



UNESP – Universidade Estadual Paulista
Faculdade de Odontologia de Araraquara



ANTONIO ALVES DE ALMEIDA JÚNIOR

EFEITO DE DIFERENTES TAXAS DE RESFRIAMENTO SOBRE
A PORCELANA FELDSPÁTICA DE COBERTURA PARA
INFRAESTRUTURAS EM ZIRCÔNIA

Araraquara
2013



UNESP – Universidade Estadual Paulista
Faculdade de Odontologia de Araraquara



ANTONIO ALVES DE ALMEIDA JÚNIOR

**EFEITO DE DIFERENTES TAXAS DE RESFRIAMENTO SOBRE A PORCELANA
FELDSPÁTICA DE COBERTURA PARA INFRAESTRUTURAS EM ZIRCÔNIA**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em
Reabilitação Oral – Área de Prótese, da Faculdade de
Odontologia de Araraquara, da Universidade Estadual
Paulista para obtenção do título de Doutor em
Reabilitação Oral.

Orientador: Prof. Dr. Gelson Luís Adabo

Coorientador: Prof. Dr. Luciano Pessanha Moreira

Araraquara

2013

Almeida Junior, Antonio Alves de

Efeito de diferentes taxas de resfriamento sobre a porcelana feldspática de cobertura para infraestruturas em zircônia / Antonio Alves de Almeida Junior.-- Araraquara: [s.n.], 2013.

139 f. ; 30 cm.

Tese (Doutorado) – Universidade Estadual Paulista,
Faculdade de Odontologia

Orientador: Prof. Dr. Gelson Luis Adabo

1. Porcelana dentária 2. Zircônio 3. Resistência de materiais
4. Resistência ao cisalhamento 5. Dureza 6. Resfriamento* I. Título

* Termo não autorizado pelo DeCs

Ficha catalográfica elaborada pela Bibliotecária Marley C. Chiusoli Montagnoli, CRB-8/5646

Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação da Faculdade de Odontologia de Araraquara / UNESP

ANTONIO ALVES DE ALMEIDA JÚNIOR

EFEITO DE DIFERENTES TAXAS DE RESFRIAMENTO SOBRE A PORCELANA
FELDSPÁTICA DE COBERTURA PARA INFRAESTRUTURAS EM ZIRCÔNIA

COMISSÃO JULGADORA

TESE PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE DOUTOR

Presidente e Orientador: Prof. Dr. Gelson Luis Adabo

2º Examinador: Profa. Dra. Renata Garcia Fonseca

3º Examinador: Prof. Dr. Francisco de Assis Mollo Jr.

4º Examinador: Prof. Dr. Claudinei dos Santos

5º Examinador: Prof. Dr. Pedro César Garcia de Oliveira

Araraquara, 25 de abril de 2013.

DADOS CURRICULARES

ANTONIO ALVES DE ALMEIDA JÚNIOR

| | |
|-------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| NASCIMENTO | 10.08.1982 Aracaju/SE |
| FILIAÇÃO | Antonio Alves de Almeida Maria Muniz Sousa Alves Almeida |
| 2000 - 2005 | Curso de Graduação Departamento de Odontologia Universidade Federal de Sergipe – UFS |
| 2003 - 2003 | Curso de aperfeiçoamento em Cirurgia Oral Menor. Associação Brasileira de Odontologia – ABO/SE |
| 2004 - 2005 | Curso de aperfeiçoamento teórico e prático em Prótese Fixa Associação Brasileira de Odontologia – ABO/SE |

- 2005 - 2006 Curso de Aperfeiçoamento em Prótese sobre
Implante
Instituto de Ensino Odontológico - Bauru/SP
- 2005 - 2007 Especialização em Prótese Dentária
Fundação Bauruense de Ensino Odontológico
Faculdade de Odontologia de Bauru – USP
- 2006 - 2006 Aperfeiçoamento em Prótese sobre Implante
Clínica Via Oral – Bauru/SP
- 2007 - 2009 Curso de Mestrado – Área de Prótese
Programa de Pós-Graduação em Reabilitação Oral
Faculdade de Odontologia de Araraquara
Universidade Estadual Paulista – UNESP
- 2009 - 2013 Curso de Doutorado – Área de Prótese
Programa de Pós-Graduação em Reabilitação Oral
Faculdade de Odontologia de Araraquara
Universidade Estadual Paulista - UNESP

Dedicatória

Dedico este trabalho...

Aos meus pais, Antonio e Maria, pelo amor, carinho, dedicação e ensinamentos para minha formação.

À minha futura esposa, Fabiana. Pessoa que me acompanhou por todo o curso de Doutorado, compartilhando de seu amor, companheirismo, lealdade e incentivo.

Agradecimientos

A princípio, gostaria de agradecer a Deus, ser espiritual onipresente, que rege cuidadosamente nossas vidas.

Minha eterna gratidão aos meus pais, Antonio e Maria, que nunca mediram esforços e sempre dedicaram total apoio para minha formação profissional, ensinando-me, principalmente, a importância da construção e coerência de meus próprios valores. Amo vocês!

Agradeço imensamente a minha companheira, Fabiana, minha futura esposa, que se aventurou junto comigo nas estradas e nos ares em busca do nosso crescimento profissional e de nosso sonho de vivermos juntos, afastando-se até mesmo de sua família e de seu conforto para ficar próximo a mim. Amo você!! Aproveito para agradecer pelo acolhimento também à família Carlino, Sérgio, Sueli e Alex, minha nova família.

Tenho muito a agradecer ao meu orientador Prof. Dr. Gelson Luis Adabo, a quem devo grande parte deste trabalho por sua enorme dedicação à vida acadêmica, mas que também foi um grande amigo que eu aprendi a admirar e respeitar durante esta minha passagem por Araraquara. Prof., obrigado por acreditar no meu potencial, pela confiança, pelo carinho, pelo apoio e pelos ensinamentos odontológicos, acadêmicos e de experiência de vida. Se hoje eu sou uma pessoa menos (ou pouco menos) impulsiva, devo à sua cautela em tomar atitudes e às suas ponderações. Aprecio muito como o senhor cuida de sua família e espero levar suas características para quando eu formar a minha.

Agradeço pela ajuda e dedicação do coorientador Prof. Dr. Luciano Pesanha Moreira da Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda/UFF. Ainda teremos muito trabalho pela frente.

Agradeço ao Prof. Dr. Claudinei dos Santos que ajudou imensamente desde o projeto até as publicações deste trabalho, dando todo o suporte, apoio e incentivo que precisávamos. Claudinei, você se tornou um grande amigo. Espero poder receber sua família mais vezes em Aracaju!

Não posso deixar de agradecer ao amigo Prof. Dr. Leandro de Moura Martins que muito contribuiu com opiniões e discussões no momento da idealização desse projeto.

Agradeço aos professores do Departamento de Engenharia de Materiais da Escola de Engenharia de Lorena/USP em nome dos Prof. Dr. Sebastião Ribeiro e Prof. Dr. Paulo Suzuki pela ajuda com o método de tenacidade à fratura e cálculo do índice de cristalinização, respectivamente.

Agradeço à equipe de pós-graduandos do Laboratório de Materiais Vítreos da UFSCar em nome do Prof. Dr. Oscar Peitl pela ajuda com execução de alguns ensaios.

Agradeço aos “irmãos de orientação” que muito contribuíram com este trabalho: Beatriz Regalado, Diogo Longhini e Natália Domingues.

Gostaria de agradecer a minha querida Prof^a. Dr^a. Renata Garcia Fonseca pela amizade e ensinamentos. Agradeço pela grande amizade, confiança e ensinamentos também ao Prof. Dr. Carlos Alberto dos Santos Cruz, que me deu grandes oportunidades acadêmicas. E agradeço a amizade do Prof. Dr. Luiz Geraldo Vaz que completa essa família da disciplina de Materiais Dentários deste departamento que vai me deixar saudades.

Agradeço aos professores Maurício Nagle, Oscar Muñoz, Luiz Borelli, Weber Ricci pela oportunidade, aprendizagem e convívio durante dois semestres de estágio docência na disciplina de Clínica Integrada.

Agradeço aos demais professores do Departamento pela amizade e ensinamentos: Ana Carolina Pero, Ana Cláudia Pavarina, Ana Lúcia Machado, Caco Segalla, Carlos Vergani, Cinara Camparis, Eunice Giampaolo, Francisco Mollo Jr, Ivan Faria, João Arioli, José Maurício Reis, Ligia Antunes, Marco Antonio, Regina Helena e Sérgio Nogueira

Agradeço aos colegas de Doutorado Ana Lúcia, Ana Paula, André Paleari, Camila Zamperini, Carlos Lombardo, Carolina Chaves, Cristiane Costa, Fernanda Izumida, Flavia Medeiros, Juliano Alencar, Patrícia Sabino pela amizade e convivência durante esses anos de pós-graduação.

Agradeço à amizade dos funcionários da Faculdade na qual fui bem acolhido: Maria do Carmo, Marta, Malu, Mirian, Dedé, Adelaide, Dulce, D. Inês, Mané, Junior, Silvia, Cristina, Fernando, Elizete, Eunice, Marquinho, Rodrigo e Prado.

Aos funcionários da Pós-graduação, em nome de Mara Cândida, pela prontidão, disponibilidade e simpatia com que sempre me atenderam.

Agradeço ao irmão e amigo Filipe Abi Rached por nossa grande amizade e à toda família Abi Rached, Farid, Lúcia, Lillian, D. Isa e Suhad, pelo acolhimento. Muito obrigado!

Agradeço ao companheirismo do amigo Rodrigo Pereira. Agradeço aos amigos de Natal pelos momentos inesquecíveis, Norberto Faria, Sergei Rabelo, Marília Regalado, Alexandre Ribeiro, Beatriz Regalado e Raphael Ferreira. Aos amigos de Aracaju que conheci em Araraquara, Camila Vieira, Aloísio Júnior e Vitor Noronha. Não posso deixar de mencionar os amigos araraquarenses Marcelo Del'Acqua e Sabrina Castanharo, da baiana Mariana Basílio e da mineira Bruna Alfenas.

Agradeço à Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP na pessoa de sua diretora Profa. Dra. Andréia Affonso Barreto Montandon pela oportunidade de crescimento profissional concedida.

Ao Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP, representados pelo Chefe de Departamento Prof. Dr. Francisco de Assis Mollo Jr.

À Coordenação do Pós-Graduação em Reabilitação Oral da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP, representada pela coordenadora Profa. Dra. Ana Cláudia Pavarina.

À Fundação de Amparo a Pesquisa do Estado de São Paulo, FAPESP, pela concessão da Bolsa de Doutorado (processo N. 2009/17735-8) e do Auxílio à Pesquisa (processo N. 2010/05469-9) concedido para o desenvolvimento deste projeto.

Agradeço aos novos colegas e alunos da Universidade Tiradentes.

Agradeço a todos os amigos, professores e familiares que ficaram em Aracaju na torcida por mais esta conquista, principalmente aos amigos do grupo 70 centavos e da clínica Smile.

Muito obrigado!

Epígrafe

Para realizar grandes conquistas, devemos não apenas agir, mas também sonhar;
não apenas planejar, mas também acreditar.

Anatole France (1844-1924)

Resumo

Almeida-Jr AA. Efeito de diferentes taxas de resfriamento sobre a porcelana feldspática de cobertura para infraestruturas em zircônia. [Tese de Doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2013.

RESUMO

A maior incidência de lascamentos na porcelana de cobertura é uma das principais desvantagens de restaurações com infraestrutura em zircônia se comparada com as metalocerâmicas. Essa maior ocorrência pode ser explicada por diferenças nas propriedades mecânicas das porcelanas indicadas para infraestrutura em zircônia ou por estresses residuais devido às propriedades térmicas dos materiais cerâmicos. Assim, este estudo apresentou os seguintes objetivos: 1. Comparar a resistência à flexão (MPa), confiabilidade pelo módulo de Weibull, dureza Vickers (VHN) e tenacidade à fratura ($\text{MPa}/\text{mm}^{1/2}$) de duas porcelanas feldspáticas utilizadas sobre infraestrutura em zircônia (Vita VM9 e e.Max Ceram) e duas porcelanas feldspáticas utilizadas sobre infraestrutura metálica (Vita VMK95 e Duceragold); 2. Avaliar a resistência à fratura por flexão, confiabilidade, probabilidade de falha, dureza Vickers, tenacidade à fratura pelo método do entalhe em V e índice de cristalinidade por difratometria de raios-X de corpos-de-prova monocamada da porcelana Vita VM9 submetidos a três métodos de resfriamento; 3. Analisar a resistência à fratura por flexão, confiabilidade, resistência de cisalhamento da união e o modo de falha em corpos-de-prova bicamada de zircônia (ZrHP) e porcelana feldspática (Vita VM9) submetidos a diferentes taxas de resfriamento. No primeiro estudo, análises estatísticas de Kruskal Wallis e Dunn foram utilizadas ($p < 0,05$). Não foi observada diferença estatística na resistência à flexão ($p = 0,31$) entre as porcelanas. O módulo de Weibull apresentou maior confiabilidade para a porcelana VMK95 seguido por e.Max, Vita VM9 e Duceragold. No ensaio de dureza Vickers, as porcelanas e.Max, VM9 e VMK95 não apresentaram diferença estatística, enquanto a Duceragold apresentou o menor valor ($p < 0,001$). O maior valor de tenacidade à fratura foi o da porcelana VMK95, enquanto a VM9 e a e.Max apresentaram valores mais baixos. Concluiu-se que, apesar da equivalência de resistência à flexão, confiabilidade e dureza, as porcelanas para infraestrutura em zircônia apresentaram menores valores de tenacidade a fratura, indicando uma possível explicação para a maior

ocorrência de falhas. No segundo estudo, ao final do tempo de sinterização, os espécimes foram submetidos a três métodos de resfriamento: 1. Lento: deixados no interior do forno desligado por 8 horas; 2. Normal: retirados do forno e deixados resfriar à temperatura ambiente por 20 minutos; 3. Rápido: retirados imediatamente do forno e aplicado jato de ar comprimido por 10 segundos. Os dados foram analisados por análise de variância a um critério e teste de Tukey ($p < 0,05$) e a análise de Weibull foi realizada a partir dos valores de resistência à flexão. Não houve diferença significativa para resistência à flexão ($p = 0,654$) e tenacidade à fratura ($p = 0,734$). No entanto, o resfriamento lento apresentou maior valor de dureza Vickers ($p < 0,001$). O resfriamento normal apresentou maior módulo de Weibull, porém a resistência característica para o resfriamento rápido foi maior do que para normal e lento. A probabilidade de falha foi maior para as amostras do resfriamento normal e lento. O método de resfriamento rápido mostrou o menor índice de cristalinidade. No terceiro estudo, dados foram submetidos a ANOVA um fator, teste de Tukey ($p < 0,05$) e análise de Weibull. A análise de variância para resistência à flexão para a configuração ZT não foi significativa ($p = 0,06$), porém para configuração com a porcelana sob tração (PT) foi significativa, e o teste de Tukey revelou valores significativamente maiores para o resfriamento rápido ($p < 0,01$). A análise de Weibull mostrou que o resfriamento normal apresentou confiabilidade ligeiramente maior. O resfriamento lento diminuiu a resistência de união ($p < 0,01$) que mostrou padrão de fratura predominantemente coesiva e combinada, enquanto os demais métodos mostraram falha predominantemente adesiva. Esses estudos indicaram que as propriedades das porcelanas para zircônia podem diferir das indicadas para metalocerâmica e que o resfriamento da porcelana pode interferir em algumas propriedades de estruturas mono ou bicamada.

Palavras-chave: Porcelana Dentária, Zircônio, Resistência de materiais, Resistência ao cisalhamento, Dureza, Resfriamento

Abstract

Almeida-Jr AA. Effect of different cooling methods on a feldspathic porcelain veneer for zirconia core. [Tese de Doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2013.

ABSTRACT

The high incidence of chipping of the feldspathic porcelain veneer is one of the disadvantages of zirconia-based restorations in comparison to metal-based prosthesis. This highest occurrence may be explain by the difference in the mechanical proprieties of the porcelain to zirconia system or by the residual tensions due to thermal proprieties of ceramic materials. Then, the purpose of this study was:

1. To compare the three-point flexural strength (MPa), Weibull parameters, Vickers hardness (VHN) and Vickers indentation fracture toughness ($\text{MPa}/\text{mm}^{1/2}$) of feldspathic porcelains for metal (Vita VMK95 and Duceragold) and for zirconia frameworks (Vita VM9 and e.Max Ceram);
2. To compare the flexural strength, reliability and probability of failure, measured by Weibull analysis, Vickers hardness, V-notch fracture toughness, and crystallinity index by Powder X-ray Diffractometry Technique of monolayer specimens of a dental feldspathic veneer porcelain for zirconia (VITA VM9) subjected to three different cooling conditions;
3. To investigate the effect of three cooling methods on the flexural strength, reliability, shear bond strength and failure mode of bilayer specimens of veneer porcelain (VITA VM9) and zirconia (ZrHP). In the first study, Kruskal-Wallis and Dun test were used for statistical analysis ($p < 0.05$). There was no significant difference ($p = 0.31$) among the porcelains in the flexural. Weibull calculation presented highest reliability for VMK95 followed by e.Max, VM9 and Duceragold. Vickers hardness test showed that e.Max, VM9 and VMK95 had no difference and Duceragold had the lowest value ($p < 0.001$). The highest fracture toughness was to VMK95, while VM9 and e.Max had the lowest values ($p < 0.001$). It was concluded that, despite of the suitable flexural strength, reliability and high hardness, the porcelains used to zirconia-based fixed dental prostheses showed lower fracture toughness values, indicating a possible explanation for the higher incidence of failures. In the second study, bar-shaped specimens made with Vita VM9 porcelain were sintered and cooled under three

conditions: 1. Slow: left inside the switched-off furnace by 8 hours; 2. Normal: removed from the furnace and left cooling at room temperature by 20 minutes; and 3. Fast: removed immediately from the furnace and applied compressed air by 10 seconds. The data were analyzed by one-way ANOVA and Tukey's post hoc test ($p < 0.05$). Weibull analysis was performed from flexural strength values. There were no significant differences in flexural strength values ($p = 0.654$) or fracture toughness values ($p = 0.734$). Nevertheless, one-way ANOVA was significant for Vickers hardness ($p < 0.001$), and the Tukey's test showed that slow cooling had the highest mean value. Normal cooling showed highest Weibull modulus, however, the characteristic strength for fast cooling was higher than those for normal and slow cooling. The probability of failure was higher for the normal and slow cooling samples. Fast cooling method showed the lowest crystallinity index. In the third study, data were submitted to one-way ANOVA, Tukey's post hoc tests ($p < 0.05$) and Weibull analysis. One-way ANOVA for the ZT configuration was not significant ($p = 0.06$). However, ANOVA for the PT configuration, in which, the porcelain was under tension, was significant, and Tukey's test revealed that fast cooling leads to significantly higher values ($p < 0.01$) than the other cooling methods. Weibull analysis showed that normal cooling had slightly higher reliability. Statistical tests showed that slow cooling decreased the SBS value ($p < 0.01$) and showed more cohesive and combined fracture modes while the other cooling methods showed more adhesive failures. These studies indicated that the properties of porcelain to zirconia frameworks may differ from those indicated for metal-ceramic and that the cooling method of the porcelain may interfere with some properties of mono or bilayer structures.

KEYWORDS: Dental Porcelain, Zirconium, Material Resistance, Shear Strength, Hardness, Cooling.

Sumário

SUMÁRIO

| | |
|-----------------------|------------|
| 1 INTRODUÇÃO | 23 |
| 2 PROPOSIÇÃO | 32 |
| 3 CAPÍTULOS | 34 |
| 3.1 CAPÍTULO 1 | 35 |
| 3.2 CAPÍTULO 2 | 46 |
| 3.3 CAPÍTULO 3 | 70 |
| 4 DISCUSSÃO | 97 |
| 5 CONCLUSÃO | 115 |
| REFERÊNCIAS | 117 |
| APÊNDICE | 125 |

Introdução

1 INTRODUÇÃO

As próteses metalocerâmicas apresentam sucesso há mais de 40 anos, no entanto essas restaurações podem ter estética e biocompatibilidade comprometidas pela presença do metal da infraestrutura. Isso levou a busca e desenvolvimento de novos materiais que pudessem substituir o metal dessas restaurações²⁶. Atualmente, materiais cerâmicos podem ser empregados em infraestrutura apresentando estética, biocompatibilidade, baixo acúmulo de placa bacteriana, baixa condutibilidade térmica e boa resistência mecânica^{23,24,28,43,61}.

Desses materiais, a cerâmica a base de óxido de zircônio (ZrO_2) de alta densidade estabilizada por ítrio (3Y-TZP) tem despertado um grande interesse no mercado odontológico^{37,73} devido à suas propriedades mecânicas. A zircônia densa apresenta alta dureza (12 a 13 GPa)³⁷, resistência ao desgaste, resistência à flexão (variando de 800 a 1.000 MPa), elevados módulo de elasticidade (entre 200 e 215 GPa) e tenacidade à fratura (entre 6 e 8 MPa), quando comparados com as outras cerâmicas dentais^{72,73}. Essas propriedades permitem utilizá-la em próteses fixas múltiplas de dentes posteriores^{5,46,61}, situação em que outros sistemas cerâmicos, tais como aqueles a base de leucita, dissilicato de lítio e óxido de alumínio infiltrado por vidro, são contraindicados⁷². Entretanto, como a zircônia apresenta translucidez reduzida e, assim, não mimetiza idealmente as características dentais, seu uso fica restrito à confecção de infraestruturas de restaurações indiretas^{4,28,73}, enquanto a simulação das estruturas dentárias é conseguida, semelhantemente às restaurações metalocerâmicas, por sucessivas queimas de cerâmicas feldspáticas que simulam a dentina e o esmalte^{4,26,30}. Ainda assim, ocorre um ganho em estética nas restaurações com infraestrutura em zircônia devido a não formação de um halo

metálico escurecido na cervical e necessidade de opacificação exagerada das metalocerâmicas.

Contudo, apesar das propriedades mecânicas satisfatórias da zircônia como material de infraestrutura, problemas como pequenos lascamentos e fratura da cerâmica de cobertura ocorrem com relativa frequência nessas restaurações^{57,62}, o que eleva sua taxa de insucesso para até 15,2% em cinco anos⁶¹. Já nas próteses metalocerâmicas, após cinco anos de uso clínico, esse tipo de falha ocorre em 0,4% para coroas unitárias e 2,9% para próteses parciais fixas^{54,62}. Em próteses confeccionadas em zircônia, essas falhas podem estar relacionadas com resistência de união insuficiente entre a cerâmica e a zircônia³⁰, contatos oclusais prematuros³⁰, ou tensão residual excessiva devido a incompatibilidade térmica entre o material de infraestrutura e a cerâmica de cobertura^{26,30,68}.

Alguns estudos revelam valores aceitáveis de resistência de união entre a cerâmica de cobertura e a infraestrutura^{2,40}. Já os contatos prematuros devem ser cuidadosamente observados e ajustados pelo clínico no momento da prova da restauração na boca e antes da aplicação do glaze independentemente do tipo de trabalho protético. Por outro lado, o estresse residual na cerâmica de cobertura ainda é uma incógnita⁶⁸. Essa tensão residual é estabelecida durante a sinterização e pode ser provocada por uma inadequada taxa de resfriamento ou por uma incompatibilidade do coeficiente de expansão térmica (CET) entre a cerâmica de cobertura e a zircônia^{32,68}, podendo levar a falhas adesivas ou coesivas da porcelana de cobertura.

Durante o processo de sinterização da cerâmica de cobertura, a restauração é aquecida a uma elevada temperatura (cerca de 850 a 1.000 °C). Neste momento, a cerâmica está no estado plástico e suas tensões são liberadas pela fluidez

plástica^{65,79}. Entretanto, durante o resfriamento, a cerâmica passa do estado plástico para o sólido, numa temperatura definida como temperatura de transição vítrea (T_g). Abaixo desta temperatura a viscosidade é aumentada e a movimentação atômica é muito lenta criando tensões na estrutura cerâmica^{32,65}. Entretanto, pode ser observado que após a sinterização, a prótese é removida do forno e chega a resfriar numa taxa de até $600^\circ\text{C}/\text{min}$ ²⁶. Como os materiais apresentam diferentes coeficientes de expansão térmica (CET), esse resfriamento pode resultar em tensões substanciais²¹. Essas tensões podem causar deformação da restauração, lascamento imediato da porcelana ou um aumento na probabilidade de fratura durante o carregamento funcional da restauração^{19,21}. Isso deve ocorrer por que as tensões residuais formadas são de natureza compressiva na superfície e de tração na subsuperfície. Porém, as de origem compressiva ocupam apenas cerca de 16% da superfície, sendo o restante de tração, pouco toleradas por um material de natureza frágil (friável) como a cerâmica. Essa subsuperfície pode ser rapidamente exposta sob função clínica, em virtude de um ajuste oclusal, ou na presença do contato cíclico de um indentador, o que torna esta porcelana suscetível à falha coesiva⁶⁵.

A influência do conteúdo ou a potencial ocorrência de transformação de fase ou da leucita ($\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2$), principal componente da matriz cristalina das porcelanas feldspáticas, de acordo com o método de resfriamento das restaurações protéticas^{25,48,53,71} pode influenciar nas propriedades mecânicas da porcelana, como resistência flexural, dureza e tenacidade à fratura^{15,16,48,49,53}.

Em relação a diferença entre os CET, uma força de tração na infraestrutura pode se formar quando o CET da infraestrutura for maior que o da cerâmica de cobertura. Neste caso, a porcelana de cobertura ficará sujeita a uma força

compressiva. Um efeito contrário ocorrerá quando o CET da infraestrutura for menor que o da cerâmica de cobertura. Neste caso, as trincas se originam normalmente na superfície devido aos estresses resultantes do resfriamento. Contudo, apesar de o CET maior da infraestrutura ser considerado um princípio básico para o sucesso das restaurações, a cerâmica de cobertura pode sofrer delaminação⁶⁵. Desse modo, os fabricantes de produtos odontológicos desenvolvem sistemas cerâmicos que possuem a cerâmica de cobertura com um CET ligeiramente menor que o da infraestrutura, o que leva a uma compressão benéfica da camada de cobertura^{4,26,30,33,40}. A diferença máxima entre o CET da infraestrutura e porcelana deve ser menor que 10%⁷¹.

Em próteses metalocerâmicas, o estresse residual excessivo pode ser compensado pela deformação por uma resposta em fluência da liga, especialmente quando utilizada uma liga nobre. Em sistemas totalmente cerâmicos, a infraestrutura é rígida e não permite a indução de estresse por diferença térmica, aumentando, assim, o risco de formação de forças destrutivas na camada de cobertura^{4,30}. Além disso, ligas metálicas possuem uma alta condutibilidade térmica (cerca de 300 W/mK para ligas nobres) enquanto a zircônia (cerca de 2 W/mK) e a porcelana feldspática (2,39 W/mK) são isolantes térmicos. Assim, a combinação de baixa condutibilidade térmica dos materiais de infraestrutura e de cobertura retarda enormemente a taxa de resfriamento da porcelana na interface quando comparada com uma infraestrutura metálica, modificando potencialmente o CET e introduzindo tensões residuais térmicas⁴⁰.

Outro fator que chama atenção é a incerteza das informações em relação à taxa de resfriamento ideal para essas cerâmicas. Antes de março de 2009, os fabricantes tinham dúvida com relação se essa taxa deveria ser rápida ou lenta. A

partir de março de 2009, a VITA, uma grande empresa de destaque internacional, modificou seus prospectos, recomendando o resfriamento mais lento dessas restaurações⁷⁰ devido a baixa condutibilidade térmica da zircônia que levaria à formação tensões residuais muito elevadas. No entanto, ainda não foram determinadas taxas de resfriamento precisas, apenas recomendando que “A restauração deve permanecer durante a fase de resfriamento no interior da câmara do forno, pois assim impede-se o risco de qualquer choque térmico por oscilações de temperatura externas.”¹ Ainda, afirmam: “Com esse procedimento anulam-se as tensões residuais no interior da restauração.”¹ Por outro lado, Göstemeyer et al.³⁶ afirmaram que a resistência de união é diminuída quando as taxas de resfriamento são lentas, o que gera dúvida quanto a correta indicação do resfriamento lento.

A resistência de união entre zircônia e porcelana de cobertura é fortemente afetada pela tensão residual^{5,40}. Como a modificação da taxa de resfriamento possivelmente controla o nível de estresse residual, pode-se supor que essa taxa teria um efeito na resistência de união entre zircônia e a porcelana de cobertura. Porém, ambos mostram que a resistência de união entre zircônia e porcelana apresenta valores aceitáveis.

Portanto, para elucidar o papel da taxa de resfriamento no ciclo de sinterização dessas cerâmicas de cobertura e verificar se este fator pode estar relacionado com as falhas clínicas, faz-se importante realizar estudos de caracterização mecânica, adesiva e micro estrutural após diferentes taxas de resfriamento.

A resistência mecânica da cerâmica é uma característica fundamental para sua utilização clínica.^{30,68} No entanto, além da resistência mecânica, é importante que elas apresentem uma confiabilidade estrutural para obter sucesso clínico.

Distribuições complexas de forças estão presentes em seu uso e apenas dados de resistência não podem ser diretamente extrapolados para prever sua performance estrutural. A probabilidade de falha de uma cerâmica depende dos parâmetros experimentais que medem a distribuição de resistência e é dependente do tempo de resistência. Esses parâmetros podem ser determinados pela mensuração da resistência como uma função da taxa de tensão em um ensaio que simula a condição de uso. Para materiais frágeis à tração e resistentes à compressão, como é o caso das cerâmicas, pode-se utilizar apropriadamente o ensaio de flexão. Assim, experimentos bem delineados em conjunção com uma análise de confiabilidade podem fornecer dados que apontem para o sucesso de uso das cerâmicas em sua aplicação clínica^{12,22,41,58}.

Sabe-se que as tensões de fratura de materiais frágeis apresentam valores dispersos, uma vez que estão relacionados aos seus defeitos internos e, assim, tendem a uma distribuição assimétrica. Dessa forma, a Distribuição de Weibull é o modelo estatístico aplicável aos materiais cerâmicos que tem se mostrado bastante adequado. Os parâmetros de Weibull (módulo de Weibull e resistência característica) determinam a distribuição da tensão de ruptura. O módulo de Weibull (m), ou parâmetro de forma, é um critério importante na determinação da confiabilidade de materiais cerâmicos, pois trata estatisticamente os valores de resistência mecânica permitindo relacionar a probabilidade acumulada de fratura do material à resistência mecânica. Quanto maior o valor de “ m ”, menos dispersos são os valores de resistência mecânica, ou seja, tem-se um material mais homogêneo e mais confiável. Já a resistência característica (σ_0), ou parâmetro de escala, representa o valor de resistência do material quando existe uma probabilidade de fratura de 63,21%. Os parâmetros de escala e de forma correspondem,

respectivamente, ao valor médio e o desvio padrão de um material que segue uma distribuição Gaussiana²².

A caracterização mecânica da cerâmica pode ser complementada por ensaios de dureza Vickers e de tenacidade à fratura. A dureza mede a resistência a penetração de um indentador na superfície da cerâmica. Já a tenacidade à fratura mede a absorção de energia do material frágil, a qual está relacionada ao nível de estresse antes do momento da falha estrutural^{35,37,59,69}. Clinicamente, a dureza está relacionada com a resistência à abrasão e capacidade de polimento da cerâmica, enquanto a tenacidade está relacionada com a energia necessária para a fratura do material.

Para caracterização microestrutural da cerâmica de cobertura, uma das principais técnicas utilizadas em materiais cristalinos é a difratometria de raios X. Os raios X ao atingirem um material podem ser espalhados e a depender do ângulo de espalhamento e da intensidade, pode-se determinar fase cristalina presentes no pó de cerâmica e após a sinterização^{17,35,37,68}. Com a mensuração da percentagem da quantidade de fase cristalina (leucita), pode-se encontrar o índice de cristalinidade do material.

Portanto, partindo do pressuposto que as modificações do coeficiente de expansão térmica podem alterar as propriedades mecânicas entre as porcelanas feldspáticas para infraestruturas de zircônia e de metal, julgou-se oportuno comparar as propriedades de resistência a fratura por flexão, módulo de Weibull, resistência característica, dureza Vickers e tenacidade à fratura por endentação Vickers de corpos-de-prova monocamada de porcelana feldspática para infraestrutura metálica e corpos-de-prova monocamada de porcelana feldspática para infraestrutura em zircônia (Capítulo 1).

Além disso, assumindo que uma inadequada taxa de resfriamento após a sinterização das porcelanas de cobertura para próteses com infraestrutura em zircônia eleva a tensão residual e esta é uma possível causa para o alto índice de falhas em próteses confeccionadas com esse sistema^{26,32,40,65,68}, considerou-se adequado avaliar a resistência à flexão, confiabilidade, probabilidade de falha, dureza Vickers, tenacidade à fratura pelo método do entalhe em V e índice de cristalinidade de corpos-de-prova monocamada de porcelana feldspática para infraestrutura em zircônia (Capítulo 2). E, continuando com a mesma linha de raciocínio da possível formação de tensões residuais após uma inadequada taxa de resfriamento, comparou-se a resistência à flexão, confiabilidade, resistência de cisalhamento da união e o modo de falha em corpos-de-prova bicamada de zircônia e porcelana feldspática submetidos a diferentes taxas de resfriamento (Capítulo 3).

Proposição

2 PROPOSIÇÃO

O objetivo deste trabalho foi avaliar as propriedades de porcelanas feldspática indicadas para zircônia, do efeito da taxa de resfriamento sobre propriedades físicas e mecânicas de uma porcelana para zircônia e do efeito da taxa de resfriamento sobre o conjunto zircônia/porcelana. Para isso, três estudos foram propostos com os objetivos específicos e apresentados na forma de artigos científicos:

Capítulo 1 - Evaluation of mechanical properties of dental feldspathic porcelains for metal and zirconia core

Capítulo 2 - Effects of different cooling methods on the properties of one feldspathic porcelain used for zirconia cores

Capítulo 3 – Effects of extreme cooling methods on mechanical properties and shear bond strength of bilayered porcelain/3Y-TZP specimens

Capítulos

3.1 CAPÍTULO 1

Evaluation of mechanical properties of dental feldspathic porcelains for metal and zirconia core*

Antonio Alves de Almeida-Junior ^{1,a} Gelson Luis Adabo ^{1,b} Beatriz Regalado Galvão ^{1,}

^c Diogo Longhini ^{1,d} Claudinei dos Santos ^{2,e}

1- FOAr – Univ Estadual Paulista. R. Humaitá, 1740. Sala 415. Araraquara-SP-
Brazil. Zip code 14.801-930

2- USP-EEL DEMAR Polo Urbo Industrial Gleba Al6, s/n. Lorena – SP – Brazil. Zip
code 12.600-000

a ajrodonto@terra.com.br, b adabo@foar.unesp.br, c biaregalado@yahoo.com.br, d
diogo.longhini@yahoo.com.br, e claudinei@demar.eel.usp.br

* Artigo publicado no periódico Materials Science Forum:

Almeida-Júnior AA, Adabo GL, Galvão BR, Longhini D and Santos C. Evaluation of mechanical properties of dental feldspathic porcelains for metal and zirconia core. Materials Science Forum. 2012; 727-728: 1104-7.

ABSTRACT

Studies has been reported a significant incidence of chipping of the feldspathic porcelain veneer in zirconia-based restorations. The purpose of this study was to compare the three-point flexural strength (MPa), Weibull parameters, Vickers hardness (VHN) and Vickers indentation fracture toughness (MPa/mm^{1/2}) in feldspathic porcelains for metal and for zirconia frameworks. Bar specimens were made with the porcelains e.Max Ceram (EM) and VitaVM9 (V9) for zirconia core, and Duceragold (DG) and VitaVMK95 (VK) for metal core (n= 15). Kruskal-Wallis and Dun test were used for statistical analysis. There was no significant difference (p=0.31) among the porcelains in the flexural strength (Median= 73.2; 74.6; 74.5; 74.4). Weibull calculation presented highest reliability for VK (10.8) followed by EM (7.1), V9 (5.7) and DG (5.6). Vickers hardness test showed that EM (536.3), V9 (579.9) and VK (522.1) had no difference and DG (489.6) had the lowest value (p<.001). The highest fracture toughness was to VK (1.77), DG (1.58) had an intermediate value while V9 (1.33) and EM (1.18) had the lowest values (p<.001). Despite of the suitable flexural strength, reliability and high hardness, the porcelains used to zirconia-based fixed dental prostheses showed lower fracture toughness values.

KEY-WORDS: dental ceramic, esthetics, zirconia, fixed prosthesis, veneering ceramics

INTRODUCTION

Yttrium-tetragonal zirconia polycrystals (Y-TZP), at room temperature, has mechanical properties similar to those of metal alloys used for single crowns and fixed dental prostheses infrastructure. Y-TZP was recently introduced to dentistry because of its mechanical properties, low thermal conductivity, low corrosion potential, radiopacity, and biocompatibility [1]. However, due to the high crystalline content, Y-TZP is opaque and interferes on the esthetic appearance of dental restoration and it has been indicated only as infrastructure. As well as metal-ceramic prosthesis, Y-TZP core requires a veneering with feldspathic porcelain to obtain esthetic rehabilitation[2].

Coefficient of thermal expansion (CTE) plays an important role in the clinical performance of metal-ceramic and all-ceramic restorations. CTE of porcelain for veneering and core material (metal or ceramic) should be similar each other to avoid fracture or delamination due to the excessive residual stress in the porcelain [3]. The maximal mismatch between CTE of substructure material and porcelain should be less than 10% [4]. CTE of porcelain glass phase is approximately $7 * 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ while the conventional dental alloys are of the order of $14 * 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$, and the typical CTE of Y-TZP is $10.5 * 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$. CTE can be adjusted by addition of leucite that has high CTE, and during firing cycles, it transforms from tetragonal to cubic structure, which is accompanied by a large volume change. Besides the porcelain CTE control, the leucite added may improve the ceramic mechanical properties [3].

The major concern about veneered-zirconia restorations is the high occurrence of porcelain cracking, chipping, delamination and large fractures. Explanations for these failures have been related to CTE mismatch between Y-TZP

and porcelain, microstructural changes in porcelain during firing or cooling, core design, core-veneer thickness ratio and porcelain strength itself [5].

Conventional porcelains for metal-ceramic restorations have been studied extensively since the 60's and their clinical performance is well documented. However, the behavior of porcelain for zirconia veneering is still unclear regarding its mechanical and physical properties. The aim of this study was to compare 4 brands of porcelains: two indicated for zirconia veneering, one for base metal veneering and other for gold alloy veneering, in terms of flexural strength, Weibull parameters, hardness and fracture toughness.

MATERIALS AND METHODS

Table 1 – Dental Porcelains studied

| Commercial Brand | Core | Young Modulus (GPa) | CTE (ppm K ⁻¹) | Manufacturer |
|------------------|------------------|---------------------|----------------------------|--------------------------------|
| IPS e.Max (EM) | Y-TZP | 65 | 10.2 | Ivoclar-Vivadent, Liechtestein |
| VM9 (V9) | Y-TZP | 66 | 9.0 | Vita Zahnfabrik, Germany |
| Duceragold (DG) | Gold alloy | 70 | 15.8 | Dentsply Ceramco, USA |
| VMK 95 (VK) | Metal base alloy | 91 | 13.5 | Vita Zahnfabrik, Germany |

The porcelains studied are described in Table 1. Fifty bar-shaped specimen per material were prepared for three-point flexural strength test according to ISO Ceramic materials (ISO 6872:2008). The porcelain powder was mixed with the respective liquid and inserted into a silicone matrix (28mm x 5.2 mm x 1.6mm). After firing schedules, performed according to the manufacturer's instructions, the specimens were machined for dimensions adjusting, as recommended by the ISO 6872:2008 standard (22 mm x 4 mm X 1.2 mm). The specimens were polished with a polishing machine (Metaserv 2000; Buehler UK Ltd, Coventry, England) using sequential SiC abrasive paper from #120 to #1200 and diamond suspensions (1-3 µm). The flexural strength test was performed using a mechanical testing machine

(DL 2000, EMIC, São José dos Pinhais, PR, Brazil) with a flexure fixture with span of 20 mm at 0.5 mm/min crosshead speed (Eq. 1).

$$\sigma_f = \frac{3FL}{2bh^2} \quad (1)$$

Where, σ_f is maximum center tensile stress (MPa), L is the distance of the two supports (mm); F is the load at fracture (N), b is the width of the specimen (mm), h is the height of the specimen (mm).

The Weibull distribution is commonly used statistic method for the description of the homogeneity of the failure strengths of brittle materials [6]. It is given by:

$$Pf = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (2)$$

Where, Pf is the fracture probability defined by the relation $Pf=i/(N+1)$, i is the rank in strength, N denotes the total number of specimens in the sample, m is the shape parameter, which is called the Weibull modulus, and σ_0 is the scale parameter or characteristic strength.

$$\ln \left(\frac{1}{1-P} \right) = m \cdot \ln \sigma - m \cdot \ln \sigma_0 \quad (3)$$

For Vickers hardness and fracture toughness test, the fractured bars used in the flexural strength test were mounted in acrylic resin and the surface

polished on a polishing machine with SiC abrasive paper from #120 to #1200 and diamond suspension (1-3 μm). Nine Vickers hardness indentations per sample were made in a microhardness tester (Micromet 2100; Buehler UK Ltd, Coventry, England) with 9.8 N load and 20 seg. Fracture toughness was determined by Vickers hardness indentation technique, which is based on the relationship among the Vickers hardness number, cracks that form from each corner of the indentation, and Young's modulus. Fracture toughness was calculated using the following equation (Eq 4):

$$K_{IC} = 0,016 \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} \times \frac{P^{3/2}}{C} \quad (4)$$

Where, K_{IC} is the fracture toughness ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$), E is the Young modulus (GPa), P is hardness test load (N), H is Vickers Hardness (GPa) and C is half the diagonal of indentation crack (m).

RESULTS

Flexural strength data were analyzed by Kruskal-Wallis test that showed that there was no significant difference among median of EM = 73.2 MPa, V9 = 74.6 MPa, DG = 74.5 MPa and VK = 74.4 MPa. Weibull modulus (m) calculated for EM (7.1), V9 (5.7) and DG (5.6) were lower than VK (10.8). Vickers hardness test showed no statistical difference among EM (536.3 VHN), V9 (579.9 VHN) and VK (522.1 VHN) which had higher median value than DG (489.6VHN) ($p < .001$). The highest fracture toughness median was to VK (1.77) while V9 (1.33), DG (1.58) had an intermediate value and EM (1.18) had the lowest values ($p < .001$).

DISCUSSION

Similarity among all porcelains in the flexural strength test agrees with the study of Fischer et al [7] who found values of veneering porcelain for Y-TZP

rather similar or even lower than those for metal-ceramic cores. However, it is reported larger failure rates in all-ceramic restorations [8]. Y-TZP/porcelain restorations may behave differently from metal-ceramic after firing. Residual stresses developed during cooling in metal-ceramic restorations may be relaxed by elastic or plastic deformation of the core, which can reduce the porcelain fracture under clinical loads. In contrast, Y-TZP is more rigid than metallic cores and the stresses formed are not able to relax to the substructure deformation.

Hardness values did not varied among porcelains with the exception of DG that showed lower value. It was found also that fracture toughness of porcelains for Y-TZP core (V9 and EM) were lower than those used for metal core (VK and DG). These results suggest that there is no direct relationship among flexural strength, hardness and fracture toughness. Nevertheless, it is important to highlight that VK showed the highest values of K_{IC} and modulus of Weibull.

Silicate glasses generally form the matrix phase in feldspathic porcelains whose K_{IC} values are typically in the range $0.7\text{-}1.0 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{-1/2}$. Then, porcelain toughening depends mainly on the crystalline phase [9]. The microstructure of a porcelain can affect strongly its mechanical properties and porcelains with higher amounts of leucite are more resistant to the fast crack propagation due to the phenomenon of crack deflection around leucite crystals[10]. Nevertheless, the effect of leucite used as crystalline phase may not be effective to improve the resistance to slow crack growth[11]. Thus, the long-term survival time of dental ceramics is not determined only by their initial strength and toughness[12]. Considering that porcelain for metal cores have higher CTE than porcelains for Y-TZP and that the CTE adjust is made by adding leucite crystals, it is expected high mechanical performance of porcelains for metal cores. However, the fracture of porcelain in

clinical use is complex in terms of the variability among patient's bit force, diet and oral parafunctional habits. A fatigue test simulating the oral environment conditions would be useful to the fracture phenomena understanding.

CONCLUSION

Despite of the suitable flexural strength and high hardness, the porcelains used to zirconia-based fixed dental prostheses showed lower fracture toughness values, suggesting that this mechanical property may be related to the higher clinical fracture occurrence in Y-TZP based prosthesis.

REFERENCES

- [1] P.C. Guess, A. Kulis, S. Witkowski, M. Wolkewitz, Y. Zhang, J.R. Strub, *Dent Mater*, Vol. 24 (2008) p. 1556-1567.
- [2] A. Sundh, M. Molin, G. Sjogren, *Dent Mater*, Vol. 21 (2005) p. 476-482.
- [3] A. Tsetsekou, T. Papadopoulos, O. Adamopoulos, *J Mater Sci Mater Med*, Vol. 13 (2002) p. 407-416.
- [4] M.V. Swain, *Acta Biomater*, Vol. 5 (2009) p. 1668-1677.
- [5] P. Benetti, F. Pelogia, L.F. Valandro, M.A. Bottino, A.D. Bona, *Dent Mater*, Vol. 27 (2011) p. 948-953.
- [6] S. Ban, K.J. Anusavice, *J Dent Res*, Vol. 69 (1990) p. 1791-1799.
- [7] J. Fischer, B. Stawarczyk, C.H. Hammerle, *J Dent*, Vol. 36 (2008) p. 316-321.
- [8] I. Sailer, B.E. Pjetursson, M. Zwahlen, C.H. Hammerle, *Clin Oral Implants Res*, Vol. 18 Suppl 3 (2007) p. 86-96.
- [9] R. Morena, P.E. Lockwood, C.W. Fairhurst, *Dent Mater*, Vol. 2 (1986) p. 58-62.
- [10] P.F. Cesar, H.N. Yoshimura, W.G. Miranda Junior, C.Y. Okada, *J Dent*, Vol. 33 (2005) p. 721-729.
- [11] P.F. Cesar, F.N. Soki, H.N. Yoshimura, C.C. Gonzaga, V. Styopkin, *Dent Mater*, Vol. 24 (2008) p. 1114-1122.
- [12] B. Taskonak, G.A. Borges, J.J. Mecholsky, Jr., K.J. Anusavice, B.K. Moore, J. Yan, *Dent Mater*, Vol. 24 (2008) p. 1149-1155.

3.2 CAPÍTULO 2

Effects of different cooling methods on the proprieties of one feldspathic porcelain used for zirconia cores **

SHORT TITLE:

Influence of cooling methods on the porcelain for zirconia

AUTHORS:

Antonio A. Almeida-Júnior 1, Paulo Atsushi Suzuki 2, Sebastião Ribeiro 2, Claudinei Santos 3, Gelson L. Adabo 1

AUTHORS' ADDRESSES:

1 UNESP – Univ Estadual Paulista - Faculdade de Odontologia de Araraquara, R. Humaitá, 1680. Sala 415. Centro. Araraquara-SP. Brazil. ZIP CODE 14801-930.

2 Universidade de São Paulo – Escola de Engenharia de Lorena, Rodovia Itajubá-Lorena, km 74,5Campinho. Lorena, SP. Brazil ZIP CODE 12600-970

3 Universidade do Estado do Rio de Janeiro – Faculdade de Tecnologia de Resende, Etr Resende-Riachuelo, S/N, Morada da Colina, Resende-RJ, Brazil. ZIP CODE 27523-000.

CORRESPONDING AUTHOR:

Gelson Luis Adabo

R. Humaita, 1680. Sala 415. Centro Araraquara – SP – Brazil Zip Code 14801-903

Phone: 55 (16) 3301-6415 Fax: 55 (16) 3301-6406

adabo@foar.unesp.br

** Artigo em avaliação no periódico Dental Materials (Protocolo DEMA-D-13-00103)

ABSTRACT

OBJECTIVES: This study compared the flexural strength, reliability and probability of failure, measured by Weibull analysis, Vickers hardness, V-notch fracture toughness, and crystallinity index, of dental feldspathic veneer porcelain for zirconia subjected to three different cooling conditions.

METHODS: Bar-shaped specimens made with Vita VM9 porcelain were sintered and cooled under three conditions: inside a switched-off furnace (slow); at room temperature (normal); and immediately using compressed air (fast). Three-point flexural strength tests (n=30), Vickers hardness tests (n=15) and V-notch fracture toughness tests (n=10) of the porcelain were carried out. The data were analyzed by one-way ANOVA and Tukey's post hoc test ($\alpha < 0.05$). Weibull analysis was performed from flexural strength values. The crystallization index was measured using the Powder X-ray Diffractometry Technique (PXRD).

RESULTS: There were no significant differences in flexural strength values ($\alpha = 0.654$) or fracture toughness values ($\alpha = 0.734$). Nevertheless, one-way ANOVA was significant for Vickers hardness ($\alpha < 0.001$), and the Tukey's test showed that slow cooling had the highest mean value. Normal cooling showed highest Weibull modulus. However, the characteristic strength for fast cooling was higher than those for normal and slow cooling. The probability of failure was higher for the normal and slow cooling samples. Fast cooling method showed the lowest crystallinity index.

SIGNIFICANCE: These results suggest that the cooling method can affect some characteristics of veneer porcelain used for zirconia-based restorations.

KEYWORDS: Dental ceramic; Zirconia; Monolayer ceramic; Cooling; Strength; Structural reliability; Hardness; Fracture toughness; Crystallinity index

INTRODUCTION

Zirconia-based materials have been widely used for crowns and fixed partial dentures. However, long-term clinical research has reported higher rates of chipping of veneer compared to well-known metal-ceramic restorations [1-4]. These occurrences could be related to the residual stress generated by successive firings and cooling cycles during porcelain veneer sintering, as well as inappropriate thermal expansion coefficient (TEC) mismatching between porcelain veneer and zirconia and both the low thermal diffusivity and low thermal conductivity of ceramic materials.

Sintering of porcelain starts at temperatures between 850 °C and 1000 °C, when the ceramic becomes a plastic state. During cooling, as the temperature reaches the glass transition temperature (T_g), the ceramic changes from a plastic state to a solid state. Below the T_g , the stresses generated due to differences between the TEC of zirconia and that of veneer cannot be relieved by plastic flow because the porcelain's viscosity is greatly increased. These stresses can result in deformation of the materials, but because of the high stiffness of ceramics materials, residual stresses are produced and can increase the probability of porcelain veneer chipping during mastication [5, 6].

Moreover, considering that zirconia-based substructures have lower thermal diffusivity and thermal conductivity if compared to metallic substructures for metal-ceramic restorations, different cooling methods after sintering have been proposed. Nevertheless, the ideal cooling rate for porcelain/zirconia structures has yet not been established. Different cooling rates have been reported in the literature, from slow cooling [7-9] to immediate prosthesis removal from the oven, with an extremely fast cooling rate that can reach 600 °C/min [9-15]. While these studies have mostly been

conducted on bilayer specimens (porcelain/zirconia), less attention has been paid to the possible effects of cooling methods on porcelain properties, independent of the residual stresses generated by the bilayer porcelain/zirconia complex. Studies of dental porcelain have shown changes in the microstructure and TEC due successive firings and differing cooling rates[16, 17]. Thus, the slower or faster cooling rates proposed for zirconia/porcelain restorations might influence the porcelain properties themselves. Tests to characterize feldspathic porcelain could elucidate the role of cooling rate on porcelain properties and indicate whether it can be related to clinical failure [6].

Therefore, the aim of this investigation was to compare the flexural strength, reliability and probability of failure, by Weibull analysis, Vickers hardness, V-notch fracture toughness, and crystallinity index, of a dental feldspathic veneer porcelain for zirconia subjected to three different cooling conditions. The null hypothesis (H0) was that there are no significant differences among porcelain samples cooled at different rates.

MATERIALS AND METHODS

Experimental protocols

Preparation of specimens

The porcelain samples were made according to ISO 6872:2008. Vita VM9 ceramic powder (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany) and Vita Modeling Liquid (Vita Zahnfabrik) were mixed and inserted into a mold. Excess liquid was blotted out with absorbent paper. The specimens were removed from the mold and placed on a tray and sintered (Aluminipress, EDG, Sao Carlos, SP, Brazil) following the manufacturer's recommendations (Table 1). At the end of the firing schedule, experimental protocols for cooling were performed as follows:

Slow – the samples were left inside the closed, turned-off furnace until they reached ambient temperature (about 8 hours);

Normal – the elevator of the furnace downed, and when the temperature inside the furnace reached 500 °C, the samples were removed and cooled in ambient air at room temperature (about 20 min); and

Fast – the samples were immediately removed from the furnace and cooled by compressed air blasting (less than 10 sec).

Table 1. Firing schedule for Vita VM9 Dentine porcelain

| | |
|-----------------------------|-----|
| Pre-Drying time (min) | 6 |
| Pre-Drying Temperature (°C) | 500 |
| Heating Rate (°C/min) | 55 |
| Firing Temperature (°C) | 910 |
| Holding time | 1 |

Three-point flexural strength

Ninety bar-shaped specimens were ground using 120-, 220-, 320-, 400-, 600- and 1200-grit wet SiC paper discs (Norton Abrasivos, Sao Paulo, SP, Brazil) using a polishing machine (Metaserv 2000, Buehler, Buehler UK Ltd., Coventry, United Kingdom), until final dimensions of 4 ± 0.25 mm in width, 1.2 ± 0.2 mm in thickness and 22 mm in length were obtained. The width and thickness dimensions of the specimens were measured with digital calipers (Mitutoyo Corporation, Tokyo, Japan) in 3 different locations (left, middle and right). The specimens were placed in a sample holder, which had a span of 15 mm between two 0.8 mm–radius rounded bearers, and were loaded until failure using 1.6 mm–radius, rounded, steel knife edges and a universal testing machine (DL 2000, EMIC, São José dos Pinhais, PR, Brazil), with a 5.0 kN load cell and at a crosshead speed of 1.0 mm/min. The testing was performed in distilled water at 37 °C, with the load applied at the midpoints of the samples (n=30). The flexural strength was calculated according to equation 1:

$$\sigma_f = \frac{3FL}{2wh^2} \quad \text{Eq. 1,}$$

where σ is the maximum tensile stress in the center (MPa), F is the load at fracture (N), L is the distance between the two supports (mm), w is the width of the specimen (mm), and h is the height of the specimen (mm).

Weibull analysis

To assess the reliability of the porcelain with each cooling method, Weibull regression analysis was performed based on the flexural strength data to determine

the Weibull modulus and characteristic strength. Equation 2 provides a description of the Weibull distribution:

$$P = 1 - \exp\left[-\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right] \quad \text{Eq. 2,}$$

where P is the probability of fracture, σ is the flexural strength, σ_0 is the characteristic strength at a fracture probability of 63.21%, and m is the Weibull modulus, which is the slope of the line plotted on the “ln(ln [1/(1-P)]) vs ln σ ” Cartesian plane.

Vickers hardness

Parts of the fractured flexural test specimens (n=15) were embedded in acrylic resin. These specimens were ground using sequential wet SiC paper discs with #4000-grit (Norton Abrasivos, Sao Paulo, SP, Brazil) in a polishing machine (Metaserv 2000, Buehler, Buehler UK Ltd., Coventry, United Kingdom). Nine Vickers indentations were created on each specimen using a microindentation tester (1600-6300 model, Buehler, Lake Bluff, IL, USA) with a peak load of 9.8 N and a dwell time of 20 s. The mean value was calculated.

Fracture toughness test

The fracture toughness was determined using the single-edge V-notched beam (SEVNB) method (n=10) according to ISO 6872:2008. After cooling, the specimens were rectified with a diamond wheel until to achieve final parallel dimensions of 4 mm x 3 mm x 22 mm. The specimens were notched using a razor blade and 3 μ m diamond paste, with a machine specifically designed to guide the razor blade linearly. The notches were cut across centrally on the 3 mm x 22 mm

surfaces. The depths of the V notches (1.0 ± 0.2 mm) were measured using SEM micrographs obtained from the notch tip of each specimen. Fig. 1 shows one of the samples with V notch to measure the K_{IC} by SEVNB method. A four-point flexural test was performed until failure with the 3 mm–width face and with the V-notch down, using a universal testing machine (DL 2000, EMIC, São José dos Pinhais, PR, Brazil) in air with a 5.0 kN load cell and crosshead speed of 0.5 mm/min. The sample holder had a span between the two 0.8 mm–radius, rounded bearers of 16 mm. The distance between the two 0.8 mm–radius, rounded loading pistons was 8 mm.

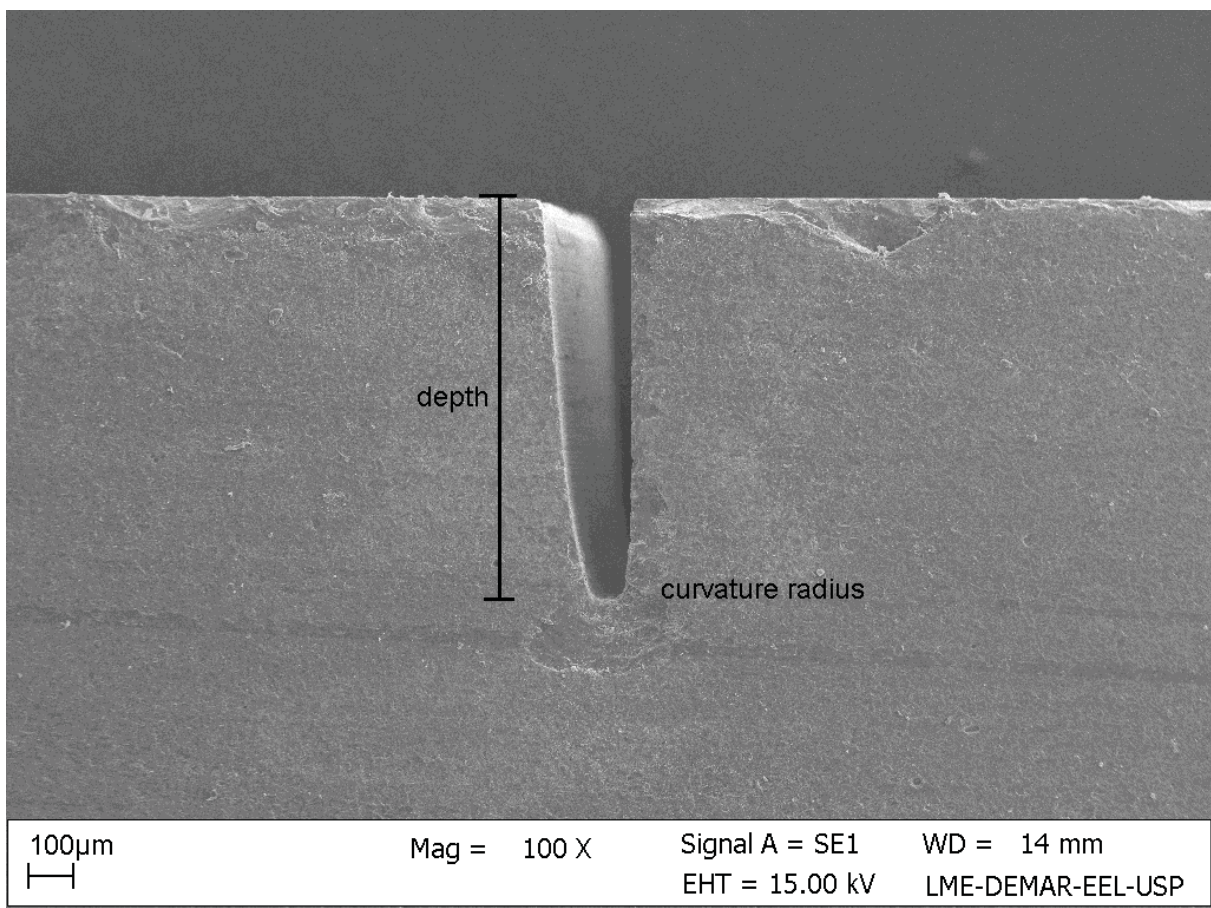


Fig. 1. SEM micrograph and description of a V-notch

Fracture toughness K_{IC} was calculated based on the four-point flexural test

results, using equation 3:

$$K_{Ic} = \frac{P}{b\sqrt{w}} \times \frac{S_1 - S_2}{w} \times \frac{3Y \sqrt{\frac{d}{w}}}{2(1 - \frac{d}{w})^{\frac{3}{2}}} Y \quad \text{Eq. 3,}$$

where P is the maximum load (MPa), S_1 and S_2 are the outer and inner roller spans, respectively, b and w are the thickness and height of the specimen, respectively, d is the average depth of the notch, and Y is represented in equation 4:

$$Y = 1,9887 - 1,326 \frac{d}{w} - \frac{(3,49 - 0,68 \frac{d}{w} + 1,35 (\frac{d}{w})^2) \alpha (1 - \frac{d}{w})}{(1 + \frac{d}{w})^2} \quad \text{Eq. 4.}$$

Statistics

Statistical analyses were performed using one-way analysis of variance ($\alpha < 0.05$). Multiple comparisons were performed using Tukey's post hoc test.

Crystallinity Index

The crystallinity index is a measure of the percentage of crystalline material in a given sample. To evaluate the effects of different cooling methods on the crystalline phase of VM9 porcelain, the crystallinity index was estimated using the powder X-ray diffractometry technique (PXRD). For X-ray diffraction (XRD), the bar specimens that underwent each cooling condition were ground into powder and filtered through 32 μm mesh. Powder from each group was placed in the holder of the X-ray powder diffractometer (Lab-X XRD-6000, Shimadzu Corp, Kyoto, Japan) and it was scanned by Cu-K α radiation ($\lambda = 1.5604 \text{ \AA}$, 40 mA, 40 KV) at diffraction angles of 5° to 90°,

with a step size of 0.05° and a measuring time of 4 s per step.

The calculations were performed using equation 5, which can quantify the ratio of the diffracted crystalline area to the total area diffracted (crystalline I_c + amorphous I_a):

$$X_c = \frac{I_c}{I_c + I_a} \times 100 \quad \text{Eq. 5,}$$

where I_c is the integral intensity of the crystalline fraction, which is the area under the diffraction peaks and the background curve, and I_a is the intensity scattered by the amorphous fraction, which is the area of the diffractogram outside the peaks [18]

RESULTS

The results of flexural strength (σ_f), Weibull modulus, characteristic strength, Vickers hardness, fracture toughness and crystallinity index are shown in Table 2. There were no statistically significant differences in flexural strength values ($F_{2,87}=0.436$, $\alpha=0.654$) or fracture toughness values ($F_{2,42}=3.220$, $\alpha=0.734$). However, one-way ANOVA was significant for Vickers hardness ($F_{2,39}= 3.238$, $\alpha<0.001$), and Tukey's test showed that slow cooling resulted in the highest mean value, while there was no difference between fast and normal cooling.

Table 2. Means of flexural strength, Weibull modulus, characteristic strength, Vickers hardness, fracture toughness and crystallinity index according to three different cooling methods

| Cooling | Flexural strength (MPa) | Weibull modulus | Characteristic strength (MPa) | Vickers hardness (GPa) | Fracture toughness (MPa/m ^{1/2}) | Crystallinity % |
|---------|-------------------------|-----------------|-------------------------------|------------------------|--------------------------------------------|-----------------|
| Slow | 74.3 (8.27) | 9.8 | 78.0 | 5.41 (0.08)A | 1.09 (0.13) | 13.6 |
| Normal | 75.1 (7.32) | 10.8 | 78.6 | 5.26 (0.10)B | 1.02 (0.10) | 12.6 |
| Fast | 76.3 (9.58) | 8.6 | 80.7 | 5.21 (0.08)B | 1.16 (0.18) | 10.0 |

The Weibull statistical analysis of the flexural strength data is also shown in Table 2. The reliability, analyzed by Weibull modulus (m), was the highest for normal cooling, following by slow and fast cooling. However, the characteristic strength for

fast cooling was higher than normal and slow cooling. According to Fig 2, probability of failure was higher for the normal and slow cooling samples.

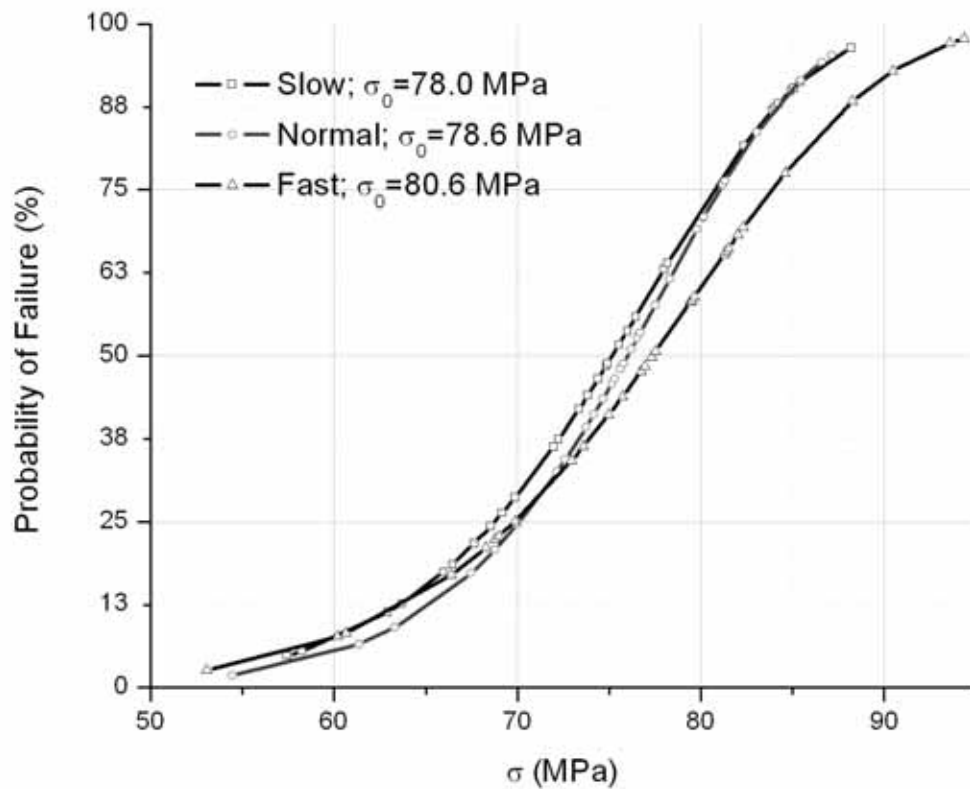


Fig 2. Probability of failure based on the flexural strength of the VM9 porcelain, according to cooling method

The XRD analyses (Fig 3) revealed the presence of a leucite phase under all cooling conditions. However, the crystallinity index was lowest in the fast cooling method.

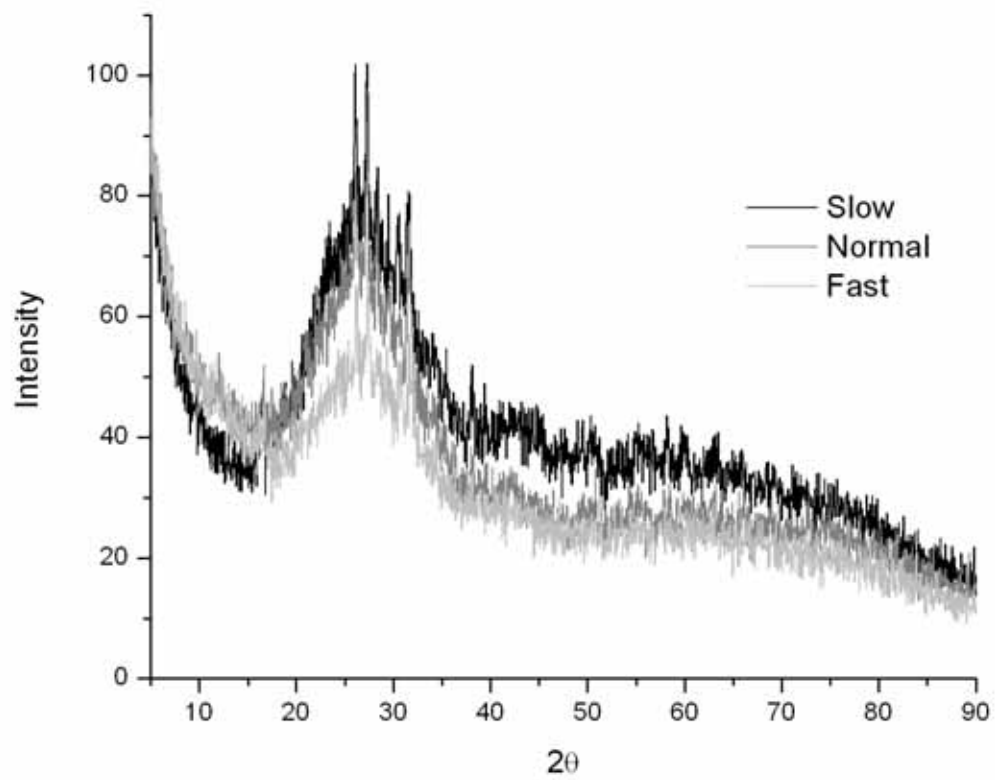


Fig 3. XRD pattern of VM9 porcelain according to cooling method

DISCUSSION

The potential occurrence of leucite phase transformation according to cooling method was the theoretical basis of this study for possible interference in mechanical properties, such as flexural strength, hardness and fracture toughness [9, 16, 19-21]. Leucite ($K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 4SiO_2$), or mineral potassium aluminum silicate, is commonly founded embedded in the glass matrix of feldspathic porcelains in the crystalline phase to control the porcelains' thermal expansion coefficients, which must be compatible with the framework material [10, 16, 22, 23]. Some authors have affirmed that the content of leucite is strongly influenced by the thermal history of porcelain, such as the sintering time, the number of firings or the cooling rate [16, 21, 24, 25]. Leucite has a high coefficient of thermal expansion and can present a polymorphic transformation from tetragonal to cubic structure, accompanied by a large volume change [21, 24]. Moreover, thermal changes can result in the formation of sanidine and orthoclase crystals [16, 25]. This transformation can change leucite's thermal expansion coefficient from $11 - 13 \times 10^{-6}$ to $20 - 25 \times 10^{-6} K^{-1}$ during heating between 400 and 600 °C [16, 25]. In contrast, the addition of the more thermally stable cubic leucite or polucite to the frit can stabilize the leucite at high temperatures [24].

The crystallinity index in this study pointed to the overwhelming predominance of the amorphous glass phase, as expected for feldspathic dental porcelains [7]. However, the porcelain showed higher crystallinity index after slower cooling. Dental porcelains can precipitate additional leucite during slow cooling [16], but certain commercial brands have different characteristics [17]. Increases in the volume fraction of leucite, resulting from slow cooling, can vary between 8.5% and 55.8% [16]. In our study, the slow cooling method resulted in approximately 8% more leucite

compared to normal cooling and 36% compared to fast cooling. However, due to the strong dependence of the thermal expansion coefficients of dental porcelains on leucite content, slow cooling might produce crystal concentrations that are thermally incompatible. [16]

Morena et al.[26] asserted that fracture toughness is principally dependent on the glass matrix. Nevertheless, some authors have pointed that porcelain with a higher content of leucite has higher fracture toughness [9, 27, 28]. According to Mackert Jr. et al.[19], the quantity, average size and structure of the crystalline phase can directly affect the mechanical properties of the final product. On the other hand, Cesar et al.[29] compared porcelains with different leucite contents and found no direct relationship between the leucite content and slow crack growth.

In our study, the null hypothesis was partially accepted because the cooling method influenced only the Vickers hardness results. The cooling method did not influence the three-point flexural strength of VM9 porcelain, in which the porcelain demonstrated means between 74.3 and 76.3 MPa, or its fracture toughness, with means varying from 1.02 to 1.16 MPa.m^{1/2}. These results are similar to those found in the literature [27, 30, 31]

Due to the relatively high incidence of clinical failures related to porcelain in zirconia-based restorations, compared with metal-ceramic systems [32 52], the question might arise of whether the porcelain used with zirconia is more susceptible to chipping than that indicated for use with metal-ceramics [28, 30]. However, studies [30, 33] have observed that the strength of veneering ceramics for zirconia is similar to that of veneering materials for metal-ceramics. Thus, to explain the high incidence of failure, it might be considered that the metal substructure is relaxed by elastic or

plastic deformation [34], while the zirconia substructure is rigid, which results in higher stress formation. Thus, to improve the flexural strength of the porcelain for zirconia would be an strategy for providing a strong veneer reliability [30].

Although cooling method have not had interfered on strength, the Weibull modulus indicated that cooling might act on the reliability of the structure, revealing possible long-term effects. According to Della Bona et al.[35], the reliability of structural ceramics is the most important factor in the clinical success of ceramic systems. High Weibull modulus values correspond to levels of high structural integrity and reliability. Most ceramics have values of “m” between 5 and 15, while those of metals varie between 30 and 100. Nevertheless, this analytical method, based on statistical concepts, is appropriately applied when a reasonable number of specimens are examined. In this study, the sample size was 30 specimens per group, and the Weibull analysis pointed to higher structural reliability on porcelains under normal cooling.

The probability of failure was calculated using a function of applied stress based on the Weibull probability plot. It was observed that with higher flexural strength, fast cooling resulted in a smaller probability of failure than the others cooling methods studied. For example, at 90 MPa, all of the normal and slow cooling method specimens failed, while approximately 10 % of fast cooling specimens were still able to resist.

Vickers hardness showed significant differences among cooling methods. This result was most likely related to the crystallinity index results. Tang et al. [17] showed increased hardness after multiple firings of porcelain. In clinical situations, hardness is an important property because it affects the finishability, polishability, and

occlusal wear resistance of porcelain. Therefore, increased hardness could increase resistance to fatigue and aid in preventing premature material failures [17].

The results of this study might lead one to assume that some properties, such as hardness and crystallinity index, presented small changes, which might be associated with other aspects of bilayer structures interfering on prosthesis integrity. Perhaps, those minor changes in porcelain might be associated with the high incidence of chipping of the porcelain used in zirconia-based restorations, which has been mainly attributed to the development of residual stresses in bilayer structures. Thus, the thermal characteristics of the two layers (zirconia and porcelain) interact and result in mechanical effects on the lower-strength part (the porcelain or the bonding area between the zirconia and porcelain) [10, 36, 37].

The limitations of this study are related to differences among the geometric specifications of the specimens and restorations because the gradient and distribution of temperature were directly dependent on the design and geometry of the specimens. Moreover, the microstructure of porcelain, the manufacturing process, the flaw population (number, distribution, and size), moisture, wear, and fatigue also have effects on the fracture resistance of veneering porcelain and on its clinical reliability [14, 23]. Furthermore, long-term clinical studies are required to compare whether the high rates of reported failures of zirconia-based restorations are due to the inherent properties of these materials or whether these failures are due to the learning curve with a new system.

CONCLUSION

The slow cooling method increased the crystallinity index and Vickers hardness. Cooling method did not influence three-point flexural strength or fracture toughness. However, normal cooling resulted in higher reliability. These results suggest that cooling method can affect the longevity of veneer porcelain in zirconia-based restorations. Nevertheless, other investigations into complex bilayer specimens are needed to understand better the role of residual stress in establishing an ideal cooling protocol.

ACKNOWLEDGEMENTS

This research was supported by research grant FAPESP (2009/17735-8 and 2010/05469-9).

REFERENCES

1. Larsson C and Vult von Steyern P. Five-year follow-up of implant-supported Y-TZP and ZTA fixed dental prostheses. A randomized, prospective clinical trial comparing two different material systems. *Int J Prosthodont.* 2010; 23: 555-61.
2. Molin MK and Karlsson SL. Five-year clinical prospective evaluation of zirconia-based Denzir 3-unit FPDs. *Int J Prosthodont.* 2008; 21: 223-7.
3. Ortorp A, Kihl ML and Carlsson GE. A 3-year retrospective and clinical follow-up study of zirconia single crowns performed in a private practice. *Journal of Dentistry.* 2009; 37: 731-6.
4. Sailer I, Feher A, Filser F, Gauckler LJ, Luthy H and Hammerle CH. Five-year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures. *Int J Prosthodont.* 2007; 20: 383-8.
5. DeHoff PH, Anusavice KJ and Gotzen N. Viscoelastic finite element analysis of an all-ceramic fixed partial denture. *J Biomech.* 2006; 39: 40-8.
6. DeHoff PH, Barrett AA, Lee RB and Anusavice KJ. Thermal compatibility of dental ceramic systems using cylindrical and spherical geometries. *Dent Mater.* 2008; 24: 744-52.
7. Taskonak B, Borges GA, Mecholsky JJ, Jr., Anusavice KJ, Moore BK and Yan J. The effects of viscoelastic parameters on residual stress development in a zirconia/glass bilayer dental ceramic. *Dent Mater.* 2008; 24: 1149-55.
8. Gostemeyer G, Jendras M, Dittmer MP, Bach FW, Stiesch M and Kohorst P. Influence of cooling rate on zirconia/veneer interfacial adhesion. *Acta Biomater.* 2010; 6: 4532-8.

9. Choi JE, Waddell JN and Swain MV. Pressed ceramics onto zirconia. Part 2: indentation fracture and influence of cooling rate on residual stresses. *Dent Mater.* 2011; 27: 1111-8.
10. Dittmer MP, Borchers L, Stiesch M and Kohorst P. Stresses and distortions within zirconia-fixed dental prostheses due to the veneering process. *Acta Biomater.* 2009; 5: 3231-9.
11. Guazzato M, Walton TR, Franklin W, Davis G, Bohl C and Klineberg I. Influence of thickness and cooling rate on development of spontaneous cracks in porcelain/zirconia structures. *Aust Dent J.* 2010; 55: 306-10.
12. Komine F, Saito A, Kobayashi K, Koizuka M, Koizumi H and Matsumura H. Effect of cooling rate on shear bond strength of veneering porcelain to a zirconia ceramic material. *J Oral Sci.* 2010; 52: 647-52.
13. Mainjot AK, Schajer GS, Vanheusden AJ and Sadoun MJ. Influence of cooling rate on residual stress profile in veneering ceramic: Measurement by hole-drilling. *Dent Mater.* 2011; 27: 906-14.
14. Tholey MJ, Swain MV and Thiel N. Thermal gradients and residual stresses in veneered Y-TZP frameworks. *Dent Mater.* 2011; 27: 1102-10.
15. Tan JP, Sederstrom D, Polansky JR, McLaren EA and White SN. The use of slow heating and slow cooling regimens to strengthen porcelain fused to zirconia. *J Prosthet Dent.* 2012; 107: 163-9.
16. Mackert JR, Jr. and Evans AL. Effect of cooling rate on leucite volume fraction in dental porcelains. *J Dent Res.* 1991; 70: 137-9.

17. Tang X, Nakamura T, Usami H, Wakabayashi K and Yatani H. Effects of multiple firings on the mechanical properties and microstructure of veneering ceramics for zirconia frameworks. *J Dent.* 2012; 40: 372-80.
18. Shah B, Kakumanu VK and Bansal AK. Analytical techniques for quantification of amorphous/crystalline phases in pharmaceutical solids. *J Pharm Sci.* 2006; 95: 1641-65.
19. Mackert JR, Jr., Twiggs SW, Russell CM and Williams AL. Evidence of a critical leucite particle size for microcracking in dental porcelains. *J Dent Res.* 2001; 80: 1574-9.
20. Cesar PF, Yoshimura HN, Miranda Junior WG and Okada CY. Correlation between fracture toughness and leucite content in dental porcelains. *J Dent.* 2005; 33: 721-9.
21. Ong JL, Farley DW and Norling BK. Quantification of leucite concentration using X-ray diffraction. *Dent Mater.* 2000; 16: 20-5.
22. de Kler M, de Jager N, Meegdes M and van der Zel JM. Influence of thermal expansion mismatch and fatigue loading on phase changes in porcelain veneered Y-TZP zirconia discs. *J Oral Rehabil.* 2007; 34: 841-7.
23. Fischer J, Stawarczyk B, Trottmann A and Hammerle CH. Impact of thermal misfit on shear strength of veneering ceramic/zirconia composites. *Dent Mater.* 2009; 25: 419-23.
24. Denry IL, Mackert JR, Jr., Holloway JA and Rosenstiel SF. Effect of cubic leucite stabilization on the flexural strength of feldspathic dental porcelain. *J Dent Res.* 1996; 75: 1928-35.

25. Tsetsekou A, Papadopoulos T and Adamopoulos O. Microstructure effect on the properties of a commercial low-fusing dental porcelain. *J Mater Sci Mater Med.* 2002; 13: 407-16.
26. Morena R, Lockwood PE and Fairhurst CW. Fracture toughness of commercial dental porcelains. *Dent Mater.* 1986; 2: 58-62.
27. Quinn JB, Sundar V and Lloyd IK. Influence of microstructure and chemistry on the fracture toughness of dental ceramics. *Dent Mater.* 2003; 19: 603-11.
28. Quinn JB, Quinn GD and Sundar V. Fracture Toughness of Veneering Ceramics for Fused to Metal (PFM) and Zirconia Dental Restorative Materials. *J Res Natl Inst Stand Technol.* 2010; 115: 343-52.
29. Cesar PF, Soki FN, Yoshimura HN, Gonzaga CC and Styopkin V. Influence of leucite content on slow crack growth of dental porcelains. *Dent Mater.* 2008; 24: 1114-22.
30. Fischer J, Stawarczyk B and Hammerle CH. Flexural strength of veneering ceramics for zirconia. *J Dent.* 2008; 36: 316-21.
31. Baldassarri M, Stappert CF, Wolff MS, Thompson VP and Zhang Y. Residual stresses in porcelain-veneered zirconia prostheses. *Dent Mater.* 2012.
32. Sailer I, Pjetursson BE, Zwahlen M and Hammerle CH. A systematic review of the survival and complication rates of all-ceramic and metal-ceramic reconstructions after an observation period of at least 3 years. Part II: Fixed dental prostheses. *Clin Oral Implants Res.* 2007; 18 Suppl 3: 86-96.
33. Almeida-Júnior AA, Adabo GL, Galvão BR, Longhini D and Santos C. Evaluation of mechanical properties of dental feldspathic porcelains for metal and zirconia core. *Materials Science Forum.* 2012; 727-728: 1104-7.

34. Anusavice KJ and Carroll JE. Effect of incompatibility stress on the fit of metal-ceramic crowns. *J Dent Res.* 1987; 66: 1341-5.
35. Della Bona A, Anusavice KJ and DeHoff PH. Weibull analysis and flexural strength of hot-pressed core and veneered ceramic structures. *Dent Mater.* 2003; 19: 662-9.
36. Taskonak B, Mecholsky JJ, Jr. and Anusavice KJ. Residual stresses in bilayer dental ceramics. *Biomaterials.* 2005; 26: 3235-41.
37. Aboushelib MN, Feilzer AJ, de Jager N and Kleverlaan CJ. Prestresses in bilayered all-ceramic restorations. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2008; 87: 139-45.

3.3 CAPÍTULO 3

TITLE:

Effects of extreme cooling methods on mechanical properties and shear bond strength of bilayered porcelain/3Y-TZP specimens

SHORT TITLE:

Influence of cooling methods on the porcelain for zirconia

AUTHORS:

Antonio A. Almeida-Júnior 1, Diogo Longhini 1, Natália B Domingues 1, Claudinei Santos 2, Gelson L. Adabo 1

AUTHORS' ADDRESSES:

1 UNESP – Univ Estadual Paulista - Faculdade de Odontologia de Araraquara, R. Humaitá, 1740. Sala 415. Centro. Araraquara-SP. Brazil. ZIP CODE 14801-930.

2 Universidade do Estado do Rio de Janeiro – Faculdade de Tecnologia de Resende, Estrada Resende-Riachuelo, S/N, Morada da Colina, Resende-RJ, Brazil. ZIP CODE 27523-000.

CORRESPONDING AUTHOR:

Gelson Luis Adabo

R. Humaita, 1680. Sala 415. Centro Araraquara – SP Zip Code 14801-903

Phone: 55 (16) 3301-6415 Fax: 55 (16) 3301-6406 adabo@foar.unesp.br

*** Artigo Publicado no periódico Journal of Dentistry:

Almeida-Júnior AA, Longhini D, Domingues, NB, Santos C, Adabo GL. Effects of extreme cooling methods on mechanical properties and shear bond strength of bilayered porcelain/3Y-TZP specimens. Journal of Dentistry. 2013. 41(4): 356-362.

<http://dx.doi.org/10.1016/j.jdent.2013.01.005>

ABSTRACT

OBJECTIVES: This study investigated the effect of extreme cooling methods on the flexural strength, reliability and shear bond strength of veneer porcelain for zirconia.

METHODS: Vita VM9 porcelain was sintered on zirconia bar specimens and cooled by one of the following methods: inside a switched-off furnace (slow), at room temperature (normal) or immediately by compressed air (fast). Three-point flexural strength tests (FS) were performed on specimens with porcelain under tension (PT, n=30) and zirconia under tension (ZT, n=30). Shear bond strength tests (SBS, n=15) were performed on cylindrical blocks of porcelain, which were applied on zirconia plates. Data were submitted to one-way ANOVA and Tukey's post hoc tests ($p<0.05$). Weibull analysis was performed on the PT and ZT configurations.

RESULTS: One-way ANOVA for the PT configuration was significant, and Tukey's test revealed that fast cooling leads to significantly higher values ($p<0.01$) than the other cooling methods. One-way ANOVA for the ZT configuration was not significant ($p=0.06$). Weibull analysis showed that normal cooling had slightly higher reliability for both the PT and ZT configurations. Statistical tests showed that slow cooling decreased the SBS value ($p<0.01$) and showed less adhesive fracture modes than the other cooling methods.

CLINICAL SIGNIFICANCE: Slow cooling seems to affect the veneer resistance and adhesion to the zirconia core; however, the reliability of fast cooling was slightly lower than that of the other methods.

KEYWORDS: Dental ceramic, Zirconia, Bilayer ceramic, Cooling, Residual stress

INTRODUCTION

A mismatch of the thermal expansion coefficient (CTE) between feldspathic porcelain and zirconia, as well as the effect of thermal diffusivity and thermal conductivity upon cooling after sintering, can generate transient and residual stresses and increase the clinical failure rates of zirconia-based restorations (1-9). Below the glass transition temperature (T_g), the porcelain acquires a solid state in which structural rearrangements are impossible and residual stress can develop within the porcelain layer. Stress intensity is directly proportional to the differences in the CTE of the two materials from T_g to room temperature (10). Furthermore, residual stresses in zirconia/porcelain bilayer specimens may be modified by thermal treatment at the T_g interval, variation in cooling rates or the temperature gradient of the internal and external layers of the veneer (4, 5, 7, 11-13).

In contrast to metals in metal-ceramic restorations, zirconia has thermal diffusivity lower than that of dental porcelain, and a slow cooling of zirconia retards the balance between the internal and external temperatures. Moreover, the thermal conductivity of zirconia is approximately 15 times smaller than that of alumina and approximately 100 times smaller than that of gold alloys (5, 12). Consequently, the cooling process after the firing of porcelain in zirconia-based restorations is very slow, resulting in high temperature differences throughout the restoration, especially at the thicker and irregular layers and upon fast cooling. The temperature gradient between the veneer and zirconia core in the fast cooling method may reach up to 140°C(14). During fast cooling, the temperature of the veneer porcelain in contact with the zirconia core may remain above T_g for a longer period of time, while the surface of the veneer cools at a faster rate. This cooling introduces a high transient

thermal gradient between the outer and inner surface. This process results in a high residual tensile stress within the porcelain layer and high tempering/compressive residual stresses on the surface (5, 11, 12, 14).

To address these concerns, manufacturers have recommended slow cooling after porcelain firing to reduce thermal gradients and residual stresses in the porcelain sintering (5, 14) and to decrease the risk for early ceramic chipping (6). The literature provides no standardization in the many different protocols for cooling (3, 6, 7, 11, 13-18), and this wide variability among cooling methods produces a confusing nomenclature. For example, slow cooling for one author may be similar to regular cooling for other authors.

Therefore, the aim of this study is to investigate how the extreme slow or fast cooling methods influence the flexural strength and shear bond strength of dental feldspathic veneer porcelain for zirconia. Moreover, the reliability of the flexural strength was investigated by Weibull analysis. The null hypothesis was that there would be no significant differences in the studied properties of the porcelain when different cooling conditions were used.

MATERIALS AND METHODS***Processing and three-point flexural testing***

The materials used in this study are described in Table 1. Pre-sintered 3Y-TZP blocks were cut with a diamond disc in a precision cutting machine (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, USA) and finished using 600-grit size SiC papers in a polishing machine (Metaserv 2000, Buehler, Buehler UK Ltd., Coventry, England). After sintering in a MoSi₂ furnace (FE 1800, Maitec, São Carlos, SP, Brazil) at 1530 °C for 2 hours, bar-shaped framework specimens had an average final dimension of 22 mm in length x 4.0 mm in width x 0.7 mm in thickness. The dimensions of each specimen were measured with a digital caliper (Mitutoyo Corporation, Tokyo, Japan) with precision of 0.01 mm for the calculation of flexural strength.

Table 1. Materials

| Material | Manufacturer | Main components (mass%) | Batch number | Elastic modulus (GPa) | CTE (10 ⁻⁶ oC ⁻¹) |
|-----------------------|------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------|-----------------------------|---------------------------------------------|
| ZRHP | ProtMat Materiais Avançados, Guaratinguetá, São Paulo, Brazil | ZrO ₂ (94,8); Y ₂ O ₃ (5.2) | S09- 011B | 210 * | 10,1 * |
| Vita VM9 Dentin | Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Germany | SiO ₂ (60–64); Al ₂ O ₃ (13–15); K ₂ O (7–10); Na ₂ O (4–6); B ₂ O ₃ (3–5) # | 30830 | 65 # | 9,2# |

* according to the manufacturer

according to Guess et al. ⁴⁰

One side of the zirconia framework bars was veneered with Vita VM9. The powder and liquid (VITA Modeling Liquid, Vita Zahnfabrik, BadSäckingen, Germany) were mixed to obtain a thin aqueous mixture (washbake layer), which was applied very thinly on the cleaned framework and sintered in the ceramic oven (Aluminipress, EDG, Sao Carlos, SP, Brazil) following the manufacturer's recommendations. A slurry of porcelain (dentine layer) was prepared by mixing the powder and liquid in a ratio of 2.5:1 and inserted into a polyether mold (Impregum F, 3 M ESPE, Seefeld, Germany) that was adapted around the zirconia bars. Excess liquid was blotted with absorbent paper before the specimens were removed from the mold. The specimens were sintered in the oven according to the manufacturer's instructions. At the end of firing, cooling was performed according to the following experimental protocol:

- Slow - samples were left inside the closed, turned-off furnace until they reached room temperature (about 8hs);
- Normal – the elevator of the furnace was lowered, and when the temperature inside the furnace reached 500°C, the samples were removed and cooled at room temperature (about 20 min);
- Fast – samples were removed from the furnace immediately after the holding time and blasted by compressed air (less than 10 s).

After cooling, the porcelain surface of the specimens was sequentially grounded using 120- to 1,200-grit wet SiC paper discs (Norton Abrasivos, Sao Paulo, SP, Brazil) in a polishing machine (Metaserv 2000, Buehler) until achieving final dimensions of 4 ± 0.25 mm in width, 1.2 ± 0.2 mm in thickness and 22 mm in length. The dimensions of the specimens were measured with a digital caliper.

Three-point flexural strength testing was carried out in distilled water at 37°C (± 1.0 °C). The sample holder had a 15-mm span between the two rounded steel knife-edge bearers of 0.8-mm radius. The specimens were loaded on the center point by a rounded steel knife edge piston (1.6 mm radius) in a universal testing machine (DL 2000, EMIC, São José dos Pinhais, PR, Brazil) with a 5.0-kN load cell and at a cross head speed of 1.0 mm/min until failure. Specimens were randomly divided into two configurations, according to the cooling method:

1 - porcelain side on the sample holder, i.e., porcelain under tensile stress and zirconia under compression stress (PT) (slow n= 30; normal n=30; fast n=30);

2 - zirconia side on the sample holder, i.e., zirconia under tensile stress and porcelain under compression stress (ZT) (slow n= 30; normal n=30; fast n=30).

The flexural strength (FS) was calculated according to Eq. 1:

$$\sigma_f = \frac{6M}{wt_t^2 K} \left(2 + \frac{t_c}{t_t} + \frac{E_t t_t}{E_c t_c} \right) \quad (1)$$

where M and K are obtained by Eq. 2 and 3.

$$M = \frac{PL}{4} \quad (2)$$

$$K = 4 + 6 \left(\frac{t_c}{t_t} \right)^2 + \frac{E_c}{E_t} \left(\frac{t_c}{t_t} \right)^3 + \frac{E_t t_t}{E_c t_c} \quad (3)$$

Replacing M and K in Eq. 1, Eq. 4 is obtained for the calculation of the bilayer specimens FS^{12,22}:

$$\sigma_f = \frac{3E_t LP(E_c t_c^2 + 2E_c t_c t_t + E_t t_t^2)}{2w(E_c^2 t_c^4 + 4E_c E_t t_c^3 t_t + 6E_c E_t t_c^2 t_t^2 + 4E_c E_t t_c t_t^3 + E_t^2 t_t^4)} \quad (4)$$

where σ_f is the maximum center tensile stress (MPa), P is the load at fracture (N), L is the distance between the supports (mm), E_t is the elastic modulus of the

material under tensile stress (GPa), E_c is the elastic modulus of the material under compression (GPa), t_t is the thickness of the material under tensile stress (mm), t_c is the thickness of the material under compression (mm), and w is the specimen's width (mm).

Weibull analysis

To assess the reliability of the specimens in each configuration test according to the cooling conditions, a Weibull regression analysis was performed on the flexural strength data to determine the Weibull modulus (m) and the characteristic strength (σ_0). Eq. 5 describes the Weibull distribution:

$$P = 1 - \exp \left[\left(-\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (5)$$

where P is the probability of failure, σ is the flexural strength, σ_0 is the characteristic strength at the fracture probability of 63.21%, and m is the Weibull modulus, which is the slope of the line plotted in the “ $\ln[\ln(1/(1-P))]$ vs $\ln \sigma$ ” Cartesian plane.

Shear bond strength test

Square zirconia specimens, 9 mm in length and 2 mm in thickness, were cut and sintered as described above. A wash bake layer was applied and sintered on the surface, and a cylindrical metal mold, 5 mm in diameter and 3 mm in height, was used to build the porcelain layer. Dentine porcelain was sintered according to the manufacturer's instructions and cooled as previously described ($n=15$).

After cooling, the zirconia segment of the specimen was embedded in a polyvinyl chloride (PVC) tube with PMMA resin, ensuring that the zirconia/porcelain interface was at the same level as the resin surface. The diameter of porcelain layer of the specimens was measured with digital caliper to calculate the bond area. The

specimens were held in a metal device in a universal testing machine (DL 2000, EMIC, São José dos Pinhais, PR, Brazil). The load was applied parallel to the long axis of the specimen via a knife-edge shearing rod at the zirconia/porcelain interface, with a 5.0 kN load cell at a crosshead speed of 1.0 mm/min, until fracture of the sample was achieved. The maximum load at failure was recorded, and the shear bond strength (σ_{SBS} - MPa) was calculated according to Eq. 6:

$$\sigma_{SBS} = \frac{P}{\pi r^2} \quad (6)$$

where P is the maximum failure load (N) and r is the ratio of porcelain circumference (mm^2).

Failure modes of the SBS test were classified according to: 1- adhesive failure at the veneering porcelain/substrate interface (AD); 2- cohesive failure within the veneering porcelain (CO); and 3- the combination of adhesive and cohesive failures (AC) (2).

Statistics

Statistical analyses for flexural strength and shear bond strength were performed by one-way ANOVA ($\alpha < 0.05$) and Tukey's post hoc test for multiple comparisons.

RESULTS

The means of the three-point flexural strength measures (σ_f), the standard deviations (SD), and the coefficients of variation (CV) of specimens with porcelain under tension (PT) and zirconia under tension (ZT) according to cooling method are shown in Table 2. One-way ANOVA for the PT specimen configuration was significant ($F_{2,87}=10.46$, $p<0.01$), and Tukey's post hoc test showed that fast cooling leads to significantly higher mean σ_f values than the slow and normal cooling methods, which were not different from each other. On the other hand, one-way ANOVA for the ZT specimen configuration was not significant ($F_{2,87}=2.90$, $p=0.06$).

The Weibull statistical analyses (Table 2) showed that the normal cooling specimens exhibited slightly higher values than those that underwent fast or slow cooling, for both specimen configurations. In the PT configuration, slow and fast were equal, but in the ZT configuration, slow cooling specimens exhibited a higher Weibull modulus than fast-cooling specimens.

The mean shear bond strength of porcelain bonded to zirconia that underwent slow cooling was 15.9 (4.5) MPa; normal cooling was 19.5 (4.6) MPa; and fast cooling was 20.9 (4.4) MPa. One-way ANOVA showed a significant difference for the shear bond strengths among the cooling methods tested ($F_{2,42}= 5.430$, $p<0.01$). Tukey's post hoc test for multiple comparisons showed that the mean SBS of the slow-cooling method was lower than those of the normal- and fast-cooling methods, which were similar to each other. After the SBS test, the following failure modes were observed for slow (AD 40%; CO 33%; AC 27%), normal (AD 67%; AC 33%), and fast cooling (AD 67%; CO 13%; AC 20%).

Table 2 – Means of flexural strength (σ_f , MPa), standard deviations (SD), coefficients of variation (CV, %), Weibull modulus (m), characteristic strengths (σ_0 , MPa) and R-values of specimens with porcelain under tension (PT CONFIGURATION) and specimens with zirconia under tension (ZT CONFIGURATION) according to the cooling method.

| PARAMETERS | Flexural strength | | Weibull analysis | | |
|---------------|-----------------------------|-------|------------------|------------|---------|
| | σ_f (SD) | CV | m | σ_0 | R-value |
| PT | | | | | |
| CONFIGURATION | | | | | |
| PT-SLOW | 50.4 (11.8) ^B | 23.5% | 4.7 | 54.8 | 0.973 |
| PT-NORMAL | 52.3 (9.5) ^B | 18.1% | 6.2 | 56.1 | 0.956 |
| PT-FAST | 64.2 (15.0) ^A | 23.3% | 4.7 | 69.9 | 0.987 |
| ZT | | | | | |
| CONFIGURATION | | | | | |
| ZT-SLOW | 611.6 (127.3) ^{ns} | 20.8% | 5.2 | 661.3 | 0.966 |
| ZT-NORMAL | 612.8 (125.6) ^{ns} | 20.5% | 5.4 | 663.9 | 0.974 |
| ZT-FAST | 685.2 (151.7) ^{ns} | 22.1% | 4.7 | 747.5 | 0.989 |

Different letters within the PT configuration and ZT configurations indicate that flexural strength was significantly different between groups ($p < 0.05$)

DISCUSSION

The final dimensions of the utilized bilayer flexural strength specimens were chosen based on the monolayer specimen tests (ISO 6972:2008) with a thickness ratio of 1:1. This study conducted two flexural strength test configurations (porcelain or zirconia under tension), submerged in water at 37°C. The results indicated that the material on the bottom surface determines the strength and failure mode of the system (19-24). According to the selected mathematic equation, flexural strength depends directly on the elastic modulus of the material under tension (21-23) because the maximum load is concentrated on the bottom surface of the sample. Therefore, a higher flexural strength was achieved when zirconia was under tension. Nevertheless, there were two distinct failure modes according to the test configurations. When porcelain was under tension (PT), flaws initiated in the bottom surface and propagated throughout the porcelain until they reached the interface. At this moment, the tests were stopped and the zirconia layer was not impaired. When the zirconia was under tension (ZT), the porcelain delaminated before the fracture of the zirconia due to lateral flaw formation and the crushing of the loading area on the porcelain (20, 25).

The flexural strength values of ZT specimens are lower compared to the published values for zirconia monolayer specimens (12, 20, 24, 26, 27) because the compression stress induces failure of the porcelain before the zirconia under tension. Nevertheless, the ZT test configuration was performed because it is believed that failures originate at the internal surfaces of crowns (19, 24, 27). To decrease the failure rate, studies (20, 24) have suggested that the areas of restorations or fixed partial dentures that are submitted to a high concentration of tensile stress where

esthetics is not needed (such as the bottom of the pontic and connectors) should be free of the veneered layer to increase the mechanical performance. However, zirconia is susceptible to degradation at low temperatures when exposed to a humid environment (28).

Special attention should be paid to the great variability of cooling methods that are described in the literature with no standardization (3, 6, 7, 11, 13-18) (Table 3). These differences lead to difficulties in comparing results and do not allow a consensual conclusion for which cooling method must be used. For example, some studies refer to a specific method as “slow,” but this method is actually similar to normal in our and other studies. Furthermore, porcelain manufacturers are unclear about the ideal cooling method, referring only to “slow.” In our study, extreme cooling protocols (fast and slow) were performed to identify the changes in the properties of veneer and zirconia bilayer specimens. In the fast method, the specimens were cooled by blasting compressed air immediately after the holding time of sintering, that is, from 910 °C to room temperature in less than 10 seconds. In the slow-cooling method, the specimens were left inside the switched-off furnace for more than 8 hours.

Table 3 – Comparison among studies that evaluated different cooling methods in porcelain/zirconia specimens

| Authors (Year) | Design of specimens (v:c thickness ratio) | Cooling method | Classified | Compared to our study |
|-----------------------------------------|----------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------|--------------------------|
| Taskonak et al ⁴ (2008) | Bilayer disks (6:10) Monolayer disks | Immediate Inside the furnace | Fast Slow | Fast Slow |
| Zhang et al ¹¹ (2009) | Monolayer disks Bilayer plates (6:1) | Inside the furnace In ambient air at room temperature Tempered by blasting compressed air | Slow Normal Fast | Slow Normal Fast |
| Gostemeyer et al ⁶ (2010) | Bilayer rectangular plate (1:1) | Inside the furnace for 5 minutes Immediately in ambient air | Slow Rapid | Normal? ? |
| Guazzato et al ⁷ (2010) | Bilayer spheres (1:2; 1:1) | Immediately moved to the furnace bench According to the manufacturer's recommendations | Fast Normal | ? ? |
| Komine et al. ⁴⁴ (2010) | Bilayer disks | Outside the furnace for 4 min until reaching T _g Immediately in ambient air | Slow Rapid | Normal ? |

| | Conventional firing | Protocol 1 | Normal? |
|---------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------|---------------------|
| Rues et al ¹⁵ (2010) | Central incisor crowns Extra cooling time of 6 min after glaze firing Extra cooling time of 6 min after all firings Force cooled with compressed air | Protocol 2 Protocol 3 | ? ? |
| Choi et al ¹⁶ (2011) | Bilayer plate (1:1; 2:1) Porcelain Monolayer plate Stopped the descent of the muffle and waited until 100°C. | Normal Slow | Normal Slow |
| Mainjot et al ¹⁷ (2011) | Opened furnace Inside the switched-off furnace from 900°C to 600°C At a rate of 2°C/min in special furnace | Classic Modified Slow | Normal Slow ? |
| Tholey et al ¹⁴ (2011) | Crowns with uniform and anatomical frameworks Opened the chamber directly and switched off the furnace | Slow Fast | ? Normal? |

| | | | | |
|-----------------------------------|----------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------|--------|
| | | Removed as soon as the muffle had fully descended | Fast | ? |
| Tan et al ¹⁸ (2012) | Beam of zirconia with porcelain button (3:1) | Left in the muffle for 7.5 minutes until reaching 500°C Left in the partially (30%) open muffle for 15 minutes until reaching a muffle temperature of 500°C. | Moderate | Normal |
| Belli et al ³¹ | Premolar crowns | Immediately in ambient air Left in the partially (10%) open muffle until reaching a muffle temperature of 200°C. | Fast | ? |
| | | | Slow | ? |

The null hypothesis that the flexural strength and reliability would not be influenced by the cooling method was partially rejected. The higher flexural strength observed for PT-FAST may be related to the tempering of the porcelain due to a high cooling rate and a large difference in the thermal gradient. This may induce a non-uniform solidification from the surface to the center, leading to residual compressive stress on the veneer surface (5, 6, 29, 30) and increasing the strength (4, 6). On the other hand, in this study, it was observed that the PT-NORMAL showed a slightly higher Weibull modulus (m). The clinical success of ceramic restorations depends on the structural reliability of the dental ceramics. Higher Weibull modulus (m) values represent a more homogenous distribution of flaws, a lower dispersion of values, and a higher reliability of the material (19, 24, 27). In this study, in spite of the fact that the PT-FAST group exhibited a higher flexural strength, this group presented higher dispersion values and, consequently, lower reliability. This might be related to the possible increase in the incidence of cracks when fast cooling is performed. Guazzato et al. (7) observed an increase in the crack rate in porcelain cooled with a fast cooling rate, which affected adversely its strength, despite their cooling method had not been as extreme as the fast method employed in our study (Table 3). Moreover, Belli et al. (31) performed cyclic fatigue test on pre-molar crowns submitted to fast and slow cooling and observed that cracks on VM9 specimens grew less under slow regimen and it increased the lifetime of zirconia-porcelain prostheses.

Despite the statistical similarities among the flexural strength values of the ZT configuration groups according to the different methods, ZT-NORMAL exhibited a higher m value than ZT-SLOW and ZT-FAST. Although the strength value is

important, it may not be extrapolated to predict the structural performance of the ceramic.

Chipping and delaminating of porcelain in zirconia-based restorations has occurred clinically, and these processes are considered to be the most common clinical failures (8, 9). The bond strength may be explained by the inherent fragility of the interface between the core and veneer, or it may be simply due to the weak strength of the porcelain layer and can be influenced by the materials (3)(6), surface treatments of zirconia (34), cooling rate after sintering (3)(6)(14) or bond strength tests (3)(6)(14). In this study, fast and normal cooling methods led to significantly higher SBS values and showed predominantly adhesive failure mode between VM9 porcelain and zirconia. These results may be attributed to compressive/tempering stresses in the porcelain layer under faster cooling, which might improve the resistance of the surface layer (6) and might develop high residual tension on the zirconia and porcelain interface (5, 7, 14), which induce the predominance of adhesive failure mode. In contrast, slow cooling method had a lower SBS value and a higher incidence of cohesive and combination failure modes. The cohesive failure mode is more related to porcelain strength than to its adhesion to the zirconia core (1). In slower cooling regimen, the tempering does not occur because tensile stresses are generated in the porcelain due to structural relaxation of the glass above and around the T_g (5, 6, 13, 29). Moreover, as discussed before, PT-SLOW group showed the lowest flexural strength. Thus, these results may be explained by the slow cooling had decreased the values of porcelain resistance up to a value below the adhesive bond, which increased the incidence of cohesive failures and decreased the SBS values. However, a direct comparisons with others studies is

difficult once, to the authors' knowledge, there is any published bond strength study that used similar to our slow cooling method.

Komine et al. (3) observed that depending on porcelain material, slow cooling increased the SBS between veneer and zirconia with all specimens showed cohesive fracture, however they used CZR and e.Max Ceram porcelains, the surface of zirconia specimens was airblasted with Al₂O₃ and their slow cooling was similar to our normal cooling (Table 3). Nevertheless, despite Gostemeyer et al. (6) also had observed the dependence on porcelain material, they showed that slow cooling method (similar to our normal cooling – Table 3) adversely affected the strain energy release in four-point bending test and prevailed the combination fracture mode for VM9 and Triceram but there were no difference for Zirox and Lava Ceram. Tan et al. (14), using modified four-point flexural technique with VM9 porcelain button under beams of zirconia, observed that slow cooling (intermediary to our normal and slow cooling method) increased the fracture load and the fracture analysis owed a thin layer of porcelain on the zirconia, classified as cohesive mode.

Nevertheless, no direct clinical correlation should be made between failures in shear bond studies with the failure mechanisms of restorations because the testing methods do not reproduce clinical conditions (32). Ideally, long-term clinical trials should be used to determine the failure mechanisms for all-ceramic restorations. Moreover, while a fracture bond strength value higher than 25 MPa is accepted as adequate for metal-ceramics, the acceptable bond strength for all-ceramic materials has not yet been determined (33). Moreover, the bonding mechanisms between zirconia and porcelain are unclear (2, 12). Surface treatments seem to damage the structure of zirconia due to its martensitic transformation from the tetragonal to

monoclinic phase (26, 28). Some porcelain brands require a surface liner before porcelain application; the porcelain samples used in this study necessitated a washbake layer. Thus, the effects of chemical bonding and micromechanical retention, as well as the improvement of the wettability of zirconia, are active areas of research.

While a fracture bond strength value higher than 25 MPa is accepted as adequate for metal-ceramics, the acceptable bond strength for all-ceramic materials has not yet been determined (33). Moreover, the bonding mechanisms between zirconia and porcelain are unclear (2, 12). Surface treatments seem to damage the structure of zirconia due to its martensitic transformation from the tetragonal to monoclinic phase (26, 28). Some porcelain brands require a surface liner before porcelain application; the porcelain samples used in this study necessitated a washbake layer. Thus, the effects of chemical bonding and micromechanical retention, as well as the improvement of the wettability of zirconia, are active areas of research.

This study has some limitations that make it difficult to directly relate its results to clinical situations. The temperature distribution of specimens is complex and depends on the thermal properties of the materials, the cooling rate, the gradient and distribution of temperature, the support of the materials inside the oven, and the thickness, preparation and design. (5, 14, 30) In this study, plate specimens were used to investigate the effect of extreme cooling methods under controlled conditions for the mechanical tests (34). However, the geometry of dental crowns and FPDs is multifaceted, with a spherocylindrical form, heterogeneous contours and variations in the thickness of the veneer and core (1, 2, 5, 10, 35). Furthermore, the

microstructure of porcelain, the thickness ratio, the manufacturing process, the flaw population (number, distribution, and size), the occlusal adjustment, moisture, thermal and load cycling, and individual habits also have influences on the fracture resistance of the veneering porcelain and its clinical reliability (15, 24, 27, 35). Therefore, in vitro thermal, chemical and mechanical fatigue studies should be conducted using complex specimens as crowns, which are submitted to various cooling methods with different zirconia ceramic/veneering porcelain systems; the thickness ratio in humid environments should also be further studied. Moreover, more randomized clinical trials are necessary to evaluate the actual performance of this zirconia-based method of restoration (9).

CONCLUSION

The fast-cooling method showed a higher flexural strength but a lower reliability in porcelain under tension test configurations. The slow-cooling method decreased the shear bond strength and showed higher cohesive and combination failure modes. These results suggest that the cooling method may affect the longevity of zirconia-based restorations. Thus, other investigations are needed to establish the ideal cooling protocol.

REFERENCES

1. Fischer J, Stawarczyk B, Trottmann A, Hammerle CH. Impact of thermal misfit on shear strength of veneering ceramic/zirconia composites. *Dental Materials*. 2009; **25**: 419-23.
2. Saito A, Komine F, Blatz MB, Matsumura H. A comparison of bond strength of layered veneering porcelains to zirconia and metal. *Journal of Prosthetic Dentistry*. 2010; **104**: 247-57.
3. Komine F, Saito A, Kobayashi K, Koizuka M, Koizumi H, Matsumura H. Effect of cooling rate on shear bond strength of veneering porcelain to a zirconia ceramic material. *Journal of Oral Science*. 2010; **52**: 647-52.
4. Taskonak B, Mecholsky JJ, Jr., Anusavice KJ. Residual stresses in bilayer dental ceramics. *Biomaterials*. 2005; **26**: 3235-41.
5. Swain MV. Unstable cracking (chipping) of veneering porcelain on all-ceramic dental crowns and fixed partial dentures. *Acta Biomaterialia*. 2009; **5**: 1668-77.
6. Gostemeyer G, Jendras M, Dittmer MP, Bach FW, Stiesch M, Kohorst P. Influence of cooling rate on zirconia/veneer interfacial adhesion. *Acta Biomaterialia*. 2010; **6**: 4532-8.
7. Guazzato M, Walton TR, Franklin W, Davis G, Bohl C, Klineberg I. Influence of thickness and cooling rate on development of spontaneous cracks in porcelain/zirconia structures. *Australian Dental Journal*. 2010; **55**: 306-10.
8. Sailer I, Pjetursson BE, Zwahlen M, Hammerle CH. A systematic review of the survival and complication rates of all-ceramic and metal-ceramic reconstructions after an observation period of at least 3 years. Part II: Fixed dental prostheses. *Clinical Oral Implants Research*. 2007; **18 Suppl 3**: 86-96.

9. Raigrodski AJ, Hillstead MB, Meng GK, Chung KH. Survival and complications of zirconia-based fixed dental prostheses: a systematic review. *Journal of Prosthetic Dentistry*. 2012; **107**: 170-7.
10. Fairhurst CW, Hashinger DT, Twiggs SW. Glass transition temperatures of dental porcelain. *Journal Dental Research*. 1981; **60**: 995-8.
11. Zhang Z, Li Q, Li W, Swain M. Transient modelling of thermal processing for ceramic prostheses. *Journal of Australian Ceramic Society*. 2009; **45**: 40-8.
12. Guess PC, Kulis A, Witkowski S, Wolkewitz M, Zhang Y, Strub JR. Shear bond strengths between different zirconia cores and veneering ceramics and their susceptibility to thermocycling. *Dental Materials*. 2008; **24**: 1556-67.
13. Taskonak B, Borges GA, Mecholsky JJ, Jr., Anusavice KJ, Moore BK, Yan J. The effects of viscoelastic parameters on residual stress development in a zirconia/glass bilayer dental ceramic. *Dental Materials*. 2008; **24**: 1149-55.
14. Tholey MJ, Swain MV, Thiel N. Thermal gradients and residual stresses in veneered Y-TZP frameworks. *Dental Materials*. 2011; **27**: 1102-10.
15. Rues S, Kroger E, Muller D, Schmitter M. Effect of firing protocols on cohesive failure of all-ceramic crowns. *Journal of Dentistry*. 2010; **38**: 987-94.
16. Choi JE, Waddell JN, Swain MV. Pressed ceramics onto zirconia. Part 2: indentation fracture and influence of cooling rate on residual stresses. *Dental Materials*. 2011; **27**: 1111-8.
17. Mainjot AK, Schajer GS, Vanheusden AJ, Sadoun MJ. Influence of cooling rate on residual stress profile in veneering ceramic: Measurement by hole-drilling. *Dental Materials*. 2011; **27**: 906-14.

18. Tan JP, Sederstrom D, Polansky JR, McLaren EA, White SN. The use of slow heating and slow cooling regimens to strengthen porcelain fused to zirconia. *Journal of Prosthetic Dentistry*. 2012; **107**: 163-9.
19. Della Bona A, Anusavice KJ, DeHoff PH. Weibull analysis and flexural strength of hot-pressed core and veneered ceramic structures. *Dental Materials*. 2003; **19**: 662-9.
20. Borba M, de Araujo MD, de Lima E, Yoshimura HN, Cesar PF, Griggs JA, et al. Flexural strength and failure modes of layered ceramic structures. *Dental Materials*. 2011; **27**: 1259-66.
21. Kelly JR. Perspectives on strength. *Dental Materials*. 1995; **11**: 103-10.
22. Fleming GJ, El-Lakwah SF, Harris JJ, Marquis PM. The effect of core:dentin thickness ratio on the bi-axial flexure strength and fracture mode and origin of bilayered dental ceramic composites. *Dental Materials*. 2005; **21**: 164-71.
23. Zeng K, Oden A, Rowcliffe D. Evaluation of mechanical properties of dental ceramic core materials in combination with porcelains. *International Journal of Prosthodontics*. 1998; **11**: 183-9.
24. Yilmaz H, Nemli SK, Aydin C, Bal BT, Tiras T. Effect of fatigue on biaxial flexural strength of bilayered porcelain/zirconia (Y-TZP) dental ceramics. *Dental Materials*. 2011; **27**: 786-95.
25. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dental Materials*. 2004; **20**: 449-56.

26. Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. *Dental Materials*. 1999; **15**: 426-33.
27. Lin WS, Ercoli C, Feng C, Morton D. The Effect of Core Material, Veneering Porcelain, and Fabrication Technique on the Biaxial Flexural Strength and Weibull Analysis of Selected Dental Ceramics. *Journal of Prosthodontics*. 2012.
28. Cattani-Lorente M, Scherrer SS, Ammann P, Jobin M, Wiskott HW. Low temperature degradation of a Y-TZP dental ceramic. *Acta Biomaterialia*. 2011; **7**: 858-65.
29. DeHoff PH, Anusavice KJ, Vontivillu SB. Analysis of tempering stresses in metal-ceramic disks. *Journal of Dental Research*. 1996; **75**: 743-51.
30. Mainjot AK, Schajer GS, Vanheusden AJ, Sadoun MJ. Influence of zirconia framework thickness on residual stress profile in veneering ceramic: Measurement by hole-drilling. *Dental Materials*. 2012; **28**: 378-84.
31. Belli R, Frankenberger R, Appelt A, Schmitt J, Baratieri LN, Greil P, et al. Thermal-induced residual stresses affect the lifetime of zirconia-veneer crowns. *Dental Materials*. 2012.
32. Kelly JR. Clinically relevant approach to failure testing of all-ceramic restorations. *Journal of Prosthetic Dentistry*. 1999; **81**: 652-61.
33. Al-Dohan HM, Yaman P, Dennison JB, Razzoog ME, Lang BR. Shear strength of core-veneer interface in bi-layered ceramics. *Journal of Prosthetic Dentistry*. 2004; **91**: 349-55.

34. Aboushelib MN, de Jager N, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Effect of loading method on the fracture mechanics of two layered all-ceramic restorative systems. *Dental Materials*. 2007; **23**: 952-9.
35. DeHoff PH, Anusavice KJ. Viscoelastic finite element stress analysis of the thermal compatibility of dental bilayer ceramic systems. *International Journal of Prosthodontics*. 2009; **22**: 56-61.

Discussão

4 DISCUSSÃO

A elevada incidência de fraturas por lascamento ou delaminação em sistemas com infraestrutura em zircônia recobertas por porcelana pode estar relacionada às propriedades térmicas desses materiais, como a elevada rigidez estrutural, baixa condutividade e difusibilidade térmica da zircônia e a diferença entre coeficiente de expansão térmica (CTE) entre os dois materiais. Essas propriedades durante o resfriamento do conjunto pode desenvolver tensões residuais após a sinterização⁶⁴.

A principal diferença entre a porcelana para zircônia e as indicadas para metalocerâmica é o coeficiente de expansão térmica. Assim, uma tendência geral dos sistemas é usar uma porcelana de cobertura com coeficiente de expansão térmica ligeiramente menor que o da infraestrutura, para que ocorra um estresse de compressão na porcelana de cobertura, com o objetivo de aumentar sua resistência^{4,27,30}. Essa diferença de coeficientes ocorre de tal forma que tensões de compressão são desenvolvidas na superfície da porcelana e tensões compensatórias de tração são geradas na superfície da infraestrutura^{36,65}.

De acordo com Aboushelib et al.⁶ (2008), a influência de um pré-estresse, ocorrido durante a variação do coeficiente de expansão térmica, na interface zircônia-porcelana em combinação com a carga aplicada resulta em falha de delaminação antes de os corpos de prova atingirem suas cargas de fratura teórica, concluindo que, para sistemas totalmente cerâmicos é recomendado que a incompatibilidade térmica entre os materiais seja a mínima possível.

Visto que a diferença entre o CET da infraestrutura e o do material de cobertura ($\Delta\alpha$) juntamente com o intervalo de temperatura entre Tg e temperatura

ambiente (ΔT) podem gerar um impacto na formação de estresse nas amostras, o produto da expressão $\Delta\alpha.\Delta T$ pode atuar como uma medida da tensão residual³¹. Fisher et al.³¹ (2007) concluíram que enquanto $\Delta\alpha\Delta T$ for mantida entre 185×10^{-6} e 1.120×10^{-6} , nenhum estresse excessivo seria gerado na porcelana de cobertura. Assim, os valores de resistência à fratura versus $\Delta\alpha.\Delta T$ deve revelar o impacto das propriedades térmicas na resistência à fratura.

Em outro estudo, Fisher et al.³² (2009) concluíram que a resistência à fratura das coroas unitárias de Ce-TZP/A está correlacionada com as propriedades térmicas das respectivas porcelanas de cobertura utilizadas, pois ao relacionar a resistência à fratura a $\Delta\alpha.\Delta T$, encontrou-se uma forte correlação entre estes dois parâmetros, visto que a maior carga de ruptura foi de $1.009,6 \pm 150,0$ N, observada com VM9 que apresentou $\Delta\alpha.\Delta T$ de aproximadamente $578,9 \times 10^{-6}$. Como VM9 apresenta CET $9,1 - 9,3 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$, que é ligeiramente menor que o CET de Ce-TZP/A ($10,3 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$), a teoria de que a porcelana de cobertura deve ter CET ligeiramente menor que o da infraestrutura é confirmada para sistemas totalmente cerâmicos. Por outro lado, o baixo CET de $7,8 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ (Allux) levou a redução na carga de fratura. Isso pode ser interpretado como efeito de um excessivo estresse de compressão na porcelana de cobertura. Por outro lado, um alto CET levou ao estresse de tração na porcelana e falha prematura ou mesmo delaminação espontânea, como o que ocorreu para Reflex e IPS e.Max ($12,9 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ e $10,4 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$, respectivamente). Semelhantemente, quando foram utilizadas porcelanas para metalocerâmica, com CET mais elevado ($12,9 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$), em infraestrutura de zircônia ($10,8 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$), ocorreram delaminação espontânea³³. Além disso, em um terceiro estudo de Fisher et al.³³ (2009) concluíram que o CET e a Tg da porcelana de cobertura tem uma

grande influência na resistência ao cisalhamento dos sistemas que utilizam zircônia/porcelana de cobertura, pois apresentaram ligeira correlação com o produto da expressão $\Delta\alpha\Delta T$. Os valores mais altos de resistência ao cisalhamento foram encontradas quando $\Delta\alpha\Delta T \approx 1000 \cdot 10^{-6}$.

Em sua análise teórica, Swain⁶⁵ (2009) identificou a importância da taxa de resfriamento, espessura e compatibilidade térmica no desenvolvimento de estresse residual, concluindo que espessas porcelanas de cobertura nas infraestruturas com baixa difusividade térmica, como a zircônia, podem gerar altos estresses de tração na porcelana de cobertura, podendo resultar em crescimento instável de trinca ou lascamento. Guazzato et al.³⁹ (2010) verificou incidência de fraturas espontâneas e fratura coesiva da porcelana de cobertura aumentadas com o resfriamento mais rápido e com a espessura aumentada dos corpos-de-prova de três grupos de combinações porcelana/zircônia.

A taxa de resfriamento ideal para as cerâmicas ainda é objeto de discussão entre os próprios fabricantes⁷⁰, não sendo claros sobre o método de resfriamento ideal, referindo-se apenas a "lento". Especial atenção deve ser dada à grande variabilidade de métodos de resfriamento que são descritos na literatura com nenhuma padronização^{16,36,39,44,50,60,66,68,70,78} (Capítulo 3, Tabela 3). Na literatura, observam-se desde um resfriamento lento³⁶ até a remoção imediata da prótese do forno, numa taxa resfriamento de até 600 °C/min²⁷. Essas diferenças levam a dificuldades na comparação de resultados e não permitem uma conclusão consensual. Por exemplo, alguns estudos referem-se a um método específico como "lento", mas este método é na verdade similar ao normal em outros estudos. Nos capítulos 2 e 3, protocolos de resfriamento extremos (rápido e lento) foram

realizados para identificar as alterações nas propriedades da porcelana de cobertura e em espécimes bicamada de zircônia, respectivamente. No método rápido, as amostras foram resfriadas por ar comprimido imediatamente após o tempo de sinterização, ou seja, a temperatura variou de 910 °C até a temperatura ambiente em menos de 10 segundos. No método de resfriamento lento, as amostras foram deixadas no interior do forno durante mais de 8 horas.

Pelo fato de a porcelana e a zircônia apresentarem diferentes coeficientes de expansão térmica (CET), a taxa de resfriamento pode resultar em tensões substanciais²¹ que podem acarretar na deformação da restauração²¹, diminuição da resistência de união entre os dois materiais³⁶, lascamento imediato da porcelana ou aumento na probabilidade de fratura durante o uso da restauração²¹.

Nas restaurações totalmente cerâmicas, a infraestrutura é rígida e não permite deformação plástica induzida pelas tensões de incompatibilidade térmica e, por isso, deve-se levar em consideração a natureza mecânica desses materiais^{30,65}.

Assim, o conceito de que a desigualdade entre os coeficientes de expansão térmica (CET), taxas de resfriamento e espessura podem exercer um importante papel na explicação dos lascamentos das porcelanas de cobertura observado neste tipo de prótese parece ser sustentado. O mecanismo de fratura da porcelana de cobertura (coesiva preferencialmente à adesiva) observada em seus estudos clínicos indicou que a falta de resistência de união adequada entre porcelana e zircônia não é a causa do lascamento observado.

Zhang et al.⁷⁸ (2009) adotaram o método de elementos finitos (em 2D e 3D) para simular o processo de transiente de resfriamento em termos de mudança de temperatura, que é desenvolvido em corpos-de-prova mono e bicamada da mais alta

temperatura de 900 °C até a temperatura ambiente (25 °C). Foram utilizados diferentes métodos de resfriamento: rápido, normal e lento. Em relação a T_g, esta deslocou-se para uma temperatura maior no resfriamento rápido. Em contraste, com o processo de resfriamento lento, em que se deslocou para um menor temperatura, ou seja, a temperatura de transição vítrea das porcelanas não é única/constante. Os achados indicaram que as taxas de resfriamento são menores em discos de porcelana mais espessos. O coeficiente de transferência de calor por convecção em procedimentos de resfriamento não é único e constante. Desde que a resistência à flexão da zircônia é maior que o da porcelana de cobertura, em um resfriamento rápido, um corpo-de-prova mais espesso pode gerar estresse térmico e fraturar mais facilmente.

Além disso, a taxa de resfriamento pode influenciar as porcelanas de um modo geral. O resfriamento lento pode variar a fração de volume de leucita que está relacionada com o coeficiente de expansão térmica das porcelanas podendo incompatibilizar a porcelana para determinado sistema^{25,48}.

Devido à incidência relativamente elevada de falhas clínicas relacionados com a porcelana em zircônia com base em restaurações, em comparação com os sistemas metalocerâmica^{57,62}, a questão que pode surgir é se a porcelana usada para zircônia seria mais susceptível do que aquelas indicadas para uso com metalocerâmica^{30,55}. No capítulo 1, observou-se que não houve diferença estatisticamente significativa entre a resistência flexural das porcelanas para infraestrutura em metal e em zircônia. Fischer et al.³⁰ (2008) encontram valores de resistência de porcelanas para zircônia semelhantes ou menores do que para infraestrutura em metal. Assim, pode-se inferir que a resistência flexural não seria

fator determinante para o sucesso a longo prazo das restaurações com zircônia³⁰. No entanto, ao contrário do metal, as estruturas em zircônias não sofrem deformação plástica ou relaxamento estrutural⁹, o que poderia levar a um aumento na formação de tensões. Assim, uma porcelana com maior resistência mecânica seria favorável para aumentar a confiabilidade desse sistema^{3,30}.

A análise de dispersão da resistência pelo módulo de Weibull, no qual um maior valor corresponde a uma distribuição de defeitos mais homogênea, menor dispersão dos valores e, portanto, maior confiabilidade³⁸, é um ótimo parâmetro para medir a longevidade do material. Este método é baseado em conceitos estatísticos e facilmente aplicado quando um número razoável de espécimes, acima de 30, é examinado e isso permite que a probabilidade de fratura seja calculada em função do estresse aplicado. No capítulo 1, foram utilizados 15 corpos-de-prova por grupo. Dessa forma, precisou-se realizar um ajuste do módulo de Weibull de acordo com a norma DIN 51 110-3. Observou-se que a porcelana VMK 95, utilizada para ligas metálicas não nobres, apresentou o mais alto valor de módulo de Weibull.

Dureza é a habilidade do material de resistir a indentação permanente e é um indicador de sua abrasividade^{8,45}. A tenacidade à fratura é a capacidade do material de resistir à propagação de trincas. Ambas são propriedades críticas para a escolha do material para uso clínico. Neste estudo, não houve variação entre a dureza das porcelanas, exceto a porcelana para liga nobres Duceragold que apresentou o menor valor. Além disso, as porcelanas utilizadas em infraestrutura metálica apresentaram maiores resultados de tenacidade à fratura que aquelas para infraestrutura em zircônia. Dentre elas, a porcelana VMK 95 apresentou o maior

valor estatístico. Esses resultados sugerem que não existe uma relação direta entre resistência à flexão, dureza e tenacidade à fratura.

O presente estudo *in vitro* apresentou como limitações a aplicação de força estática e ausência de ambiente úmido para simular o meio bucal. Embora o ensaio siga a norma internacional, as exatas condições clínicas não são simuladas. Além disso, apenas ensaios mecânicos foram abordados, sugerindo que são necessários outros estudos para ajudar na elucidação dos fenômenos, tais como a caracterização quanto a composição química e microestrutural do material antes da sinterização e após o resfriamento por diferentes métodos.

A leucita ($K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 4SiO_2$), ou silicato de alumínio potássico mineral, é normalmente encontrada como fase cristalina embebida na matriz de vidro de porcelanas feldspáticas para controlar seu coeficiente de expansão térmica, que deve ser compatível com o material da estrutura^{17,26,33,48}. Alguns autores afirmaram que o teor de leucita é fortemente influenciado pela história térmica da porcelana, tal como o tempo de sinterização, o número de queimas ou a velocidade de resfriamento^{25,48,53,71}. A leucita tem um elevado coeficiente de expansão térmica e pode apresentar uma transformação estrutural polimórfica de tetragonal a cúbica, acompanhada por uma mudança de grande volume^{25,53}. Além disso, as mudanças térmicas podem resultar na formação de cristais de sanidina ou de ortoclase^{48,71}. Esta transformação pode alterar o coeficiente de expansão térmica da leucita de $11-13 \times 10^{-6}$ a $20 - 25 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$, durante o aquecimento entre 400 e 600 $^\circ\text{C}$ ^{48,71}. Em contraste, a adição do leucita termicamente mais estável cúbica ou polucite para a frita pode estabilizar a leucita a temperaturas elevadas²⁵.

O estudo com corpos-de-prova monocamada (capítulo 2) buscou avaliar as propriedades da porcelana feldspática Vita VM9 e da zircônia ZiHP de acordo com a variação do método de resfriamento empregado. A potencial ocorrência de transformação de fase da leucita de acordo com o método de resfriamento foi a base teórica para este estudo pela possibilidade de interferir nas propriedades mecânicas tais como resistência à flexão, dureza e tenacidade à fratura^{15,16,48,49,53}.

Entretanto, a hipótese de que o método de resfriamento pudesse alterar as propriedades da porcelana foi parcialmente negada. Os métodos de resfriamento não interferiram nas propriedades mecânicas da porcelana (resistência à flexão e tenacidade à fratura), mas a análise de confiabilidade, determinada pelo estudo estatístico de Weibull, apontou para o melhor desempenho do resfriamento normal seguido pelo lento e rápido. Por outro lado, a dureza do método de resfriamento lento propiciou média estatisticamente maior que os grupos normal e rápido, iguais entre si. A resistência à flexão dos corpos-de-prova monocamada em zircônia não foi afetada pelo método de resfriamento, assim como a análise de confiabilidade apresentou valores do módulo de Weibull muito próximos.

Neste capítulo, a média de resistência à flexão em três pontos para os corpos-de-prova monocamada em porcelana VM9 foi em torno de 75 MPa, o que ficou acima dos valores encontrados por Borba et al.¹², mas abaixo dos valores encontrados para esse material por Fischer et al.³⁰ e descrito pelo fabricante⁷⁶. Essa diferença pode estar associada à sensibilidade da técnica de preparo e à relativa dificuldade de padronização das amostras, devido a quantidade de defeitos internos e porosidade da porcelana³⁷. Os poros diminuem a resistência da porcelana, pois atuam como concentradores de tensões, assim como reduzem a área de secção

transversal sobre a qual a carga é aplicada³⁷. Além disso, a menor resistência poderia estar associada com a degradação hidrolítica das uniões Si-O-Si da porcelana, uma vez que os ensaios foram realizados em meio úmido³⁰. A depender da composição química da porcelana, a hidrólise dessas uniões afeta suas propriedades mecânicas, podendo aumentar a taxa de falhas clínicas³⁰. A resistência à flexão da zircônia não apresentou diferença, corroborando para que o método de resfriamento da porcelana não influencie nas propriedades desse material de infraestrutura isoladamente.

Apesar de não ter sido observada diferença estatisticamente significativa para a resistência à flexão, o método de resfriamento normal para a porcelana VM9 apresentou uma confiabilidade relativamente maior que os outros métodos. Módulos de Weibull próximos, como os que ocorreram com os grupos em zircônia, indicam uma dispersão de dados semelhante. No entanto, o valores de Weibull deste estudo em zircônia ficaram abaixo de alguns dados encontrados na literatura^{38,46}, mas parecidos a amostras polidas do estudo de Wang et al.⁷². Como se trata de uma análise de alta sensibilidade, variações nas metodologias empregadas podem ocorrer e a comparação direta entre esses valores deve ser feita com cuidado.

Calculou-se a probabilidade de falha usando uma função da tensão aplicada com base no gráfico de probabilidade Weibull. Observou-se que com uma maior resistência à flexão, o resfriamento rápido resultou numa menor probabilidade de falha do que os outros métodos estudados. Por exemplo, a 90 MPa, todas as amostras do método de resfriamento normal e lento falharam, enquanto que aproximadamente 10% dos espécimes de resfriamento rápido ainda foram capazes de resistir.

Tal como esperado para porcelanas dentárias feldspáticas⁶⁸, o índice de cristalinidade estudado indicou a vasta predominância da fase de vidro amorfo. No entanto, a porcelana mostrou um aumento no índice de cristalinidade após o resfriamento lento. Porcelanas odontológicas podem precipitar leucita adicional durante o resfriamento lento⁴⁸, mas as marcas comerciais podem comportar-se com características diferentes⁶⁷. Aumentos na fracção de volume de leucita, resultante do resfriamento lento, pode variar entre 8,5% e 55,8%⁴⁸. Em nosso estudo, o método de resfriamento lento resultou em cerca de 8% a mais de leucita em comparação ao resfriamento normal e 36% em relação ao resfriamento rápido. No entanto, devido à forte dependência do conteúdo de leucita no coeficiente de expansão térmica de porcelanas dentárias, o resfriamento lento pode produzir concentrações de cristais que são termicamente incompatíveis⁴⁸. Além disso, o volume de leucita é particularmente crítico também porque quando a porcelana feldspática dental é resfriada, a leucita sofre uma transformação da fase cúbica para tetragonal, associada com 1,2% volume de contração. Esta contração leva a formação de microtrincas nos cristais e em torno dele, assim como o desenvolvimento de estresse de compressão tangencial em torno destes cristais, podendo levar a tensões residuais internas ao material. Esse processo pode ser estabilizado pela incorporação de mais leucita em forma cúbica²⁵.

A dureza Vickers e a tenacidade à fratura pelo método da indentação Vickers foram analisadas em 9 posições por espécime monocamada de porcelana de acordo com o método de resfriamento. Observou-se que o método de resfriamento lento apresentou um maior valor de dureza, o que contraria os resultados de Baharav et al.¹⁰, os quais não encontraram diferença nos valores de dureza variando o método

de resfriamento da porcelana. A dureza da porcelana de acordo com os métodos de resfriamento foi mais alta que os valores de dureza do esmalte encontrados na literatura⁷⁴. Tang et al.⁶⁷ mostraram que a dureza aumentou após múltiplas queima da porcelana. Em situações clínicas, a dureza é uma propriedade importante porque afeta o acabamento, polimento e resistência ao desgaste oclusal da porcelana. Portanto, uma maior dureza poderia aumentar a resistência à fadiga e ajudar na prevenção de falhas prematuras materiais⁶⁷.

Morena et al.⁵² afirmaram que a tenacidade à fratura é principalmente dependente da matriz vítrea. No entanto, alguns autores^{16,55,56} têm apontado que a porcelana com um maior teor de leucita tem maior tenacidade à fratura. Apesar da variação do conteúdo de leucita, não houve diferença estatística nos resultados de tenacidade à fratura. De acordo com Mackert Jr. et al.⁴⁹, a quantidade, tamanho e estrutura média da fase cristalina pode afetar diretamente as propriedades mecânicas do produto final. Por outro lado, Cesar et al.¹⁴ comparando porcelanas com conteúdo de leucita diferentes e não encontraram relação direta entre o conteúdo de leucita e crescimento lento de trinca.

Os resultados do capítulo 2 podem levar-nos a presumir que algumas propriedades, como dureza e índice de cristalinidade, apresentaram pequenas alterações que podem estar associadas com outros aspectos da estrutura em bicamada que interferem na integridade da prótese, tais como a elevada incidência de lascamentos da porcelana para zircônia, o que é atribuído principalmente ao desenvolvimento de tensões residuais em estruturas de bicamada. Assim, as características térmicas das duas camadas (zircônia e porcelana) interagem e

resultam em efeitos mecânicos sobre a parte de menor resistência (a porcelana ou a área de ligação entre a zircônia e porcelana) ^{4,26,69}.

No capítulo 3, fez-se um estudo com corpos-de-prova bicamada objetivando avaliar o papel da zircônia sobre as propriedades mecânicas da porcelana e analisar o comportamento da união entre os dois materiais de acordo com o método de resfriamento.

Neste estudo, realizou-se duas configurações de teste de resistência à flexão (porcelana ou zircônia sob tensão), submersos em água a 37°C. As dimensões finais dos espécimes bicamadas utilizados foram determinadas com base nos ensaios de amostras monocamada (ISO 6972:2008) com uma relação de espessura de 1:1. Os resultados indicaram que o material com a superfície em tração determina o modo de força e de falha do sistema ^{12,22,34,41,75,77}. De acordo com a equação matemática utilizada, a resistência à flexão depende diretamente do módulo de elasticidade do material sob tensão ^{34,41,77}, porque a carga máxima é concentrada na superfície inferior da amostra, na forma de tensão de tração. Portanto, uma maior resistência à flexão foi alcançada quando a zircônia estava sob tensão de tração. Houve, ainda, dois modos de falhas diferentes de acordo com as distintas configurações de teste: quando a porcelana estava sob tensão de tração (PT), falhas iniciadas na superfície inferior e propagados ao longo da porcelana até chegarem à interface. Neste momento, os testes foram interrompidos e a camada de zircônia não foi afetada. Quando a zircônia estava sob tensão de tração (ZT), a porcelana delaminava antes da fratura da zircônia devido à formação de defeito lateral e o esmagamento da zona de carga sobre a porcelana sob tensão de compressão ^{12,37}.

Os valores de resistência à flexão de espécimes ZT foram inferiores aos observados no capítulo 2 e em comparação com os valores publicados para zircônia monocamada espécimes^{12,40,46,47,75}, porque a tensão de compressão induz fratura da porcelana antes que a zircônia seja afetada pela tensão de tração. No entanto, a configuração do ensaio ZT foi realizada porque acredita-se que as falhas originam nas superfícies internas da coroa^{22,47,75}. Para reduzir a taxa de insucesso, estudos^{12,75} têm sugerido que os locais de coroas ou de próteses parciais fixas, que são submetidos a uma alta concentração de tensão de tração em que a estética não é necessária (por exemplo, a porção inferior do pântico e conectores) devam estar livres da camada de cobertura de porcelana para aumentar o desempenho mecânico. No entanto, a zircônia é susceptível de degradação a baixas temperaturas, quando exposta a um ambiente úmido¹³.

A hipótese nula de que a resistência à flexão e de confiabilidade não seriam influenciadas pelo método de resfriamento foi parcialmente rejeitada. A maior resistência à flexão observada para PT-RÁPIDO pode estar relacionada com a têmpera da porcelana, devido a uma taxa de resfriamento elevada e a um grande gradiente térmico. Isto pode induzir uma solidificação não uniforme da superfície para o centro, levando à tensão de compressão residual sobre a superfície da porcelana^{20,36,51,65} e aumentar sua resistência^{36,69}. Por outro lado, no presente estudo, foi observado que o PT-NORMAL mostrou módulo de Weibull (m) ligeiramente mais alto. Como já comentado anteriormente, maiores valores de módulo de Weibull representam uma distribuição mais homogênea de falhas, uma menor dispersão de valores, e uma maior confiabilidade do material^{22,47,75}, projetando maior sucesso clínico das restaurações cerâmicas. Neste estudo, apesar

do fato de que o grupo PT-RÁPIDO exibiu uma maior resistência à flexão, este grupo apresentou valores mais elevados de dispersão e, conseqüentemente, baixa confiabilidade. Isso pode estar relacionado com o possível aumento na incidência de trincas quando o resfriamento rápido é realizado. Guazzato et al.³⁹ observaram um aumento do número de trincas em porcelana resfriada com uma taxa de resfriamento rápido, o que afetou adversamente a resistência, apesar do método de resfriamento utilizado não ser tão extremo quanto o método rápido utilizado no nosso estudo. Além disso, Belli et al.¹¹ realizaram teste de fadiga cíclica em coroas de pré-molares submetidas ao resfriamento rápido e lento e observaram que as trincas nos espécimes de VM9 cresceram menos em regime lento e ainda aumentou o tempo de vida de restaurações zircônia-porcelana.

Apesar das semelhanças estatísticas entre os valores de resistência à flexão dos grupos de configuração ZT de acordo com os diferentes métodos, ZT-NORMAL exibiu um valor maior de módulo de Weibull que ZT-LENTO e ZT-RAPIDO. Embora o valor de resistência seja importante, não se pode extrapolar diretamente para prever o desempenho estrutural da cerâmica.

Lascamento e delaminação da porcelana são considerados as falhas clínicas mais comuns em restaurações com infraestrutura de zircônia^{57,62}. A resistência de união pode ser explicada pela fragilidade inerente da interface entre os materiais de cobertura e infraestrutura, ou pode ser simplesmente devida à baixa resistência da camada de porcelana que pode ser influenciada pelos materiais^{44 36}, tratamentos de superfície de zircônia⁶, taxa de resfriamento após sinterização^{44 36 70} ou por diferentes testes de resistência da união^{44 36 70}. Neste estudo, os métodos de resfriamento rápido e normal apresentaram maiores valores de resistência ao

cisalhamento da união e mostrou o modo de falha predominante adesiva entre VM9 porcelana e zircônia. Estes resultados podem ser atribuídos às tensões de compressão/têmpera na camada superficial de porcelana sob resfriamento mais rápido, o que pode melhorar a sua resistência³⁶, mas pode desenvolver grandes tensões residuais na interface entre a porcelana e a zircônia^{39,65,70}, que induzem a predominância do tipo de falha adesiva. Em contraste, o método de resfriamento lento apresentou um valor mais baixo de resistência ao cisalhamento e uma maior incidência de modos de falha coesiva e combinadas. O modo de falha coesivo está mais relacionado com a resistência da porcelana do que com sua adesão à infraestrutura em zircônia propriamente dita³³. No método de resfriamento lento, a têmpera não ocorre porque as tensões de tração são geradas na porcelana devido ao relaxamento estrutural do vidro acima e perto da T_g ^{20,36,65,68}. Além disso, como discutido antes, o grupo PT-LENTO apresentou a menor resistência à flexão. Assim, estes resultados podem ser explicados pelo resfriamento lento ter diminuído os valores de resistência da porcelana a um valor abaixo da união adesiva, o que aumentava a incidência de falhas coesivas e diminuição dos valores de resistência de união. No entanto, uma comparação direta com outros estudos torna-se difícil uma vez que, no nosso conhecimento, não há qualquer estudo publicado que tenha usado método de resfriamento lento semelhante ao nosso.

Komine et al.⁴⁴ observaram que, dependendo do material de porcelana, o resfriamento lento aumentou a resistência de união entre porcelana e zircônia e que todas as amostras apresentaram fratura coesiva. No entanto, eles usaram as porcelanas CZR e e.max Ceram, a superfície de zircônia das amostras foi jateada com óxido de alumínio e o resfriamento lento empregado foi semelhante ao nosso

resfriamento normal (Cap 3; Tabela 3). No entanto, apesar de Gostemeyer et al.³⁶ também terem observado a dependência da marca comercial da porcelana, eles mostraram que o método de resfriamento lento (semelhante ao nosso resfriamento normal –Cap 3; Tabela 3) afetou a liberação de energia de deformação em teste de flexão em quatro pontos e prevaleceu o modo de fratura combinado para VM9 e Triceram, mas não houve diferença para Zirox e LavaCeram. Tan et al.⁶⁶, usando técnica modificada de teste de flexão em quatro pontos com botão de porcelana VM9 sob barras de zircônia, observaram que o resfriamento lento (intermediário para o nosso método de resfriamento normal e lento) aumentou a carga de fratura e esta foi classificada como coesiva uma vez que uma camada fina de porcelana resistiu sobre a zircônia.

Entretanto, nenhuma correlação direta clínica deve ser feita entre falhas nos estudos de cisalhamento e os mecanismos de falha de restaurações porque os métodos de ensaio não conseguem reproduzir perfeitamente as condições clínicas⁴². Idealmente, os ensaios clínicos a longo prazo devem ser utilizados para determinar os mecanismos de falha para restaurações de cerâmica pura. Além disso, enquanto um valor de resistência de união superior a 25 MPa é aceito como adequado para restaurações metalocerâmicas, a resistência de união ideal para os materiais cerâmicos ainda não foi determinada⁷. Além disso, os mecanismos de união entre zircônia e porcelana não são claros^{40,63}. Alguns tratamentos de superfície parecem danificar a estrutura da zircônia, devido à sua transformação martensítica da fase tetragonal para monoclinica^{13,46}. Assim, os efeitos de ligação química e retenção micromecânica, bem como a melhoria da molhabilidade da zircônia são áreas ativas de pesquisa.

Nos três capítulos discutidos, pode-se elencar algumas limitações que tornam difícil relacionar diretamente seus resultados com situações clínicas reais. A geometria dos espécimes em ensaios estáticos seria, talvez, a limitação mais importante ³. A geometria das coroas e próteses dentárias é multifacetada, com formas arredondadas, contornos heterogêneos e variações na espessura da porcelana e da infraestrutura ^{18,29,33,63,65}. Além disso, a microestrutura da porcelana, a relação de espessura, o processo de manufatura, a população de poros (número, a distribuição e tamanho), o ajuste oclusal, umidade, ciclos térmicos e de carga, e hábitos individuais também têm influência sobre a resistência à fratura de revestimentos de porcelana e sua confiabilidade clínica ^{18,47,60,75}. Portanto, estudos *in vitro* com fadiga química, térmica e mecânica devem ser realizados utilizando amostras complexas como coroas ou próteses parciais fixas. Além disso, a distribuição de temperatura das amostras é um fenômeno complexo e depende das propriedades térmicas dos materiais, da taxa de resfriamento, do gradiente de temperatura, o suporte dos materiais no interior do forno, e a espessura e desenho da amostra ^{51,65,70}. No entanto, vários métodos de resfriamento com diferentes sistemas zircônia/porcelana de recobrimento, a razão de suas espessuras, também devem ser ainda mais profundamente estudadas. Além disso, estudos clínicos randomizados são necessários para avaliar o real desempenho deste sistema de restaurações com infraestrutura em zircônia ⁵⁷.

Conclusão

5 CONCLUSÃO

Considerando os resultados obtidos nas condições experimentais deste trabalho, concluiu-se que:

1. Apesar da adequada resistência à flexão e elevada dureza, as porcelanas usadas para restaurações em zircônia exibiram menores valores de tenacidade à fratura do que as porcelanas para infraestrutura em metal, o que sugere que esta propriedade mecânica pode estar relacionada com a ocorrência de fratura superior clínica em Y-TZP base da prótese;

2. Os métodos de resfriamento não influenciaram a resistência à flexão e tenacidade à fratura em corpos-de-prova monocamada. O método de resfriamento lento aumentou o índice de cristalinidade e a dureza Vickers da porcelana feldspática estudada. No entanto, resfriamento normal resultou em maior confiabilidade dos corpos-de-prova. Estes resultados sugerem que o método de resfriamento pode afetar a longevidade da porcelana de cobertura em restaurações com infraestrutura em zircônia. Entretanto, outras investigações em espécimes bicamada complexos são ainda necessárias para entender melhor o papel do estresse residual na elaboração de um protocolo ideal de resfriamento;

3. Em corpos-de-prova bicamada com a porcelana sob tensão de tração, o método de resfriamento rápido levou a uma maior resistência à flexão, mas a uma menor confiabilidade. O método de resfriamento lento diminuiu a resistência ao cisalhamento da união e mostrou modos de falha predominantemente coesivas e combinadas. Estes resultados sugerem que o método de resfriamento pode afetar a longevidade das restaurações com infraestrutura em zircônia. No entanto, outras investigações são necessárias para estabelecer o protocolo de resfriamento ideal.

Referências

REFERÊNCIAS*

1. Resfriando Lentamente! Vita Info 2.09 2009;
2. Aboushelib MN, de Jager N, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. *Dent Mater* 2005; 21(10): 984-91.
3. Aboushelib MN, de Jager N, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Effect of loading method on the fracture mechanics of two layered all-ceramic restorative systems. *Dent Mater* 2007; 23(8): 952-59.
4. Aboushelib MN, Feilzer AJ, de Jager N, Kleverlaan CJ. Prestresses in bilayered all-ceramic restorations. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2008; 87(1): 139-45.
5. Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. Part II: Zirconia veneering ceramics. *Dent Mater* 2006; 22(9): 857-63.
6. Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Effect of zirconia type on its bond strength with different veneer ceramics. *J Prosthodont* 2008; 17(5): 401-8.
7. Al-Dohan HM, Yaman P, Dennison JB, Razzoog ME, Lang BR. Shear strength of core-veneer interface in bi-layered ceramics. *J Prosthet Dent* 2004; 91(4): 349-55.
8. Albakry M, Guazzato M, Swain MV. Fracture toughness and hardness evaluation of three pressable all-ceramic dental materials. *J Dent* 2003; 31(3): 181-88.
9. Anusavice KJ, Carroll JE. Effect of incompatibility stress on the fit of metal-ceramic crowns. *J Dent Res* 1987; 66(8): 1341-5.
10. Baharav H, Laufer BZ, Mizrahi A, Cardash HS. Effect of different cooling rates on fracture toughness and microhardness of a glazed alumina reinforced porcelain. *J Prosthet Dent* 1996; 76(1): 19-22.
11. 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; 29(2): 181-90.

* De acordo com o manual da FOAr/UNESP, adaptadas das normas Vancouver.

12. Borba M, de Araujo MD, de Lima E, Yoshimura HN, Cesar PF, Griggs JA, Della Bona A. Flexural strength and failure modes of layered ceramic structures. *Dent Mater* 2011; 27(12): 1259-66.
13. Cattani-Lorente M, Scherrer SS, Ammann P, Jobin M, Wiskott HW. Low temperature degradation of a Y-TZP dental ceramic. *Acta Biomater* 2011; 7(2): 858-65.
14. Cesar PF, Soki FN, Yoshimura HN, Gonzaga CC, Styopkin V. Influence of leucite content on slow crack growth of dental porcelains. *Dent Mater* 2008; 24(8): 1114-22.
15. Cesar PF, Yoshimura HN, Miranda Junior WG, Okada CY. Correlation between fracture toughness and leucite content in dental porcelains. *J Dent* 2005; 33(9): 721-9.
16. 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; 27(11): 1111-8.
17. de Kler M, de Jager N, Meegdes M, van der Zel JM. Influence of thermal expansion mismatch and fatigue loading on phase changes in porcelain veneered Y-TZP zirconia discs. *J Oral Rehabil* 2007; 34(11): 841-7.
18. DeHoff PH, Anusavice KJ. Viscoelastic finite element stress analysis of the thermal compatibility of dental bilayer ceramic systems. *Int J Prosthodont* 2009; 22(1): 56-61.
19. DeHoff PH, Anusavice KJ, Gotzen N. Viscoelastic finite element analysis of an all-ceramic fixed partial denture. *J Biomech* 2006; 39(1): 40-8.
20. DeHoff PH, Anusavice KJ, Vontivillu SB. Analysis of tempering stresses in metal-ceramic disks. *J Dent Res* 1996; 75(2): 743-51.
21. DeHoff PH, Barrett AA, Lee RB, Anusavice KJ. Thermal compatibility of dental ceramic systems using cylindrical and spherical geometries. *Dent Mater* 2008; 24(6): 744-52.
22. Della Bona A, Anusavice KJ, DeHoff PH. Weibull analysis and flexural strength of hot-pressed core and veneered ceramic structures. *Dent Mater* 2003; 19(7): 662-9.
23. Della Bona A, Kelly JR. The clinical success of all-ceramic restorations. *J Am Dent Assoc* 2008; 139 Suppl: 8S-13S.

24. Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater* 2008; 24(3): 299-307.
25. Denry IL, Mackert JR, Jr., Holloway JA, Rosenstiel SF. Effect of cubic leucite stabilization on the flexural strength of feldspathic dental porcelain. *J Dent Res* 1996; 75(12): 1928-35.
26. Dittmer MP, Borchers L, Stiesch M, Kohorst P. Stresses and distortions within zirconia-fixed dental prostheses due to the veneering process. *Acta Biomater* 2009; 5(8): 3231-9.
27. Dittmer MP, Kohorst P, Borchers L, Stiesch-Scholz M. Finite element analysis of a four-unit all-ceramic fixed partial denture. *Acta Biomater* 2009; 5(4): 1349-55.
28. Donovan TE. Factors essential for successful all-ceramic restorations. *J Am Dent Assoc* 2008; 139 Suppl: 14S-18S.
29. Fairhurst CW, Hashinger DT, Twiggs SW. Glass transition temperatures of dental porcelain. *J Dent Res* 1981; 60(6): 995-8.
30. Fischer J, Stawarczyk B, Hammerle CH. Flexural strength of veneering ceramics for zirconia. *J Dent* 2008; 36(5): 316-21.
31. Fischer J, Stawarczyk B, Tomic M, Strub JR, Hammerle CH. Effect of thermal misfit between different veneering ceramics and zirconia frameworks on in vitro fracture load of single crowns. *Dent Mater J* 2007; 26(6): 766-72.
32. Fischer J, Stawarczyk B, Trottmann A, Hammerle CH. Impact of thermal properties of veneering ceramics on the fracture load of layered Ce-TZP/A nanocomposite frameworks. *Dent Mater* 2009; 25(3): 326-30.
33. Fischer J, Stawarczyk B, Trottmann A, Hammerle CH. Impact of thermal misfit on shear strength of veneering ceramic/zirconia composites. *Dent Mater* 2009; 25(4): 419-23.
34. Fleming GJ, El-Lakwah SF, Harris JJ, Marquis PM. The effect of core:dentin thickness ratio on the bi-axial flexure strength and fracture mode and origin of bilayered dental ceramic composites. *Dent Mater* 2005; 21(2): 164-71.
35. Gonzaga CC, Yoshimura HN, Cesar PF, Miranda WG, Jr. Subcritical crack growth in porcelains, glass-ceramics, and glass-infiltrated alumina composite for dental restorations. *J Mater Sci Mater Med* 2009; 20(5): 1017-24.

-
36. Gostemeyer G, Jendras M, Dittmer MP, Bach FW, Stiesch M, Kohorst P. Influence of cooling rate on zirconia/veneer interfacial adhesion. *Acta Biomater* 2010; 6(12): 4532-8.
 37. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater* 2004; 20(5): 449-56.
 38. Guazzato M, Quach L, Albakry M, Swain MV. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of Y-TZP dental ceramic. *J Dent* 2005; 33(1): 9-18.
 39. Guazzato M, Walton TR, Franklin W, Davis G, Bohl C, Klineberg I. Influence of thickness and cooling rate on development of spontaneous cracks in porcelain/zirconia structures. *Aust Dent J* 2010; 55(3): 306-10.
 40. Guess PC, Kulis A, Witkowski S, Wolkewitz M, Zhang Y, Strub JR. Shear bond strengths between different zirconia cores and veneering ceramics and their susceptibility to thermocycling. *Dent Mater* 2008; 24(11): 1556-67.
 41. Kelly JR. Perspectives on strength. *Dent Mater* 1995; 11(2): 103-10.
 42. Kelly JR. Clinically relevant approach to failure testing of all-ceramic restorations. *J Prosthet Dent* 1999; 81(6): 652-61.
 43. Kelly JR. Dental ceramics: current thinking and trends. *Dent Clin North Am* 2004; 48(2), 513-30.
 44. Komine F, Saito A, Kobayashi K, Koizuka M, Koizumi H, Matsumura H. Effect of cooling rate on shear bond strength of veneering porcelain to a zirconia ceramic material. *J Oral Sci* 2010; 52(4): 647-52.
 45. Kontonasaki E, Kantiranis N, Papadopoulou L, Chatzistavrou X, Kavouras P, Zorba T, Sivropoulou A, Chrissafis K, Paraskevopoulos KM, Koidis PT. Microstructural characterization and comparative evaluation of physical, mechanical and biological properties of three ceramics for metal-ceramic restorations. *Dent Mater* 2008; 24(10): 1362-73.
 46. Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. *Dent Mater* 1999; 15(6): 426-33.

47. Lin WS, Ercoli C, Feng C, Morton D. The effect of core material, veneering porcelain, and fabrication technique on the biaxial flexural strength and weibull analysis of selected dental ceramics. *J Prosthodont* 2012; 21(5): 353-62.
48. Mackert JR, Jr., Evans AL. Effect of cooling rate on leucite volume fraction in dental porcelains. *J Dent Res* 1991; 70(2): 137-9.
49. Mackert JR, Jr., Twigg SW, Russell CM, Williams AL. Evidence of a critical leucite particle size for microcracking in dental porcelains. *J Dent Res* 2001; 80(6): 1574-9.
50. Mainjot AK, Schajer GS, Vanheusden AJ, Sadoun MJ. Influence of cooling rate on residual stress profile in veneering ceramic: Measurement by hole-drilling. *Dent Mater* 2011; 27(9): 906-14.
51. Mainjot AK, Schajer GS, Vanheusden AJ, Sadoun MJ. Influence of zirconia framework thickness on residual stress profile in veneering ceramic: Measurement by hole-drilling. *Dent Mater* 2012; 28(4): 378-84.
52. Morena R, Lockwood PE, Fairhurst CW. Fracture toughness of commercial dental porcelains. *Dent Mater* 1986; 2(2): 58-62.
53. Ong JL, Farley DW, Norling BK. Quantification of leucite concentration using X-ray diffraction. *Dent Mater* 2000; 16(1): 20-5.
54. Pjetursson BE, Sailer I, Zwahlen M, Hammerle CH. A systematic review of the survival and complication rates of all-ceramic and metal-ceramic reconstructions after an observation period of at least 3 years. Part I: Single crowns. *Clin Oral Implants Res* 2007; 18 Suppl 3: 73-85.
55. Quinn JB, Quinn GD, Sundar V. Fracture Toughness of Veneering Ceramics for Fused to Metal (PFM) and Zirconia Dental Restorative Materials. *J Res Natl Inst Stand Technol* 2010; 115(5): 343-52.
56. Quinn JB, Sundar V, Lloyd IK. Influence of microstructure and chemistry on the fracture toughness of dental ceramics. *Dent Mater* 2003; 19(7): 603-11.
57. Raigrodski AJ, Hillstead MB, Meng GK, Chung KH. Survival and complications of zirconia-based fixed dental prostheses: a systematic review. *J Prosthet Dent* 2012; 107(3): 170-7.
58. Ritter JE. Critique of test methods for lifetime predictions. *Dent Mater* 1995; 11(2): 147-51.

-
59. Rosenstiel SF, Porter SS. Apparent fracture toughness of dental porcelain with a metal substructure. *Dent Mater* 1988; 4(4): 187-90.
60. Rues S, Kroger E, Muller D, Schmitter M. Effect of firing protocols on cohesive failure of all-ceramic crowns. *J Dent* 2010; 38(12): 987-94.
61. Sailer I, Feher A, Filser F, Gauckler LJ, Luthy H, Hammerle CH. Five-year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures. *Int J Prosthodont* 2007; 20(4): 383-8.
62. Sailer I, Pjetursson BE, Zwahlen M, Hammerle CH. A systematic review of the survival and complication rates of all-ceramic and metal-ceramic reconstructions after an observation period of at least 3 years. Part II: Fixed dental prostheses. *Clin Oral Implants Res* 2007; 18 Suppl 3: 86-96.
63. Saito A, Komine F, Blatz MB, Matsumura H. A comparison of bond strength of layered veneering porcelains to zirconia and metal. *J Prosthet Dent* 2010; 104(4): 247-57.
64. 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; 21(5): 476-82.
65. Swain MV. Unstable cracking (chipping) of veneering porcelain on all-ceramic dental crowns and fixed partial dentures. *Acta Biomater* 2009; 5(5): 1668-77.
66. Tan JP, Sederstrom D, Polansky JR, McLaren EA, White SN. The use of slow heating and slow cooling regimens to strengthen porcelain fused to zirconia. *J Prosthet Dent* 2012; 107(3): 163-9.
67. Tang X, Nakamura T, Usami H, Wakabayashi K, Yatani H. Effects of multiple firings on the mechanical properties and microstructure of veneering ceramics for zirconia frameworks. *J Dent* 2012; 40(5): 372-80.
68. Taskonak B, Borges GA, Mecholsky JJ, Jr., Anusavice KJ, Moore BK, Yan J. The effects of viscoelastic parameters on residual stress development in a zirconia/glass bilayer dental ceramic. *Dent Mater* 2008; 24(9): 1149-55.
69. Taskonak B, Mecholsky JJ, Jr., Anusavice KJ. Residual stresses in bilayer dental ceramics. *Biomaterials* 2005; 26(16): 3235-41.
70. Tholey MJ, Swain MV, Thiel N. Thermal gradients and residual stresses in veneered Y-TZP frameworks. *Dent Mater* 2011; 27(11): 1102-10.

71. Tsetsekou A, Papadopoulos T, Adamopoulos O. Microstructure effect on the properties of a commercial low-fusing dental porcelain. *J Mater Sci Mater Med* 2002; 13(4): 407-16.
72. Wang H, Aboushelib MN, Feilzer AJ. Strength influencing variables on CAD/CAM zirconia frameworks. *Dent Mater* 2008; 24(5): 633-8.
73. White SN, Miklus VG, McLaren EA, Lang LA, Caputo AA. Flexural strength of a layered zirconia and porcelain dental all-ceramic system. *J Prosthet Dent* 2005; 94(2): 125-31.
74. Xu HH, Smith DT, Jahanmir S, Romberg E, Kelly JR, Thompson VP, Rekow ED. Indentation damage and mechanical properties of human enamel and dentin. *J Dent Res* 1998; 77(3): 472-80.
75. Yilmaz H, Nemli SK, Aydin C, Bal BT, Tiras T. Effect of fatigue on biaxial flexural strength of bilayered porcelain/zirconia (Y-TZP) dental ceramics. *Dent Mater* 2011; 27(8): 786-95.
76. Zahran M, El-Mowafy O, Tam L, Watson PA, Finer Y. Fracture strength and fatigue resistance of all-ceramic molar crowns manufactured with CAD/CAM technology. *J Prosthodont* 2008; 17(5): 370-7.
77. Zeng K, Oden A, Rowcliffe D. Evaluation of mechanical properties of dental ceramic core materials in combination with porcelains. *Int J Prosthodont* 1998; 11(2): 183-9.
78. Zhang Z, Li Q, Li W, Swain M. Transient modelling of thermal processing for ceramic prostheses. *J Austr Ceram Society* 2009; 45(2): 40-8.
79. Zhang Z, Zhou S, Li Q, Li W, Swain M. Residual stresses in fabrication of core-veneered ceramic prostheses. *Adv Mater Res* 2010; 97-101: 2241-4.

Apêndice

APÊNDICE

Nesta seção estão apresentados os dados originais e resultados estatísticos dos estudos relativos aos Capítulos 1, 2 e 3.

APENDICE 1

Capítulo 1

Tabela A1.1 – Valores originais de resistência à flexão em três pontos (MPa) de quatro marcas comerciais (e.Max, VM9, Duceragold e VMK95). Faculdade de Odontologia de Araraquara, 2013

| N | e.Max | VM9 | DUCERAGOLD | VMK95 |
|--------------------------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| 1 | 69,78 | 77,58 | 67,90 | 69,95 |
| 2 | 69,90 | 69,99 | 93,78 | 65,56 |
| 3 | 73,57 | 56,59 | 73,82 | 68,66 |
| 4 | 72,98 | 86,23 | 99,39 | 87,05 |
| 5 | 83,01 | 71,58 | 75,11 | 70,25 |
| 6 | 80,89 | 105,09 | 73,98 | 85,67 |
| 7 | 66,37 | 71,46 | 71,84 | 84,72 |
| 8 | 83,56 | 80,62 | 90,43 | 74,14 |
| 9 | 62,29 | 68,37 | 79,36 | 78,14 |
| 10 | 77,94 | 81,89 | 60,68 | 74,75 |
| 11 | 73,24 | 70,18 | 92,81 | 76,52 |
| 12 | 60,03 | 83,73 | 61,04 | 75,69 |
| 13 | 61,84 | 72,44 | 86,64 | 80,46 |
| 14 | 66,46 | 78,32 | 82,61 | 80,86 |
| 15 | 94,73 | 54,43 | 111,27 | 60,05 |
| MEDIA | 73,11 | 75,23 | 81,38 | 75,50 |
| DESVIO PADRÃO | 9,58 | 12,22 | 14,35 | 7,69 |
| COEFICIENTE DE VARIACÃO | 13% | 16% | 18% | 10% |

Tabela A1.2 – Análise estatística por teste deKruskal-Wallis para resistência à flexão

| <i>Fonte da variação</i> | <i>H</i> | <i>gl</i> | <i>p Kruskal-Wallis</i> |
|--------------------------|----------|-----------|-------------------------|
| Resultados | 3,5596 | 3 | 0.3131 |

Tabela A1.3 – Parâmetros de Weibull, m e σ_0 das porcelanas estudadas.

| Porcelana | Módulo de Weibull (m) | Módulo de Weibull ajustado (m_{unb}) | Resistência Característica (σ_0) MPa | Coefficiente de Correlação (R) |
|------------|-----------------------|------------------------------------------|-----------------------------------------------|--------------------------------|
| VM9 | 6.33 | 5.7 | 80.36 | R=0.955 |
| E-MAX | 7.88 | 7.1 | 77.32 | R=0.957 |
| DUCERAGOLD | 6.19 | 5.6 | 87.33 | R=0.975 |
| VMK95 | 11.83 | 10.7 | 78.81 | R=0.994 |

Tabela A1.4 – Valores originais de dureza Vickers (VHN) de quatro marcas comerciais (e.Max, VM9, Duceragold e VMK95). Faculdade de Odontologia de Araraquara, 2013

| N | e.Max | VM9 | DUCERAGOLD | VMK95 |
|--------------------------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| 1 | 567,5 | 525,8 | 445,6 | 550,2 |
| 2 | 545,6 | 532,8 | 446,2 | 499,6 |
| 3 | 535,2 | 556,5 | 490,3 | 470,9 |
| 4 | 547,7 | 609,5 | 469,2 | 484,6 |
| 5 | 547,5 | 605,2 | 443,7 | 515,3 |
| 6 | 527,6 | 609,2 | 455,0 | 528,9 |
| 7 | 536,2 | 642,0 | 449,6 | 484,3 |
| 8 | 533,7 | 593,1 | 492,5 | 562,0 |
| 9 | 530,9 | 566,6 | 499,8 | 579,6 |
| 10 | 536,2 | 557,6 | 501,6 | 571,2 |
| 11 | 528,8 | 585,3 | 504,6 | 589,9 |
| 12 | 537,1 | 578,7 | 526,3 | 566,5 |
| 13 | 559,8 | 551,7 | 529,3 | 562,7 |
| 14 | 550,0 | 560,5 | 495,5 | 604,3 |
| 15 | 568,8 | 550,8 | 498,8 | 582,7 |
| MEDIA | 536,3 | 579,9 | 489,6 | 522,1 |
| DESVIO PADRÃO | 13,36 | 32,15 | 28,34 | 43,01 |
| COEFICIENTE DE VARIAÇÃO | 2% | 6% | 6% | 8% |
| CONTRASTE ESTATÍSTICO | A | A | B | A |

Tabela A1.5 – Análise estatística por teste de Kruskal-Wallis para Dureza Vickers

| <i>Fonte da variação</i> | <i>H</i> | <i>gl</i> | <i>p Kruskal-Wallis</i> |
|--------------------------|----------|-----------|-------------------------|
| Resultados | 30,9226 | 3 | <0,0001 |

Tabela A1.6 – Valores originais de tenacidade à fratura pelo método de indentação Vickers (MPa.m^{-1/2}) de quatro marcas comerciais (e.Max, VM9, Duceragold e VMK95). Faculdade de Odontologia de Araraquara, 2013

| N | e.Max | VM9 | DUCERAGOLD | VMK95 |
|--------------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| 1 | 1,25 | 1,32 | 1,57 | 1,87 |
| 2 | 1,35 | 1,45 | 1,58 | 1,72 |
| 3 | 1,12 | 1,27 | 1,83 | 1,72 |
| 4 | 1,03 | 1,55 | 1,58 | 1,44 |
| 5 | 1,16 | 1,56 | 1,30 | 1,85 |
| 6 | 1,29 | 1,29 | 1,37 | 1,96 |
| 7 | 1,19 | 1,23 | 1,70 | 1,71 |
| 8 | 1,33 | 1,36 | 2,11 | 1,61 |
| 9 | 1,17 | 1,33 | 1,32 | 1,83 |
| 10 | 1,11 | 1,10 | 1,60 | 1,92 |
| 11 | 1,11 | 1,13 | 1,34 | 1,91 |
| 12 | 0,97 | 1,45 | 1,50 | 1,75 |
| 13 | 1,20 | 1,47 | 1,24 | 1,92 |
| 14 | 1,28 | 1,31 | 1,33 | 1,96 |
| 15 | 1,24 | 1,25 | 1,23 | 2,36 |
| MEDIA | 1,18 | 1,33 | 1,58 | 1,77 |
| DESVIO | | | | |
| PADRÃO | 0,11 | 0,14 | 0,24 | 0,20 |
| COEFICIENTE | | | | |
| DE | | | | |
| VARIAÇÃO | 9% | 10% | 16% | 11% |
| CONTRASTE | | | | |
| ESTATÍSTICO | B | B | AB | A |

Tabela A1.5 – Análise estatística por teste de Kruskal-Wallis para tenacidade à fratura

| <i>Fonte da variação</i> | <i>H</i> | <i>gl</i> | <i>p Kruskal-Wallis</i> |
|--------------------------|----------|-----------|-------------------------|
| Resultados | 39,4579 | 3 | <0,0001 |

APENDICE 2
Capítulo 2

Tabela A2.1 – Valores originais de resistência à flexão em três pontos (MPa) de corpos-de-prova monocadaem porcelana feldspática VM9 de acordo com o método de resfriamento. Faculdade de Odontologia de Araraquara, 2013

| N | LENTO | NORMAL | RÁPIDO |
|----------------------------------------|--------------|--------------|--------------|
| 1 | 57,45 | 54,45 | 53,06 |
| 2 | 58,24 | 61,36 | 60,21 |
| 3 | 62,92 | 63,33 | 60,65 |
| 4 | 63,69 | 67,47 | 66,38 |
| 5 | 65,97 | 68,76 | 68,26 |
| 6 | 66,45 | 68,77 | 68,28 |
| 7 | 67,64 | 69,99 | 68,78 |
| 8 | 68,54 | 72,14 | 68,98 |
| 9 | 69,17 | 72,61 | 69,87 |
| 10 | 69,87 | 73,74 | 72,94 |
| 11 | 71,96 | 74,17 | 73,59 |
| 12 | 72,24 | 74,67 | 74,98 |
| 13 | 73,35 | 75,15 | 75,73 |
| 14 | 73,83 | 75,31 | 76,75 |
| 15 | 74,41 | 75,62 | 76,94 |
| 16 | 74,83 | 75,78 | 77,31 |
| 17 | 74,91 | 76,21 | 77,53 |
| 18 | 75,54 | 76,56 | 79,42 |
| 19 | 75,99 | 76,70 | 79,50 |
| 20 | 76,45 | 77,53 | 79,64 |
| 21 | 77,99 | 78,30 | 81,27 |
| 22 | 78,19 | 79,79 | 81,37 |
| 23 | 82,34 | 80,13 | 81,50 |
| 24 | 83,90 | 80,16 | 82,02 |
| 25 | 84,06 | 81,20 | 82,31 |
| 26 | 84,23 | 81,32 | 84,60 |
| 27 | 84,91 | 83,05 | 88,26 |
| 28 | 85,08 | 85,43 | 90,46 |
| 29 | 85,41 | 86,59 | 93,59 |
| 30 | 88,18 | 87,12 | 94,37 |
| MEDIA | 74,26 | 75,11 | 76,29 |
| DESVIO PADRÃO | 8,27 | 7,32 | 9,58 |
| COEFICIENTE DE VARIAÇÃO | 11% | 10% | 13% |

Tabela A2.2 – Análise estatística de Weibull de corpos-de-prova monocamada da porcelana feldspática VM9 de acordo com o método de resfriamento. Faculdade de Odontologia de Araraquara, 2013

| MÉTODO DE RESFRIAMENTO | MÓDULO DE WEIBULL | RESISTÊNCIA CARACTERÍSTICA | COEFICIENTE DE CORRELAÇÃO |
|------------------------|-------------------|----------------------------|---------------------------|
| LENTO | 9,83 | 77,95 | 0,9898 |
| NORMAL | 10,86 | 78,62 | 0,9853 |
| RÁPIDO | 8,59 | 80,73 | 0,9894 |

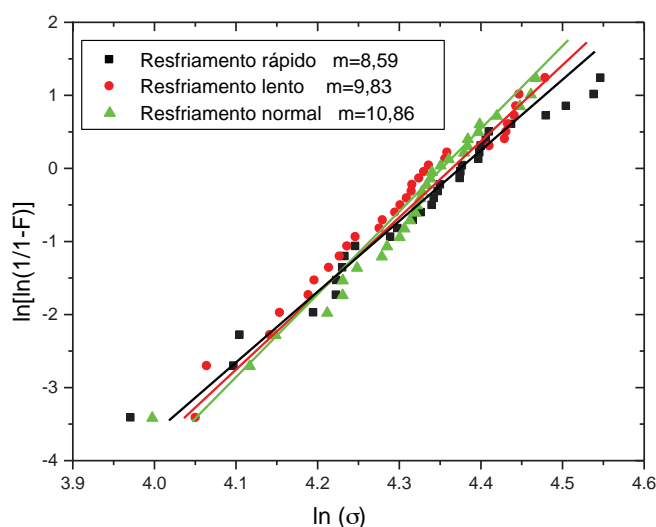


Figura A2.1 – Análise de Weibull para os três métodos de resfriamento da porcelana feldspática VITA VM9

Tabela A2.3 – Análise de variância a um critério para resistência à flexão

| Fonte da variação | SQ | gl | MQ | F | valor-P |
|-------------------|----------|----|--------|-------|---------|
| Entre grupos | 62.129 | 2 | 31.065 | 0.436 | 0.648 |
| Dentro dos grupos | 6199.324 | 87 | 71.257 | | |
| Total | 6261.453 | 89 | | | |

A análise de variância não foi significativa ($p=0,648$), não havendo diferença entre os grupos.

Tabela A2.4 – Valores originais de dureza Vickers (VHN) de corpos-de-prova em porcelana feldspática VM9. Faculdade de Odontologia de Araraquara, 2013

| N | LENTO | NORMAL | RAPIDO |
|---------------------------------------------------------------------|---------------|---------------|---------------|
| 1 | 538,32 | 514,32 | 515,72 |
| 2 | 538,91 | 521,76 | 517,77 |
| 3 | 541,90 | 523,21 | 526,39 |
| 4 | 546,13 | 525,26 | 526,46 |
| 5 | 548,61 | 531,57 | 526,99 |
| 6 | 549,14 | 532,67 | 528,99 |
| 7 | 550,49 | 538,16 | 530,47 |
| 8 | 551,78 | 540,89 | 531,43 |
| 9 | 553,22 | 541,38 | 533,78 |
| 10 | 553,83 | 542,29 | 534,33 |
| 11 | 554,79 | 542,42 | 534,90 |
| 12 | 555,32 | 544,32 | 536,03 |
| 13 | 557,61 | 545,10 | 541,37 |
| 14 | 558,69 | 546,89 | 541,41 |
| 15 | 568,91 | 547,44 | 542,93 |
| MEDIA | 551,23 | 536,75 | 532,37 |
| DESVIO PADRÃO | 8,28 | 10,19 | 6,95 |
| COEFICIENTE DE VARIÇÃO CONTRASTE ESTATÍSTICO | 2% | 2% | 1% |
| | A | B | B |

Tabela A2.5 – Análise de Variância a um critério para Dureza Vickers

| <i>Fonte da variação</i> | <i>SQ</i> | <i>gl</i> | <i>MQ</i> | <i>F</i> | <i>valor-P</i> | <i>F crítico</i> |
|--------------------------|-----------|-----------|-----------|----------|----------------|------------------|
| Entre grupos | 2715.61 | 2 | 1357.805 | 18.065 | <0.001 | 3.238 |
| Dentro dos grupos | 2931.321 | 39 | 75.16207 | | | |
| Total | 5646.93 | 41 | | | | |

A análise de variância foi significativa ($p < 0.01$) e o teste de Tukey revelou que a dureza Vickers do método lento foi estatisticamente superior ao normal e rápido.

Tabela A2.6 – Valores originais de tenacidade à fratura pelo método do entalhe V de corpos-de-prova em porcelana feldspática VM9. Faculdade de Odontologia de Araraquara, 2013

| N | LENTO | NORMAL | RAPIDO |
|----------------------------------------|-------------|-------------|-------------|
| 1 | 1,210 | 1,051 | 1,159 |
| 2 | 0,926 | 1,066 | 1,356 |
| 3 | 1,198 | 0,888 | 0,996 |
| 4 | 1,273 | 1,000 | 1,150 |
| 5 | 1,165 | 1,041 | 1,281 |
| 6 | 1,154 | 1,134 | 1,016 |
| 7 | 1,023 | 1,169 | 1,392 |
| 8 | 0,904 | 0,949 | 1,163 |
| 9 | 1,115 | 1,030 | 1,268 |
| 10 | 0,940 | 0,862 | 0,815 |
| MEDIA | 1,09 | 1,02 | 1,16 |
| DESVIO PADRÃO | 0,13 | 0,10 | 0,18 |
| COEFICIENTE DE VARIAÇÃO | 12% | 10% | 15% |

Tabela A2.7 – Análise de Variância a um critério para tenacidade à fratura

| <i>Fonte da variação</i> | <i>SQ</i> | <i>gl</i> | <i>MQ</i> | <i>F</i> | <i>valor-P</i> | <i>F crítico</i> |
|------------------------------|-----------|-----------|-----------|----------|----------------|------------------|
| Entre grupos | 0,0992 | 2 | 0,0496 | 2,525 | 0,099 | 3,354 |
| Dentro dos grupos | 0,5303 | 27 | 0,0196 | | | |
| Total | 0,6295 | 29 | | | | |

As médias não apresentaram diferença estatisticamente significativa (ANOVA; $p=0,099$)

APENDICE 3**Capítulo 3**

Tabela A3.1 – Valores originais de resistência à flexão em três pontos (MPa) de corpos-de-prova bicamada com a superfície da porcelana feldspática VM9 voltada para o lado de tração (PT) de acordo com o método de resfriamento. Faculdade de Odontologia de Araraquara, 2013

| N | LENTO | NORMAL | RÁPIDO |
|--------------------------------|---------------|---------------|---------------|
| 1 | 27,11 | 38,60 | 38,31 |
| 2 | 33,60 | 40,06 | 39,53 |
| 3 | 34,15 | 40,46 | 42,75 |
| 4 | 35,27 | 41,58 | 45,08 |
| 5 | 41,50 | 42,59 | 47,80 |
| 6 | 41,86 | 43,00 | 51,41 |
| 7 | 43,24 | 44,32 | 52,83 |
| 8 | 44,17 | 44,85 | 53,78 |
| 9 | 44,70 | 45,04 | 56,43 |
| 10 | 45,36 | 45,60 | 57,90 |
| 11 | 46,92 | 46,84 | 58,29 |
| 12 | 47,27 | 47,37 | 58,51 |
| 13 | 48,45 | 48,61 | 58,98 |
| 14 | 48,72 | 50,53 | 59,36 |
| 15 | 49,13 | 52,69 | 60,20 |
| 16 | 49,15 | 52,70 | 63,46 |
| 17 | 49,70 | 53,19 | 65,59 |
| 18 | 51,50 | 54,22 | 67,28 |
| 19 | 51,66 | 54,48 | 70,24 |
| 20 | 52,58 | 55,18 | 70,48 |
| 21 | 53,73 | 55,68 | 72,06 |
| 22 | 54,19 | 56,45 | 72,90 |
| 23 | 56,56 | 57,61 | 73,82 |
| 24 | 58,47 | 59,34 | 76,25 |
| 25 | 58,78 | 59,66 | 77,01 |
| 26 | 61,22 | 60,62 | 77,62 |
| 27 | 61,25 | 64,62 | 80,20 |
| 28 | 65,66 | 65,45 | 87,15 |
| 29 | 68,77 | 67,35 | 93,85 |
| 30 | 87,75 | 79,38 | 96,17 |
| MEDIA | 50,41 | 52,27 | 64,18 |
| DESVIO PADRÃO | 11,83 | 9,46 | 14,97 |
| COEFICIENTE DE VARIAÇÃO | 23,46% | 18,09% | 23,33% |
| CONTRASTE ESTATÍSTICO | B | B | A |

Tabela A3.2 – Análise estatística de Weibull de corpos-de-prova bicamada com a superfície da porcelana feldspática VM9 voltada para o lado de tração (PT) de acordo com o método de resfriamento. Faculdade de Odontologia de Araraquara, 2013

| MÉTODO DE RESFRIAMENTO | RESISTÊNCIA CARACTERÍSTICA | MÓDULO DE WEIBULL | COEFICIENTE DE CORRELAÇÃO |
|------------------------|----------------------------|-------------------|---------------------------|
| PT-LENTO | 54,8 | 4,7 | 0,973 |
| PT-NORMAL | 56,1 | 6,2 | 0,956 |
| PT-RÁPIDO | 69,9 | 4,7 | 0,987 |

Tabela A3.3 – Análise de variância a um critério para resistência à flexão de corpos-de-prova bicamada com a porcelana sob tração.

| <i>Fonte da variação</i> | <i>SQ</i> | <i>gl</i> | <i>MQ</i> | <i>F</i> | <i>valor-P</i> |
|--------------------------|-----------|-----------|-----------|----------|----------------|
| Entre grupos | 33.500 | 2 | 16.700 | 11.067 | 0.0002 |
| Dentro dos grupos | 131.000 | 87 | 151.147 | | |
| Total | 164.500 | 89 | | | |

A análise estatística (One-way ANOVA e teste de Tukey - $p < 0,05$) mostrou que o método de resfriamento rápido apresentou média de resistência superior à dos lento e normal, iguais entre si ($p = 0,0002$).

Tabela A3.4 – Valores originais de resistência à flexão em três pontos (MPa) de corpos-de-prova bicamada com a superfície da zircônia voltada para o lado de tração (ZT) de acordo com o método de resfriamento. Faculdade de Odontologia de Araraquara, 2013

| N | LENTO | NORMAL | RÁPIDO |
|--------------------|---------------|---------------|---------------|
| 1 | 376,84 | 431,26 | 355,09 |
| 2 | 426,34 | 432,20 | 460,91 |
| 3 | 434,50 | 436,90 | 474,44 |
| 4 | 450,04 | 454,53 | 486,72 |
| 5 | 468,17 | 467,91 | 518,70 |
| 6 | 470,91 | 498,47 | 524,97 |
| 7 | 493,55 | 499,37 | 525,32 |
| 8 | 495,38 | 504,42 | 531,52 |
| 9 | 539,60 | 526,49 | 574,98 |
| 10 | 543,47 | 571,99 | 585,39 |
| 11 | 552,15 | 577,34 | 644,73 |
| 12 | 552,99 | 578,00 | 672,10 |
| 13 | 555,78 | 578,64 | 679,48 |
| 14 | 578,75 | 596,69 | 705,39 |
| 15 | 584,23 | 603,37 | 708,61 |
| 16 | 613,14 | 609,78 | 709,80 |
| 17 | 644,23 | 612,34 | 720,81 |
| 18 | 648,37 | 619,61 | 738,08 |
| 19 | 696,92 | 642,19 | 740,85 |
| 20 | 699,54 | 647,85 | 753,99 |
| 21 | 701,83 | 655,90 | 776,51 |
| 22 | 703,64 | 662,09 | 787,13 |
| 23 | 710,08 | 676,82 | 788,75 |
| 24 | 740,26 | 677,03 | 800,68 |
| 25 | 742,11 | 710,70 | 841,22 |
| 26 | 759,36 | 757,02 | 856,49 |
| 27 | 765,44 | 767,97 | 862,46 |
| 28 | 765,79 | 815,40 | 871,19 |
| 29 | 787,73 | 840,73 | 898,64 |
| 30 | 847,79 | 932,02 | 960,69 |
| MEDIA | 611,63 | 612,83 | 685,19 |
| DESVIO | | | |
| PADRÃO | 127,29 | 125,58 | 151,66 |
| COEFICIENTE | | | |
| DE | | | |
| VARIAÇÃO | 20,81% | 20,49% | 22,13% |

Tabela A3.5 – Análise estatística de Weibull de corpos-de-prova bicamada com a superfície da porcelana feldspática VM9 voltada para o lado de tração de acordo com o método de resfriamento. Faculdade de Odontologia de Araraquara, 2013

| MÉTODO DE RESFRIAMENTO | MÓDULO DE WEIBULL | RESISTÊNCIA CARACTERÍSTICA | COEFICIENTE DE CORRELAÇÃO |
|------------------------|-------------------|----------------------------|---------------------------|
| ZT-LENTO | 5,2 | 661,3 | 0,966 |
| ZT-NORMAL | 5,4 | 663,9 | 0,974 |
| ZT-RÁPIDO | 4,7 | 747,5 | 0,989 |

Tabela A3.3 – Análise de variância a um critério para resistência à flexão de corpos-de-prova bicamada com a zircônia sob tração.

| <i>Fonte da variação</i> | <i>SQ</i> | <i>gl</i> | <i>MQ</i> | <i>F</i> | <i>valor-P</i> |
|--------------------------|-----------|-----------|-----------|----------|----------------|
| Entre grupos | 106.000 | 2 | 532.000 | 2.905 | 0.0585 |
| Dentro dos grupos | 1.590.000 | 87 | 183.000 | | |
| Total | 1.696.000 | 89 | | | |

A análise estatística (One-way ANOVA) mostrou que não houve diferença estatística entre os grupos ($p=0,0585$).

Tabela A3.7 – Valores originais de resistência ao cisalhamento da união (MPa), modo de fratura, média, desvio-padrão e coeficiente de variação entre porcelana feldspática VM9 e zircônia de acordo com o método de resfriamento. Faculdade de Odontologia de Araraquara, 2013

| N | Lento | Falha | Normal | Falha | Rápido | Falha |
|--------------------------------|-------------|---------|-------------|---------|-------------|--------|
| 1 | 10,8 | Adesiva | 15,7 | Mista | 28,6 | Adesiv |
| 2 | 11,3 | Coesiva | 16,6 | Mista | 18,4 | Adesiv |
| 3 | 16,4 | Mista | 24,1 | Adesiva | 15,8 | Adesiv |
| 4 | 16,7 | Coesiva | 23,0 | Mista | 16,9 | Mista |
| 5 | 10,7 | Coesiva | 16,4 | Adesiva | 19,8 | Adesiv |
| 6 | 10,3 | Mista | 15,2 | Adesiva | 23,5 | Adesiv |
| 7 | 22,5 | Adesiva | 16,0 | Mista | 27,1 | Adesiv |
| 8 | 18,6 | Adesiva | 19,7 | Adesiva | 14,4 | Mista |
| 9 | 11,6 | Mista | 19,5 | Adesiva | 20,9 | Adesiv |
| 10 | 17,3 | Adesiva | 14,4 | Adesiva | 13,2 | Adesiv |
| 11 | 10,8 | Coesiva | 23,4 | Adesiva | 21,2 | Coesiv |
| 12 | 24,1 | Adesiva | 26,2 | Adesiva | 22,6 | Mista |
| 13 | 19,3 | Coesiva | 23,5 | Mista | 17,6 | Adesiv |
| 14 | 15,9 | Adesiva | 27,6 | Adesiva | 24,3 | Adesiv |
| 15 | 14,2 | Mista | 13,7 | Adesiva | 21,6 | Mista |
| MÉDIA | 15,9 | | 19,5 | | 20,9 | |
| DESVIO PADRÃO | 4,5 | | 4,6 | | 4,4 | |
| COEFICIENTE DE VARIAÇÃO | 28% | | 23% | | 21% | |
| CONTRASTE ESTATÍSTICO | B | | A | | A | |

Tabela A3.8 – Análise de variância one-way ANOVA para resistência ao cisalhamento

| | Soma dos quadrados | gl | Quadrado médio | F | p |
|--------------|--------------------|----|----------------|--------|--------|
| Entre grupos | 221,427 | 2 | 110,714 | 5,4299 | 0,0081 |
| Erro | 856,356 | 42 | 20,389 | | |

Tabela A3.9 – Classificação do modo de falha

| | Adesiva | Coesiva | Mista | Total |
|--------|------------|---------|--------|-----------|
| Lento | 6 (40%) | 5(33%) | 4(27%) | 15 (100%) |
| Normal | 10(66,7%) | 0 | 5(33%) | 15 (100%) |
| Rápido | 10 (66,7%) | 2 (13%) | 3(20%) | 15 (100%) |

Autorizo a reprodução deste trabalho
(Direitos de publicação reservado ao autor)

Araraquara, 25 de abril de 2013

ANTONIO ALVES DE ALMEIDA JUNIOR