica/cimento resinoso.

Outro estudo foi realizado por Kim et al. (2005) no qual foi avaliada a resistência à tração do cimento resinoso unido a 3 tipos de cerâmica com diversos tratamentos de superfície. Foram utilizados trinta espécimes de dissilicato de lítio (IPS Empress II), cerâmica a base de alumina infiltrada por vidro (In-Ceram Alumina) e cerâmica zircônia (Zi-Ceram). Cerâmica feldspática (Duceram) foi usada como controle. Cada material foi dividido em três grupos ( $n = 10$ ), e três diferentes tratamentos de superfície foram realizados: jateamento com partículas de alumina de 50  $\mu\text{m}$ ; jateamento com partículas de alumina de 50  $\mu\text{m}$  e condicionamento com ácido fluorídrico 4%; ou jateamento com partículas de alumina revestidas por sílica 30  $\mu\text{m}$ . Após o tratamento da superfície da cerâmica, cilindros de resina composta (5 mm de diâmetro x 10 mm de altura) foram fotopolimerizados nos espécimes cerâmicos. Cada amostra foi sujeita a uma carga de tração, a 2 mm / min, até a fratura. Apesar de não ter sido realizado nenhum método de envelhecimento, este estudo diferentemente de Kern e Wegner em 1998 resultou-se que os espécimes de alumina e zircônia tratados com jateamento de partículas de alumina revestida por sílica 30  $\mu\text{m}$  produziram os maiores valores de resistência à tração.

Valandro et al. (2006) apresentaram resultados semelhantes no qual avaliaram o efeito de dois métodos de condicionamento de superfície sobre a resistência a microtração de um

cimento resinoso unido a três cerâmicas de alta resistência: à base de alumina (In-Ceram Alumina, Procera AllCeram) e cerâmica à base de alumina reforçada com zircônia (In-Ceram Zirconia). Foram utilizados 10 blocos de cada material cerâmico condicionados de acordo com o tratamento de superfície: jateamento com partículas de  $Al_2O_3$  de 110  $\mu m$  mais silanização ou jateamento com partículas de  $Al_2O_3$  de 110  $\mu m$  revestidas por sílica 30  $\mu m$   $SiO_x$  (Cojet) mais silanização. Blocos de resina da mesma espessura foram cimentados aos blocos de cerâmica com cimento resinoso (Panavia F). Os espécimes foram armazenados em água destilada a 37 °C por 7 dias. E para todas as cerâmicas testadas, o jateamento com partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica mais silanização apresentaram os melhores resultados de resistência de união comparados ao grupo que recebeu apenas o jateamento com partículas de  $Al_2O_3$  de 110  $\mu m$ .

Em outro trabalho de Mantinlinna et al., 2006 também mostraram que o jateamento da superfície com partículas de alumina revestida por sílica e posterior silanização é eficaz para a cimentação da cerâmica zircônia. Porém, para este trabalho, foram testadas condições de envelhecimento de 6000 termociclos com variações de 5-55 °C a cada 30 s. A termociclagem diminuiu as forças de ligação de forma significativa para a resina de Bis-GMA (ANOVA,  $p < 0,005$ ).

Mais recentemente, Chai et al. (2011) mostraram o efeito do tratamento de superfície, como jateamento de óxido de alumínio revestida por sílica 30 $\mu m$  mais silano, sobre a resistência ao cisalhamento de uma cerâmica à base de alumina infiltrada por vidro reforçada por zircônia (In-Ceram Zirconia) e uma cerâmica à base de zircônia parcialmente estabilizada por óxido de ítrio (YZ Zirconia) cimentada a dentina humana. A resistência de união foi melhorada pelo tratamento de superfície apenas no grupo da cerâmica In Ceram Zirconia.

Então, outros estudos foram realizados com a superfície jateada da zircônia com *primers* para melhorar a resistência de união



dessa cerâmica. Mantinlinna et al. (2011) estudaram o efeito de cinco *primers* experimentais *in vitro* sobre a resistência ao cisalhamento de uma cimento resinoso unido a uma cerâmica zircônia jateada com partículas de alumina revestidas por sílica. Metade dos grupos de amostras testadas foram termocicladas por 6000 ciclos de entre 5 °C e 55 °C, a cada 30 s. A resistência ao cisalhamento foi medida por meio de uma máquina universal de ensaios a 1 mm/min. A silanização com cinco *primers* experimentais produziram significativamente maiores valores de resistência ao cisalhamento.

Outro estudo de Kitayama et al. (2010) avaliaram o efeito de diferentes *primers* e cimentos resinosos na resistência de união de uma cerâmica a base sílica e de zircônia. E concluiu que o uso de *primers* contendo monômero ácido fosfônico ou monômero de éster de fosfato melhora a resistência de união entre o cimento resinoso e a cerâmica zircônia.

Assim como Magne et al. (2010) também encontraram um aumento da resistência de união de diferentes agentes de cimentação à base de resina ao investigarem o efeito do uso de um *primer* experimental, uma mistura de compostos organofosforados e monômeros de ácido carboxílico, sobre a resistência ao cisalhamento da cerâmica zircônia/cimento.

Mais recentemente, Keul et al. (2013) investigaram a resistência ao cisalhamento do uso do *primers* contendo monômeros fosfatados combinado a cimentos resinosos auto adesivos para cimentação de zircônia. Foram utilizados 550 discos de Y-TZP divididos em 3 grupos de acordo com o cimento resinoso utilizado e subsequentemente divididos em subgrupos de acordo com o método de envelhecimento: armazenamento em água (0 - 25 dias) e termociclagem. Como resultados, os grupos em que houve a associação do *primer* com o cimento resinoso auto adesivo apresentaram os maiores valores de resistência de união e sugeriu que o armazenamento em água não

apresentou um efeito negativo e sim positivo sobre a resistência ao cisalhamento. Em contrapartida, os grupos tiveram uma diminuição da resistência após 25 dias de termociclagem.

Outros estudos mostraram métodos alternativos como Piascik et al. (2009) que obtiveram melhor comportamento mecânico ao desenvolver um método prático para modificar quimicamente a superfície de cerâmica de alta resistência (zircônia) a fim de aumentar a resistência de união com silanos e cimentos resinosos por meio de deposição de  $\text{SiCl}_4$  previamente ao tratamento de superfície.

Recentemente, estudos na literatura mostraram novos tratamentos de superfície com objetivo de melhorar os valores de resistência de união da cerâmica zircônia e o substrato em questão, pois o que se sabe é que a união química da zircônia é limitada devido ao seu alto conteúdo cristalino dentro dos núcleos cerâmicos.

Valentino et al. (2012) estudaram um novo tratamento de superfície com uma porcelana de baixa fusão, o *glaze*. Foram utilizados 24 discos de Y-TZP divididos em 8 grupos de acordo com seu tratamento de superfície: jateamento com partículas de óxido de alumínio com 110  $\mu\text{m}$ ; jateamento com partículas de óxido de alumínio com 110  $\mu\text{m}$  e aplicação de um silano; jateamento com partículas de óxido de alumínio com 50  $\mu\text{m}$ ; jateamento com partículas de óxido de alumínio com 50  $\mu\text{m}$  e aplicação do silano; aplicação do *glaze* e condicionamento com ácido fluorídrico; aplicação do *glaze*, condicionamento com ácido fluorídrico e aplicação do silano; aplicação do *glaze* e jateamento com partículas de óxido de alumínio com 50  $\mu\text{m}$ ; aplicação do *glaze* e jateamento com partículas de óxido de alumínio com 50  $\mu\text{m}$  e aplicação do silano. O cimento de cura dual utilizado foi o Enforce (Dentsply, Caulk, Milford, DE, USA) e os espécimes foram submetidos ao teste de microcisalhamento a 0.5 mm/min. Os maiores valores de resistência de união foi para o grupo que utilizou a aplicação de *glaze* com subsequente condicionamento com

ácido fluorídrico. O silano não melhorou a resistência de união dos grupos testados.

Outro estudo, que também apresentou bons resultados, foi o de Everson et al. (2012), onde investigaram a influência da aplicação de uma fina camada de glaze e subsequente condicionamento ácido na resistência ao microcisalhamento entre uma cerâmica parcialmente estabilizada por óxido de ítrio/ cimento resinoso. Foram utilizados 110 discos de YTZP sinterizados e previamente jateados com partículas de 25 µm de partículas de alumina. Esses espécimes foram divididos em 11 grupos (A - K) (n = 10) sendo o grupo A, controle, jateado com partículas de óxido de Al revestidas por sílica 30 µm (Cojet, 3M ESPE). Nos demais grupos, foram testados 5 tipos de glaze, que foram aplicados em fina camada, levados ao forno para queima e subsequentemente condicionados com ácido fluorídrico e aplicação de um silano. Os 2 regimes de armazenamento empregados foram a termociclagem e o armazenamento em água. Os espécimes foram cimentados com o cimento resinoso Relyx Unicem (3M ESPE). Todas as técnicas de glaze testados resultaram em um aumento significativo da resistência de união comparado ao grupo controle.

Recentemente, Liu et al. (2014) apresentaram resultados bem diferentes de Valentino et al. (2012) e Everson et al. (2012) ao compararem os efeitos de quatro tratamentos de superfície na resistência ao cisalhamento da zircônia/ cimento resinoso. Foram utilizados 80 discos de zircônia pré-sinterizados, randomizados e divididos em 5 grupos de acordo com o tratamento de superfície: Grupo C : controle, Sinterizado sem nenhum tratamento; Grupo S: Sinterizado e posteriormente jateado com óxido de Al revestidas por sílica 30 µm; Grupo G: Sinterizado, aplicado glaze e subsequente condicionamento com ácido fluorídrico. Grupo Si: Previamente à sinterização, houve uma aplicação de uma lama de sílica e Grupo Z: antes da sinterização, houve uma aplicação de partículas de zircônia. Para cimentação, foi utilizado um cimento resinoso

autoadesivo RelyX Unicem e armazenados inicialmente em água por 30 dias e posterior envelhecimento em termocicladora por 3000 e 6000 ciclos. O grupo S produziu o maior valor inicial de resistência de união entre zircônia e o cimento resinoso. Porém, após termociclagem, os valores de resistência de união para o grupo S diminuiu significativamente em relação aos outros grupos e o Grupo Z apresentou valores superiores. O grupo G apresentou o maior número de falhas adesivas.

Em outro trabalho, Bottino et al. (2014) avaliaram os efeitos de dois tratamentos de superfície, envelhecimento e dois cimentos resinosos na resistência ao cisalhamento entre dentina e a cerâmica Y-TZP. Oitenta molares foram incluídos em resina acrílica e seccionados 3 mm abaixo do plano oclusal. Foram divididos em oito grupos (n = 10): YTZP tratamento de superfície (Vi: vitrificação + condicionamento ácido fluorídrico + Silanização ou Si: silicatização); cimentação (FP: Panavia ou CC: Clearfil); e armazenamento (com ou sem envelhecimento). Os tratamentos de superfície Y-TZP não afetaram a resistência de união ( $p = 0,762$ , Vi = Si), enquanto o cimento resinoso e o envelhecimento mostraram efeitos significativos.

### **2.3 Fadiga**

Existe grande necessidade de avaliação do potencial adesivo em longo prazo e de métodos de envelhecimento que melhor simulem as condições da cavidade oral. Baran et al. (2001) realizaram uma vasta revisão de literatura sobre fadiga de materiais restauradores. Tratando-se de materiais cerâmicos frágeis, como cerâmicas feldspáticas, os defeitos intrínsecos provenientes do processo de fabricação podem ser de tamanho crítico para o início da propagação de uma falha catastrófica. Isso se relaciona com o processo cumulativo de fadiga cíclica, sendo mais

“realista” quando este incorpora forças compressivas assim, como forças de tração no defeito preexistente.

### 2.3.1 Fadiga Axial

Zhang et al. (2004) demonstraram a presença de falhas críticas quando realizado o teste monotônico ou fadiga cíclica em espécimes com bicamadas de Y-TZP e cerâmica feldspática com superfícies polidas e mecanicamente danificadas simulando o que acontece quando uma infraestrutura é recoberta com uma cerâmica estética. E concluíram que não existe diferença em falhas críticas em nenhum dos tipos de superfície associados aos testes. Porém, os dados para as amostras mecanicamente danificadas e envelhecidas mostram declínios substanciais nos esforços e tempos para falha no carregamento cíclico, indicando um aumento no papel dos processos mecânicos e térmicos inerentes a presença de defeitos.

Diversos estudos avaliando a vida em fadiga foram propostos com diversos propósitos como Sundh et al. (2005) avaliaram o efeito do tratamento térmico e da porcelana de cobertura na resistência a fratura de infraestruturas fabricadas através da sinterização e posteriormente prensadas com isostático aquecido de Y-TZP, por meio de testes de fadiga. Foram confeccionadas próteses parciais fixas de 3 elementos a partir de um modelo mestre de aço inoxidável no qual a distância entre os pilares era de 17,5 mm simulando um segundo molar inferior até o segundo pré molar inferior. Esses modelos foram escaneados no sistema CAD/CAM e assim foram fabricadas infraestruturas de Y-TZP (Denzir, Cad.esthetics) de uma prótese parcial fixa de 3 elementos onde a espessura das paredes axiais foram de 0,5 mm. A resistência à fratura foi determinada em 3 etapas : logo após usinada; após receber um

tratamento térmico similar à aplicação de um revestimento cerâmico e após terem sido recobertas com uma camada de vidro (Eris, Ivoclar , Schaan , Liechtenstein) ou cerâmica feldspática (Vita Veneering Ceramic D, Vita Zahnfabrik, RauterGmbH e Co KG, Bad Sackingen, Alemanha), respectivamente. A superfície interna dos *copings* de Y-TZP foi condicionada com ácido fosfórico a 37% durante 1 min, lavados e cimentados com cimento de fosfato de zinco. Os espécimes foram armazenados em água por 24 horas a 37 ° C antes do teste de fadiga. Esses espécimes foram submetidos a uma carga dinâmica entre 0 e 50 N com uma ponta aplicadora de aço esférica de 6 mm de diâmetro posicionada perpendicularmente à parte central do pântico, imersos em água até completarem 100.000 ciclos. Após o teste, os espécimes foram examinados para detecção de falhas com microscópio óptico com aumento de 25 × e depois a carga foi aplicada a 0,5 mm/min até a falha. Não houve sinais de fraturas ou outros defeitos após o carregamento dinâmico. A carga necessária para fraturar os espécimes logo após a usinagem foi significativamente maior para o tratamento térmico do que para espécimes recobertos com porcelana. Não houve diferença estatística entre revestimento com cerâmica feldspática e o tratamento termico similar ao revestimento. Conclui-se que tanto o tratamento térmico como o revestimento com cerâmica feldspática reduzem a resistência a fratura da zircônia prensada.

Outro estudo de Kim et al. (2007) utilizou bicamadas de porcelana com metal e de porcelana com Y-TZP para estudar a fadiga cíclica. As barras de Y-TZP recobertas com porcelana (LAVA, 3M, St. Paul, MN, USA) foram cimentados a blocos, de um material com módulo de elasticidade semelhante à dentina (Z100, 12 X 12 X 4 mm, 3M/ESPE, St. Paul, MN, USA), com cimento resinoso (RelyX ARC, St. Paul, MN, USA). Após a cimentação foram armazenados por 10 dias em água antes do teste de fadiga. Os espécimes foram posicionados em um simulador de movimentos bucais (Elf 3300, EnduraTEC Division of Bose,

Minnetonka, MN, USA) no qual foi utilizada uma ponta aplicadora de carga esférica de carboneto de tungstênio ( $\varnothing = 3.18$  mm) imersa em água para o carregamento da fadiga. A carga máxima utilizada foi de 200 N e 1000 N numa frequência de 1,5 Hz simulando a mastigação em dentes posteriores. Cada ciclo foi constituído de forma que a carga máxima permanecesse em contato com a amostra por 0,2 s e a descarga completa saísse de 0,5 mm do espécime. Os ensaios de fadiga foram parados quando se completavam 10.000, 15.000, 25.000, 50.000, 75.000, 100.000 ciclos e inspecionados a partir da sua superfície no microscópio de luz polarizada (Edge R400, Micro Ciência Technologies, Marina Del Rey, CA, EUA). Após o fim do teste, 550.000 ciclos, os espécimes foram seccionados para avaliar a extensão dos danos na superfície. Pode-se notar trincas do tipo cone tanto da superfície interna quanto da superfície externa após  $10^3$  ciclos. Embora as trincas internas tenham atingido a interface cerâmica/Y-TZP entre 50.000 e 100.000 e elas não se propagaram até o fim da ciclagem como também não penetraram na infraestrutura de Y-TZP. Não houve evidência de trincas radiais nem no revestimento nem na infraestrutura mesmo após o carregamento máximo, bem como delaminação após fadiga uniaxial. O autor sugeriu que a forma plana dos espécimes tem limitações, pois não é possível visualizar alguns modos de fratura, como fratura marginal, uma vez que trincas radiais tendem a se propagar pela margem.

Isso fez com que os pesquisadores começassem a se preocupar também com a forma dos espécimes para que fossem identificados os tipos de falhas incidentes nos espécimes fraturados. Tsalouchou et al. (2007) também avaliaram as propriedades de fadiga e de fratura de coroas com infraestrutura em zircônia (Zirconia Everest®) revestidas com cerâmicas sinterizadas ou prensadas. Foram confeccionadas réplicas de preparo em bronze com dimensão de 7 mm de altura por 8 mm de diâmetro e conicidade de  $8^\circ$  dos preparos cavitários. A partir dessas réplicas foram fabricados 50 *copings* com o

sistema CAD/CAM, divididos em 2 grupos: (1) um revestido com uma cerâmica prensada (IPS e.max® ZirPress) e (2) sinterizada (IPS e.max® Ceram). Os espécimes foram previamente jateados com óxido de alumínio 50 µm a uma pressão de 2 bar, lavados e cimentados com cimento de fosfato de zinco. Depois foram armazenados em água por 24 h a 37 °C. Essas coroas foram submetidas a 50.000 ciclos de cargas cíclicas de 20 a 200 N, com uma ponta penetradora de aço esférica de 4 mm de diâmetro, aplicado perpendicularmente no meio da face oclusal, a uma frequência de 1 Hz e imersos em água. Logo após o teste de fadiga, foram submetidos ao teste dinâmico de compressão a 1 mm/min. A análise de Weibull foi realizada nos dados de fratura para determinar o módulo de Weibull e em níveis de carga de ruptura em cada grupo. Essa análise não demonstrou nenhuma diferença estatisticamente significativa tanto na carga de ruptura média, quanto no módulo de Weibull. Os espécimes apresentaram predominantemente falhas coesivas dentro do material de revestimento.

Desta forma, se pode enfatizar a importância da análise de falhas para se obter a previsibilidade dos modos de fratura que podem ocorrer na prática clínica como Alhasanyah et al. (2013) estudaram o efeito das espessuras do coping na resistência a fratura pós-fadiga em coroas de zircônia revestidas por porcelana. Foram usadas 3 espessuras (n = 20) de *coping*: 0,6 mm ; 1,7 mm e 1,2 mm. Foram feitos 100.000 ciclos de fadiga a 200 N. Concluindo que o *coping* de espessura maior pode reduzir significativamente o lascamento da cobertura de porcelana de coroas com infraestrutura em zircônia.

### 2.3.2 Fadiga Deslizante



A complexa geometria de coroas dentárias posteriores representa um desafio para a concentração de estresse e tensões com a posterior evolução para fratura de sistemas ceramo-cerâmicos e metalocerâmicos. De interesse especial é o fato de que porcelana é aplicada de diversas formas sobre a infraestrutura e possui diversas espessuras em todo seu contorno mostrando cada vez mais a necessidade da utilização de simuladores de ensaio mastigatórios que realizem não apenas a fadiga axial e sim um deslizamento através da cúspide funcional.

Bonfante et al. (2009) compararam a confiabilidade e os padrões de fratura da zircônia revestida com porcelana prensada submetidos a fadiga de carga axial ou fora do eixo com contato deslizante. Foram utilizados quarenta e duas placas Y-TZP recobertas com porcelana prensada cimentadas adesivamente, cimentadas a blocos de resina composta e armazenadas em água por 7 dias antes do teste. Fadiga axial (n = 18) ou fora do eixo 30° angulação (n = 18) para simular a inclinação cúspide de um dente posterior com um deslizamento de 0,7 mm e uma ponta aplicadora de carga de 6,25 mm. Probabilidade de Weibull com intervalo de confiança bilateral de 90% (CB) e confiabilidade para 50.000 ciclos a 200 N (90% CB) foram calculados. O cálculo de Weibull (Beta) foi 3,34 e 2,47 para axial e grupos fora do eixo, respectivamente, indicando que a fadiga acelerada falha em ambos os modos de carregamento. A confiabilidade não foi significativamente diferente entre as cargas axial e fora do eixo sobre a zircônia Y-TZP, mas a incorporação de deslizamento resultou em maior dano à porcelana de cobertura.

Outro estudo Santana et al. (2009) também realizaram o estudo em fadiga de deslizante 30° fora do eixo para coroas com infraestrutura em Y-TZP e cerâmica a base de alumina recobertas com porcelana. Embora não houve diferença estatística entre os grupos, houve uma tendência de maior confiabilidade para o grupo Y-TZP em

comparação com cerâmica a base de alumina quando submetidos a 50.000 ciclos com carga 150 N.

Da mesma forma Coelho et al. (2009) avaliaram o comportamento a fadiga deslizante de dois sistemas de coroas ceramo-cerâmicas. Foram preparados primeiros molares inferiores com redução de 1,5 mm das paredes proximais e redução oclusal de 2,0 mm. A coroa tinha espessura de 1,0 mm de porcelana e de 0,5 mm de *coping* Y-TZP. O ensaio de fadiga foi realizado por um deslizamento 0.7 mm nas cúspides méso e disto-lingual com um pistão de 6.25 mm de diâmetro. Foram calculados os parâmetros de Weibull para 50.000 ciclos com carga de 200 N (Alta Pro 7, Reliasoft). Mostrou-se que a confiabilidade para uma carga de 200 N × 50 K ciclos não foi significativamente diferente entre os sistemas e os modos de falha encontrados foram predominantemente o lascamento da cerâmica de cobertura.

E assim continuaram as investigações, sendo incorporado um fator a mais no carregamento com fadiga deslizante, como fez Coelho et al. (2009). Os autores avaliaram a fadiga deslizante acelerada para obter uma previsibilidade nos modos de falha recorrentes de sistemas ceramo-cerâmicos. Foram utilizados protótipos de preparos de primeiros molares inferiores para confecção de coroas com infraestrutura em zircônia e porcelana de cobertura. Esse estudo foi realizado por meio de análise de elementos finitos indicando altos níveis de tensão nas margens com baixa carga, apenas com origens de fratura de ciclo único o que resultou em lascamento da porcelana no movimento de fadiga de contato deslizante.

Outro estudo de Bonfante et al. (2010) comparou a confiabilidade das cúspides disto-vestibular (DV) e méso-lingual (ML) a um sistema de coroas de zircônia (Y-TZP). As dimensões médias de um primeiro molar inferior coroa foram importados para o Software CAD; a preparação do dente foi modelada por 1,5 mm de redução marginal das paredes proximais e de 2,0 mm de redução oclusal. Os *copings* de YTZP

possuíam 0,5 mm de espessura. As coroas foram cimentadas e submetidas ao teste de fadiga deslizante de 0,7 mm com uma ponta aplicadora de carga de 6,25 mm sobre as inclinações das cúspides propostas. Foram calculados os parâmetros de *Weibull* para 50.000 ciclos com carga de 200 N. E como resultado a confiabilidade não foi significativamente diferente entre as cúspides testadas. Por imagens do microscópio eletrônico de varredura foi possível visualizar falhas coesivas dentro da porcelana de cobertura para as cúspides méso linguais e menores para as cúspides disto vestibulares. As fraturas foram originadas da área de contato, independentemente da cúspide. Não houve diferença significativa na confiabilidade observada entre as cúspides.

Zhang et al. (2010) estudaram as falhas de restaurações cerâmicas com infraestrutura em zircônia. Elas também parecem ser predominantemente lascamentos e fraturas da porcelana de coberturas induzidas pelos danos do contato deslizante. Os espécimes cimentados a um substrato dentário foram submetidos ciclos deslizantes múltiplos ou de carga única. Para o teste, foi utilizada uma ponta aplicadora de carga esférica sobre uma superfície inclinada (30°) plana com carga máxima de 200 N a 2 Hz de frequência. Estruturas de vidro/zircônia/vidro exibiram mais de 3 vezes melhor resistência a danos de fadiga deslizante de ciclo único que a zircônia monolítica e 25 vezes melhor do que a zircônia recoberta com porcelana e teve resistência à fadiga deslizante comparável ao da zircônia monolítica.

Para minimizar as fraturas e lascamentos da cerâmica de cobertura muito recorrentes na clínica foram propostos outros estudos onde a cerâmica zircônia monolítica seria recoberta apenas com uma fina camada de *glaze*. Ren et al. (2011) investigaram a fadiga de contato deslizante sobre a cerâmica Y-TZP monolítica e recoberta por uma fina camada de vidro estética para aumentar o tempo de vida e melhorar a resistência ao lascamento e a fratura do conjunto. Para isso foram realizados 10 milhões de ciclos a 200 N de carga em água. E concluiu-se

que a resistência tanto para a Y-TZP monolítica quanto para a recoberta por vidro foram correspondentes.

Recentemente, Wang et al. (2013) investigaram se a fadiga cíclica influencia na tenacidade à fratura do dissilicato de lítio e zircônia utilizados como infraestrutura e se houve um aumento na propensão para a falha da coroa. Foram utilizados dois sistemas IPS e.max Press e Lava. Amostras cortadas foram submetidas à carga cíclica com a magnitude máxima de 200 N até dois milhões de ciclos. As capacidades de suporte de carga dos espécimes foram examinados por meio de teste de fratura de carga monotônica. A análise estatística indicou que não houve influências significativas de carga de fadiga sobre as propriedades do material para os dois tipos de cerâmicas odontológicas. Conclui-se que zircônia possui uma alta confiabilidade mecânica e capacidade sustentável para resistir a fadiga, enquanto a carga de fadiga notavelmente degrada o comportamento mecânico da cerâmica de dissilicato de lítio.

Outra forma de minimizar o lascamento da cerâmica de cobertura foi proposto modificando-se o *design* no *coping* ou avaliando o efeito da tensão térmica causada pelo resfriamento da cerâmica de cobertura. Guess et al. (2013) avaliaram a confiabilidade e os modos de falhas de diferentes *designs* de *coping* e técnicas de aplicação de cerâmica de cobertura em coroas de YTZP. Para o ensaio de fadiga deslizante foi utilizada uma ponta aplicadora de carga de 3.18 mm e um deslizamento de 0.7 mm na vertente interna da cúspide mésio-lingual com uma carga de 200 N, frequência de 2 HZ, até completarem 50.000 ciclos. E como resultado foi encontrada uma confiabilidade maior para a técnica estratificada de aplicação de porcelana e os modos de falha mais frequentes foram o lascamento da porcelana de cobertura.

Da mesma forma, Belli et al. (2013) investigaram o efeito da tensão residual térmica (resfriamento rápido e resfriamento lento) na vida em fadiga e confiabilidade de coroas de zircônia recobertas com

porcelana de cobertura (alta e baixa incompatibilidade térmica com o *coping* YTZP). Foram utilizados 64 coroas de pré-molares superiores para o teste de fadiga cíclica com um deslizamento lateral de 0.7 mm a uma carga de 200 N até a falha do espécime (lascamento). Conclui-se que o resfriamento lento resultou num maior número de ciclos até a falha do espécime apenas para o grupo recoberto com cerâmica de alta incompatibilidade térmica entre o *coping* e a cerâmica de cobertura (grupo VM9).

### 3 PROPOSIÇÃO

O estudo avaliou a confiabilidade de coroas de zircônia após tratamento interno com *primer* de MDP, silicatização ou vitrificação sob fadiga deslizante. Para o estudo de fadiga, foram realizadas análise de *Weibull* e fractográfica. Foi testada a hipótese nula de que não haveria diferenças na confiabilidade das coroas, com qualquer dos três tratamentos de superfície de cimentação.

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

Foram selecionados sessenta molares íntegros (sem cáries, trincas ou defeitos estruturais), limpos com cloramina 2% e armazenados em água. O projeto foi submetido à aprovação da pesquisa pelo comitê de ética local sendo aprovado em 28/03/2013 (Processo número 12486313.4.0000.0077). Os dentes foram então numerados e através de um software (<http://www.quantitativeskills.com/>) foram aleatoriamente alocados em três grupos de estudo (Figura 1).

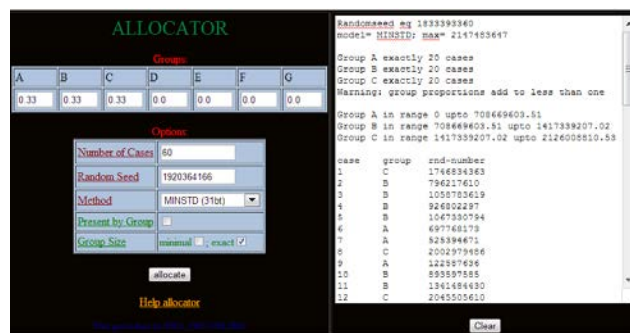


Figura 1 - Randomização dos dentes.

Todos os dentes foram embutidos pela raiz (até 2 mm aquém da junção esmalte-cimento) em poliuretano (Figura 2). Para isso foram presos pela coroa à haste vertical de um delineador, a fim de que seu longo eixo ficasse o mais perpendicular possível ao solo (Figura 3).

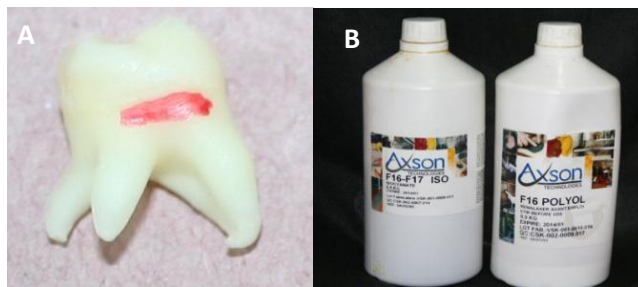


Figura 2 - A) Demarcação do dente para inclusão; B) Poliuretano.

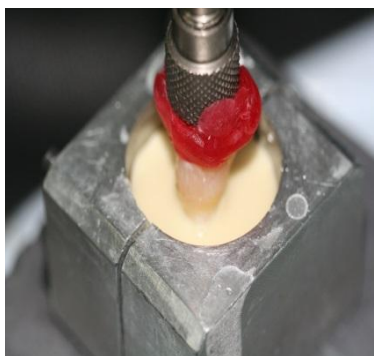


Figura 3 - Inclusão do dente por meio do dispositivo no polituretano.

Os molares foram preparados para coroa total com uma ponta diamantada (4137 e 4137FF, KG Sorensen), sob alta rotação, em uma base de microscópio óptico modificado, para que se obtivessem desgastes padronizados (Figura 4A). Houve uma redução axial de 1,5 mm que removeu todo o esmalte oclusal. O preparo teve altura padronizada de 5 mm em relação à junção esmalte-cimento. As dimensões finais dos preparos foram de 4 até 6 mm de largura méso-distal, 6 até 10 mm de largura vestibulo-lingual e todos os preparos tinham 5 mm de altura, assim os dentes que não se encaixassem nessas medidas eram repostos e reparados (Figura 4B).

Os preparos foram moldados com silicone por reação de adição de consistência pesada (Elite H-D+ Putty Soft, Rovigoltalia) e leve (Elite H-D+ Light BodyFast, Rovigoltalia) com a técnica da dupla mistura, conforme recomendações do fabricante (Figura 5A).



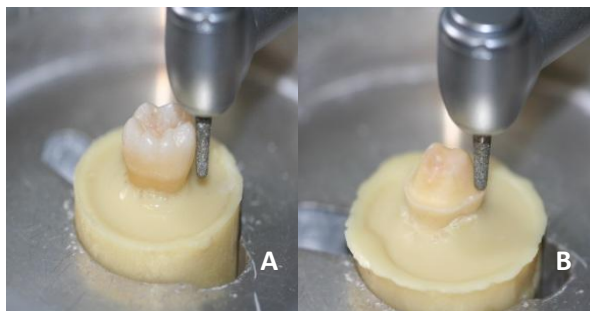


Figura 4 - A) Dente posicionado no microscópio óptico adaptado; B) Preparo para coroa total finalizado.

Após três horas, um redutor de tensão superficial (Surfacer, Polidental Ind. e Com. LTDA) foi aplicado sobre o molde e removido com jato de ar depois de 20 min.

O molde foi então vazado com gesso tipo IV (CAM-base, Dentona AG, Alemanha) contendo dióxido de titânio, necessário para captura óptica do preparo pelo *scanner*. 100 g de pó foram misturados a 20 mL de água e espatulados manualmente. Com um pincel fino e sobre um vibrador, pequenas porções do gesso foram colocadas sobre o preparo até o molde ser totalmente preenchido. O modelo foi removido após 45 min, com a presa final do gesso (Figura 5B).



Figura 5 - A) Moldagem de dupla mistura do preparo dental; B) Troquel recortado em Gesso especial tipo IV.

Para captura da imagem dos preparos, o troquel de gesso foi fixado com cera em um dispositivo cilíndrico. O dispositivo girava no sentido horário em torno do seu eixo central em 360° em relação ao feixe

de luz do *scanner* a fim de que todas as superfícies do preparo fossem atingidas pela luz. O tempo para leitura foi de aproximadamente 5 s. A imagem foi então digitalizada e enviada como valores numéricos armazenados na unidade computadorizada (CAD), onde a infraestrutura da restauração foi desenhada virtualmente em três dimensões (Cerec 3D).

Após isso, o término do preparo foi delimitado no computador e a infraestrutura foi desenhada com o programa Cerec 3D (Figura 6A e 6B). Sessenta infraestruturas foram confeccionadas a partir de blocos cerâmicos pré-sinterizados Vita *In-CeramYZ* - YZ- 40 (40 x 15x 15 mm) (Vita Zahnfabrik, Alemanha) (Figura 6C).

Um alívio interno de 70  $\mu\text{m}$  foi determinado para as infraestruturas. Assim, cada bloco foi colocado no eixo central do compartimento da unidade fresadora e fixado em posição com uma chave, de forma que permanecesse firme durante toda fresagem.

Para a fresagem, duas pontas montadas diamantadas foram usadas: uma cilíndrica de 1,6 mm de diâmetro, fixada no braço esquerdo da fresadora, a qual fresou a superfície externa e uma cilíndrica com 1,2 mm de diâmetro, fixada ao braço direito e que fresou a porção interna das infraestruturas. As pontas foram substituídas a cada 10 blocos fresados.

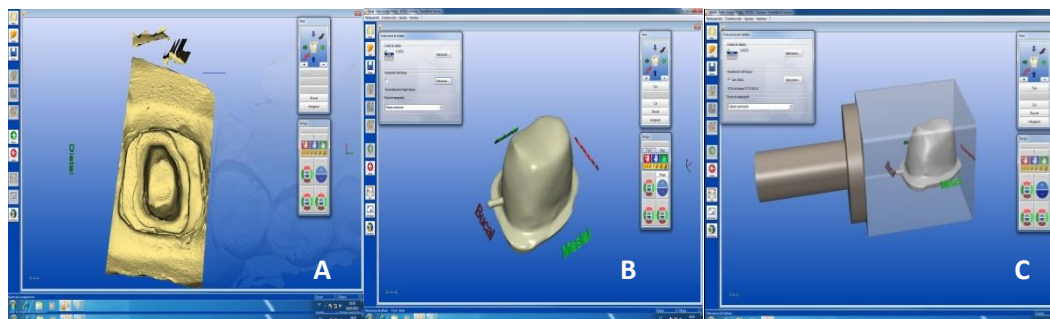


Figura 6 - A) Troquel *scaneado*; B) Desenho do *coping*; C) *Coping* posicionado no bloco.

A dimensão da infraestrutura pré-sinterização foi maior que a dimensão final almejada, devido à contração durante a sinterização (a dimensão pré-sinterização foi determinada pelo código de barras do bloco). Assim, as infraestruturas de YZ foram sinterizadas no forno Vita ZYrcomat (Vita Zahnfabrik, Alemanha), na seguinte programação: tempo de elevação – 1h; temperatura final - 1530 °C; tempo de espera – 2 h; temperatura de resfriamento na qual pode-se baixar a bandeja dentro do forno – 400 °C.

A aplicação da cerâmica de revestimento (Vita VM9, Vita Zahnfabrik, Alemanha) foi feita controlando-se também suas dimensões de sinterização. Para isso foi feito um guia em silicone de adição (consistência pesada) a partir de um modelo padrão (Figura 7), onde todas as coroas tivessem a mesma dimensão final de primeiro molar superior (~1,0 mm de espessura de porcelana feldspática) (Figura 8). O ciclo de sinterização da cerâmica VM9 encontra-se no Quadro I. Após a realização do ciclo, o forno não foi aberto até que a câmara com os espécimes tivesse chegado à temperatura ambiente, para minimizar os efeitos das tensões residuais térmicas (Figura 9). Foi realizada uma padronização de apenas duas queimas de cerâmica de revestimento para todas as coroas, depois foi feito o acabamento e polimento da coroa com uma sequência de pontas específicas e a aplicação final do *glaze* externo Vita Akzent (Vita Zahnfabrik, Alemanha)(Figura 10).

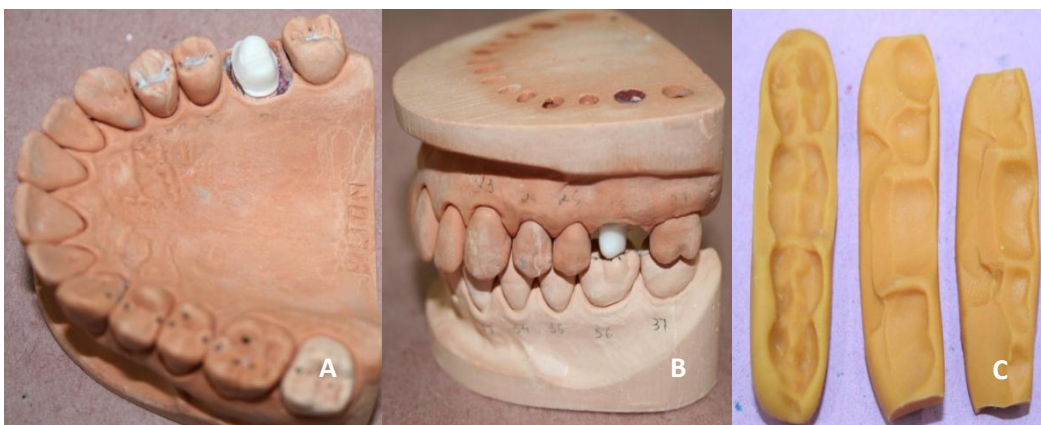


Figura 7 - A) Vista oclusal do troquel no modelo de trabalho; B) Vista lateral do troquel no modelo de trabalho com o antagonista; C) Moldes de silicone de adição para aplicação da cerâmica de revestimento.

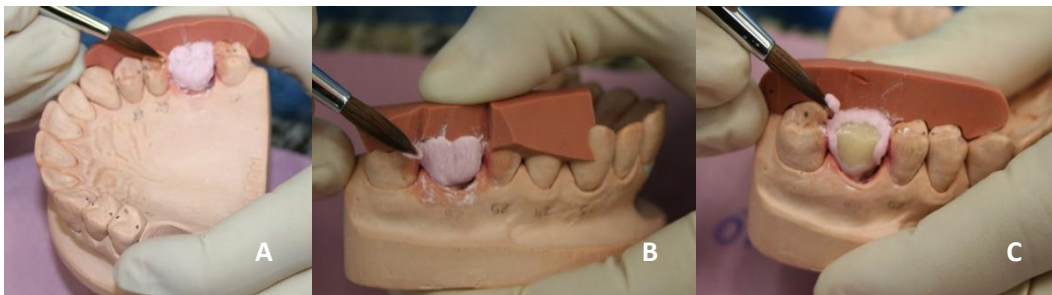


Figura 8 - A) Inserção da porção vestibular com um pincel fino; B) Inserção da porção oclusal; C) Inserção da porção lingual.

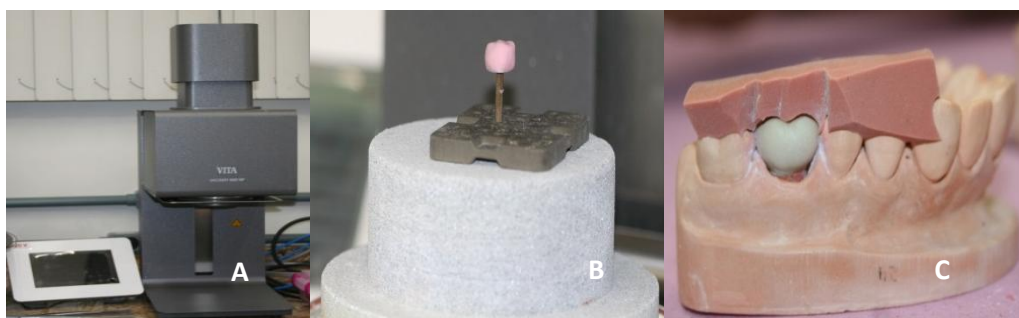


Figura 9 - A) Forno Vita Vacumat 6000 MP; B) Colocação da *Coping* aplicado para segunda queima de porcelana; C) Coroa posicionada no modelo padrão.

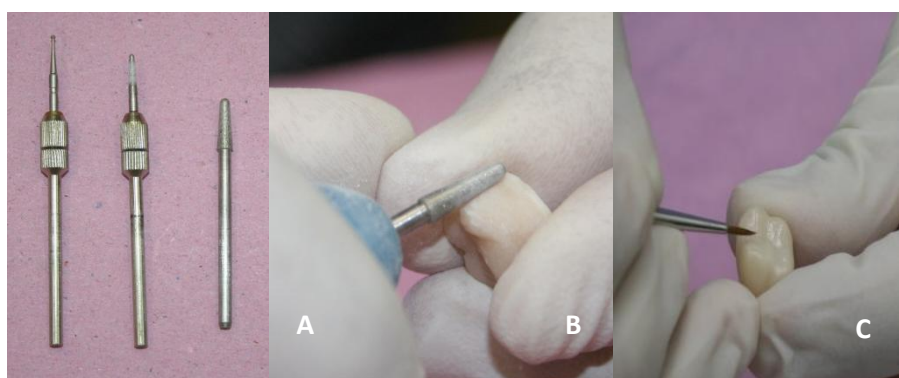


Figura 10 - A) Pontas utilizadas para o acabamento da coroa; B) Acabamento da coroa; C) Aplicação do glaze.

Quadro I. Ciclo de queima da cerâmica VM9 de acordo com o fabricante, Vita Zahnfabrik. (**Predr. °C**-Temperatura inicial; **→min**: tempo de pre-

secagem em min; ↗ min: tempo de aquecimento, ↗ °C/min: elevação da temperatura em °C/min; **Approx. temp °C**: temperatura final; → °C: tempo de espera na temperatura final, → min: tempo de resfriamento longo, **VAC. min**: tempo de vácuo)

	Temp. inicial °C	→ min.	↗ min.	↗ °C/min.	Temp. aprox. °C	→ min.	↘ °C	→ min.	Vácuo min.
Queima de Limpeza	500	3.00	6.00	33	700	5.00	–	–	–
Queima de Regeneração (opcional, ver pág. 11)	500	0.00	5.00	100	1000	15.00	–	–	–
Queima de WASH	500	2.00	8.11	55	950	1.00	–	–	8.11
Queima do MARGIN*	500	6.00	8.21	55	960	1.00	–	–	8.21
Queima do EFFECT LINER*	500	6.00	7.49	55	930	1.00	–	–	7.49
1ª Queima de Dentina	500	6.00	7.27	55	910	1.00	600**	–	7.27
2ª Queima de Dentina	500	6.00	7.16	55	900	1.00	600**	–	7.16
Queima de Glaze	500	0.00	5.00	80	900	1.00	600**	–	–
Queima de Glaze com VITA AKZENT	500	4.00	5.00	80	900	1.00	600**	–	–
Queima de correção com CORRECTIVE*	500	4.00	4.20	60	760	1.00	500**	–	4.20

Previamente a cimentação as coroas eram coradas com um líquido evidenciador de trincas (Figura 11). Se houvesse trincas ou defeitos provenientes do processo de fresagem a coroa era substituída por outra.



Figura 11- Aplicação do líquido evidenciador de trinca *Metal Chek*.

Quanto ao tratamento superfície de cimentação, os seguintes procedimentos foram realizados:



1. Grupo Silicatização: Jateamento da Zircônia com partículas (30  $\mu\text{m}$ ) de óxido de Al revestidas por sílica (Rocatec Soft, 3M ESPE AG), utilizando-se um dispositivo de jateamento (Dento-Prep, RØNVIG A/S). A distância entre a superfície da cerâmica e a ponta do aparelho foi de 10 mm e a inclinação de 45°. A pressão utilizada foi de 2,5 bar com um tempo de jateamento de 10 s. Em seguida foi aplicado com *microbrush* por 20 s o agente Relyx Ceramic Primer (3M, ESPE AG) que agiu por 5 min antes da cimentação (Figura 12).

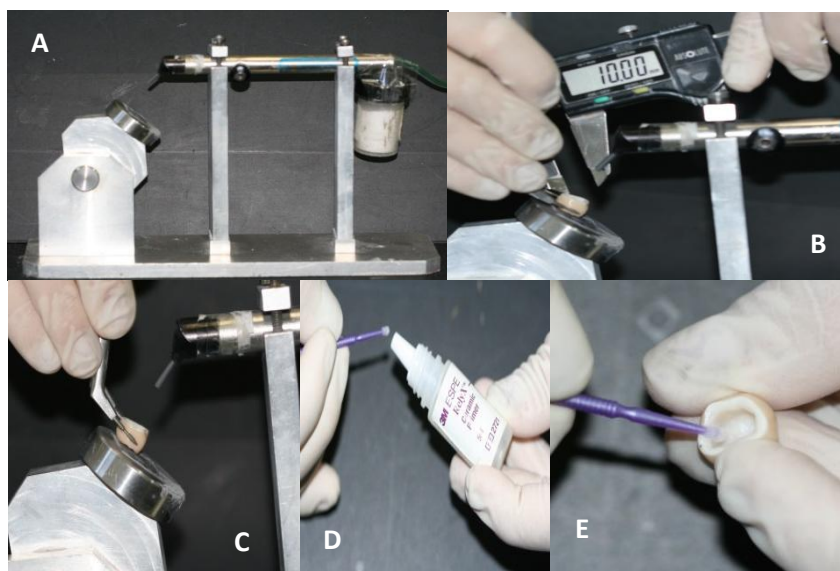


Figura12 - A) Dispositivo e jateador; B) Posicionamento da coroa 10mm distante da ponta jateadora; C) Jateamento da coroa; D) Clearfil Ceramic Primer; E) Aplicação do primer na superfície interna da coroa.

2. Grupo *Primer*: Uma camada de primer Monobond Plus(Ivoclar Vivadent) foi aplicada sobre a superfície da zircônia com *microbrush* por 20 s, deixando-o agir por 5 min antes da cimentação.

3. Grupo Vitrificação: A superfície da zircônia recebeu uma camada do *glaze* Vita Akzent, aplicada manualmente com pincel, que foi sinterizada de acordo com as recomendações do fabricante (Vita Zahnfabrik). Antes da cimentação, a superfície *glazeada* foi condicionada

com ácido hidrófluorídrico (HF) 10% por 1 min, lavada com spray ar-água por 2 min e limpos em banho sônico em água por 5 min para remoção do precipitado ácido. O silano Monobond S(Ivoclar Vivadent) foi aplicado com *microbrush* por 20 s, por 5 min até a cimentação.

O Quadro 2 apresenta a divisão dos grupos.

Quadro 2. Grupos de estudo (n=20), com as características do preparo, o tipo de tratamento de superfície, e o cimento utilizado

Grupos*	Características do preparo	Tratamento interno	Cimentação
Silicatização	Altura de 5 mm, redução axial de 1,5 mm e término em ombro arredondado	Jateamento com partículas (30 µm) de óxido de Al revestidas por sílica + Primer	RelyX ARC
Primer MDP		Primer MDP	
Vitrificação		Glaze + HF 10%+ Silano	

Previamente à cimentação das coroas, os dentes foram condicionados com ácido fosfórico 37% por 15 s e lavados abundantemente com água. O sistema adesivo AdperScotchbondMulti-purpose (3M™ ESPE™) foi então aplicado com *microbrush* em duas camadas (primer e adesivo) fotopolimerizado por 20 s. A cimentação foi feita com cimento RelyX ARC (3M™ ESPE™), cuja base e catalisador foram espatulados em proporções iguais. O cimento foi aplicado nas paredes laterais internas da coroa, que foi levada em posição e mantida sob carga de 750 g. O conjunto foi fotopolimerizado por 40 s nas faces vestibular, lingual e na oclusal (totalizando 120 s).

Após a cimentação os espécimes foram armazenados em água destilada por 24 h antes do teste de fadiga. O teste de fadiga foi realizado com uma ponta aplicadora de carga de aço inox esférica ( $r = 3,5$  mm) e um simulador de ciclos mastigatórios (BioPdi *sliding*) (Figura 13) em água destilada (Figura 14): onde a carga máxima (força de mordida)  $P = 200\text{N}$  e frequência de 3 Hz. Cada ciclo de carga consiste na ponta entrar em contato com a amostra, carregando na vertente interna da cúspide méso vestibular, deslizamento até o fundo de sulco central (0,7 mm) por 0,17 s e descarregando completamente a amostra por 0,16 s. Foram realizados  $2 \cdot 10^6$  ciclos. A cada 500.000 ciclos o teste era pausado e os espécimes inspecionados quanto à presença de falhas em estereomicroscópio (SteREO Discovery.V12, Carl Zeiss, LLC, EUA). Foram consideradas falhas: lascamento da cerâmica de cobertura, delaminação (exposição da infraestrutura), trincas, fraturas catastróficas da restauração e descolamento das coroas. Se nenhuma destas foram observadas, os espécimes continuaram sendo submetidos a fadiga deslizante, até falharem ou até que o teste fosse completado (espécimes que sobreviveram, não apresentando falhas até o final, foram considerados “suspensos” na análise).



Figura 13 - Simulador de ciclos mastigatórios.





Figura14 - Posicionamento da amostra no simulador de ciclos mastigatórios.

Para a determinação da confiabilidade foi feita a análise de *Weibull*.

A análise de *Weibull* está associada a dois parâmetros,  $\eta$  (eta) e  $\beta$  (beta). Trata-se de uma distribuição de probabilidade, por exemplo, de um volume de material falhar em um determinado tempo "t" de operação. Neste caso a equação que a descreve é:

$$F(t) = 1 - e^{-\left(\frac{t-t_0}{\eta}\right)^\beta} = 1 - \exp\left[-\left(\frac{t-t_0}{\eta}\right)^\beta\right]$$

onde " $\eta$ " (eta) = Vida Característica ou Parâmetro de Escala (intervalo de tempo entre " $t_0$ " e "t" no qual ocorrem 63,2% das falhas, restando, portanto, 36,8% de itens sem falhar), " $\beta$ " (beta) = Fator de Forma (indica a forma da curva e a característica das falhas), " $\beta < 1$ " sugere falha precoce ou grosseira do material, " $\beta = 1$ ", falhas aleatórias que não variam com o tempo, " $\beta > 1$ " sugere falhas por desgaste. O parâmetro  $\beta$  é adimensional, enquanto  $\eta$  está na mesma escala dos dados.

Assim, os parâmetros  $\beta$  e  $\eta$  serão estimados (Weibull++ 9, Reliasoft, Tucson, AZ, USA), com intervalo de confiança de

95% bilateral. Um gráfico de contornos foi plotado, com intervalo de confiança bilateral de 90%.

Os espécimes fraturados e suspensos foram analisados em estereomicroscópio (SteREO Discovery.V12, Carl Zeiss, LLC, EUA) e, após metalização com ouro, em Microscópio Eletrônico de Varredura (FEI-Phillips, Eindhoven, Netherlands). As características da fratura foram analisadas para determinação da origem da falha.

## 5 RESULTADOS

### 5.1 Fadiga

Os tipos de falha predominantes foram trincas (Figura 15), ocorrendo também o lascamento e a delaminação das coroas com exposição da infraestrutura de acordo com a Tabela 1.



Figura 15 – Imagem representativa do modo de falha (trinca) de uma coroa após o teste de fadiga deslizante. (A) A seta indica o sentido do movimento deslizante de vestibular para lingual. (B) Extensão da zona de dano causa pela ponta aplicadora de carga.

Tabela 1 - Número de espécimes que falharam e os tipos de falha de cada grupo (n = 20)

	<b>Silicatização</b>	<b>Primer MDP</b>	<b>Vitrificação</b>
<b>Trincas</b>	80%	60%	75%
<b>Lascamento</b>	10%	15%	10%
<b>Delaminação</b>	10%	5%	15%

A tabela 2 apresenta os espécimes que falharam em função dos ciclos e de cada tratamento de superfície realizado, mostrando

que o único grupo que apresentou espécimes sobreviventes foi o grupo Primer MDP.

Tabela 2 – Número de espécimes que falharam em um número de ciclos

Ciclos	Silicatização	Primer MDP	Vitrificação
500.000	9	3	8
1.000.000	6	5	4
1.500.000	4	4	6
2.000.000	1	3	2
s/ falhas	0	5	0

## 5.2 Análise de Weibull

A tabela 3 mostram os valores de  $\beta$  (beta) e  $\eta$  (eta) dos grupos Silicatização, Primer e Vitrificação, respectivamente. A tabela 4 mostra a estimativa da probabilidade de falha e da taxas de falha de cada grupo experimental em 10 anos.

Tabela 3 - Valores de  $\beta$  (beta) e  $\eta$  (eta) em cada grupo

Grupos	$\beta$	$\eta$
Silicatização	1,50	$0,739 \cdot 10^6$ ciclos
Primer MDP	1,51	$1,6 \cdot 10^6$ ciclos
Vitrificação	1,53	$0,882 \cdot 10^6$ ciclos

Tabela 4 - Probabilidade e taxa de falha das coroas em 10 anos de acordo com o grupo experimental

Grupos*	Probabilidade de Falha (Max- Min)	Taxa de Falha (Max- Min)
Silicatização	0.03 (0.02 – 0.00)	0.006/ano (0.02 - 0.00)
Primer MDP	0.01 (0.01 – 0.00)	0.001/ano (0.01 – 0.00)
Glaze	0.02 (0.01 - 0.00)	0.004/ano (0.01 – 0.00)

A Figura 16 mostra o gráfico com a sobreposição dos gráficos de confiabilidade *versus* tempo dos grupos.

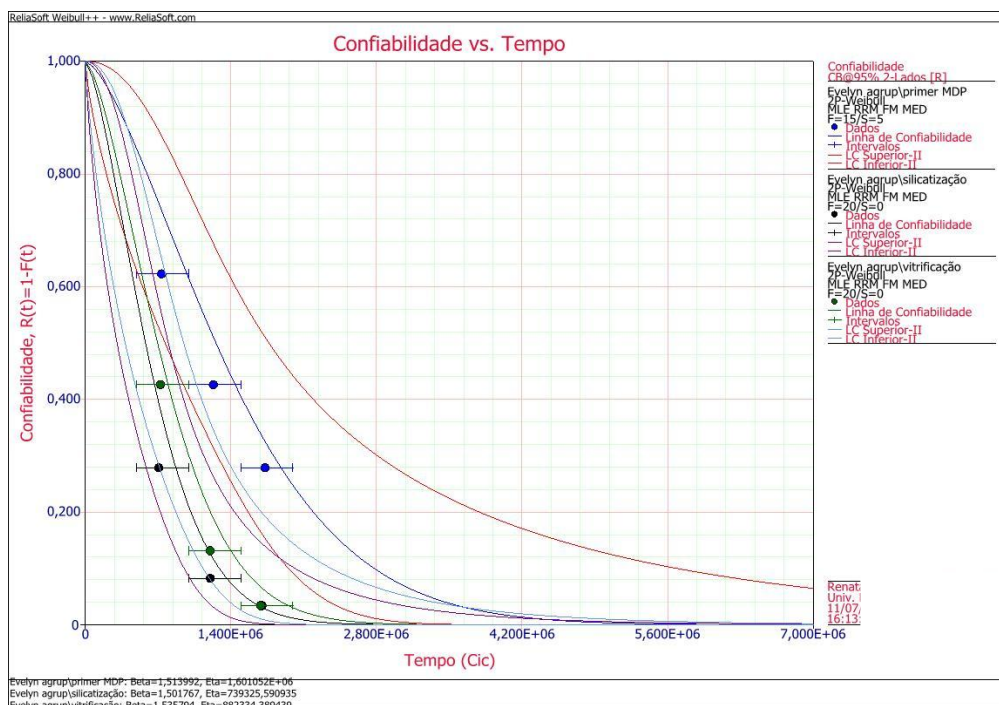


Figura 16 – O gráfico de confiabilidade versus tempo considerando um intervalo de confiança bilateral de 95%.

A figura 17 apresenta o gráfico de contorno dos grupos Silicatização, Primer MDP e Vitrificação com intervalo de confiança bilateral de 90 %. As características de confiabilidade foram estatisticamente diferentes entre os grupos *primer* e silicatização, indicado pela ausência de sobreposição dos gráficos de contorno, mostrando ainda um melhor desempenho do grupo *primer*.

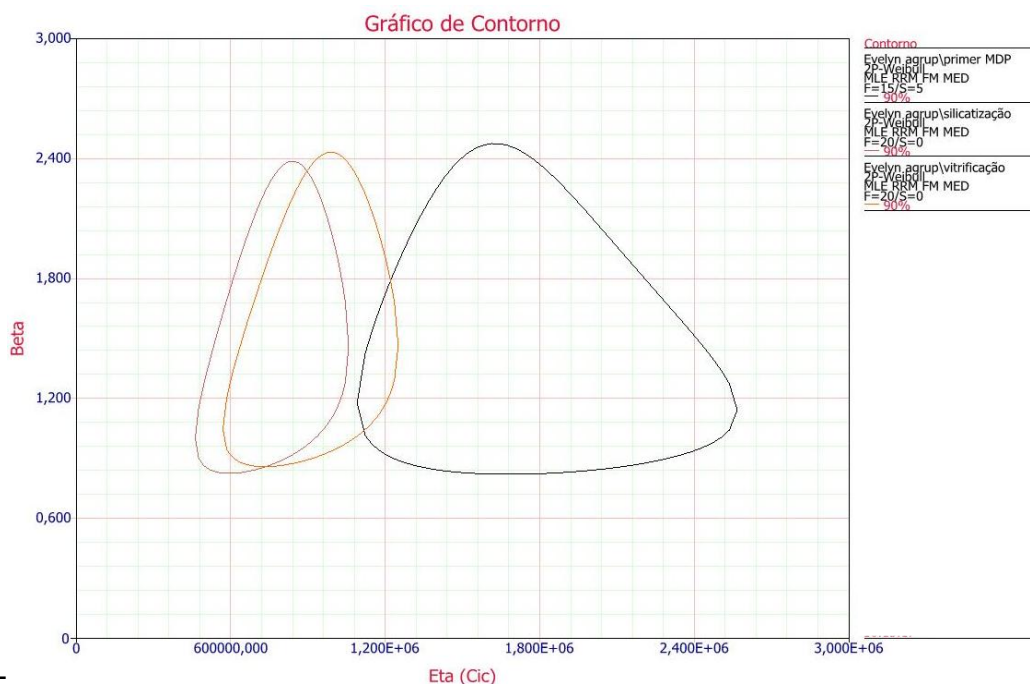


Figura 17 - O gráfico de contorno dos grupos Silicatização, *Primer* MDP e Vitrificação.

### 5.3 Fractografia

Poucas falhas catastróficas foram observadas em todos os grupos. Assim, foram selecionadas 2 coroas de cada grupo, que apresentaram falhas do tipo lascamento, para serem inspecionadas no MEV para a análise fractográfica. Para isso, as coroas foram levadas em estereomicroscópio (50 ×) para realizar o mapeamento das coroas, em seguida as coroas e seus fragmentos foram limpos com álcool isopropílico em ultrassom por 5 min e posicionados no *stub* para a metalização com ouro.

#### 5.3.1 Grupo Silicatização

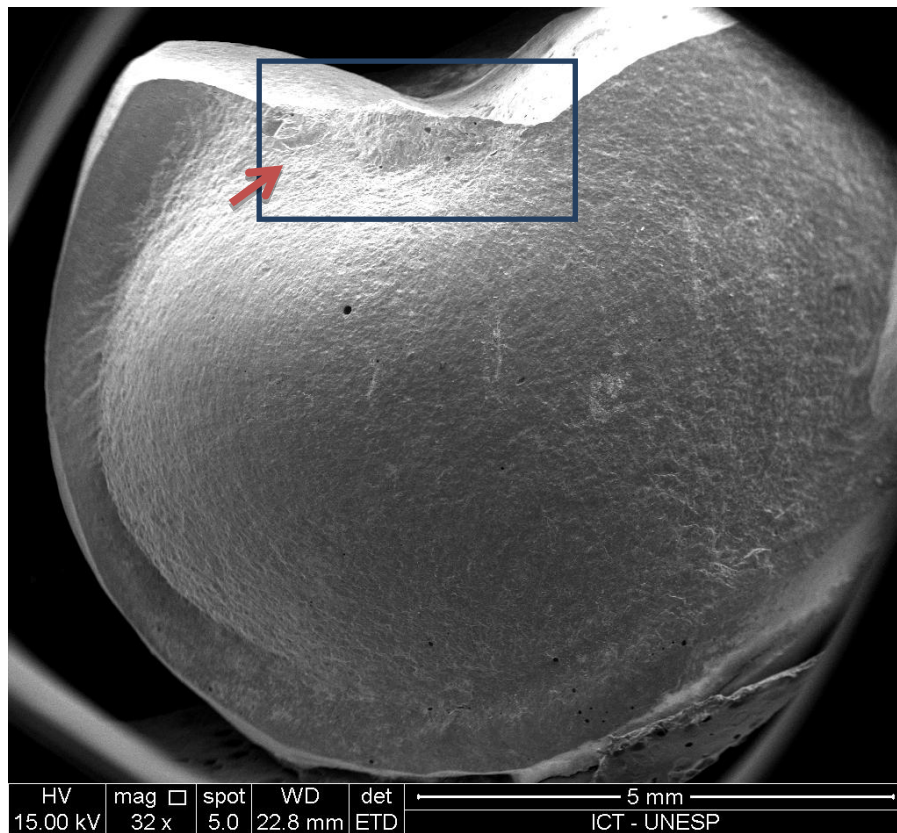


Figura 18 – Imagem representativa do modo de falha (lascamento) de uma coroa que recebeu o tratamento interno com jateamento com óxido de alumínio revestido por sílica 30  $\mu\text{m}$ . A imagem mostra a área de dano causada pelo deslizamento do pistão e nota-se toda área de dano e que o início da fratura ocorreu no começo do deslizamento. (seta)

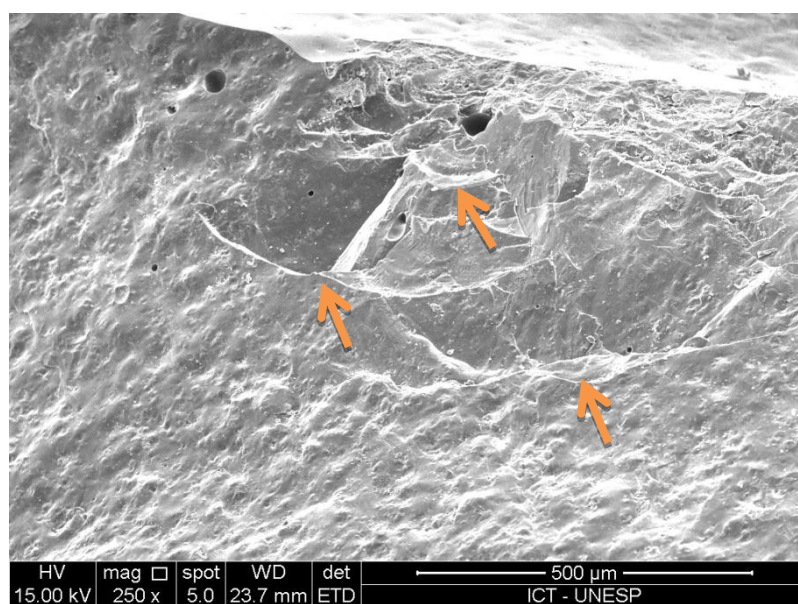




Figura 19 – Imagem aproximada da coroa na região de dano da ponta aplicadora de carga e *arrest lines* (setas)

Pode-se observar que o início da fratura ocorreu pelo deslizamento do pistão sobre a vertente interna da cúspide méso-vestibular(Figura 18). *Arrest lines* foram encontradas na superfície fraturadas próximo ao ponto onde tocava a ponta aplicadora de carga (Figura 19).

### 5.3.2 Grupo Primer MDP

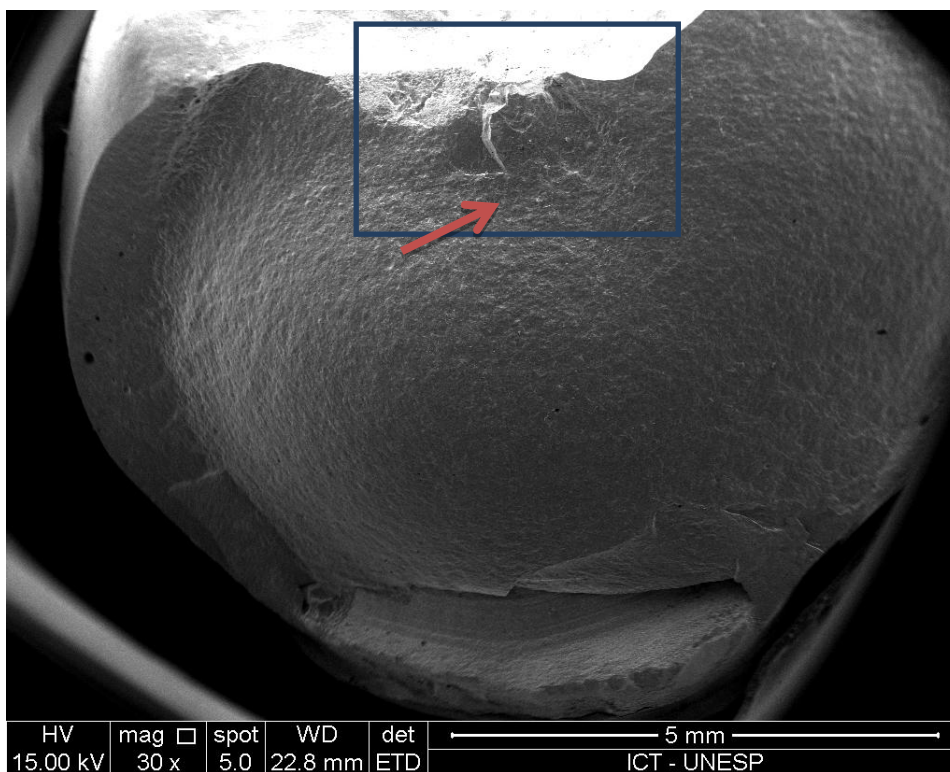


Figura 20 -Imagem representativa do modo de falha (lascamento) de uma coroa que recebeu o tratamento interno com primer MDP. A imagem mostra a área de dano também causada pelo deslizamento do pistão porém nota-se que a falha ocorreu no final do deslizamento do pistão. (seta)



Nessa amostra a falha também ocorre na superfície oclusal (Figura 20). *Cone cracks* foram localizados próximo ao local onde ocorria o deslizamento do pistão(Figura 21).

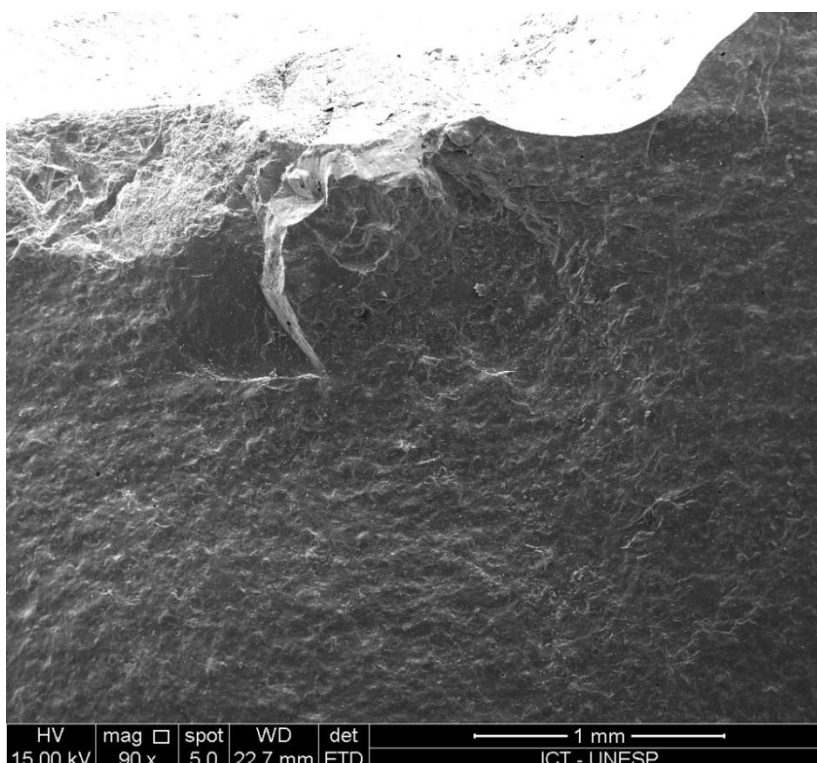


Figura 21 – Na imagem aproximada da coroa, a presença do cone crack próximo da região de contato na ponta aplicadora de carga mostra que a origem da fratura foi no final do deslizamento do pistão.

### 5.3.3 Vitrificação

Nesse grupo também fica evidente que o início da fratura ocorreu pelo deslizamento do pistão sobre a vertente interna da cúspide méso vestibular (Figura 22). Na imagem aproximada podemos encontrar inúmeros *wake hackles* que direcionam a propagação da trinca, e a presença de *arrest lines* mostram os eventos ocorridos até a detecção da falha (Figura 23).

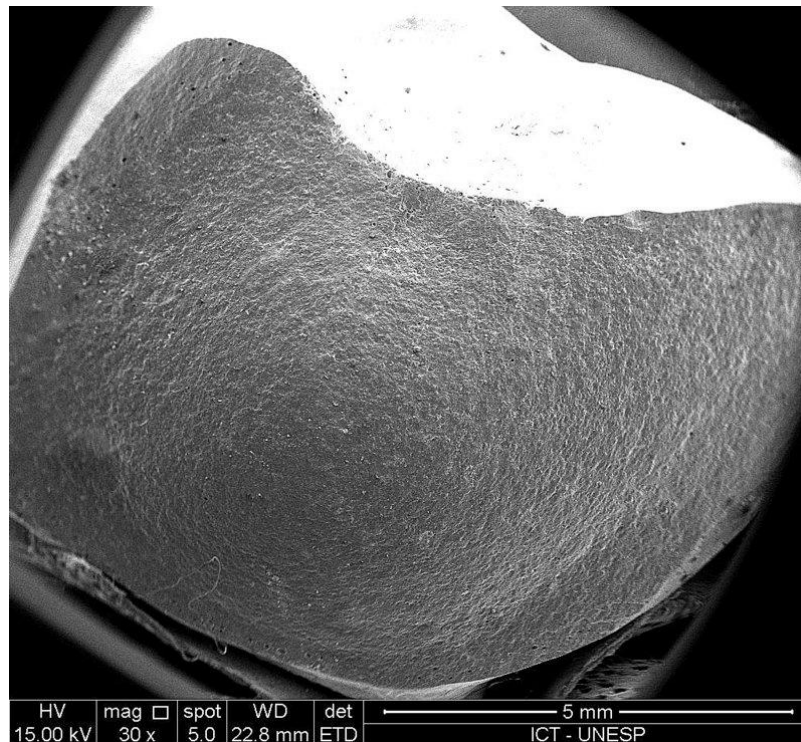


Figura 22 - Imagem representativa do modo de falha (lascamento) de uma coroa que recebeu o tratamento interno com *glaze*.

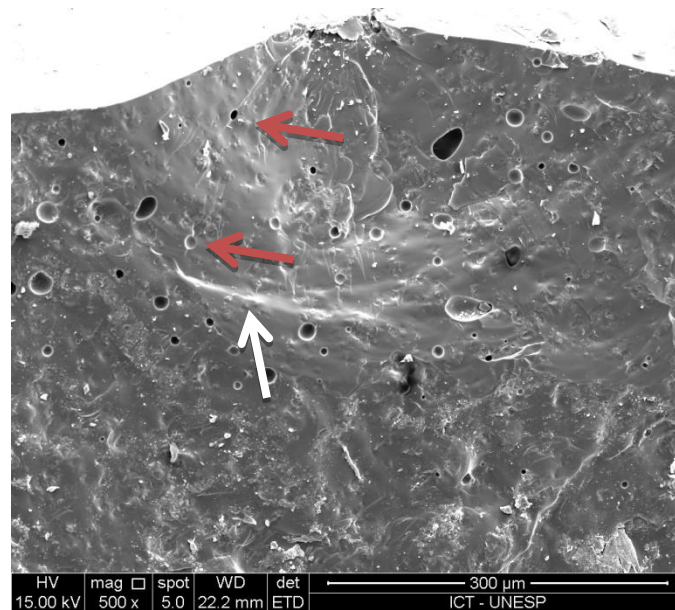


Figura 23 - Imagem aproximada da área onde de encontram *wake hackles* (setas vermelhas) direcionando o início da falha e *arrest lines* (seta branca) na subsuperfície.

## 7 DISCUSSÃO

O presente estudo testou a hipótese nula de que não haveria diferenças na confiabilidade de coroas de zircônia após tratamento interno com *primer* MDP, silicatização ou vitrificação sob fadiga deslizante. A hipótese nula foi rejeitada, uma vez que os resultados indicaram uma tendência ao melhor comportamento do grupo *primer* como tratamento de superfície para zircônia previamente a cimentação adesiva.

Embora não exista na literatura nenhum trabalho que correlacione o tratamento interno da superfície com métodos de envelhecimento para sobrevivência de coroas com infraestrutura em zircônia, existem muitos estudos de adesão que já demonstraram o melhor desempenho do *primer* em relação aos outros condicionamentos de superfície (Kitayama et al., 2010; Matinlinna e Lassila, 2011; Keul et al., 2013; Magne et al., 2013). Isso porque os *primers* contendo metacrilatos ácidos e os MDPs proporcionam adesão via interação direta com a superfície da zircônia, semelhantemente à reação entre o silano e a sílica da cerâmica (Magne et al., 2013; Tsuo et al., 2006; Ozcan et al., 2008). Como os silanos, os grupos éster fosfato dos monômeros bifuncionais, podem se ligar quimicamente a superfície dos óxidos de zircônia, enquanto o grupo metacrilato atua como uma matriz de monômeros que podem ser co-polimerizados com os monômeros do cimento resinoso (Matinlinna e Vallittu, 2007). Assim a resistência de união da cerâmica zircônia pré-tratada com um *primer* contendo MDP resultaria num aumento de ligação química (Koizumi et al., 2012).

Podemos visualizar isso na tabela 3 onde os valores de  $\eta$  descrevem que o comportamento dos grupos silicatização e vitrificação foram inferiores ao grupo *primer*. Assim, embora neste cenário

de estudo todas as coroas mostrem susceptibilidade à falha por fadiga, isto é, o número de falhas aumenta com o passar do tempo, o grupo primer apresenta maior vida em fadiga.

Em contraste, muitos estudos mostraram que o jateamento de superfície com óxido de alumínio revestido por sílica 30 µm é o tratamento mais indicado para melhorar a resistência de união entre a cerâmica zircônia e o cimento resinoso (Kim et al., 2005; Valandro et al., 2006; Mantinlinna et al., 2006; Chai et al., 2011). No entanto, o teste de adesão por si só não pode simular as tensões importantes para a investigação da proteção oferecida por diferentes procedimentos de cimentação (Rungruanunt e Kelly, 2012). A este respeito, foi mostrado que o jateamento, em associação com o tipo de cimento era determinante para manter as cargas de falha depois de seis meses de armazenamento de água. Sabe-se que a superfície da cerâmica torna-se áspera e quimicamente mais reativa à resina, promovendo uma melhor superfície de contato para o silano e por sua vez uma melhor molhabilidade do cimento resinoso. Mas as desvantagens de tal técnica são também conhecidas: como a rugosidade da superfície (Della Bona et al., 2007), falhas e defeitos na zircônia (Zhang et al., 2004; Kosmac et al., 2000). Neste estudo, o cálculo de probabilidade de falha revelou que o grupo silicatização tem a maior probabilidade de falha, de 3%, após 10 anos (Tabela 4). Estudos clínicos controlados utilizando tratamentos de superfície ainda são necessários para confirmar esse percentual fracasso.

O tratamento com *glaze* na superfície interna de cimentação da zircônia é um tratamento inovador e ainda existem poucos estudos tratando deste tema. Existem diferentes técnicas de aplicação que são sugeridas na literatura para serem utilizadas como tratamentos de superfície como mostrado por Valentino et al., 2012 e Everson et al., 2012. Everson et al. (2012) sugeriram que fosse necessário examinar o impacto da espessura do *glaze* e também realizar estudo de vida em fadiga. A vida de fadiga no presente estudo mostrou resultados

semelhantes, com Liu et al. (2014), para o grupo *glaze*, também demonstrando um desempenho inferior para o tratamento interno com o *glaze*, mas a limitação de nosso estudo foi não avaliar a espessura do *glaze*. Uma semelhança entre os grupos silicatização e o grupo *glaze* é que não se pode tomar como certo que eles foram feitos de maneira uniforme dentro da camada interna da coroa, ou seja, as camadas de abrasão das partículas e a deposição do *glaze* podem não ser igual e de satisfatoriamente presentes em todas as superfícies das paredes de cimentação. Por outro lado, a difusão do iniciador MPD é facilmente obtida.

Testes de fadiga deslizantes realizados em água com diferentes sistemas cerâmicos levam a um tempo de vida mais curto do que amostras testadas com carga axial (Kim et al., 2008). O atrito, associado a ação do deslizamento da ponta aplicadora de carga, intensifica a tração na margem do contato, aumentando a propagação de trincas (Kim et al., 2008). No nosso estudo, todos os espécimes que falharam não apresentaram danos na infraestrutura de Y-TZP, mesmo os espécimes que apresentaram delaminação e exposição da infraestrutura. Na verdade, a cerâmica de revestimento apresentaram marcas de fraturas, como *cone cracks*. *Wake hackles* indicam que a fratura iniciou perto da região de contato e *arrest lines* mostram que mais de um evento ocorreu antes da falha poder ter sido detectada.

Embora as forças geradas durante a mastigação variem amplamente entre 5 N e 364 N, a força média da mastigação / deglutição é descrita na literatura como cerca de 100 N, sendo um valor de força relevante para a simulação da mastigação normal. A força máxima de apertamento (N) encontrados na literatura varia de 216 a 880N, sendo assim o presente estudo utilizou 200 N de carregamento cíclico estando dentro dos padrões fisiológicos (Guess et al., 2013; Tsalouchou et al., 2008; Belli et al., 2013; Bonfante et al., 2010; Coelho et al., 2009; Kim et al., 2007).

É bem sabido que a carga de fratura é dependente do tipo e da direção do carregamento cíclico, da localização da carga, do modelo de dente utilizado como suporte da coroa durante a carga, da velocidade de deformação, entre outros. Uma das limitações dos estudos que realizam fadiga cíclica axial para simular um dente posterior durante a mastigação, e restringir a carga apenas ao centro do dente, mas também se impõem cargas laterais. Para o presente estudo procurou-se utilizar a fadiga fora do longo eixo do dente, com um deslizamento de 0,7 mm (Zhang et al., 2010; Coelho et al., 2009; Santana et al., 2009; Bonfante et al., 2010; Belli et al., 2013; Guess et al., 2013) através da vertente triturante da cúspide méso- vestibular com uma ponta aplicadora de carga de 3,5 mm.

Para este estudo também foi utilizado uma frequência de 3 Hz que é mais elevada do que a frequência típica de uma mastigação normal na boca de 1 a 2 Hz (Alhasanyah et al., 2012; Zhang et al., 2005). Três Hz foi utilizado para reduzir a duração de cada teste, uma vez que é de prática comum de laboratório utilizar condições aceleradas para avaliar os efeitos de ensaio por um período mais longo de ciclos em um curto tempo de duração, sem comprometer as características essenciais dos testes.

Réplicas de dentes de resina composta são bastante reportadas na literatura como substituto para simulação da dentina e para que haja uma padronização dos espécimes eliminando variáveis para o estudo de fadiga (Coelho et al., 2009; Bonfante et al., 2010; Tsalouchou et al., 2008; Guess et al., 2013). Porém, no presente estudo optou-se por utilizar dentes com medidas e tamanhos padronizados, pois gostaríamos de avaliar o comportamento dos tratamentos de superfície para zircônia em união com a dentina; por isso tomou-se todo o cuidado para a total eliminação do esmalte durante o processo de preparo dos dentes para coroa total (Belli et al., 2013). Espécimes planos tem sua utilização muito discutível na literatura por terem a limitação de não reportar as fraturas

clínicas uma vez que as fraturas tendem a se propagar pelas margens (Kim et al., 2007).

Outros fatores descritos como causas do lascamento da cerâmica de revestimento são a incompatibilidade de expansão térmica entre o material de infraestrutura e a cerâmica de revestimento, queima e resfriamento indevido da porcelana de cobertura aplicadas sobre o *coping* (Benetti et al., 2010). O efeito do resfriamento após a queima da cerâmica de revestimento leva a tensões internas e diminuição da resistência ao cisalhamento e vem sendo solucionados devido a um melhor controle dos procedimentos laboratoriais (Belli et al., 2013; Lima et al., 2013). O estudo de Guess et al., 2013 revelou uma maior susceptibilidade ao lascamento da porcelana de cobertura na técnica prensada sob fadiga, por essa razão o presente estudo buscou utilizar a técnica estratificada aplicado por um único ceramista de acordo com as recomendações do fabricante. No entanto, as possíveis trincas e lascamentos da porcelana feldspática podem ser explicadas devido a sua baixa resistência à flexão (55-87 MPa) por isso existe a necessidade do suporte através da infraestrutura e cimentação adequada para assegurar a durabilidade a longo prazo da restauração.

Esse estudo, além de simular o esforço mastigatório repetitivo, utilizou coroas com forma anatômica de primeiro molar superior humano, de maneira a simular a anatomia dental concordando com o estudo de Bonfante et al., 2009 e Kosmac et al., 2000 sobre substratos clinicamente relevante, como a dentina. A simulação da anatomia dental pode aumentar a taxa de sobrevivência das restaurações totalmente cerâmicas quando sob fadiga, por permitir um suporte adequado para porcelana (Corazza et al., 2013). A diminuição da espessura de porcelana (Lima et al., 2013) ou a modificação do desenho (Bonfante et al., 2010) da infraestrutura associados a um resfriamento lento (Choi et al., 2011; Al-Amleh et al., 2014), também pode garantir melhor desempenho dessa restaurações em longo prazo. Isso porque quando se tem um suporte

insuficiente da restauração, ocorre maior índice de falhas como trincas, lascamento, delaminação ou até mesmo uma fratura catastrófica do sistema cerâmico, como é relatado na literatura (Sailer et al., 2010). Por este motivo, nesse estudo tanto o preparo como a aplicação da porcelana foram controlados através da ajuda de um modelo padrão de uma arcada dentária superior e um profissional experiente, fato que foi comprovado nos tipos de falhas encontrado em todas as coroas analisadas.

A influência dos diversos fatores que podem contribuir para a falha da cerâmica de cobertura sobre *copings* de zircônia ainda precisa ser estudados com um modelo de fadiga deslizante em estudos futuros.



## 8 CONCLUSÃO

A vida em fadiga dos espécimes foi sempre tempo-dependente, isto é, possuem confiabilidades semelhantes, embora o grupo tratado com *primer* contendo fosfatos tenha apresentado maior tolerância ao dano por fadiga após  $2 \cdot 10^6$  ciclos.

## 9 REFERÊNCIAS

Aboushelib MN, Matinlinna JK, Salameh Z, Ounsi H. Innovations in bonding to zirconia-based materials: Part I. *Dent Mater.* 2008, 24: 1268–1272.

Akgungor G, Sen D, Aydin M. Influence of different surface treatments on the short-term bond strength and durability between a zirconia post and a composite resin core material. *J Prosthet Dent.* 2008 May;99(5): 388-99.

Alhasanyah A1, Vaidyanathan TK, Flinton RJ. Effect of core thickness differences on post-fatigue indentation fracture resistance of veneered zirconia crowns. *J Prosthodont.* 2013 Jul;22(5):383-90.

Al-Amleh B, Neil Waddell J, Lyons K, Swain MV. Influence of veneering porcelain thickness and cooling rate on residual stresses in zirconia molar crowns. *Dent Mater.* 2014 Mar; 30(3):271-80.

Amaral R, Ozcam M, Bottino MA, Valandro LF. Microtensile bond strength of a resin cement to glass infiltrated zirconia-reinforced ceramic: the effect of surface conditioning. *Dent Mater.* 2006 Mar;22(3):283–90.

Anusavice KJ. *Cerâmicas odontológicas.* Phillips Materiais Dentários. Trad. Dourado, A. et al. 11.ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan. 2005; 21: 619-631.

Atsu SS, Kilicarslan MA, Kucukesmen HC, Aka PS. Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. *J Prosthet Dent.* 2006 Jun;95(6):430–6.

Attia A, Lehmann F, Kern M. Influence of surface conditioning and cleaning methods on resin bonding to zirconia ceramic. *Dent Mater.* 2011 Mar; 27(3):207-13.

Baran G, Boberick K, McCool J. Fatigue of restorative materials. *Crit Rev Oral Biol Med.* 2001;12(4):350-60.

Belli R, Frankenberger R, Appelt A, Schmitt J, Baratieri LN, Greil P, Lohbauer U. Thermal-induced residual stresses affect the lifetime of zirconia-veneer crowns. *Dent Mater.* 2013 Feb;29(2):181-90.

Benetti P, Della Bona A, Kelly JR. Evaluation of thermal compatibility between core and veneer dental ceramics using shear bond strength test and contact angle measurement. *Dent Mater.* 2010 Aug;26(8):743-50

Bonfante EA, Sailer I, Silva NR, Thompson VP, Dianne Rekow E, Coelho PG. Failure modes of Y-TZP crowns at different cusp inclines. *J Dent.* 2010 Sep;38(9):707-12.

Bonfante EA, Coelho PG, Guess PC, Thompson VP, Silva NR. Fatigue and damage accumulation of veneer porcelain pressed on Y-TZP. *J Dent.* 2010 Apr;38(4):318-24.

Borges A. <http://www.ebah.com.br/content/ABAAAozEAB/distribuicao-weibull> (acessado em 08 de março de 2012).

Bottino MA, Faria R, Valandro LF. Cimentação Adesiva de Restaurações Cerâmicas. Percepção - Estética em Próteses Livres de Metal em Dentes Naturais e Implantes. VALANDRO, L. F.; BOTTINO, M. A. 1.ed. São Paulo: Artes Médicas. 2009. Cap. 7, p. 469-542.

Bottino MA, Bergoli C, Lima EG, Marocho SM, Souza RO, Valandro LF. Bonding of Y-TZP to dentin: effects of Y-TZP surface conditioning, resin cement type, and aging. *Oper Dent.* 2014 May-Jun;39(3):291-300.

Casucci A, Mazzitelli C, Monticelli F, Toledano M, Osorio R, Osorio E, Papacchini F, Ferrari M. Morphological analysis of three zirconium oxide ceramics: Effect of surface treatments. *Dent Mater.* 2010 Aug; 26(8): 751-60.

Corazza PH, Feitosa SA, Borges AL, Della Bona A. Influence of convergence angle of tooth preparation on the fracture resistance of Y-TZP-based all-ceramic restorations. *Dent Mater.* 2013 Mar;29(3):339-47.

Chai J, Chu FC, Chow TW. Effect of surface treatment on shear bond strength of zirconia to human dentin. *J Prosthodont.* 2011 Apr;20(3):173-9.

Choi JE, Waddell JN, Swain MV. Pressed ceramics onto zirconia. Part 2: indentation fracture and influence of cooling rate on residual stresses. *Dent Mater.* 2011 Nov; 27(11):1111-8.

Coelho PG, Bonfante EA, Silva NRFA, Rekow D and Thompson VP. Laboratory Simulation of Y-TZP All-ceramic Crown Clinical Failures. *J Dent Res.* 2009 Apr;88(4):382-6.

Deng Y, Lawn BR, Lloyd IK. Characterization of damage modes in dental ceramic bilayer structures. *J Biomed Mater Res.* 2002;63(2):137-45.

Everson P, Addison O, Palin WM, Burke FJ. Improved bonding of zirconia substructures to resin using a "glaze-on" technique. *J Dent.* 2012 Apr; 40(4):347-51.

Fissore B, Nicholls JI, Yuodelis RA. Load fatigue of teeth restored by a dentin bonding agent and a posterior composite resin. *J Prosthet Dent.* 1991 Jan;65(1):80-5.

Garvie RC, Hannink RH, Pascoe RT. Ceramic steel? *Nature.* 1975; 258: 703.

Garvie RC, Nicholson PS. Phase Analysis in Zirconia Systems. *J. Am. Ceram. Soc.* 1972; 55 : 303-305.

Guazzato M, Proos K, Quach L, Swain MV. Strength, reliability and mode of fracture of bilayered porcelain/zirconia (Y-TZP) dental ceramics. *Biomaterials.* 2004 Sep;25(20):5045-52.

Guess PC, Strub JR, Steinhart N, Wolkewitz M, Stappert CF. All-ceramic partial coverage restorations-midterm results of a 5-year prospective clinical split mouth study. *Journal of Dentistry.* 2009; 37:627-37.

Guess PC, Bonfante EA, Silva NR, Coelho PG, Thompson VP. Effect of core design and veneering technique on damage and reliability of Y-TZP-supported crowns. *Dent Mater.* 2013 Mar;29(3):307-16.

Itinoche MK. Avaliação da influência da ciclagem mecânica na resistência à flexão de cerâmicas. Tese (doutorado em odontologia Restauradora). Faculdade de odontologia de São José dos Campos. Universidade Estadual Paulista, 2004.

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

Kelly JR, Giordano R, Pober R, Cima MJ. Fracture Surface Analysis of Dental Ceramics: Clinically Failed Restorations. *Int J Prosthodont.* 1990 Sep-Oct;3(5):430-40.

Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater.* 1998 Jan;14(1):64-71.

Keul C, Liebermann A, Roos M, Uhrenbacher J, Stawarczyk B, Ing D. The effect of ceramic primer on shear bond strength of resin composite cement to zirconia: a function of water storage and thermal cycling. *J Am Dent Assoc.* 2013 Nov;144(11):1261-71.

Kim BK, Bae HE, Shim JS, Lee KW. The influence of ceramic surface treatments on the tensile bond strength of composite resin to all-ceramic coping materials. *J Prosthet Dent*. 2005 Oct;94(4):357-62.

Kim JW, Kim JH, Thompson VP, Zhang Y. Sliding contact fatigue damage in layered ceramic structures. *J Dent Res*. 2007 Nov;86(11):1046-50.

Kitayama S, Nikaido T, Takahashi R, Zhu L, Ikeda M, Foxton RM, Sadr A, Tagami J. Effect of primer treatment on bonding of resin cements to zirconia ceramic. *Dent Mater*. 2010 May;26(5):426-32.

Koizumi, H., Nakayama, D., Komine, F., Blatz, M.B., and Matsumura, H. Bonding of resin-based luting cements to zirconia with and without the use of ceramic priming agents. *J Adhes Dent*. 2012; 14: 385–392.

Kosmac T, Oblak CE, Jevnikar P, Funduk N, Marion. Strength and Reliability of Surface Treated Y-TZP Dental Ceramics. *J Biomed Mater Res (Appl Biomater)*. 2000; 53: 304–313.

Kramer N, Lohbauer U, Frankenberger R. Adhesive luting of indirect restorations. *Am J Dent*. 2000 Nov;13(Spec No):60D-76D.

Lima JM, Souza AC, Anami LC, Bottino MA, Melo RM, Souza RO. Effects of thickness, processing technique, and cooling rate protocol on the flexural strength of a bilayer ceramic system. *Dent Mater*. 2013 Oct;29(10):1063-72.

Liu D, Pow EH, Tsoi JK, Matinlinna JP. Evaluation of four surface coating treatments for resin to zirconia bonding. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2014 Apr;32:300-9.

Luthy H, Loeffel O, Hammerle CH. Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. *Dent Mater*. 2006 Feb;22(2):195-200.

Magne P, Paranhos MPG, Burnett Jr LH. New zirconia primer improves bond strength of resin-based cements. *Dent Mater*. 2010, 26: 345–352. 16.

Matinlinna JP, Heikkinen T, Ozcan M, Lassila LV, Vallittu PK. Evaluation of resin adhesion to zirconia ceramic using some organosilanes. *Dent Mater*. 2006 Sep;22(9):824-31.

Matinlinna JP, Lassila LV. Enhanced resin-composite bonding to zirconia framework after pretreatment with selected silane monomers. *Dent Mater.* 2011 Mar;27(3):273-80.

Matinlinna JP, Vallittu PK. Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces - an insight review of the chemical aspects on surface conditioning. *J Oral Rehabil.* 2007 Aug;34(8):622-30.

Oyagüe RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R. Effect of water aging on microtensile bond strength of dual-cured resin cements to pre-treated sintered zirconium-oxide ceramics. *Dent Mater.* 2009 Mar;25(3):392-9.

Ozcan M, Nijhuis H, Valandro LF. Effect of various surface conditioning methods on the adhesion of dual-cure resin cement with MDP functional monomer to zirconia after thermal aging. *Dent Mater J.* 2008;27:99–104.

Pape FW, Pfeiffer P, Marx R. Bond strength of etched In-Ceram(R) to tooth enamel. *ZWR.* 1991 Jul;100(7):450-3.

Piascik JR, Swift EJ, Thompson JY, Grego S, Stoner BR. Surface modification for enhanced silanation of zirconia ceramics. *Dent Mater.* 2009 Sep;25(9):1116-21.

Piowarczyk A, Lauer HC & Sorensen JA (2005) The shear bond strength between luting cements and zirconia ceramics after two pre-treatments. *OperDent.* 2005 May-Jun;30(3):382-8.

Raigrodski AJ, Chiche GJ, Potiket N, Hochstedler JL, Mohamed SE, Billiot S, et al. The efficacy of posterior three unit zirconium-oxide-based ceramic fixed partial dental prostheses: a prospective clinical pilot study. *Journal of Prosthetic Dentistry.* 2006; 96:237–44.

Rosentritt M, Steiger D, Behr M, Handel G, Kolbeck C. Influence of substructure design and spacer settings on the in vitro performance of molar zirconia crowns. *J Dent.* 2009 Dec;37(12):978-83.

Rekow D, Silva NRFA, Coelho PG, Zhang Y, Guess P and Thompson VP. Performance of Dental Ceramics: Challenges for Improvements. *J Dent Res.* 2011 Aug;90(8):937-52.

Ren L, Janal MN, Zhang Y. Sliding contact fatigue of graded zirconia with external esthetic glass. *J Dent Res.* 2011 Sep;90(9):1116-21.

Rungruanganunt P, Kelly JR. Insights into "bonding" of all-ceramics influenced by cement, sandblasting and water storage time. *Dent Mater.* 2012 Sep; 28(9):939-44.

Sailer I, Feher A, Filser F, Gauckler LJ, Luthy H, Hammerle CH. Five-year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures. *International Journal of Prosthodontics.* 2007; 20:383-8.

Sailer I, Gottnerb J, Kanelb S, Hammerle CH. Randomized controlled clinical trial of zirconia-ceramic and metal-ceramic posterior fixed dental prostheses: a 3-year follow up. *International Journal of Prosthodontics* 2009; 22:553-60.

Santana T, Zhang Y, Guess P, Thompson VP, Rekow ED, Silva NR. Off-axis sliding contact reliability and failure modes of veneered alumina and zirconia. *Dent Mater.* 2009 Jul;25(7):892-8.

Smyd ES. The role of torque, torsion and bending in prosthodontics failures. *J Prosthet Dent* 1961; 11:95-111.

Sundh A, Molin M, Sjogren G. Fracture resistance of yttrium oxide partially stabilized zirconia all-ceramic bridges after veneering and mechanical fatigue testing. *Dent Mater.* 2005 May;21(5):476-82.

Silva NRFA, Bonfante EA, Rafferty BT, Zavanelli RA, Rekow ED, Thompson VP and Coelho PG. Modified Y-TZP Core Design Improves All-ceramic Crown Reliability. *J Dent Res.* 2011 Jan;90(1):104-8.

Toledano M, Osorio R, Osorio E, Aguilera FS, Yamauti M, Pashley DH, Tay F. Durability of resin-dentin bonds: effects of direct/indirect exposure and storage media. *Dent Mater.* 2007 Jul;23(7):885-92.

Tsalouchou E, Cattell MJ, Knowles JC, Pittayachawan P, McDonald A. Fatigue and fracture properties of yttria partially stabilized zirconia crown systems. *Dent Mater.* 2008 Mar;24(3):308-18.

Tsukakoshi M, Shinya A, Gomi H, Lassila LV, Vallittu PK, Shinya A. Effects of dental adhesive cement and surface treatment on bond strength and leakage of zirconium oxide ceramics. *Dent Mater J.* 2008 Mar;27(2):159-71.

Tsuo Y, Yoshida K, Atsuta M. Effects of alumina-blasting and adhesive primers on bonding between resin luting agent and zirconia ceramics. *Dent Mater J.* 2006 Dec;25(4):669-74.

Valandro LF, Ozcan M, Bottino MC, Bottino MA, Scotti R, Bona AD. Bond strength of a resin cement to high-alumina and zirconia-reinforced ceramics: the effect of surface conditioning. *J Adhes Dent.* 2006 Jun;8(3):175-81.

Valentino TA, Borges GA, Borges LH, Platt JA, Correr-Sobrinho L. Influence of glazed zirconia on dual-cure luting agent bond strength. *Oper Dent.* 2012 Mar-Apr;37(2):181-7.

Xie ZG, Meng XF, Xu LN, Yoshida K, Luo XP, Gu N. Effect of air abrasion and dye on the surface element ratio and resin bond of zirconia ceramic. *Biomed Mater.* 2011 Dec;6(6):065004.

Wang RR, Lu CL, Wang G, Zhang DS. Influence of cyclic loading on the fracture toughness and load bearing capacities of all-ceramic crowns. *Int J Oral Sci.* 2014 Jun;6(2):99-104.

Yilmaz H, Aydin C, Gul BE. Flexural strength and fracture toughness of dental core ceramics. *J Prosthet Dent.* 2007 Aug;98(2):120-8.

Yoshida K, Tsuo Y, Atsuta M. Bonding of dual-cured resin cement to zirconia ceramic using phosphate acid ester monomer and zirconate coupler. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2006;77:28–33.

Zhang Y, Pajares A, Lawn BR. Fatigue and damage tolerance of Y-TZP ceramics in layered biomechanical systems. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2004 Oct; 71(1):166-71.

Zhang Y, Kim JW. Graded zirconia glass for resistance to veneer fracture. *J Dent Res.* 2010 Oct;89(10):1057-62.



**ANEXO A – Certificado do Comitê de Ética em Pesquisa**

UNESP – UNIV ESTADUAL PAULISTA  
CAMPUS DE SÃO JOSÉ DOS CAMPOS  
INSTITUTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA

**CERTIFICADO**

CERTIFICAMOS, que o protocolo nº 12486313.4.0000.0077, sobre "VIDA EM FADIGA E MODOS DE FALHA DE COROAS COM INFRAESTRUTURA EM ZIRCÔNIA: EFEITO DO DESENHO DA RESTAURAÇÃO E DO TIPO DE TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE." sob responsabilidade de RENATA MARQUES DE MELO MARINHO, está de acordo com os Princípios Éticos, seguindo diretrizes e normas regulamentadoras de pesquisa, envolvendo seres humanos; conforme Resolução nº 196/96 do Conselho Nacional de Saúde e foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa.

**São Jose dos Campos, 28 de março de 2013**

Profa. Dra. Janete Dias Almeida  
Coordenadora do Comitê de Ética em Pesquisa - Local