



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

VANDEBERG DINIZ

**DURABILIDADE DE UNIÃO E CARGA CÍCLICA PARA
FALHA DO SILICATO DE LÍTIO REFORÇADO POR
ZIRCÔNIA APÓS CIMENTAÇÃO ADESIVA**

2018

VANDEBERG DINIZ

**DURABILIDADE DE UNIÃO E CARGA CÍCLICA PARA FALHA DO
SILICATO DE LÍTIO REFORÇADO POR ZIRCÔNIA APÓS
CIMENTAÇÃO ADESIVA**

Dissertação apresentada ao Instituto de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual Paulista (Unesp), Campus de São José dos Campos, como parte dos requisitos para obtenção do título de MESTRE, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA.

Área: Prótese dentária. Linha de pesquisa: Desempenho de materiais reabilitadores protéticos.

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Pesq. III Renata Marques de Melo Marinho

São José dos Campos

2018

Instituto de Ciência e Tecnologia [internet]. Normalização de tese e dissertação [acesso em 2019]. Disponível em <http://www.ict.unesp.br/biblioteca/normalizacao>

Apresentação gráfica e normalização de acordo com as normas estabelecidas pelo Serviço de Normalização de Documentos da Seção Técnica de Referência e Atendimento ao Usuário e Documentação (STRAUD).

Diniz, Vandenberg

Durabilidade de união e carga cíclica para falha do silicato de lítio reforçado por zircônia após cimentação adesiva / Vandenberg Diniz. - São José dos Campos : [s.n.], 2018.

80 f. : il.

Dissertação (Mestrado em Odontologia Restauradora) - Pós-Graduação em Odontologia Restauradora - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos, 2018.

Orientadora: Renata Marques de Melo Marinho.

1. Silicato de lítio. 2. Ácido fluorídrico. 3. Resistência de união. I. Marinho, Renata Marques de Melo, orient. II. Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos. III. Universidade Estadual Paulista 'Júlio de Mesquita Filho' - Unesp. IV. Universidade Estadual Paulista (Unesp). V. Título.

BANCA EXAMINADORA

Pesquisadora III Dr^a. Renata Marques de Melo Marinho (Orientadora)

Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” - Unesp
Instituto de Ciência e Tecnologia
Campus de São José dos Campos

Prof. Dr. Tarcísio José Arruda Paes Júnior

Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” - Unesp
Instituto de Ciência e Tecnologia
Campus de São José dos Campos

Prof^a. Dr^a. Laís Regiane da Silva Concílio

Universidade de Taubaté - Unitau
Faculdade de Odontologia
Campus de Taubaté

São José dos Campos, 17 de dezembro de 2018.

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus pais, *José Oliveira Diniz* e *Josefa Liliana Braz*, os quais me proporcionaram uma vida de amor e dedicação. Sem esse apoio e referência, o caminho percorrido até aqui não faria sentido algum.

E ao meu irmão, *Pedro Henrique Diniz*, pelo amor incondicional, palavras de apoio, carinho e esforço diante desses anos de mestrado.

Dedico a minha tia, *Francisca Célia Braz* por toda a alegria, carinho e palavras de conforto que sempre transmitiu.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a *Deus*, por dar a vida e a oportunidade de trilhar cada passo ao longo desse curso.

À Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” - Instituto de Ciência e Tecnologia (ICT-UNESP – Campus São José dos Campos), em nome do excelentíssimo *Diretor Prof. Titular Estevão Tomomitsu Kimpara* e à Vice-Diretora *Dr^a. Rebeca Di Nicoló*. Estendo o agradecimento ao programa de Pós Graduação em Odontologia Restauradora e a todos os seus professores e colaboradores que foram fundamentais nesse trabalho.

À *Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior* (CAPES), pela bolsa de demanda social recebida durante o curso e pelo Auxílio Regular à Pesquisa do nosso grupo concedido pela *FAPESP* (Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo) (2016/07920-6).

À minha orientadora *Prof^a Dr^a Renata Marques de Melo Marinho*, principal responsável pelo meu crescimento pessoal e profissional durante o curso. Seu Amor pela pesquisa, dedicação, paciência e postura sempre correta levarei como exemplo para a vida, obrigado.

Aos técnicos do Laboratório de Materiais Odontológicos e Prótese – ICT-UNESP: *Thaís Cachuté Paradella, Fernando, Marco Alfredo, Lilian, Juliane e Márcio Eduardo Marques*, pela amizade e disposição em ajudar.

Aos Professores de Prótese; *Dr. Tarcísio José Arruda Paes Júnior*, pela oportunidade de participar do projeto de extensão em Prótese Total e apreender um pouco mais dessa disciplina encantadora; *Dr. Lafayette Nogueira Júnior*, pela disposição a ensinar e motivação em fazer eu sempre buscar ser um profissional melhor; *Dr. Marco Antônio Bottino* pela dedicação e esforço em tornar a pesquisa da nossa instituição cada dia melhor.

Ao Prof. *Dr. Ivan Balducci*, pela vontade em passar o conhecimento, conversas sobre xadrez e religião. Obrigado.

Aos meus colegas de pós-graduação em Prótese Dentária, *Aline Lins de Lima, Carlos Eduardo Datte, Cristiane Inagati, Christiane Nagasso, Fabricio Malheiros de Miranda Monteiro, Guilherme Schmitt de Andrade, Guilherme Scalzer, Jean Soares Miranda, Jefferson David Melo de Mato, Manassés Tercio Vieira Grangeiro, Pedro*

Henrique Prado Condé, Pollyanna Nogueira Ferreira Silva, agradeço pela amizade e carinho durante essa jornada.

Agradeço separadamente a *Jaiane Monteiro* pela ajuda fundamental no desenvolvimento desse trabalho, sempre dedicada e preocupada. Obrigado por cada momento de descontração que essa amizade continue ao longo de toda a vida.

A minha namorada *Isis Patrícia Soares Silva Dias* por todo o apoio, companheirismo e incentivo. Obrigado, Isiszinha. Te amo.

Ao meu amigo, *Jonas Vinicius Meireles Rodrigues* pela dedicação, e vontade de apreender, seu futuro na odontologia vai ser muito promissor.

A minha amiga, *Gabriela Fernandes da Fonseca* por todo carinho, e afeto nessa jornada. Obrigado, sem você teria sido muito mais difícil.

Ao meu amigo, *Luigi Giovanni Bernardo Sichi* por todas as conversas descontraídas e por ser um irmão nesses anos de UNESP.

Aos Professores *Dr. Sérgio Lúcio Pereira Castro Lopes, Dr. Albetto Noriyuki Kojima e Dr. Rodrigo Máximo de Araújo* por serem sempre atenciosos e dispostos a ajudar. Obrigado, sou privilegiado por ter tido a oportunidade de apreender com vocês.

Aos meus familiares e amigos, por estarem sempre dispostos a ajudar e apoiar minhas escolhas. Muito Obrigado.

"O sucesso nasce do querer, da determinação e persistência em se chegar a um objetivo.

Mesmo não atingindo o alvo, quem busca e vence obstáculos, no mínimo fará coisas admiráveis."

(José de Alencar)

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	9
LISTA DE TABELAS.....	12
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS	13
RESUMO	14
ABSTRACT	15
1 INTRODUÇÃO	16
2 REVISÃO DE LITERATURA	19
2.1 Cerâmica de silicato de lítio reforçada por zircônia.....	19
2.2 Teste de microtração	22
2.3 Fadiga cíclica.....	24
3 PROPOSIÇÃO	27
4 MATERIAL E MÉTODOS.....	28
4.1 Materiais utilizados	28
4.2 Teste de microtração	29
4.2.1 Obtenção dos espécimes.....	29
4.2.2 Cimentação dos espécimes.....	32
4.2.3 Confeção dos palitos	35
4.2.4 Envelhecimento simulado	36
4.2.5 Teste de microtração (μTBS)	37
4.2.6 Análise de falhas	38
4.2.7 Análise topográfica em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	39
4.2.8 Análise dos dados	39
4.3 Teste de fadiga: Carga cíclica para falha.....	40
4.3.1 Obtenção dos espécimes.....	40
4.3.2 Cimentação dos espécimes.....	43

4.3.3 Envelhecimento simulado	45
4.3.4 Método <i>Staircase</i>	46
4.3.5 Análise Fractográfica	47
4.3.6 Análise dos dados	48
5 RESULTADO	49
5.1 Análise topográfica.....	49
5.2 Análises de Falhas após ensaio de microtração.....	53
5.3 Teste de microtração	55
5.4 Teste de fadiga	60
5.5 Análise fractográfica	62
6 DISCUSSÃO	66
6.1 Resistência de união (Teste de microtração)	66
6.2 Teste de Fadiga	69
7 CONCLUSÃO	72
REFERÊNCIAS	75

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Dispositivo de Geraldeli	23
Figura 2 – Corte e polimento dos espécimes	29
Figura 3 – Fluxograma dos procedimentos experimentais para teste de Microtração	30
Figura 4 – Utilização do silano Monobond N	33
Figura 5 – Confecção de blocos de resina composta	34
Figura 6 – Cimentação dos espécimes	35
Figura 7 – Confecção dos palitos	36
Figura 8 – Termocicladora utilizada no estudo.....	37
Figura 9 – Espécimes colados ao dispositivo de teste	38
Figura 10 – Preparação dos espécimes.....	41
Figura 11 – Fluxograma dos procedimentos experimentais para teste de Fadiga	42
Figura 12 – Resina epóxi (NEMA G10)	43
Figura 13 – Esquema da cimentação dos espécimes.....	43
Figura 14 – Cimentação dos espécimes	45
Figura 15 – Máquina para testes de fadiga.....	47

Figura 16 – Micrografias representativas do Celtra Duo controle (sem condicionamento ácido) e os estágios de cristalização (sem queima de cristalização; com queima adicional de cristalização e queima de glaze)	50
Figura 17 – Micrografias representativas do Celtra Duo com condicionamento superficial com HF a 5% e os estágios de cristalização (sem queima de cristalização; com queima adicional de cristalização e queima de glaze)	51
Figura 18 – Micrografias representativas do Celtra Duo com condicionamento superficial com HF a 10% e os estágios de cristalização (sem queima de cristalização; com queima adicional de cristalização e queima de glaze)	52
Figura 19 – Porcentagem de espécimes dos grupos, segundo o tipo de fratura... ..	54
Figura 20 – Curva normal dos valores resíduos do modelo ANOVA para verificar a distribuição dos resíduos (normalidade) em todos os grupos testados	55
Figura 21 – Gráficos de resultados de teste de fadiga Staircase, mostrando o padrão de runouts (sobrevivência) e falhas para cada grupo	61
Figura 22 – Micrografias representativas obtidas em MEV da superfície de fratura das amostras dos grupos sem cristalização, com queima adicional de cristalização e com queima de Glaze; sem e com termociclagem, no aumento de 500×	63
Figura 23 – Micrografias representativas obtidas em MEV da superfície de fratura das amostras dos grupos sem cristalização, com queima adicional de cristalização e com queima de Glaze; sem e com termociclagem, no aumento de 1000×	64

Figura 24 – Micrografias representativas obtidas em MEV da superfície de fratura das amostras dos grupos sem cristalização, com queima adicional de cristalização e com queima de Glaze; sem e com termociclagem, no aumento de 2000× 65

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – ANOVA 3-fatores para os dados obtidos.....	56
Tabela 2 – Média e desvio-padrão (dp) dos grupos experimentais	57
Tabela 3 - ANOVA 2-fatores para os dados obtidos para Condicionamento com HF 5% (acima) e 10% (abaixo).....	58
Tabela 4 - Média e desvio-padrão (dp) (em MPa) dos grupos experimentais	59
Tabela 5 – Média e (desvio-padrão) em N, dos grupos experimentais de acordo com resultados do Anova 2-fatores e teste de Bonferroni ($p < 0,05$).	62

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CAD/CAM	<i>Computer-Aided Design/Computer-Aided Manufacturing</i>
DL	Dissilicato de lítio
FEA	Análise de elementos finitos
HF	Ácido fluorídrico
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
ZLS	Silicato de lítio reforçado por zircônia

DINIZ V. Durabilidade de união e carga cíclica para falha do silicato de lítio reforçado por zircônia após cimentação adesiva [dissertação]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2018.

RESUMO

No presente trabalho, avaliou-se o efeito de diferentes concentrações de ácido fluorídrico (5% e 10%), na resistência de união entre uma cerâmica de silicato de lítio reforçado por zircônia (sem cristalização adicional, com queima de glaze e com queima adicional de cristalização) e um cimento resinoso, com e sem envelhecimento. Avaliou-se também o comportamento em fadiga de uma cerâmica à base de silicato de lítio reforçado por zircônia (sem cristalização adicional, com de queima de glaze e com queima adicional de cristalização) cimentada adesivamente a um material análogo a dentina (NEMA G10), na ausência ou presença de envelhecimento. Para o teste de microtração os blocos cerâmicos de silicato de lítio reforçado por zircônia foram cortados em blocos menores e divididos aleatoriamente em 12 grupos (N = 72; n = 6). No teste de fadiga os espécimes foram em formato de discos (diâmetro de 12 mm e espessura de 1,2 mm) cimentados a discos de resina epoxi Nema G10 (diâmetro de 12mm e espessura de 2,3mm), divididos em 6 grupos (N = 120; n = 20) e submetidos a ensaio de fadiga pelo método da escada (100.000 ciclos, 20 Hertz de frequência). Os dados resistência de união (MPa) e fadiga (N) foram submetidos à ANOVA 2-fatores, e respectivamente submetidos aos testes de Tukey e Bonferroni ($p < 0,05$). Os resultados mostraram diferença estatisticamente significativa para o fator “termociclagem” (ANOVA 2 fatores, $p < 0,05$) sendo os grupos sem termociclagem superiores aos grupos com envelhecimento (Tukey). O teste de Bonferroni indicou que dentro da mesma condição (sem termociclagem ou com termociclagem), os grupos com queimas adicionais cristalização ou glaze apresentam resultados superiores aos grupos sem realização de queimas adicionais. Dessa forma, a união entre ZLS e cimento resinoso foi negativamente afetada pelo envelhecimento térmico em água. Já o comportamento em fadiga dos discos de ZLS cimentados em Nema G10 foi superior nos grupos que receberam queimas de *glaze* ou de cristalização e inferior nos grupos envelhecidos.

Palavras-chave: Silicato de lítio. Ácido fluorídrico. Resistência de união

Diniz V. Bond strength and and fatigue failure load of a zirconia reinforced lithium silicate ceramic after adhesive cementation [dissertation]. São José dos Campos (SP): São Paulo State University (Unesp), Institute of Science and Technology; 2018.

ABSTRACT

This study evaluated the effect of different hydrofluoric acid concentrations (5% and 10%) on the bond strength between a zirconium-reinforced lithium silicate ceramic (without additional crystallization, glaze firing and additional crystallization firing) and a resinous cement, with and without aging. The fatigue behavior of a zirconium-reinforced lithium silicate-based ceramic (without additional crystallization, glaze firing and additional crystallization firing) adhesively cemented to a material like dentin (NEMA G10) was also evaluated with or without thermal aging. For the microtensile test, the zirconia reinforced lithium silicate ceramic blocks were cut into smaller blocks and randomly divided into 12 groups (N=72; n=6). In the fatigue test, discs (diameter 12 mm and thickness 1.2 mm) were cut, cemented to NEMA G10 epoxy resin discs (diameter 12 mm and thickness 2.3 mm), assigned into 6 groups (N=120, n=20) and subjected to the fatigue test by the ladder method (100,000 cycles, 20 Hertz frequency). The bond strength (MPa) and fatigue (N) data were submitted to 2-Way ANOVA, and respectively submitted to Tukey and Bonferroni tests ($p < 0.05$). The results showed a statistically significant difference for the "thermocycling" factor (2-Way ANOVA, $p < 0.05$), with the groups without thermocycling been superior to the aged groups (Tukey). The Bonferroni test indicated that within the same condition (with or without thermocycling), the groups with additional crystallization or glaze firing showed higher results than the groups without additional firing. Thus, the bond between ZLS and the resin cement was negatively affected by thermal aging in water. On the other hand, the fatigue behavior of ZLS discs cemented on NEMA G10 was higher in the groups that received glaze or crystallization firing and lower in the aged groups.

Keywords: Lithium silicate. Hydrofluoric acid. Bond strength.

1 INTRODUÇÃO

A busca constante por materiais restauradores totalmente cerâmicos que associem estética e resistência contribuiu para o desenvolvimento de materiais vitrocerâmicos, como aqueles à base de silicato de lítio reforçado por zircônia (ZLS), que são uma alternativa em casos em que se indicavam somente cerâmicas à base de dissilicato de lítio (DL). Esses materiais são passíveis de condicionamento com ácido fluorídrico (HF) e são indicados para restaurações do tipo *inlays*, *onlays*, coroas totais anteriores e posteriores (Souza et al., 2011; Elsaka, Elnaghy, 2016).

Devido a sua composição, o silicato de lítio (Li_2SiO_3) oferece a combinação de excelente propriedade óptica e alta resistência à fratura, sendo maior que 350 MPa para coroas parciais e totais (Rinke et al., 2015). Além disso, os sistemas CAD/CAM (*Computer-Aided Design/Computer-Aided Manufacturing*) aperfeiçoaram o processamento e padronização, tornando-se uma ferramenta facilitadora para a confecção das restaurações monolíticas desse material, mantendo a espessura mínima necessária para uma correta cimentação adesiva (Rinke et al., 2015, Rinke et al., 2016).

Segundo Kruger et al. (2013), a zircônia atua como agente de nucleação para o metasilicato de lítio ao gerar interfaces amorfas que induzem cristalização heterogênea. A cerâmica ZLS apresenta uma microestrutura com uma fase muito fina de cristais de metassilicato de lítio (Li_2SiO_3) e dissilicato de lítio ($\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$) e uma matriz vítrea contendo óxido de zircônio resultando em cristais quatro a oito vezes menores de silicato de lítio (Denry, Kelly, 2014). Um estudo verificou em análise de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) que a ZLS apresenta uma estrutura cristalina fina e homogênea, enquanto a vitrocerâmica à base de DL revelou finos cristais pontiagudos dispostos em uma matriz vítrea

(Elsaka, Elnaghy, 2016).

A resistência de união da cimentação dos materiais para uso em CAD/CAM é influenciada pelo tratamento de superfície, mas para cada material, um protocolo de cimentação adesiva é especificado, a fim de se obter uma melhor ligação entre cerâmica e estrutura dentária (Peumans et al., 2016). O processo adesivo das cerâmicas baseadas em sílica (vitrocerâmicas) aos cimentos resinosos parece estar bem estabelecido, visto que a união é proporcionada pelo condicionamento com HF (Horn et al., 1983) (que modifica a superfície cerâmica em função do tempo e concentração do HF utilizado) e é potencializada pelo agente de união silano (Brentel et al., 2007).

A resistência de união à cerâmica de ZLS apresenta resultado favorável quando as superfícies são jateadas com partículas de sílica seguida por silanização (Al-Thagafi et al., 2016), porém, Sato et al. 2016 concluíram que o condicionamento com HF durante 20 s ou 40 s produz resultados superiores de adesão e manutenção da ligação estável com a cerâmica em longo prazo, o que não aconteceu para a cerâmica jateadas com óxido de alumínio revestido por sílica.

O tempo de exposição ao HF poderia interferir na adesão do ZLS, pois numa concentração de 5% e com o aumento do tempo de condicionamento por 160 s, a superfície condicionada apresenta mudanças significativas na topografia superficial e como resultado da dissolução da fase vítrea aparece irregularidades, numerosas microporosidades, ranhuras e estrias (Ramakrishnaiah et al., 2016). Porém o efeito dessas alterações sobre a resistência de união às resinas ainda precisa ser determinado.

A fratura das restaurações cerâmicas é o principal problema clínico relacionado ao fracasso do tratamento (Morimoto et al., 2016). Alguns estudos *in vitro* mostraram que a maioria das fraturas ocorre na superfície interna das coroas cerâmicas (superfície de cimentação na qual o HF foi aplicado), onde

ocorrem forças de tração durante o carregamento cíclico (Kelly et al., 1990,1999; Thompson et al., 1994).

Com base no exposto, conciliar adesão favorável ao substrato e resistência à fadiga é um aspecto importante para longevidade de restaurações cerâmicas. Desse modo, este estudo avaliou o efeito de diferentes concentrações de HF (5% e 10%) por um tempo de condicionamento superficial de 30s na resistência de união entre uma cerâmica ZLS e um cimento resinoso através do teste de microtração, bem como seu comportamento de carga de falha por fadiga após a cimentação sobre um material análogo a dentina nas seguintes condições: sem queima adicional, com queima de cristalização adicional ou queima de *glaze*, bem como na ausência ou presença de termociclagem.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Cerâmica de silicato de lítio reforçada por zircônia

Materiais cerâmicos podem ser definidos como compostos inorgânicos formados por elementos metálicos e não metálicos, compostos de duas ou mais fases, em que uma matriz vítrea é reforçada por partículas cristalinas ou vítreas de alta fusão. Pigmentos, opacificadores e vidros são adicionados para controlar a temperatura de fusão, temperatura de sinterização, coeficiente de contração térmica e solubilidade (Guerra, 2007).

As cerâmicas odontológicas podem ser classificadas de diferentes formas segundo a microestrutura: Cristalinas ou policristalinas, parcialmente cristalinas, vidros com partículas e vidros amorfos (Della Bona, 2009). Recentemente Gracis et al. (2015) sugeriram uma nova classificação para os sistemas livres de metal baseando-se na ausência ou presença de fases dentro da composição química: Cerâmicas com matriz vítrea, cerâmicas policristalinas e cerâmicas híbridas.

A literatura mostra que com o aumento do conteúdo cristalino na composição das cerâmicas ocorre: diminuição da fase vítrea, aumento dos valores de resistência à fratura e do módulo de elasticidade e limitação da propagação de trincas, fenômeno conhecido como tenacidade à fratura (Martins et al., 2010). Para aumentar a confiabilidade e a longevidade das restaurações, coroas monolíticas de um único material e livres de metal diminuem o tensão residual existente entre a infraestrutura e a cerâmica de recobrimento (Schwindling et al., 2017).

As cerâmicas com alto conteúdo de matriz vítrea mostraram-se

susceptíveis à degradação por fadiga, estimulando o desenvolvimento de novos materiais para suprir essa deficiência (Belli et al., 2017). Desse modo, a incorporação de óxido de zircônio resultou no aumento da resistência mecânica, melhorando também o polimento superficial. Apesar de conter partículas de zircônia em sua matriz, o *ZLS* é uma vitrocerâmica cuja superfície pode ser condicionada com ácido fluorídrico (Sato et al., 2016; Monteiro et al., 2018).

O Celtra Duo (DeguDent, Hanau, Alemanha) é um ZLS, que além do óxido de lítio e dióxido de silício, contém aproximadamente 10% de dióxido de zircônio (ZrO_2) em forma altamente dispersa na fase vítrea, o que evitaria a cristalização do óxido de zircônio e conferiria a alta translucidez, opalescência e menor aparência opaca em relação às cerâmicas de zircônia, possuindo fácil processamento mecânico, estabilidade marginal e polimento, mesmo na sua forma totalmente cristalizada (Degudent, 2014).

Ramos et al. (2016) realizaram análise morfológica (MEV, EDS, DRX, FTIR) da ZLS e do DL. As amostras foram condicionadas com HF a 5% por 20s previamente às análises. Para o DL foram observados picos de $Li_2Si_2O_5$ e para a ZLS foram encontrados picos de monossilicato de lítio, silicato de alumínio e zircônia tetragonal. Os cristais de DL tinham aparência circular e, após o condicionamento com HF, ficaram largos e mais alongados. Já os cristais de silicato de lítio não foram observados antes do condicionamento com HF. Após o condicionamento, foram encontrados cristais de silicato de lítio de formato cilíndrico, alongado e ligeiramente maiores e mais arredondados, com óxido de zircônio distribuído por toda a matriz.

Badawy et al. (2016) avaliaram a resistência a fratura de cinco diferentes materiais de uso em CAD/CAM para fabricação de coroas e os resultados obtidos mostraram que materiais vitrocerâmicos submetidos a queima de *glaze* ou cristalização (Celtra Duo – silicato de lítio e e.max – DL) respectivamente, obtiveram tenacidade a fratura significativamente superior a o mesmo material

sem queima de cristalização.

Lawson et al. (2016) estudaram a resistência ao desgaste, módulo de elasticidade e dureza de materiais restauradores utilizados em CAD/CAM, mostrando resultados diferentes para cada material estudado ($p < 0,01$). No geral, e.max CAD e Celtra Duo apresentaram maior resistência à flexão, quando comparados a cerâmicas híbridas (Enamic, Vita) e maior módulo de elasticidade e maior dureza quando comparados a resinas compostas.

Schwindling et al. (2017) avaliaram o comportamento de falha da cerâmica ZLS (Celtra Duo) com a de DL (IPS e.max CAD) e feldspato (VitaMark II) por meio de testes simples de carga realizados antes e depois do envelhecimento termomecânico (10.000 ciclos entre $6,5^{\circ}\text{C}$ - 60°C) e foram submetidos à simulação de mastigação (1.200.000 ciclos e força máxima de 86 N). Antes do envelhecimento, todas as coroas monolíticas fraturaram sob tensão maior que 285 N. As cargas médias de fratura foram maiores para ZLS (725 ± 162 N), ligeiramente inferior para DL (701 ± 276 N) e menor para a cerâmica feldspática (554 ± 190 N). Após o envelhecimento, a resistência à fratura diminuiu para todos os materiais, exceto para o ZLS. As restaurações monolíticas fabricadas a partir de ZLS apresentaram alta resistência à fratura após o envelhecimento termomecânico. Este estudo laboratorial sugere que falhas coesivas de coroas anteriores monolíticas produzidas com estas cerâmicas não são um grande problema na prática odontológica.

Riquieri et al. (2018) caracterizaram a microestrutura de duas vitrocerâmicas ZLS (Vita Suprinity e Celtra Duo) e avaliaram suas propriedades mecânicas antes e após o processo de queima de cristalização. O Celtra Duo cristalizado apresentou a maior resistência característica (251,25 MPa) e dureza ($693,333 \pm 10,85$ GPa) e a Suprinity sem cristalização apresentou a menor força característica (106,95 MPa) e significativamente menor dureza ($597,533 \pm 33,97$ GPa). MEV mostrou que o processo de queima de cristalização foi necessário

para cristalizar a zircônia nas vitrocerâmicas ZLS parcialmente cristalizadas. Suprinity cristalizada teve uma porcentagem menor de zircônia cristalizada do que Celtra Duo cristalizado. Análises fractográficas mostraram que todas as falhas iniciaram a partir de um defeito crítico inerente à Suprinity não cristalizada e do processamento de defeitos nos demais grupos. Concluíram que o processo de queima de cristalização influenciou diretamente a resistência à flexão e as características microestruturais de ambos os materiais ZLS.

2.2 Teste de microtração

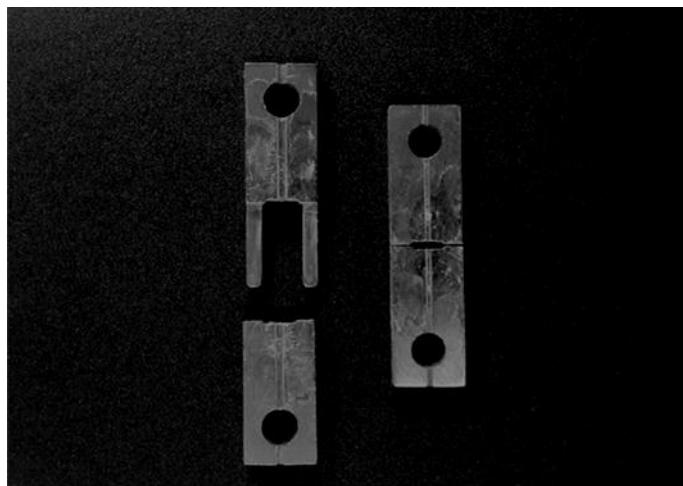
Sano et al. (1994a) desenvolveram um novo método de teste para medir a resistência de união dos materiais ao substrato dentinário denominado de teste de resistência por microtração. Este teste possibilita que a união dos materiais adesivos à dentina possa ser analisada em áreas adesivas menores, de $0,5 \text{ mm}^2$ a 1 mm^2 . Vários trabalhos informam que o modo de fratura dos espécimes no teste de microtração ocorre frequentemente de forma adesiva. Raramente são vistas falhas coesivas favorecendo a avaliação verdadeira com a força de adesão entre as estruturas, porém, os resultados deste teste estão influenciados pela geometria dos espécimes e a ocorrência de distribuições de tensão não uniforme durante aplicação da carga. Levando em consideração a importância do mecanismo de teste, o teste de microtração foi conduzido por Sano et al. (1994b) para medir a máxima força de adesão, módulo de elasticidade, mineralização e desmineralização da dentina. Foram realizadas alterações ao método inicialmente descrito, no que diz respeito ao tamanho e formato dos espécimes, método de corte para obtê-los e dados considerados para análise estatística.

Schreiner et al. (1998) confeccionaram espécimes em formato de ampulheta ao invés de palito. Cortes iniciais no dente a ser testado promoviam a obtenção de fatias, as quais eram desgastadas por meio de ponta diamantada

esférica em alta rotação, de modo a se reduzir a área de união a ser testada. No entanto, uma maior incidência de fraturas prematuras ocorria com resistência adesiva relativamente baixa quando comparada aos espécimes em forma de palito e foi associado na literatura à metodologia de obtenção de espécimes em forma de ampulheta.

Para a realização do teste de microtração foi utilizado um dispositivo desenvolvido por Geraldeli (Perdigão et al., 2002). Esse dispositivo apresenta a função de facilitar o alinhamento e a colocação dos palitos em canaletas, que auxiliam na aplicação de forças de tração pura, evitando forças de torção, durante a carga aplicada ao espécime. O dispositivo de Geraldeli é composto de 2 barras, que são articuladas e presas uma a outra, através de um encaixe de metal, permitindo o movimento do sistema em 2 partes. É acoplado à máquina de ensaios universal (DL-1000, EMIC, São José dos Campos, Brasil) (Figura 1).

Figura 1 – Dispositivo de Geraldeli



Legenda: Dispositivo de Geraldeli aberto (à esquerda) e fechado (à direita), com uma fenda central aonde o espécime é posicionado.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Armstrong et al. (2010) realizaram um estudo com o objetivo de avaliar a literatura a respeito da mecânica, geometria, aplicação de carga e outros parâmetros de ensaio de testes de microcisalhamento (μ SBS) e microtração (μ TBS), delineando as suas vantagens e limitações. Os autores discorreram sobre os fatores que fazem ambos os testes serem importantes para os estudos laboratoriais e suas limitações. As características dos dispositivos utilizados, geometria dos espécimes, efeitos do preparo e velocidade do teste foram avaliados de acordo com a literatura. Os autores propuseram que a necessidade de melhor padronização dos testes de resistência adesiva, deve-se entender como a medida de resistência de união está relacionada com as distribuições de tensões locais geradas durante os testes e como esta informação se relaciona com o desempenho clínico. É proposto pelos autores a utilização de terminologias e definições universalmente aceitas, inclusão de controles positivos e negativos durante os testes. A utilização de dados completos e comunicação de como os testes de resistência de união "micro" ou "macro", irá ajudar na compreensão dos pontos fortes e limitações de vários métodos de ensaio e na diminuição da lacuna de conhecimento entre o laboratório e clínica. E apesar desses fatores, os testes de resistência de união, independentemente do tipo e tamanho, permanecem úteis como mecanismo de estudo para novos materiais odontológicos e suas propriedades adesivas.

2.3 Fadiga cíclica

Segundo Baran et al. (2001), fadiga é o processo de falha que ocorre quando os materiais são submetidos a tensões por um período de tempo. As tensões aplicadas podem ser do tipo estáticas (constante ao longo do tempo),

dinâmicas (taxas de carregamento constante), ou cíclicas (carregamento variável ao longo do tempo).

Em materiais friáveis, como as cerâmicas odontológicas, podemos observar que a carga cíclica conduz à propagação de pequenas trincas (crescimento lento de trinca), e segundo Gonzaga et al. (2011), através dos parâmetros de crescimento lento de trincas pode-se determinar a susceptibilidade de um material ao fenômeno de corrosão, além de prever a longevidade clínica de restaurações cerâmicas, ajudando também na melhoria da microestrutura para o aumento o tempo de vida das restaurações.

Lohbauer et al. (2007) correlacionaram os parâmetros *in vitro* de crescimento subcrítico de trincas de uma vitrocerâmica reforçada com leucita, com um estudo clínico de 12 anos de acompanhamento. Foi desenhado um gráfico de tensão e probabilidade de falha e tempo utilizando dados de testes laboratoriais de flexão de quatro pontos com fadiga dinâmica. As taxas de falhas foram calculadas com o teste de sobrevivência de Kaplan-Meier. A média de resistência à flexão da vitrocerâmica reforçada com leucita foi de 134 MPa e o módulo de Weibull de 8,1. A taxa de sobrevivência clínica caiu de 100% (1 ano) para 93% em 4 anos, 92% (8 anos) e 86% após 12 anos. A incidência de defeitos, como lascamento e fratura marginais, aumentou de 1% no primeiro ano do estudo para 7% no 4º ano e após 12 anos as taxas foram de 57%. Assim, os autores concluíram que o método de fadiga dinâmico deve ser utilizado como uma ferramenta para avaliar materiais odontológicos, visto que simulam melhor o que ocorre em meio bucal.

Os ensaios de fadiga cíclica são uma alternativa aos ensaios tradicionais de testes mecânicos utilizados em materiais odontológicos, reproduzindo uma condição mais próxima do que ocorre durante o uso clínico destas restaurações (Lohbauer et al., 2007; Takano et al., 2012). Um dos métodos empregados para determinar a carga de falha por fadiga é o método da escada

(*Staircase method* ou *Up and Down method*). Neste teste de carga de falha por fadiga, é realizado previamente um ensaio monotônico e uma porcentagem da carga média para fratura obtida é assumida como a carga inicial do experimento. Dependendo da ocorrência ou não de fratura, a carga é aumentada ou diminuída por incrementos pré-estabelecidos. Após a realização dos ensaios, expressões matemáticas são utilizadas para calcular a média de carga de falha por fadiga e o desvio padrão (Collins et al., 1993; Lohbauer et al., 2003; Monteiro et al., 2018).

Diversos estudos tem utilizado o método *Staircase* para verificar o comportamento à fadiga de diferentes materiais restauradores (Fraga et al., 2016; Pereira et al., 2016; Villefort et al., 2017; Monteiro et al., 2018). Monteiro et al. (2018) avaliaram o efeito da espessura da cerâmica na carga de falha para fadiga de vitrocerâmicas de ZLS, cimentadas adesivamente a um material análogo a dentina (NEMA G10). Amostras em forma de disco foram divididas considerando dois fatores de estudos: tipo de material cerâmico (Suprinity e Celtra Duo); e espessura do material cerâmico (1,0; 1,5; 2,0; e 2,5 mm). A carga de falha por fadiga foi determinada usando o método *Staircase* (100.000 ciclos a 20 Hz; carga inicial de fadiga ~60% da carga média para falha; tamanho do degrau - 5% da carga inicial de fadiga). Um pistão de aço inoxidável com diâmetro de 40 mm foi utilizado para aplicar carga no centro das amostras submersas em água. Também foram realizadas análises fractográficas e Análise de Elementos Finitos (FEA). Concluíram que a espessura da cerâmica influenciou a carga de falha por fadiga para ambos os materiais ZLS: Suprinity (716 N até 1119 N); Celtra (404 N até 1126 N). FEA mostrou que a diminuição da espessura da cerâmica levou a uma maior concentração de tensão na interface de cimentação.

3 PROPOSIÇÃO

Este trabalho teve dois objetivos principais e suas respectivas hipóteses:

- a) Avaliar o efeito de diferentes concentrações de HF (HF 5% e HF 10%) na resistência de união entre uma cerâmica *ZLS* e um cimento resinoso, nas seguintes condições: sem queima adicional, com queima de *glaze* ou com queima adicional de cristalização, bem como na ausência ou presença de termociclagem.

As hipóteses testadas são de que: a) a resistência de união é maior para maiores concentrações de HF, nas três condições de queimas utilizadas e b) a resistência de união é menor com o envelhecimento térmico em água.

- b) Avaliar a carga de falha por fadiga da cerâmica de *ZLS* cimentada adesivamente a um material análogo a dentina (NEMA G10), nas mesmas condições supracitadas.

As hipóteses testadas são de que: a) a carga de falha por fadiga é maior para qualquer queima (*glaze* e cristalização) do material e b) menor após termociclagem.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Materiais utilizados

As informações dos materiais usados nesse estudo e os dados específicos dos fabricantes estão descritos no Quadro 1.

Quadro 1 – Dados específicos dos fabricantes

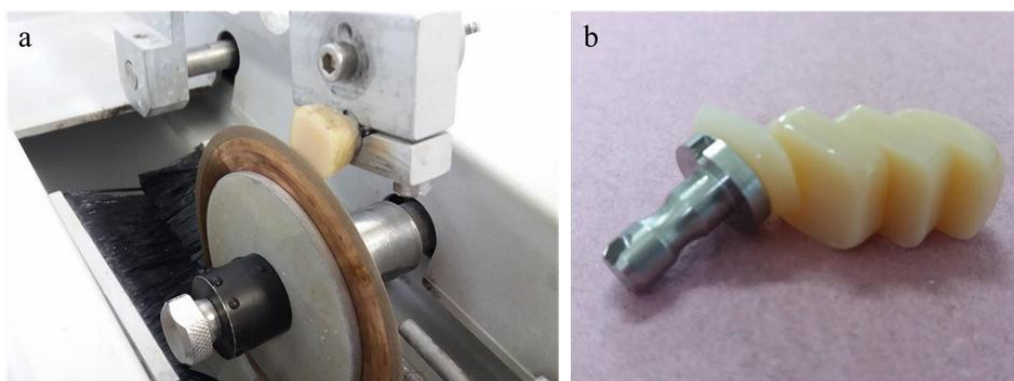
Material	Fabricante	Nº Lote
Celtra Duo	Degudent GmbH, Hanau, Wolfgang, Alemanha	18029365
Ácido fluorídrico a 5%	FGM Produtos Odontológicos, Joinville, SC, Brasil	050118
Ácido fluorídrico a 10%	FGM Produtos Odontológicos, Joinville, SC, Brasil	050176
Filtek Z250	3M ESPE, Sumaré, SP, Brasil	N895412
Monobond N	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	V43819
Multilink N	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	642974NN

4.2 Teste de microtração

4.2.1 Obtenção dos espécimes

Os blocos cerâmicos de silicato de lítio reforçados por zircônia Celtra Duo (DeguDent, Hanau, Alemanha) foram cortados com um disco de diamante em baixa rotação sob resfriamento em água (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, EUA) para obtenção de blocos menores ($10 \times 8 \times 4$ mm) (Figura 2). As superfícies dos blocos foram submetidas ao polimento com lixa de carbeto de silício de granulação decrescente (#600, #800 e #1200) usando uma Politriz (EcoMet, Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA) sob resfriamento em água.

Figura 2 – Corte e polimento dos espécimes

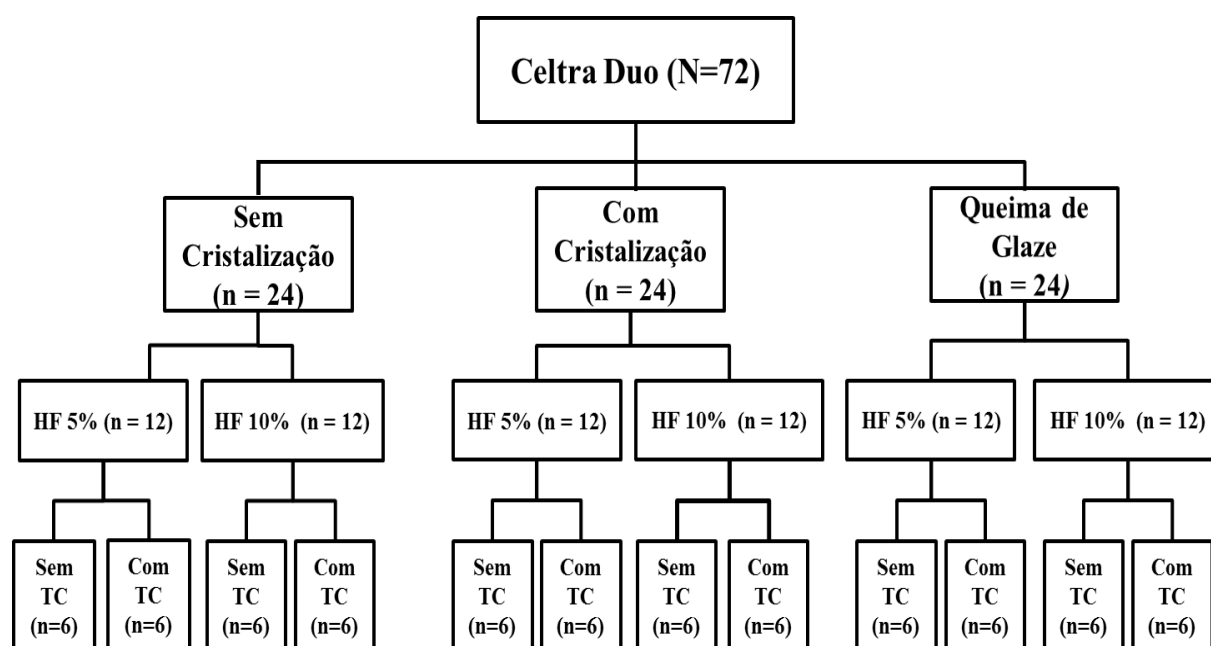


Legenda: a) Corte do bloco de Celtra Duo na Isomet; b) blocos com dimensões de $10 \times 8 \times 4$ mm.
Fonte: Elaborada pelo autor.

O fluxograma mostrado na Figura 3 esquematiza os procedimentos

experimentais adotados para os grupos que foram testados por Microtração.

Figura 3 – Fluxograma dos procedimentos experimentais para teste de Microtração



Legenda: HF: ácido fluorídrico; TC: termociclagem (envelhecimento simulado).

Fonte: Elaborada pelo autor.

Inicialmente, as amostras foram aleatoriamente divididas em 03 grupos ($n = 24$), de acordo com o estágio de cristalização: a) ausência de queima de cristalização; b) presença de queima de cristalização adicional (Quadro 2); ou c) queima de *glaze* (Quadro 3). Após a cristalização, as amostras foram divididas quanto ao tratamento de superfície com HF, nas concentrações de 5% e 10% ($n = 12$). E por último, também foram subdivididas de acordo com a presença ou ausência de envelhecimento simulado ($n = 6$).

Quadro 2 – Ciclo de queima de cristalização adicional para o Celtra Duo

Temperatura de serviço	400°C
Tempo de fechamento	8 min
Acréscimo de temperatura	55°C/min
Temperatura de cristalização	830°C
Tempo de manutenção	10 min
Temperatura de abertura	700°C

Referência: Riquieri et al. (2018).

Fonte: Elaborada pelo autor.

Quadro 3 – Ciclo de queima para *glaze* do Celtra Duo

Pré- secagem (até que o objeto mostre descoloração branca)	2 min
Secagem	2 min
Pré-aquecimento	2 min
Temperatura inicial	500°C
Taxa de aquecimento	55 °C/min
Temperatura final	820°C
Vácuo	Desligado
Tempo de espera	90 s
Resfriamento	3 min

Referência: Recomendações do fabricante.

Fonte: Elaborada pelo autor.

4.2.2 Cimentação dos espécimes

O tratamento de superfície com HF 5% ou HF 10% foi realizado em metade dos espécimes de cada grupo. Ambos os ácidos foram aplicados sobre a superfície de cimentação da cerâmica por 30 s. Em seguida, o ácido foi removido com água aplicada abundantemente para a remoção de possíveis resíduos, segundo as recomendações do fabricante, e a lavagem em cuba ultrassônica (Lavadora Ultrassônica Cristófoli, Campo Mourão, Paraná, Brasil) foi realizada por 5 min, para garantir a ausência de precipitados do tratamento de superfície. Posteriormente as amostras foram secas com ar da seringa tríplice.

O agente de união (silano Monobond N, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foi aplicado nas amostras ativamente por 10 s com auxílio de um *microbrush*. Foi deixado agir por 60 s, de acordo com as recomendações do fabricante (Figura 4).

Figura 4 – Utilização do silano Monobond N

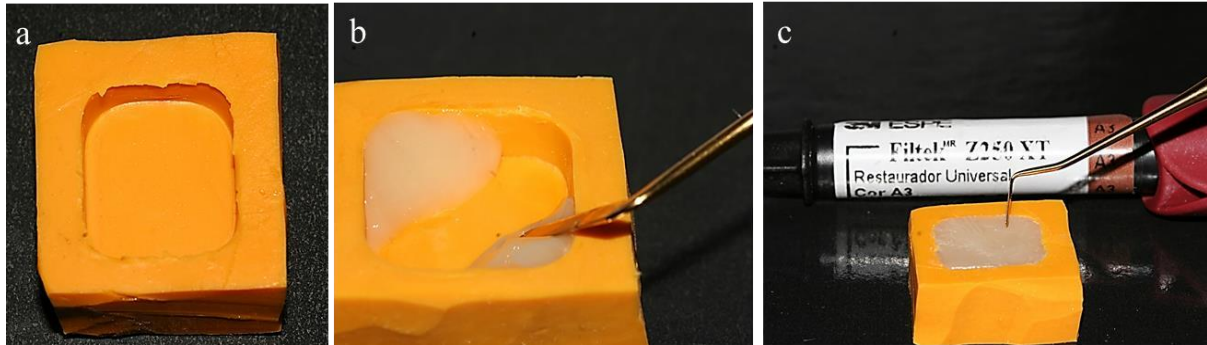


Legenda: a) Silano Monobond N utilizado; b) Inserção do silano no microbrush para posterior aplicação na cerâmica.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Para a confecção dos blocos de resina composta Filtek Z250 XT (3M ESPE, Sumaré, SP, Brasil), foram criados moldes com silicone por adição (Elite HD+, Zhermack, Badia Polesine, Itália) com a mesma dimensão que os blocos cortados de Celtra Duo (Figura 5a). A resina composta foi inserida em incrementos de aproximadamente 2 mm, com auxílio de uma espátula de inserção nº 1 (Duflex, Brasil), os quais foram fotopolimerizados por 40 s cada (Figura 5b), até o completo preenchimento da matriz (Figura 5c).

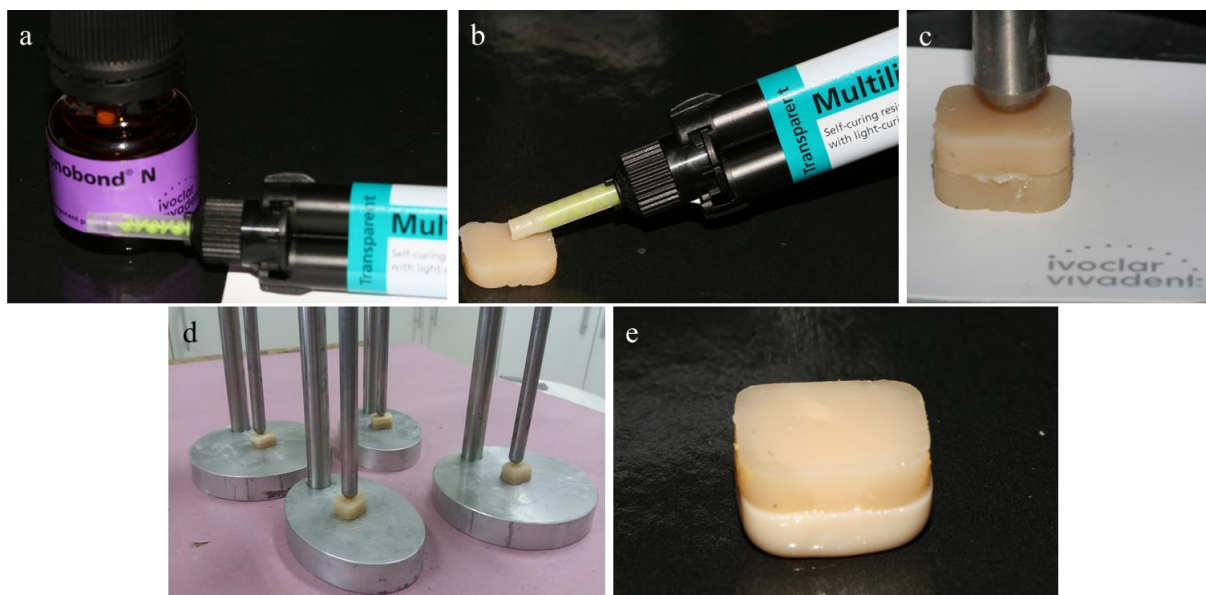
Figura 5 – Confeção de blocos de resina composta



Legenda: a) Matriz utilizada para confecção de blocos de resina composta; b) Inserção incremental da resina composta na matriz; c) Preenchimento da resina no modelo para a formação do bloco.
Fonte: Elaborada pelo autor.

O cimento resinoso dual (transparente, Multilink N, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) (Figura 6a) foi aplicado diretamente sobre a superfície de cimentação dos blocos de cerâmica Celtra Duo (Degudent, Alemanha) com a seringa e a ponta de auto-mistura, de acordo com as recomendações do fabricante (Figura 6b). O bloco de resina composta foi colocado sobre o bloco de cerâmica e um peso de 750 g foi utilizado para manter os blocos em posição durante a remoção do excesso de cimento com *microbrush* (Figura 6c e 6d). A fotoativação procedeu por 40 s em cada superfície pelo fotopolimerizador diodo emissor de luz (Valo, Ultradent, Utah, EUA; intensidade de 1000 mW/cm²) para a obtenção de blocos cimentados de cerâmica com resina composta (Figura 6e).

Figura 6 – Cimentação dos espécimes



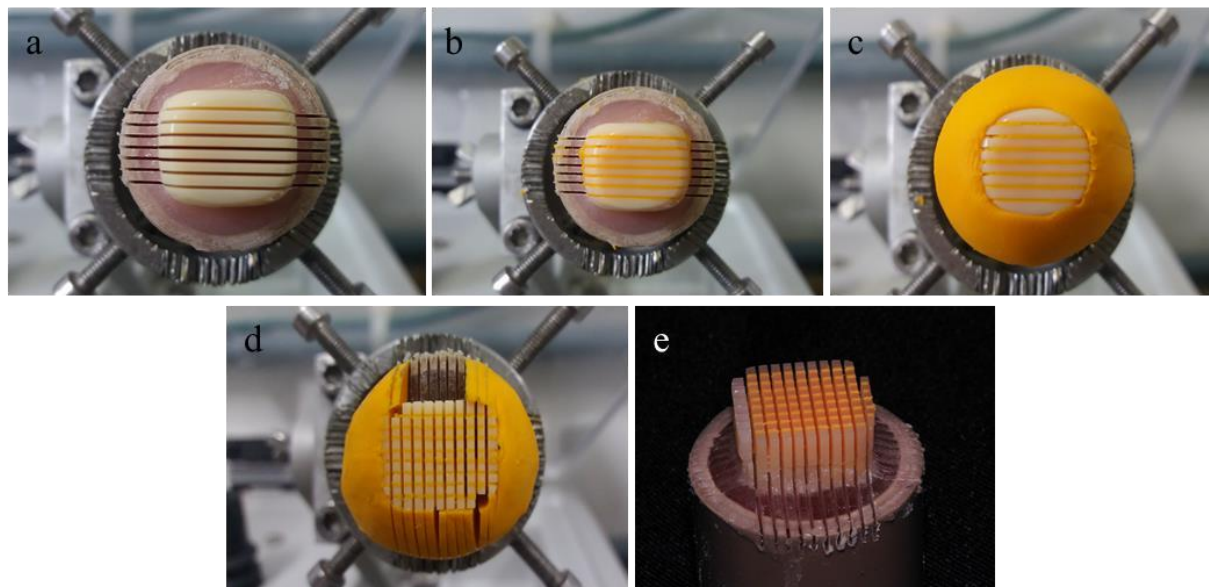
Legenda: a) Cimento resinoso Multilink N e Silano Monobond N (Ivoclar Vivadent) utilizados para a cimentação; b) Aplicação do cimento resinoso com a ponta de automistura do cimento; c) Posicionamento do bloco de resina composta sobre o bloco de cerâmica e colocação de um peso de 750g sobre o conjunto resina composta-cerâmica; d) Pesos aplicados sobre os conjuntos; e) Espécime após a fotopolimerização.

Fonte: Elaborada pelo autor.

4.2.3 Confeção dos palitos

Os blocos permaneceram em temperatura ambiente por 24 h em água destilada a 37 °C e palitos com 1 mm² de secção transversal (compostos de cerâmica-cimento resinoso-resina composta) foram obtidos por meio de uma máquina de corte (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA) sob resfriamento constante. As extremidades dos blocos foram demarcadas e os palitos desta área foram excluídos (Figura 7).

Figura 7 – Confeção dos palitos



Legenda: a) Bloco inserido em resina acrílica e cilindro de PVC, com cortes transversais; b) Acréscimo de silicone por adição entre os cortes; c) Acréscimo de silicone por adição no contorno do espécime; d) Cortes longitudinais; e) Remoção do bloco do dispositivo de corte para exclusão dos palitos das extremidades dos blocos.

Fonte: Elaborada pelo autor.

4.2.4 Envelhecimento

Após a confecção dos palitos, os grupos foram subdivididos e metade de cada grupo (após os ciclos térmicos e após o condicionamento ácido) ($n = 6$) foi submetida à ciclagem térmica de 10.000 ciclos numa termocicladora (Nova Ética, Vargem Grande do Sul, SP, Brasil) (Figura 8), com temperatura variando de $(5 \pm 1) ^\circ\text{C}$ a $(55 \pm 1) ^\circ\text{C}$, com 30 s de imersão a cada banho e 2 s de escoamento da água, formando um ciclo térmico de 62 s. Após termociclagem os espécimes foram submetidos ao teste de microtração.

Figura 8 – Termocicladora utilizada no estudo



Legenda: a) Termocicladora Nova Ética em funcionamento; b) Cuba quadrada onde os espécimes foram amarrados para o envelhecimento.

Fonte: Elaborada pelo autor.

4.2.5 Teste de microtração (μ TBS)

As dimensões dos espécimes foram medidas com um paquímetro digital (Mitutoyo, SP, Brasil) e os espécimes foram colados ao dispositivo de Geraldeli (OG01, Odeme, Lucerne, Brasil) com cianoacrilato (Superbonder, Loctite, Lucerne, SC, Brasil) (Figura 9a e 9b). O teste de μ TBS foi realizado em todos os palitos obtidos de cada bloco em uma máquina de teste universal (DL-1000, EMIC, São José dos Campos, Brasil) com velocidade de 0,5 mm/min e célula de carga de 50 kgf (Figura 9c).

Figura 9 – Espécimes colados ao dispositivo de teste



Legenda: a) Dispositivo de Geraldeli aberto e fechado; b) Amostras em palito coladas com Superbonder no dispositivo de Geraldeli; c) Dispositivo posicionado na EMIC para o teste de microtração.

Fonte: Elaborada pelo autor.

4.2.6 Análises de falhas

Os espécimes fraturados foram examinados por estereomicroscopia (Stereo Discovery V20, Zeiss, Göttingen, Alemanha), com aumento de 30× e as falhas foram classificadas como:

- a) Predominantemente adesiva entre cimento e cerâmica (maior quantidade de cimento na resina composta);
- b) Predominantemente adesiva entre cimento e resina composta (maior quantidade de cimento na cerâmica);
- c) Adesiva entre cimento e resina composta (cimento resinoso presente totalmente na cerâmica);
- d) Adesiva entre cimento e cerâmica (cimento resinoso presente totalmente na resina composta);
- e) Coesiva do cimento (fratura do cimento);

- f) Coesiva da cerâmica (fratura da cerâmica);
- g) Coesiva da resina composta (fratura da resina composta).

Foram excluídas da análise estatística as amostras que tiveram falhas representadas pelos números #2, #3, #5, #6 e #7. Apenas as amostras com falha predominantemente adesiva entre cimento e resina composta ou falha adesiva entre cimento resinoso na resina composta foram incluídas (#1 e #4).

4.2.7 Análise topográfica em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Uma amostra representativa de cada grupo experimental (ausência de queima de cristalização, presença de queima de cristalização adicional ou queima de *glaze*) nas condições de ausência de tratamento de superfície, tratamento de superfície com HF a 5% ou 10% (N = 9), foi observada em MEV. Para isso, as amostras foram revestidas com fina camada de ouro em baixa pressão atmosférica por meio de um íon *sputter-coater* (SC7620 Mini Sputter-Coater, Emitech, East Sussex, Reino Unido) e a topografia superficial foi analisada com o equipamento de alto vácuo (Inspect 50S, FEI Company, Brno, República Checa) a 20-25 kV, com ampliações de 500× e 5000×.

4.2.8 Análise dos dados

Os dados do teste de microtração foram obtidos em Newtons (N). Para obtenção de dados de resistência de união em MPa, os resultados foram

submetidos à equação:

$$\text{MPa} = \frac{\text{N (carga de falha)}}{\text{mm}^2 \text{ (área)}}$$

Os dados foram plotados e a estatística descritiva (valores de média e desvio-padrão) da resistência de união foi realizada. Para a realização da estatística inferencial, os dados seguiram os pressupostos de normalidade e foram submetidos à Análise de Variância (Anova) 3-fatores (fatores: estágio de cristalização, concentração do HF e envelhecimento).

Entre os fatores avaliados, o fator concentração do HF não apresentou diferença estatística e por isso os dados foram submetidos em seguida à Anova de 2-fatores (estágio de cristalização e envelhecimento). O teste de Tukey Post-hoc foi usado para comparação aos pares, com $p = 0,05$.

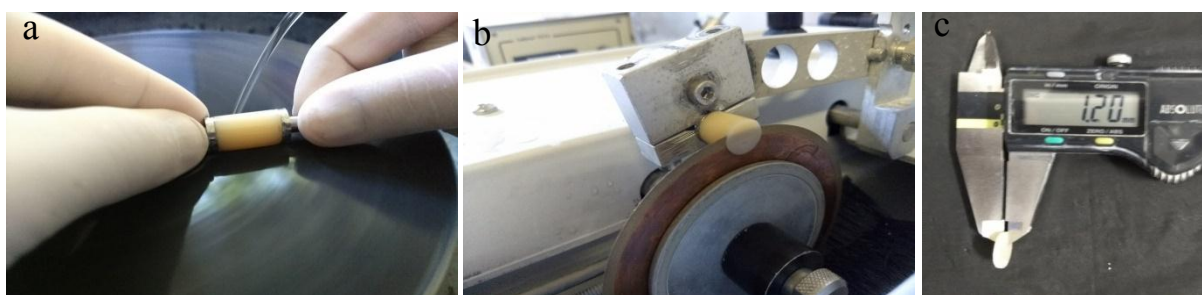
4.3 Teste de fadiga – Carga cíclica para falha

4.3.1 Obtenção dos espécimes

Os blocos cerâmicos de *ZLS Celtra Duo* (DeguDent, Hanau, Alemanha) foram transformados em cilindros (diâmetro = 12 mm) em uma máquina politriz (EcoMet, Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA) sob resfriamento em água (Figura 10a). Os cilindros foram cortados com um disco de diamante em baixa rotação com resfriamento em água (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, EUA) (Figura 10b) para obtenção de 129 discos. As superfícies “oclusais” dos discos foram submetidas ao polimento com lixa de carvão de silício de granulação

decrecente (#600, #800 e #1200) usando uma Politriz (EcoMet, Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA) sob resfriamento em água, (diâmetro = 12 mm; espessura 1,2 mm) (Figura 10c). Em seguida, foram limpos com álcool isopropílico em banho ultrassônico (5 min).

Figura 10 – Preparação dos espécimes

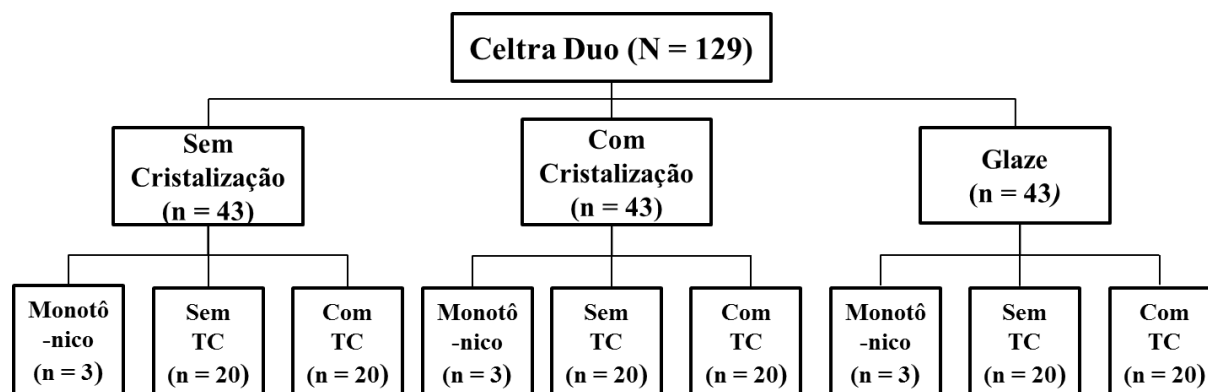


Legenda: a) Preparo dos cilindros; b) Corte dos discos de ZLS; c) Diâmetro dos discos conferido em equipamento de medição.

Fonte: Elaborada pelo autor.

A Figura 11 esquematiza os procedimentos experimentais adotados para os grupos que foram submetidos ao teste de fadiga. Do total, 43 discos não foram submetidos à queima de cristalização, 43 foram submetidos à queima de cristalização adicional (Quadro 2) e 43 foram submetidos à queima de *glaze* (Quadro 3).

Figura 11 – Fluxograma dos procedimentos experimentais para teste de fadiga



Legenda: HF: ácido fluorídrico; TC: termociclagem (envelhecimento).

Fonte: Elaborada pelo autor.

Os discos de resina epóxi reforçada por fibra de vidro (Nema G10, Protec, São Paulo, Brasil) (diâmetro = 12 mm; espessura = 2,3 mm) (N = 129) (Figura 12), foram obtidos por meio de cortes em um bastão de 100mm de comprimento por 12mm de diâmetro em uma máquina de corte (Isomet 1000, Buehler, Illinois, EUA). Os discos foram limpos com banho ultrassônico em álcool isopropílico por 5 min e posteriormente foram secos.

Figura 12 – Resina epóxi (NEMA G10)

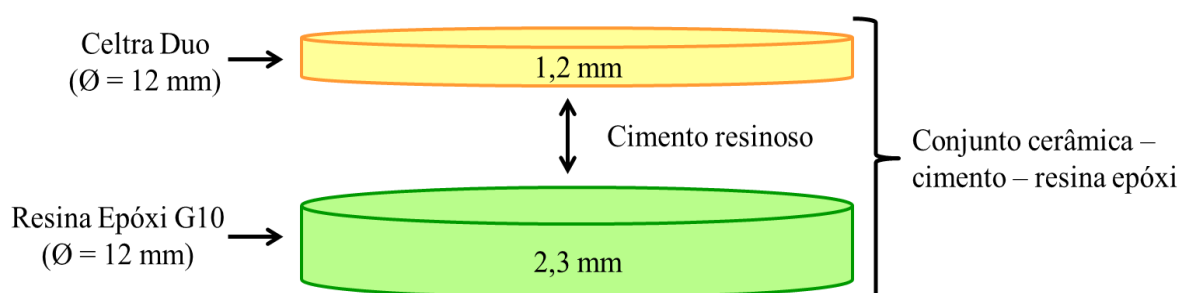


Legenda: Espessura da resina epóxi (2,3 mm) em equipamento de medição (paquímetro digital).
Fonte: Elaborada pelo autor.

4.3.2 Cimentação dos espécimes

O conjunto composto por discos de cerâmica-cimento resinoso-resina epóxi foi projetado para simular uma restauração oclusal para um dente posterior. A espessura do conjunto cimentado foi de 3,5 mm (Figura 13 e Figura 14a), equivalente à espessura média do teto da câmara pulpar à superfície oclusal (Suliman et al., 2005) e utilizada em estudos anteriores para teste de fadiga (Monteiro et al., 2018).

Figura 13 – Esquema da cimentação dos espécimes



Fonte: Elaborada pelo autor.

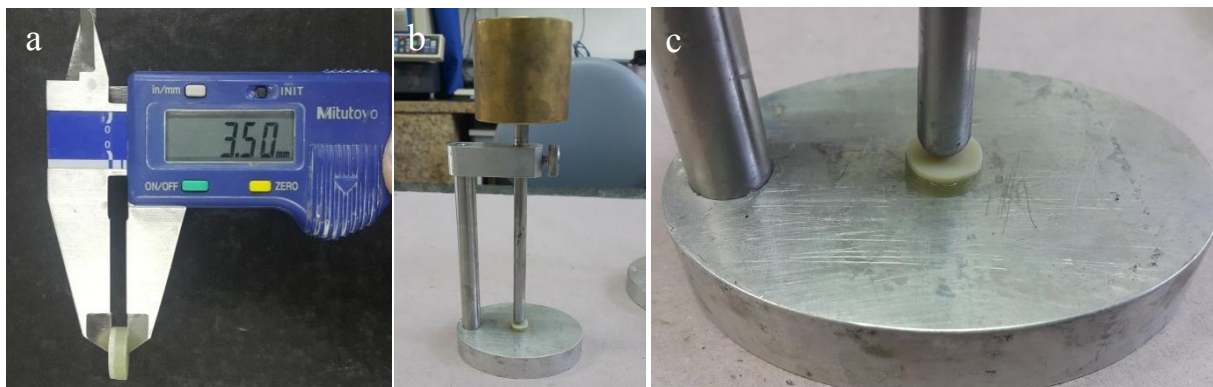
Para os discos cerâmicos, as superfícies de cimentação foram condicionadas por 30 s com HF a 5% (Acido Gel 5%, FGM Produtos Odontológicos, Joinville, SC, Brasil), seguidos de limpeza ultrassônica com água destilada (5 min). Após a secagem, os discos receberam a aplicação de agente silano (Monobond N, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) por 60 s com o auxílio de *microbrush* disponíveis no kit de cimentação (Kit Multilink N, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein).

Para os discos de resina epóxi, o condicionamento ácido com HF a 5% foi realizado sobre a superfície por 60 s, seguido de limpeza ultrassônica com água destilada (5 min). Os dois líquidos autopolimerizantes “Primer”, Multilink N Primer A e B, foram misturados na proporção 1:1 e esfregados com um *microbrush* sob a superfície por 30 s. Um leve jato de ar foi utilizado para dispersar o excesso sobre a superfície.

O procedimento de cimentação adesiva foi realizado da mesma maneira para todos os espécimes. Primeiro, o cimento resinoso (Multilink N, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foi manipulado conforme recomendado pelo fabricante, aplicado ao centro dos discos cerâmicos. Esse conjunto cerâmica - cimento resinoso foi levado à resina epóxi. Em seguida, um peso de 750 g foi aplicado com um dispositivo específico para promover o espalhamento do cimento, proporcionando uma espessura de cimento homogênea (Figura 14b e 14c).

Os excessos foram removidos com *microbrush* e o conjunto foi submetido à fotopolimerização por 10 s em cada lado da interface (0°, 90°, 180° e 270°) com diodo emissor de luz (alta intensidade de 1000 mW/cm²; comprimento de onda variando de 395 a 480 nm - Valo, Ultradent Products, South Jordan, Utah, EUA), totalizando 40 s. Após a retirada da carga, outra ativação luminosa foi realizada no lado “oclusal” (20 s).

Figura 14 – Cimentação dos espécimes



Legenda: a) Paquímetro digital marcando espessura dos espécimes; b) Cimentação em dispositivo com peso de 750 g; c) Imagem ampliada do dispositivo de padronização de cimentação dos espécimes.
Fonte: Elaborada pelo autor.

4.3.3 Envelhecimento

Metade dos espécimes de cada grupo ($n = 20$) foi armazenada em água destilada a temperatura ambiente até a realização do ensaio de carga de falha por fadiga e a outra metade das amostras foi submetida a envelhecimento numa termocicladora (Nova Ética, Vargem Grande do Sul, SP, Brasil) (Figura 8) antes da realização do teste de fadiga. A termociclagem foi realizada com 10.000 ciclos, com temperatura variando de $(5 \pm 1) ^\circ\text{C}$ a $(55 \pm 1) ^\circ\text{C}$, com 30 s de imersão a cada banho e 2 s de escoamento da água, formando um ciclo térmico de 62 s.

4.3.4 Método *Staircase*

Os espécimes foram submetidos ao teste de fadiga acelerado, usando o método “*Staircase*” (“*Up and Down*”), em máquina para testes de fadiga (Instron ElectroPuls E3000, Instron Corporation, Norwood, MA, Estados Unidos) (Figura 15).

Todo o conjunto cerâmica – cimento resinoso – resina epóxi foi posicionado em um plano e o aplicador de carga no formato de semi-esfera (diâmetro = 40 mm) colocado, sobre a superfície oclusal. Uma folha de polietileno de 0,1 mm de espessura foi colocada entre o pistão e a cerâmica para reduzir as concentrações de tensão de contato.

Para a obtenção da carga máxima inicial e o tamanho do degrau, 3 espécimes de cada grupo foram sujeitos à carga monotônica em uma máquina universal de ensaios (EMIC DL 2000, São José dos Pinhais, Brasil), com uma carga crescente (1 mm/min) até ocorrer uma fratura radial inicial, observada com transiluminação. A média dos 3 resultados foi obtida e um valor de 60% da carga média para falha no ensaio monotônico foi usado como carga inicial para fadiga. O carregamento cíclico sinusoidal foi aplicado nas amostras com frequência de 20 Hz para um total de 100.000 ciclos.

Um incremento de 10% de carga foi aplicado para cima ou para baixo no próximo espécime a ser submetido à fadiga. Se o espécime testado falhou, o próximo espécime foi ciclado com carga 10 % menor em relação ao anterior, mas se o espécime sobreviveu aos 100.000 ciclos, o próximo espécime foi testado com carga 10% maior e assim sucessivamente.

O limite de fadiga médio e o desvio-padrão foram calculados baseados nos dados dos eventos menos frequentes, seja de sobrevida ou de falha. Foi utilizada análise de Variância de 2-fatores (estágio de cristalização e

envelhecimento simulado). Em seguida foi aplicado o teste de Bonferroni, pois os dados apresentaram homogeneidade de variância ($p < 0,05$ baseado no teste Levene) e distribuição normal ($p < 0,05$ baseado no teste Shapiro-Wilk).

Figura 15 – Máquina para testes de fadiga



Legenda: a) Imagem do dispositivo de teste para fadiga.
Fonte: Elaborada pelo autor.

4.3.5 Análise Fractográfica

Após os testes de fadiga, todos os espécimes foram cortados perpendicularmente à linha de fratura radial, utilizando um disco de diamante em baixa velocidade (Isomet 1000, Buehler, Lake Buff, EUA) sob refrigeração. As superfícies foram analisadas em estereomicroscópio (Discovery V20, Carl Zeiss, Göttingen, Alemanha) para determinar a origem da trinca e sua

propagação. Os espécimes com as falhas mais significativas de cada grupo foram limpas com álcool isopropílico e secas em estufa (Olidef, Ribeirão Preto, São Paulo, Brasil). Em seguida, os corpos de prova foram colocados em uma plataforma de alumínio (*stub*) com fita de carbono condutiva dupla face, metalizados (Emitech SC7620, Quorum Technologies Ltda., Laughton, Reino Unido) com fina camada de liga de ouro (Inspect S50, FEI, Brno, República Tcheca) para posterior análise em MEV com ampliações de 500×, 1000× e 2000×.

4.3.6 Análise dos dados

O limite médio de fadiga (L_f) e o desvio-padrão foram calculados com base no evento menos frequente em cada grupo (sobrevivência ou falha).

Para avaliação do limite de fadiga após carga cíclica para falha, todos os valores foram analisados com teste paramétrico de Anova 2-fatores (estágio de cristalização e envelhecimento) e em seguida, foi aplicado o teste de Bonferroni para múltiplas comparações entre médias dos grupos.

5. RESULTADOS

5.1 Análises topográficas

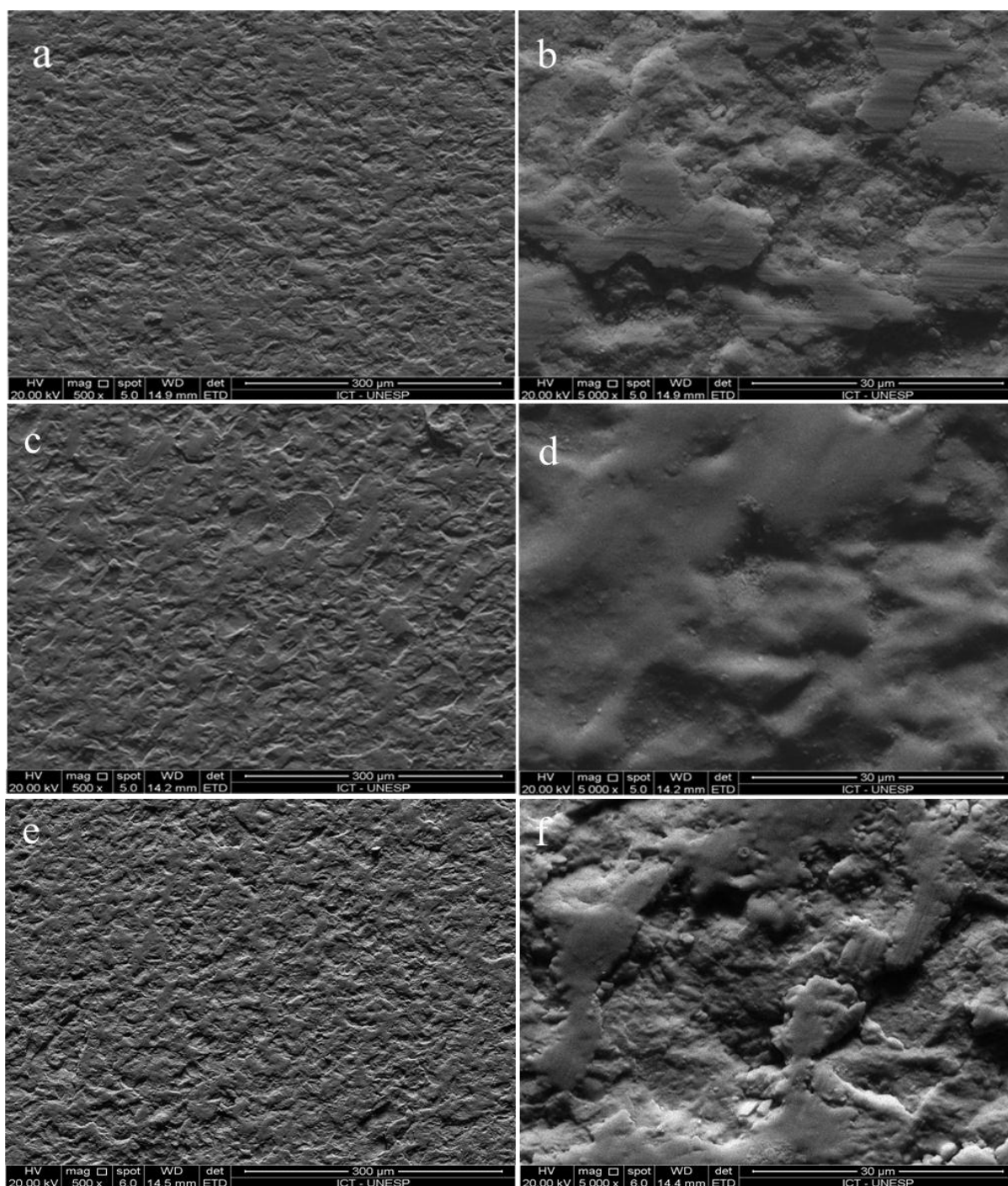
As Figuras 16, 17 e 18 representam micrografias dos grupos de acordo com o estágio de cristalização (sem queima de cristalização; com queima de cristalização adicional e queima de *glaze*) e o condicionamento com HF 5% e HF 10%.

A Figura 16 apresenta as imagens representativas do grupo controle “sem condicionamento ácido”. É possível notar que as superfícies apresentam irregularidades. Comparativamente às imagens dos grupos com ausência de cristalização ou queima de cristalização adicional (Figuras 16a-b e 16e-f, respectivamente), as amostras do grupo com queima de cristalização adicional apresentam superfície menos irregular.

As imagens em MEV após condicionamento com HF 5% (Figura 17) evidenciam o aumento do grau de dissolução da matriz vítrea e exposição dos cristais para os grupos sem queima adicional de cristalização e queima de *glaze*, resultando em uma superfície mais homogênea quando comparada às imagens dos respectivos grupos sem o condicionamento ácido. O grupo com queima adicional de cristalização apresentou matriz vítrea parcialmente exposta e, portanto, maiores irregularidades superficiais que os demais grupos.

As imagens em MEV após condicionamento com HF 10% (Figura 18) apresentam maior dissolução da matriz vítrea e maior exposição do conteúdo cristalino, tornando a superfície do material mais homogênea do que em todos os outros grupos anteriores citados (controle e com HF 5%).

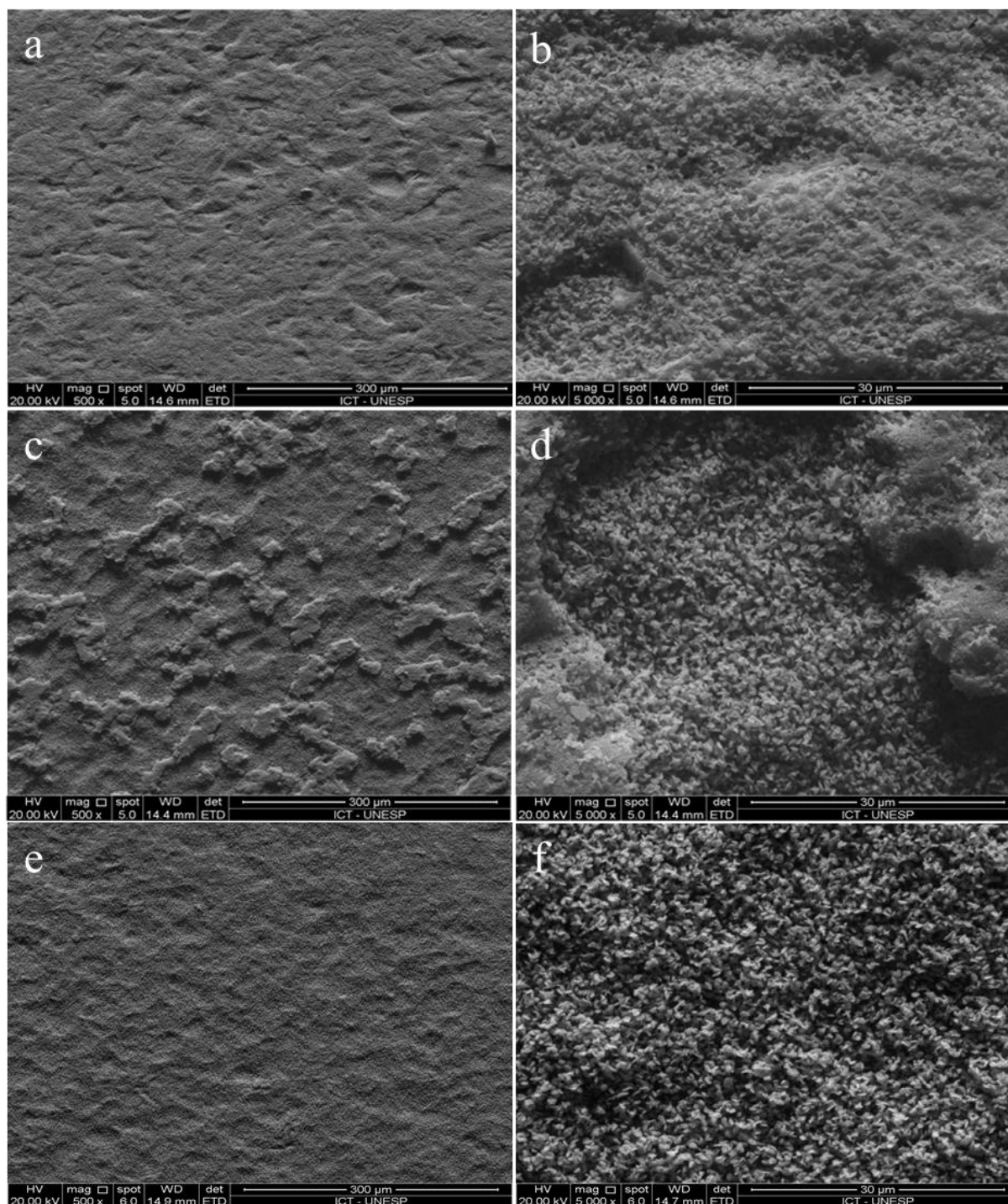
Figura 16 – Micrografias representativas do Celtra Duo controle (sem condicionamento ácido) e os estágios de cristalização (sem queima de cristalização; com queima adicional de cristalização e queima de *glaze*)



Legenda: Micrografias com aumento de 500× (direita) e 5000× (esquerda): (a,b) Sem cristalização adicional; (c,d) Com queima de cristalização adicional; (e,f) Com queima de *glaze*.

Fonte: Elaborada pelo autor e pela Dr^a. Thaís Cachutê Paradella.

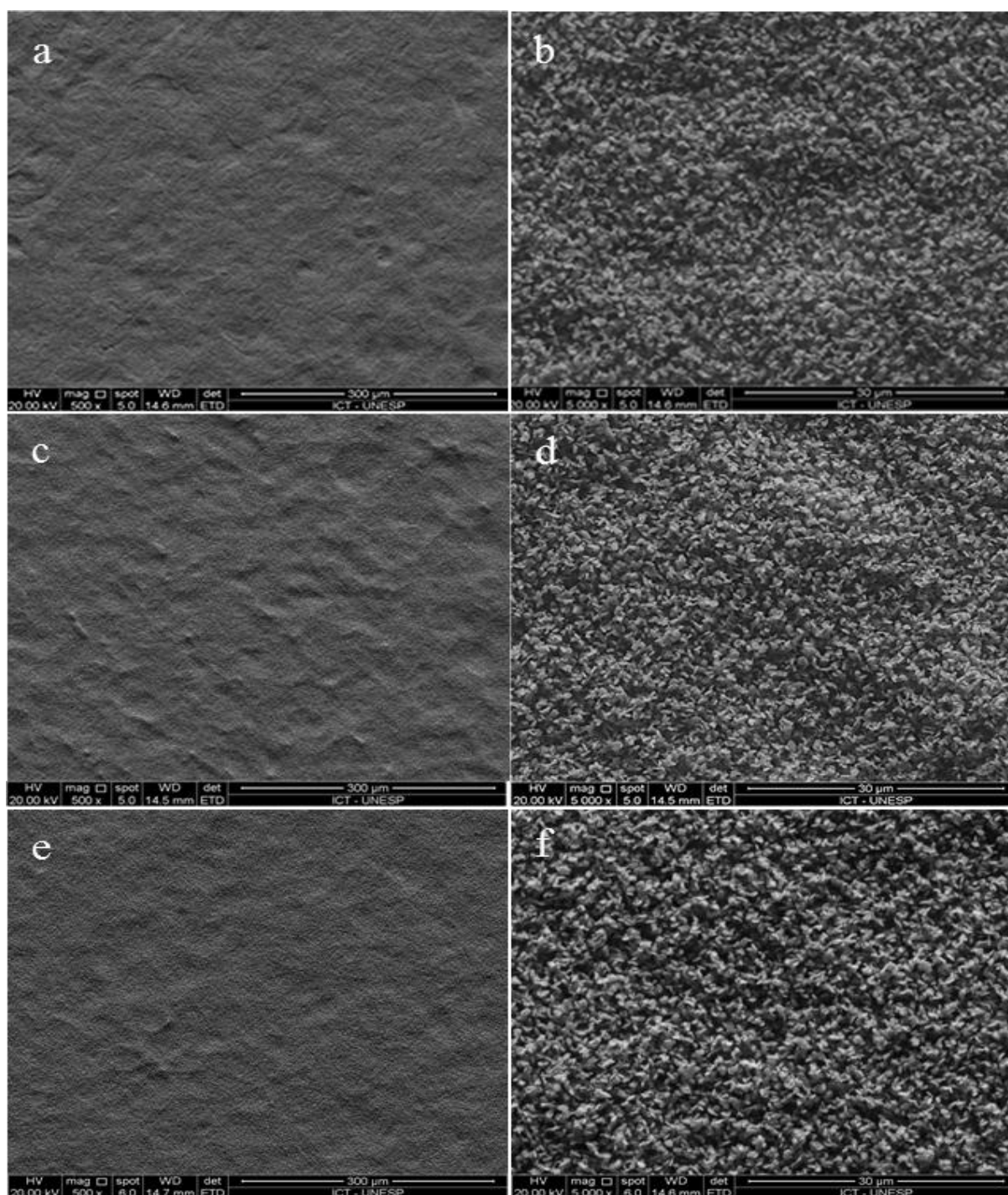
Figura 17 – Micrografias representativas do Celtra Duo com condicionamento superficial com HF 5% e os estágios de cristalização (sem queima de cristalização; com queima adicional de cristalização e queima de *glaze*)



Legenda: Micrografias com aumento de 500× (direita) e 5000× (esquerda): (a,b) Sem cristalização adicional; (c,d) com queima de cristalização adicional; (e,f) com queima de *glaze*.

Fonte: Elaborada pelo autor e pela Dr^a. Thaís Cachuté Paradella.

Figura 18 – Micrografias representativas do Celtra Duo com condicionamento superficial com HF 10% e os estágios de cristalização (sem queima de cristalização; com queima adicional de cristalização e queima de *glaze*)



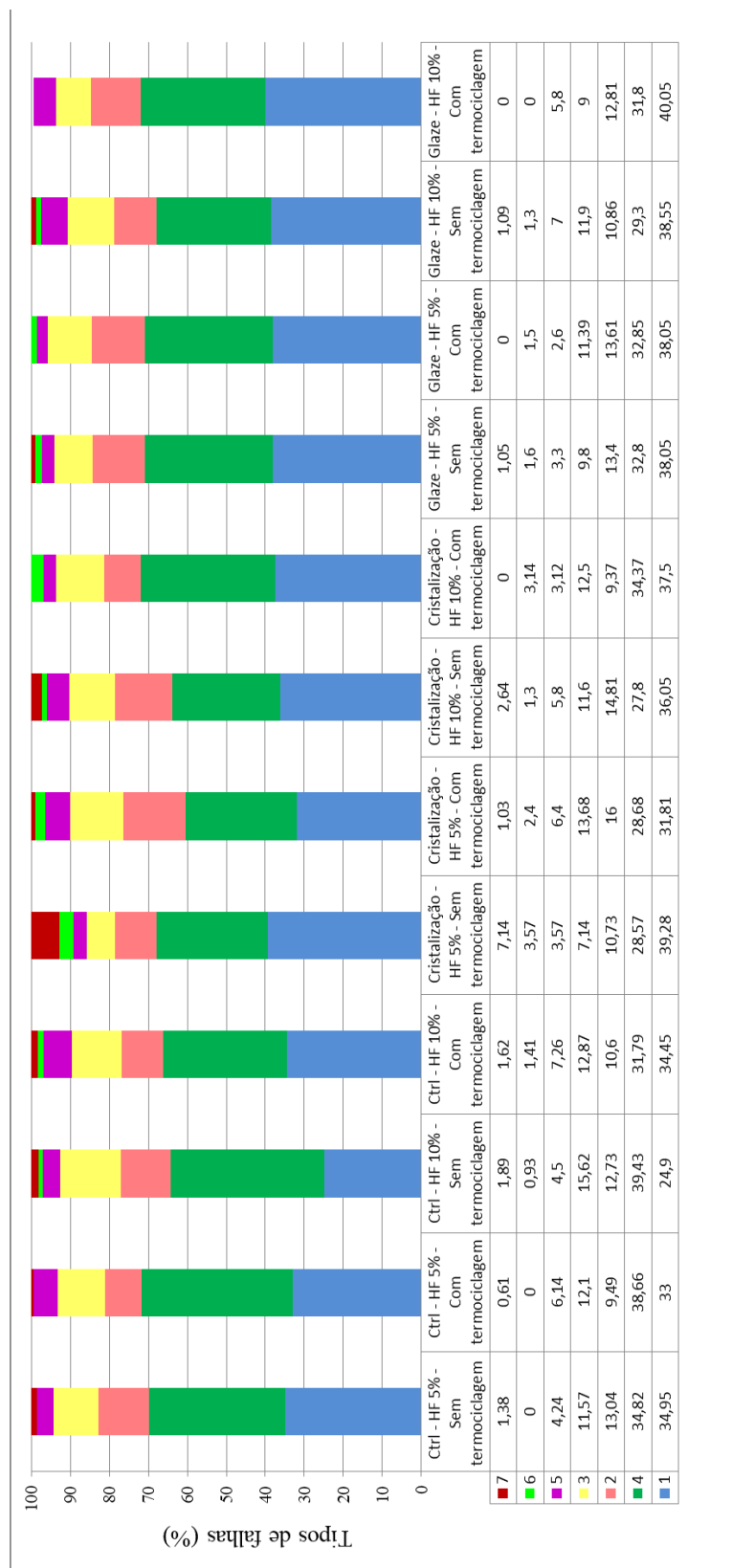
Legenda: Micrografias com aumento de 500× (direita) e 5000× (esquerda): (a,b) Sem cristalização adicional; (c,d) com queima de cristalização adicional; (e,f) com queima de *glaze*.

Fonte: Elaborada pelo autor e pela Dr^a. Thaís Cachutê Paradella

5.2 Análises de Falhas após ensaio de microtração

A Figura 19 apresenta a relação entre ocorrência e tipo de falha referente aos grupos testados. As falhas do Tipo 1 (falha predominantemente adesiva entre cimento e resina composta - maior quantidade de cimento na resina composta) e Tipo 4 (falha adesiva entre cimento e cerâmica – com cimento resinoso presente totalmente na resina composta) ocorreram em maior quantidade quando comparadas aos outros tipos de falhas.

Figura 19 – Porcentagem de espécimes dos grupos, segundo o tipo de fratura



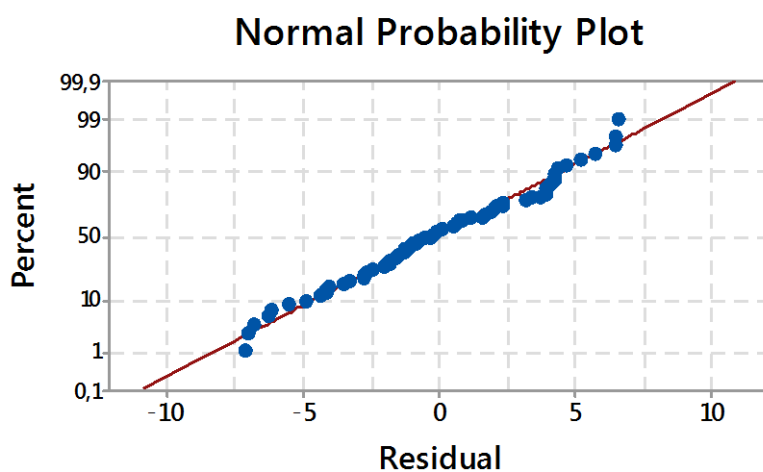
Legenda: 1) Predominantemente adesiva entre cimento e cerâmica (maior quantidade de cimento na resina composta); 2) Predominantemente adesiva entre cimento e resina composta (maior quantidade de cimento na cerâmica); 3) Adesiva entre cimento e resina composta (cimento resinoso presente totalmente na cerâmica); 4) Adesiva entre cimento e cerâmica (cimento resinoso presente totalmente na resina composta); 5) Coesiva do cimento (fratura do cimento); 6) Coesiva da cerâmica (fratura da cerâmica); 7) Coesiva da resina composta (fratura da resina composta).

Fonte: Elaborada pelo autor.

5.3 Teste de microtração

Conforme o teste de normalidade (Figura 20), os dados dos diferentes grupos experimentais seguiram distribuição normal de probabilidade. A análise estatística foi realizada inicialmente com ANOVA 3-fatores (Tabela 1), onde é possível observar que os fatores “Cristalização” e “Termociclagem” apresentam diferença estatística, enquanto o fator “Concentração” não mostrou diferença estatística no estudo.

Figura 20 – Curva normal dos valores resíduos do modelo ANOVA para verificar a distribuição dos resíduos (normalidade) em todos os grupos testados



Fonte: Elaborada pelo autor e por Dr. Ivan Balducci.

Tabela 1 – ANOVA 3-fatores para os dados obtidos

Efeito	Gl	SQ	QM	F	P
Cristalização (C)	2	136,37	68,19	4,69	0,013*
Termociclagem (TC)	1	320,21	320,21	22,04	0,005*
Concentração Ácido (CA)	1	22,00	22,00	1,51	0,203*
C x TC	2	47,53	23,77	1,64	0,5832
C x CA	2	11,66	5,83	0,40	0,3769
TC x CA	1	12,04	12,04	0,83	0,7373
C x TC x CA	2	44,92	22,46	1,55	0,1882
Resíduo	60	871,55	14,53		
Total	71	1466,29			

*p<0,05

Fonte: Elaborada pelo autor e por Dr. Ivan Balducci.

O teste estatístico ANOVA 3-fatores mostrou que houve apenas diferença estatisticamente significativa nos fatores “Termociclagem” ($p = 0,013$) e “Cristalização” ($p = 0,005$).

Desta forma, seguimos as análises estatísticas com Anova 2-fatores e Teste de Tukey post- hoc, com nível de significância de 95%.

As análises estatísticas descritivas, apresentadas na Tabela 2, mostram os valores de média e desvio-padrão dos dados dos 12 grupos testados (ausência, presença de cristalização adicional e queima de *glaze*; concentração do HF5% e 10% e presença ou ausência de termociclagem).

Tabela 2 – Média e desvio-padrão (dp) dos grupos experimentais

Estágio de cristalização	Concentração do ácido	Ciclagem térmica	Média ± dp (MPa)
Ausência	5%	Sem	26,84 ± 5,15
		Com	19,75 ± 3,31
	10%	Sem	23,63 ± 4,66
		Com	21,68 ± 3,06
Queima de Cristalização adicional	5%	Sem	23,82 ± 5,54
		Com	19,02 ± 3,02
	10%	Sem	22,84 ± 3,65
		Com	15,54 ± 3,72
Queima de Glaze	5%	Sem	21,66 ± 2,54
		Com	18,45 ± 3,41
	10%	Sem	20,12 ± 3,62
		Com	19,13 ± 2,70

Fonte: Elaborada pelo autor.

O teste estatístico ANOVA 2-fatores para o grupo com condicionamento com HF 5% e 10 % mostrou que houve diferença estatisticamente significativa para o fator isolado “Termociclagem” para ambas as concentrações ($p = 0,001$ e $0,009$, respectivamente) (Tabela 3).

Tabela 3 - ANOVA 2-fatores para os dados obtidos para condicionamento com HF 5% (acima) e 10% (abaixo)

Efeito para 5%	GI	SQ	QM	F	P
Cristalização (C)	2	63,49	31,74	1,99	0,154
Termociclagem (TC)	1	228,21	228,21	14,33	0,001*
C x TC	2	22,79	11,39	0,72	0,497
Resíduo	30	477,79	15,93		
Total	35	792,27			
Efeito para 10%	GI	SQ	QM	F	P
Cristalização (C)	2	84.55	42.27	3.22	0.054
Termociclagem (TC)	1	104.04	104.04	7.93	0.009*
C x TC	2	69.67	34.83	2.65	0.087
Resíduo	30	393.76	13.13		
Total	35	652.02			

P<0,05

Fonte: Elaborada pelo autor.

Os resultados foram analisados pelo teste de Tukey post-hoc (Tabela 7). Para os grupos com Condicionamento com HF 5% e HF10%, o fator “Termociclagem” apresentou diferença estatisticamente significativa ($p = 0,001$ e $p = 0,009$, respectivamente). Não houve diferença estatística para o fator “Cristalização” ($p=0,154$ e $p=0,054$). Nota-se que a presença de termociclagem é um fator importante na diminuição da resistência à microtração para todos os grupos.

Tabela 4 - Média e desvio-padrão (dp) (em MPa) dos grupos experimentais

Condicionamento com HF 5%		
Termociclagem		
Estágio de Cristalização	Ausência	Presença
Ausência de Cristalização	26,84 ± 5,15 ^a	19,75 ± 3,31 ^b
Presença de Cristalização Adicional	23,82 ± 5,54 ^{ab}	19,02 ± 3,02 ^b
Presença de <i>Glaze</i>	21,66 ± 2,54 ^{ab}	18,45 ± 3,41 ^b
Condicionamento com HF 10%		
Termociclagem		
Estágio de Cristalização	Ausência	Presença
Ausência de Cristalização	23,63 ± 4,66 ^A	21,68 ± 3,06 ^{AB}
Presença de Cristalização Adicional	22,84 ± 3,65 ^A	15,54 ± 3,72 ^B
Presença de <i>Glaze</i>	20,12 ± 3,62 ^{AB}	19,13 ± 2,70 ^{AB}

Legenda: Informação dos grupos utilizando teste de Tukey Post-hoc, com nível de significância $p < 0,05$. As letras minúsculas significam que houve semelhança estatística entre os grupos HF 5% e letras maiúsculas, para os grupos HF 10% (termociclagem).

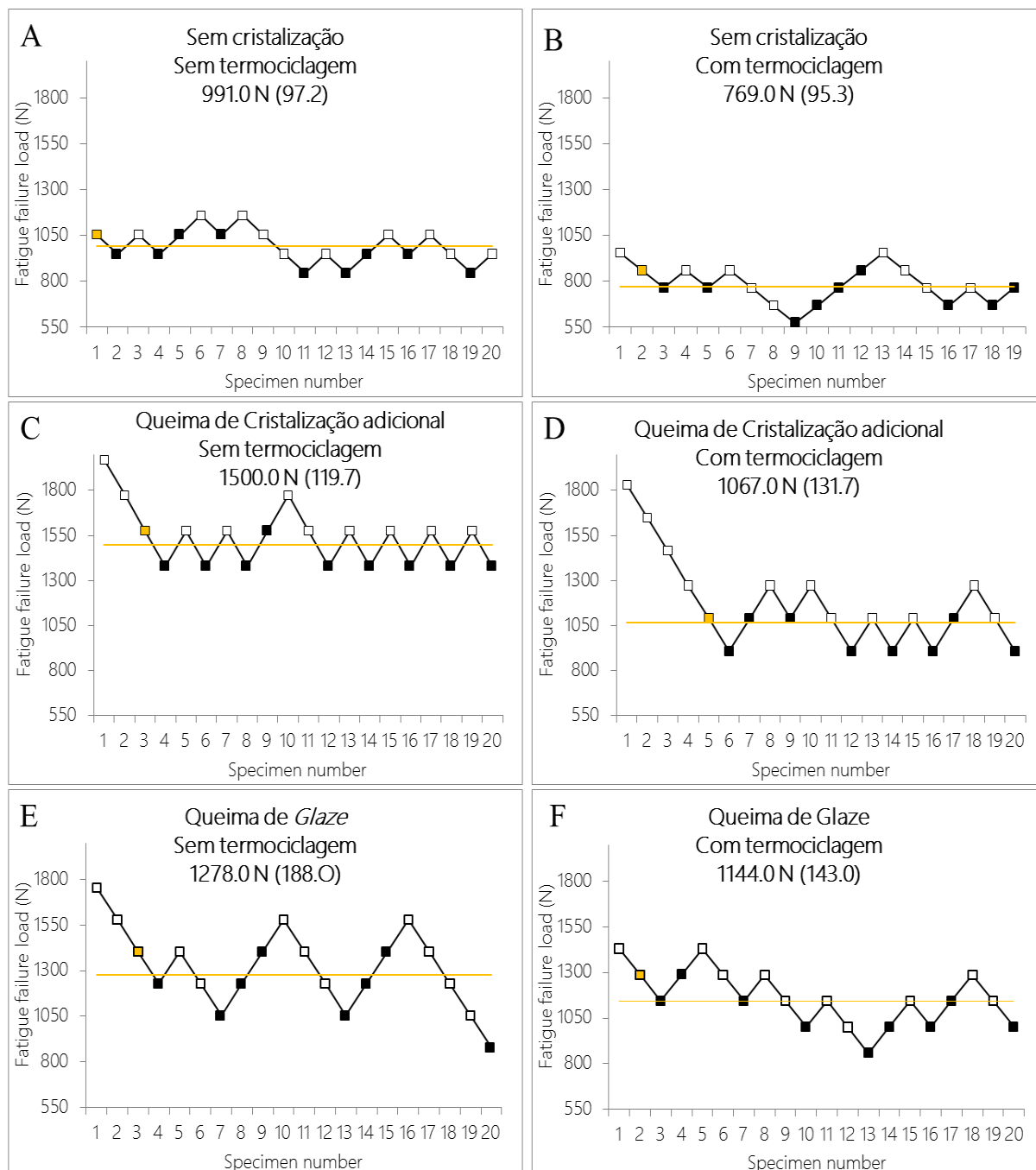
Fonte: Elaborada pelo autor.

5.4 Teste de Fadiga

A média e o desvio padrão (dp) em Newtons (N) dos resultados são apresentados na Tabela 8. O padrão de *runouts* (sobrevivências) e as falhas para cada grupo são descritos na Figura 21.

Os grupos sem cristalização (com e sem termociclagem) apresentaram as menores cargas cíclicas para falha (Figuras 21A e B). A realização da termociclagem para os três grupos em diferentes estágios de cristalização causou diminuição da carga de fadiga. Dentro da mesma condição (sem termociclagem ou com termociclagem), os grupos com queima de cristalização adicional ou queima de *glaze* apresentaram carga para falha em fadiga similares e sempre superiores ao grupo sem cristalização, indicando que submeter a cerâmica testada a um ciclo de queima aumenta a resistência à fadiga do material.

Figura 21 – Gráficos de resultados de teste de fadiga *Staircase*, mostrando o padrão de *runouts* (sobrevivência) e falhas para cada grupo



Legenda: Os quadrados amarelos indicam o nível de carga no qual o caractere “up e down” começou, ou seja, quando a primeira inversão ocorreu. As linhas horizontais indicam carga média de fadiga, os marcadores cheios representam a subida e os marcadores vazios significam falhas.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Tabela 5 – Média e (desvio-padrão) em N, dos grupos experimentais de acordo com resultados do Anova 2-fatores e teste de Bonferroni ($p < 0.05$).

Grupos	Sem termociclagem	Com termociclagem
Sem cristalização	991 (92.7) ^{Ca}	769 (95.3) ^{Bb}
Com queima de cristalização adicional	1500 (119.7) ^{Aa}	1067 (131.7) ^{Ab}
Com queima de <i>glaze</i>	1278 (188.0) ^{Ba}	1144 (143.0) ^{Ab}

Diferentes letras maiúsculas significam diferença estatística na mesma coluna.

Diferentes letras minúsculas significam diferença estatística na mesma linha.

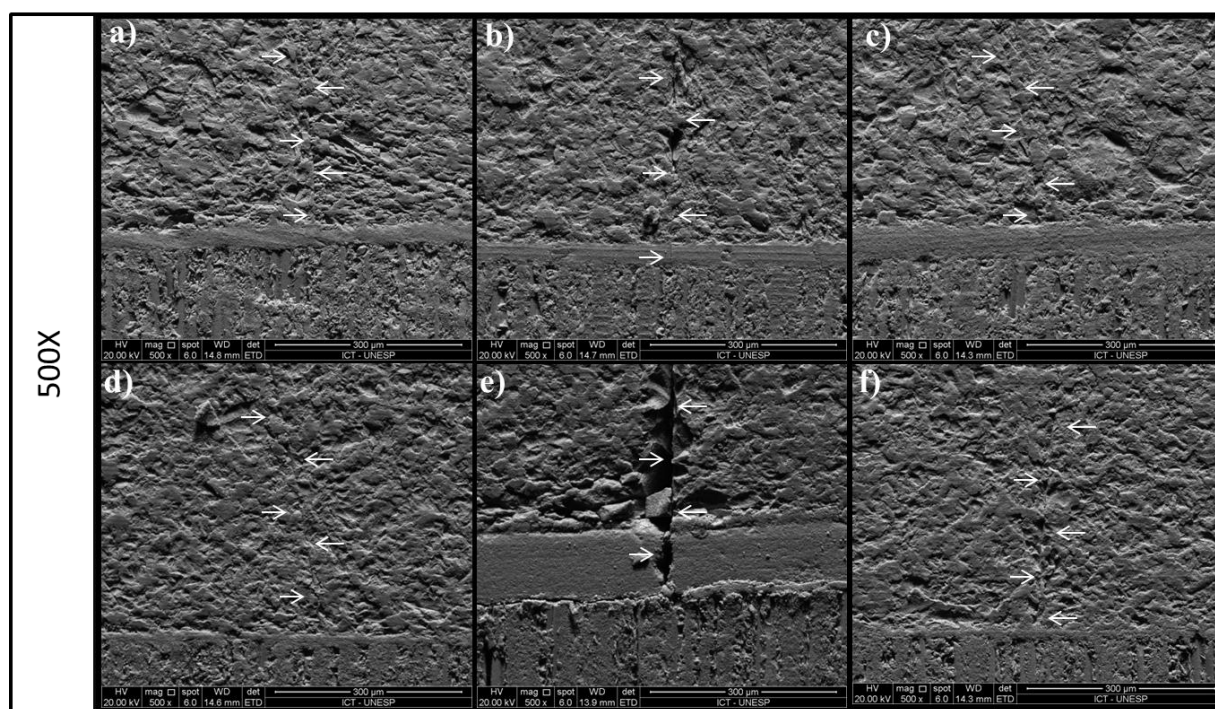
Fonte: Elaborada pelo autor.

5.5 Análise Fractográfica

As Figuras 22, 23 e 24 mostram micrografias representativas obtidas em MEV da superfície de fratura das amostras dos grupos após realização do teste de *Staircase*, nas condições: sem cristalização, com queima de cristalização adicional e com queima de *glaze*; sem e com termociclagem, com magnificações de 500×, 1000× e 2000×.

A análise fractográfica em MEV mostrou que as fraturas começaram a partir de defeitos localizados na superfície de tração da cerâmica (na superfície de cimentação dos espécimes)

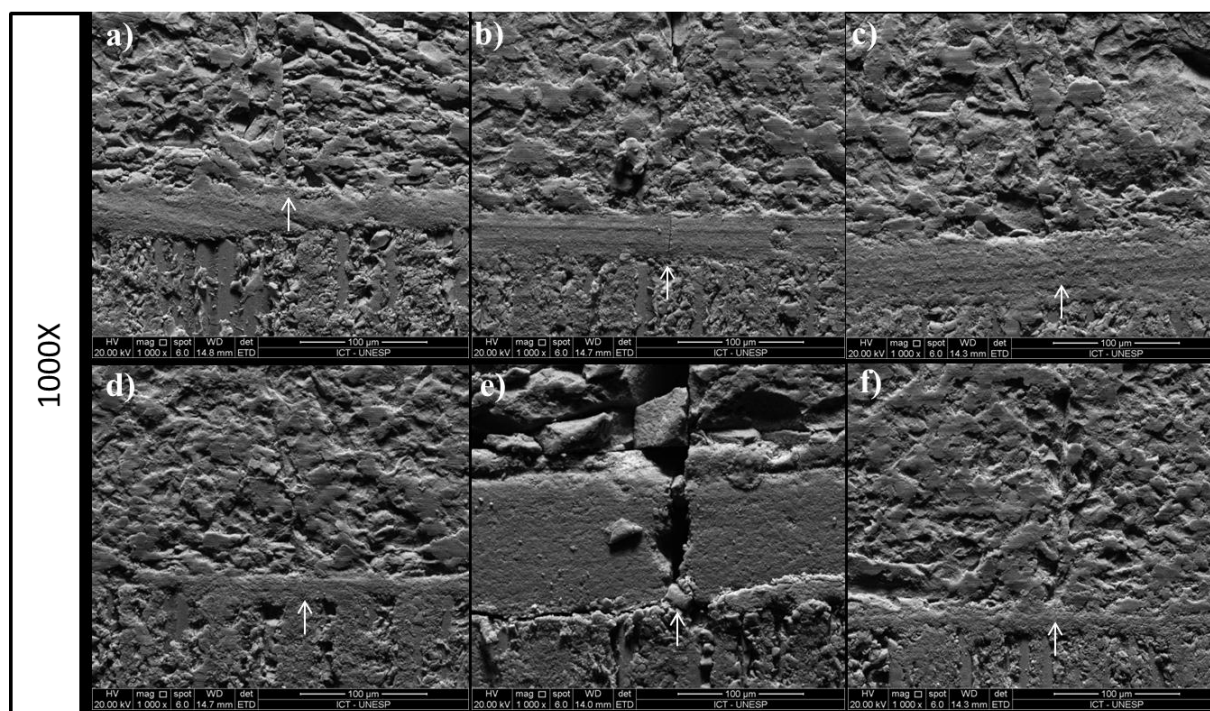
Figura 22 – Micrografias representativas obtidas em MEV da superfície de fratura das amostras dos grupos sem cristalização, com queima adicional de cristalização e com queima de *Glaze*; sem e com termociclagem, com aumento de 500×



Legenda: Superfície de fratura das amostras dos grupos: (a) Sem cristalização e sem termociclagem; (b) Com queima de cristalização adicional e sem termociclagem; (c) Com queima de glaze e sem termociclagem; (d) Sem cristalização e com termociclagem; (e) Com queima de cristalização adicional e com termociclagem; (f) Com queima de glaze e com termociclagem. O percurso da trinca se propagando (seta branca) a partir da superfície da cerâmica ou cimento sob esforços de tração é evidenciado pelas setas.

Fonte: Elaborada pelo autor e pela Dr^a. Thaís Cachuté Paradella.

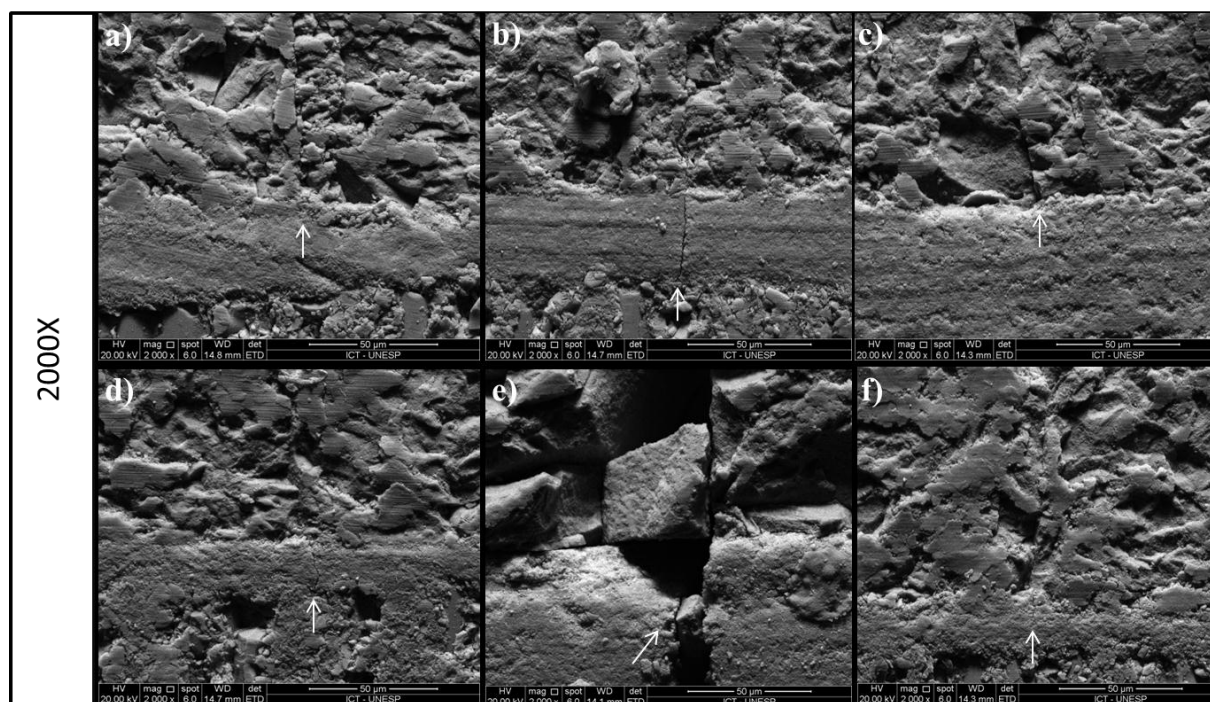
Figura 23 – Micrografias representativas obtidas em MEV da superfície de fratura das amostras dos grupos sem cristalização, com queima adicional de cristalização e com queima de *glaze*; sem e com termociclagem, no aumento de 1000×



Legenda: Superfície de fratura das amostras dos grupos: (a) Sem cristalização e sem termociclagem; (b) Com queima de cristalização adicional e sem termociclagem; (c) Com queima de *glaze* e sem termociclagem; (d) Sem cristalização e com termociclagem; (e) Com queima de cristalização adicional e com termociclagem; (f) Com queima de *glaze* e com termociclagem. A origem da fratura (seta branca) foi observada a partir da superfície sob esforços de tração, principalmente a partir do cimento resinoso.

Fonte: Elaborada pelo autor e pela Dr^a. Thaís Cachuté Paradella.

Figura 24 – Micrografias representativas obtidas em MEV da superfície de fratura das amostras dos grupos sem cristalização, com queima adicional de cristalização e com queima de *Glaze*; sem e com termociclagem, no aumento de 2000×



Legenda: Superfície de fratura das amostras dos grupos: (a) Sem cristalização e sem termociclagem; (b) com queima de cristalização adicional e sem termociclagem; (c) Com queima de glaze e sem termociclagem; (d) Sem cristalização e com termociclagem; (e) Com queima de cristalização adicional e com termociclagem; (f) Com queima de glaze e com termociclagem. As trincas com origem no cimento resinoso ficam mais evidentes neste aumento.

Fonte: Elaborada pelo autor e pela Dr^a. Thaís Cachuté Paradella.

6 DISCUSSÃO

A discussão deste trabalho foi dividida de acordo com os resultados do teste de resistência de união (microtração) e os resultados do teste de fadiga, para facilitar o entendimento do leitor.

6.1 Resistência de união (Teste de microtração)

O presente estudo avaliou a influência de diferentes concentrações no tratamento de superfície com HF (5% e 10%), estágio de cristalização do material (ausência ou presença de queimas adicionais de cristalização e glaze) e envelhecimento por termociclagem na força de união entre uma cerâmica ZLS e cimento resinoso a partir de teste de microtração. Os achados desse estudo mostraram que a resistência de união do material não é influenciada pela concentração do ácido ou pelas condições de queimas utilizadas, negando a primeira hipótese. O fator determinante para a diminuição da resistência de união em longo prazo das cerâmicas ZLS foi o envelhecimento em água, confirmando a segunda hipótese testada. Assim, a resistência de união à microtração da cerâmica ZLS foi afetada pelo fator “Termociclagem”.

A forma de apresentação das cerâmicas ZLS é em blocos para usinagem em CAD/CAM por causa da maior homogeneidade estrutural, quando comparadas às cerâmicas aplicadas manualmente ou injetadas (Sato et al., 2016; Monteiro et al., 2018). As extremidades dos blocos foram demarcados, e os palitos dessa área foram excluídos, pois apresentavam área maior que 1 mm² e excesso de cimento em suas laterais. A maioria dos palitos (espécimes) apresentou falhas predominantemente adesivas entre cimento resinoso e resina

composta e falhas adesivas, com cimento resinoso totalmente aderido à resina composta.

Optou-se pelo ensaio mecânico de microtração porque os espécimes com área adesiva de aproximadamente 1 mm² diminuíam a probabilidade de não inclusão de defeitos maiores, com menos perdas pré-teste, e conseqüentemente, maior resistência adesiva quando comparada aos resultados dos testes “macro” (Armstrong et al., 2010; Scherrer et al., 2010).

A topografia superficial da cerâmica ZLS em função da concentração do HF está apresentada nas Figuras 16, 17 e 18. As topografias superficiais sem condicionamento com HF, independente do processo de cristalização, apresentam irregularidades superficiais provavelmente causadas pelo processamento do material (corte e polimento) (Figura 16). Porém, quando o condicionamento ácido é realizado, existe evidência do aumento do grau de dissolução da matriz vítrea e exposição dos cristais, exceto para o grupo sem cristalização e condicionado com HF 5% (Figura 17a-b). Portanto, a maior exposição da estrutura cristalina claramente ocorre após o condicionamento com HF 10%. O fato de o HF 10% ter sido capaz de promover homogeneidade topográfica semelhante em todos os grupos (com maior grau de dissolução da matriz vítrea) poderia alterar a resistência de união ao cimento quando comparado ao HF 5% , mas isso não se confirmou (Tabela 5). Dessa forma, o padrão topográfico não explica os resultados de resistência de união ao cimento, pois esta pode ter sido potencializada com o uso do agente de união silano e seu efeito de união química (Brentel et al., 2007).

De acordo com o fabricante, a cerâmica ZLS apresenta 10% de zircônia em sua composição, garantindo uma resistência particularmente elevada (Degudent, 2017). Porém, em estudo anterior, apenas após a queima de cristalização adicional foi possível observar um pequeno pico de zircônia tetragonal, que não estava presente no material antes da cristalização, mostrando

que a queima adicional alterou a cristalinidade da zircônia (Riquieri et al., 2018). Esses dados mostram que a mudança microestrutural da cerâmica após as queimas de cristalização ou *glaze* pode ser um fator importante, afetando de maneira negativa a resistência de união do material estudado.

O envelhecimento influenciou de maneira negativa na resistência de união do material estudado, favorecendo a degradação da interface adesiva proporcionada pela degradação hidrolítica da interface de união, difusão de água na interface adesiva e variações térmicas durante o processo de ciclagem em água (Sato et al., 2016; Scherer et al., 2018); Assim, pode-se notar que os grupos submetidos à termociclagem apresentaram menor resistência de microtração ao cimento resinoso comparados àqueles que não foram submetidos à termociclagem (Tabelas 2).

Considerando os resultados de resistência à microtração obtidos para a cerâmica ZLS em questão, após as queimas adicionais e após os tratamentos superficiais propostos, sugere-se que o condicionamento deve ser feito com HF5% caso se realize queimas de glaze ou queimas adicionais de cristalização. Quando a cerâmica é condicionada com HF10% após a queima adicional de cristalização, os valores de resistência diminuíram drasticamente após a termociclagem, o que implica afirmar que se deve evitar essa queima adicional de cristalização. Assim, todos os grupos apresentaram vulnerabilidade à mudanças de temperatura na água.

Portanto, considerando os resultados de resistência à microtração (Table 4) e as morfologias obtidas a partir dos tratamentos superficiais (Fig. 3, 4 and 5), sugerimos o condicionamento com HF 5% para a cerâmica ZLS após qualquer queima estudada. No entanto, são necessários estudos clínicos que levem em consideração os mecanismos de falha nas cerâmicas odontológicas para reforçar os resultados encontrados nas pesquisas laboratoriais, principalmente quanto à longevidade.

6.2 Teste de Fadiga

Neste estudo atual, a hipótese de que carga cíclica para falha de fadiga de uma vitrocerâmica ZLS seria maior para qualquer queima (queima de *glaze* ou queima de cristalização adicional) do material foi aceita. A cerâmica ZLS consiste de uma estrutura particulada fina contendo cristais de silicato de lítio e uma matriz vítrea com cristais de zircônia altamente dispersos (Zimmermann et al., 2017; Riquieri et al., 2018). De acordo com o fabricante, o Celtra Duo necessita apenas o polimento e tratamento superficial antes da cimentação, sendo descartada a queima de cristalização (Degudent et al., 2017). Porém, sabe-se que variações na queima de cristalização (por exemplo, queima de cristalização adicional) pode afetar significativamente a microestrutura superficial (Riquieri et al., 2018) bem como o comportamento de fadiga de um material (Venturini et al., 2017). Portanto, neste estudo, os dados mostraram que qualquer ciclo de queima (seja de cristalização ou de *glaze*) é mais eficiente em termos de carga de falha para fadiga para a cerâmica ZLS estudada do que a ausência deles (Tabela 5).

A presença de umidade e forças mastigatórias cíclicas em um ambiente bucal são fatores que tornam as restaurações cerâmicas susceptíveis à falha por fadiga (Morimoto et al., 2016), resultando em crescimento lento de defeitos capazes de causar a falha catastrófica do material (May et al., 2015). No entanto, ainda não existem estudos sobre os efeitos dos estágios de cristalização ou *glaze* após o envelhecimento simulado sobre o comportamento à fadiga da cerâmica ZLS em questão. Assim, este estudo também teve como objetivo comparar o efeito de diferentes estágios de cristalização da cerâmica ZLS cimentada a um análogo de dentina nas condições de “antes” e “após” a termociclagem sobre a carga para falha em fadiga.

Para todos os grupos sem termociclagem, houve influência do estágio de cristalização, que apresentaram diferença estatisticamente significativa entre eles ($p < 0,05$). Em relação à presença da termociclagem, os grupos com queima adicional de cristalização e de *glaze* apresentaram-se estatisticamente semelhante, porém, diferente do grupo sem nenhum tipo de ciclo de queima ($769,0 \pm 95,3$ N), que apresentou uma carga média bem inferior à dos outros grupos. Todos os grupos que passaram pelo processo de termociclagem apresentaram carga cíclica para falha por fadiga (Tabela 9). Assim, a segunda hipótese nula, de que o envelhecimento simulado afetaria os resultados, também foi aceita.

É importante elucidar que os achados do presente estudo mostraram que dentro da mesma condição (sem ou com termociclagem), os grupos submetidos à queima de cristalização adicional ou *glaze* apresentaram carga para falha em fadiga similares e sempre superiores ao grupo sem cristalização, indicando que submeter a cerâmica testada a um ciclo de queima aumenta a resistência do material, independente do ciclo utilizado. No entanto, os achados devem ser vistos com cautela, e estudos futuros devem enfatizar a viabilidade clínica de usar ciclos de queimas adicionais.

O presente estudo apresentou que a maioria das falhas com trincas inicia a partir da superfície de cimentação (lado de tração) como rachaduras radiais (Figuras 23, 24 e 25) e não pela superfície de contato com o pistão. A ausência de danos de contato superficiais é atribuída à tira de plástico entre o pistão e espécime (Monteiro et al., 2018). Pode ser que as falhas encontradas no estudo são provenientes de defeitos pré-existentes (gerados pelo condicionamento com HF e/ou pelo seu processamento) iniciando no centro e propagando-se para a periferia do disco cerâmico (Quinn, 2007; Venturini et al., 2017) quando está sob estresse excessivo (Prochnow et al., 2016). Esses achados corroboram com o padrão de fratura observado clinicamente (Kelly et al., 2010).

O modelo *trilayer* (cerâmica – cimento resinoso – resina epóxi) utilizado no presente estudo apresentou-se em formato de discos, com uma geometria simplificada, o que consideravelmente configura uma limitação desse trabalho porque não foi possível reproduzir os movimentos dinâmicos que ocorrem em carga cíclica mastigatória, apenas movimentos axiais (Monteiro et al., 2018). O material sintético análogo à dentina foi primeiramente estudado por Kelly et al. (2010) e desde então, vem sendo utilizado frequentemente em pesquisas *in vitro* porque possui um módulo de elasticidade equivalente a 18 MPa, que é próximo ao da dentina humana e tornou-se o substituto ao tecido dentário para apoiar a cerâmica em todos os testes (Wang et al., 2007).

7 CONCLUSÃO

Baseado nos achados desse estudo pode-se concluir que:

Para o teste de microtração: As queimas adicionais foram positivas para a manutenção da resistência de união após envelhecimento, quando o material foi condicionado com HF 5%.

A ciclagem térmica foi responsável pela diminuição da resistência de união de todos os grupos, independente do estágio de cristalização.

Para o teste de fadiga: Os grupos submetidos ao ciclo de cristalização adicional ou ciclo de *glaze* apresentaram carga para falha em fadiga similares e sempre superiores ao grupo sem cristalização, nas mesmas condições (sem e com termociclagem).

REFERÊNCIAS*

Al-Thagafi R, Al-Zordk W, Saker S. Influence of surface conditioning protocols on reparability of CAD/CAM zirconia-reinforced lithium silicate ceramic. *J Adhes Dent.* 2016;18(2):135-41. doi: 10.3290/j.jad.a35909.

Armstrong S, Geraldeli S, Maia R, Raposo LHA, Soares CJ, Yamagawa J. Adhesion to tooth structure: a critical review of “micro” bond strength test methods. *Dent Mater.* 2010 Feb;26(2):e50–62 doi: 10.1016/j.dental.2009.11.155.

Badawy R, El-Mowafy O, Tam LE. Fracture toughness of chairside CAD/CAM materials - Alternative loading approach for compact tension test. *Dent Mater.* 2016 Jul;32(7):847-52. doi: 10.1016/j.dental.2016.03.003.

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

Belli R, Wendler M, de Ligny D, Cicconi MR, Petschelt A, Peterlik H, et al. Chairside CAD/CAM materials. Part 1: Measurement of elastic constants and microstructural characterization. *Dent Mater.* 2017 Jan;33(1):84-98. doi: 10.1016/j.dental.2016.10.009.

Brentel AS, Özcan M, Valandro LF, Alarça LG, Amaral R, Bottino MA. Microtensile bond strength of a resin cement to feldspathic ceramic after different etching and silanization regimens in dry and aged conditions. *Dent Mater.* 2007;23:1323-31. doi: 10.1016/j.dental.2006.11.011.

Celtra Duo®, Celtra Block for Cerec and InLab, Dentsply Indústria e Comércio Ltda., DeguDent GmbH, Hanau, Wolfgang, Alemanha, 2017.

Collins JA. Staircase or up-and-down methods. In: Collins JA. *Failure of Materials in Mechanical Design – analysis, prediction, prevention.* 2 ed. New York: John Wiley & Sons, 1993. p. 383-90.

Della Bona A. *Adesão às cerâmicas: evidências científicas para o uso clínico.* São Paulo: Artes Médicas; 2009.

* Baseado em: International Committee of Medical Journal Editors Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical journals: Sample References [Internet]. Bethesda: US NLM; c2003 [atualizado 04 nov 2015; acesso em 25 jun 2017]. U.S. National Library of Medicine; [about 6 p.]. Disponível em: http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater.* 2008 Mar;24(3):299-307. doi: 10.1016/j.dental.2007.05.007

Elsaka SE, Elnaghy AM. Mechanical properties of zirconia reinforced lithium silicate glass-ceramic. *Dent Mater.* 2016 Jul;32(7):908-14. doi: 10.1016/j.dental.2016.03.013.

Fraga S, Pereira GKR, Freitas M, Kleverlaan CJ, Valandro LF, May LG. Loading frequencies up to 20Hz as an alternative to accelerate fatigue strength tests in a Y-TZP ceramic. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2016 Aug;61:79-86. doi: 10.1016/j.jmbbm.2016.01.008.

Gonzaga CC, Cesar PF, Miranda Jr WG, Yoshimura HN. Slow crack growth and reliability of dental ceramics. *Dent Mater.* 2011 Apr;27(4):394-406.

Gracis S, Thompson VP, Ferencz JL, Silva NR, Bonfante EA. A new classification system for all-ceramic and ceramic-like restorative materials. *Int J Prosthodont.* 2015 May-Jun;28(3):227-35. doi: 10.11607/ijp.4244.

Guerra CMF, Neves CAF, Almeida ECB, Valones MAA, Guimarães RP. Estágio atual das cerâmicas odontológicas. *Int J Dent.* 2007 Jul-Set;6(3):90-5.

Horn HR. Porcelain laminate veneers bonded to etched enamel. *Dent Clin North Am.* 1983, Oct;27(4):671-84. Pubmed PMID: 6360727.

Kelly JR. Clinically relevant approach to failure testing of all-ceramic restorations. *J Prosthet Dent.* 1999 Jun;81(6):652-61. Pubmed PMID: 10347352.

Kelly JR, Giordano R, Pober R, Cima MJ. Fracture surface analysis of dental ceramics: clinically failed restorations. *Int J Prosthodont.* 1990 Sep-Oct; 3(5):430-40. Pubmed PMID: 2088380.

Kelly JR, Rungruanant P, Hunter B, Vailati F. Development of clinically validated bulk failure test for ceramic crowns. *J Prosthet Dent.* 2010;104:228-38.

Krüger S, Deubener J, Ritzberger C, Höland W. Nucleation kinetics of lithium metasilicate in ZrO₂-bearing lithium disilicate glasses for dental application. *Int J Appl Glass Sci.* 2013,4: 9-19.

Lawson NC, Bansal R, Burgess JO. Wear, strength, modulus and hardness of CAD/CAM restorative materials. *Dent Mater.* 2016 Nov;32(11):e275-e283. doi: 10.1016/j.dental.2016.08.222.

Lohbauer U, Frankenberger R, Krämer N, Petschelt A. Time-dependent strength and fatigue resistance of dental direct restorative materials. *J Mater Sci Mater Med.* 2003 Dec;14(12):1047-53.

Lohbauer U, Krämer N, Petschelt A, Frankenberger R. Correlation of in vitro fatigue data and in vivo clinical performance of a glassceramic material. *Dent Mater.* 2008 Jan;24(1):39-44. Epub 2007 Apr 27.

Martins LM, Lorenzoni FC, Farias BC, Lopes LDS, Bonfante G, Rubo JH. Comportamento Biomecânico das Cerâmicas Odontológicas: Revisão. *Cerâmicas.* 2010;56:148-55.

May LG, Kelly JR, Bottino MA, Hill T. Influence of the resin cement thickness on the fatigue failure loads of CAD/CAM feldspathic crowns. *Dent Mater.* 2015; 31(8):895-900. doi: 10.1016/j.dental.2015.04.019.

Morimoto S, Rebello de Sampaio FB, Braga MM, Sesma N, Özcan M. Survival rate of resin and ceramic inlays, onlays, and overlays: a systematic review and meta-analysis. *J Dent Res.* 2016 Aug;95(9):985-94. doi: 10.1177/0022034516652848.

Monteiro JB, Riquieri H, Prochnow C, Guilardi LF, Pereira GKR, Borges ALS, et al. Fatigue failure load of two resin-bonded zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics: Effect of ceramic thickness. *Dent Mater.* 2018 Mar, S0109-5641(17)31340-4. doi: 10.1016/j.dental.2018.03.004.

Perdigão J, Geraldeli S, Carmo AR, Dutra HR. In vivo influence of residual moisture on microtensile bond strengths of one-bottle adhesives. *J Esthet Restor Dent.* 2002;14(1):31-8. Pubmed PMID: 11915393.

Pereira GKR, Silvestri T, Amaral M, Rippe MP, Kleverlaan CJ, Valandro LF.. Fatigue limit of polycrystalline zirconium oxide ceramics: effect of grinding and low-temperature aging. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2016; 61:45–54. doi: 10.1016/j.jmbbm.2016.01.006.

Peumans M, Valjakova EB, De Munck J, Mishevskaja CB, Van Meerbeek B. Bonding effectiveness of luting composites to different CAD/CAM materials. *J Adhes Dent.* 2016;18(4):289-302. doi: 10.3290/j.jad.a36155.

Prochnow C, Pereira GKR, Venturini AB, Scherer MM, Rippe MP, Bottino MC3, Kleverlaan CJ, Valandro LF. How does hydrofluoric acid etching affect the cyclic load-to-failure of lithium disilicate restorations? *J Mech Behav Biomed Mater*. 2018 Nov;87:306-11. doi: 10.1016/j.jmbbm.2018.07.040.

Quinn G. *Fractography of ceramics and glasses*. National Institute of Standards and Technology; 2007.

Ramakrishnaiah R, Alkheraif AA, Divakar DD, Matinlinna JP, Vallittu PK. The effect of hydrofluoric acid etching duration on the surface micromorphology, roughness, and wettability of dental ceramics. *Int J Mol Sci*. 2016 May 27;17(6). págs: E822. doi: 10.3390/ijms17060822.

Ramos NC, Campos TM, Paz IS, Machado JP, Bottino MA, Cesar PF, et al. Microstructure characterization and SCG of newly engineered dental ceramics. *Dent Mater*. 2016 Jul;32(7):870-8.

Rinke S, Pabel A-K, Rödiger M, Ziebolz D. Chairside fabrication of an all-ceramic partial crown using a zirconia-reinforced lithium silicate ceramic. *Case Rep Dent*. 2016; 2016:1354186. doi: 10.1155/2016/1354186.

Rinke S, Rödiger M, Ziebolz D, Schmidt A-K. Fabrication of zirconia-reinforced lithium silicate ceramic restorations using a complete digital workflow. *Case Rep Dent*. 2015; 2015:162178. doi: 10.1155/2015/162178.

Riquieri H, Monteiro JB, Viegas DC, Campos TMB, de Melo RM, de Siqueira F ASG. Impact of crystallization firing process on the microstructure and flexural strength of zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics. *Dent Mater* (2018), doi: 10.1016/2018/06.010.

Sano H, Ciucchi B, Matthews WG, Pashley DH. Tensile properties of mineralized and demineralized human and bovine dentin. *J Dent Res*. 1994a Jun;73(6):1205-11. doi: 10.1177/00220345940730061201.

Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength--evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater*. 1994b; 10(4):236-40. Pubmed PMID: 7664990.

Sato TP, Anami LC, Melo RM, Valandro LF, Bottino MA. Effects of surface treatments on the bond strength between resin cement and a new zirconia-reinforced lithium silicate ceramic. *Oper Dent*, 2016 May-Jun;41(3):284-92. doi: 10.2341/14-357-L.

Schreiner RF, Chappell RP, Glaros AG, Eick JD. Microtensile testing of dentin adhesives. *Dent Mater*. 1998 Jun;14(3):194-201. Pubmed PMID: 10196796.

Scherrer SS, Cesar PF, Swain MV. Direct comparison of the bond strength results of the different test methods: a critical literature review. *Dent Mater*. 2010 Feb;26(2):e78-93. doi: 10.1016/j.dental.2009.12.002.

Scherer MM, Prochnow C, Venturini AB, Pereira GKR, Burgo TAL, Rippe MP, et al. Fatigue failure load of an adhesively-cemented lithium disilicate glass-ceramic: Conventional ceramic etching vs etch & prime one-step primer. *Dent Mater*. 2018 Aug;34(8):1134-43. doi: 10.1016/j.dental.2018.04.012.

Schwindling FS, Rues S, Schmitter M. Fracture resistance of glazed, full-contour ZLS incisor crowns. *J Prosthodont Res*. 2017 Jan 19. pii:S1883-1958(16)30114-1. doi: 10.1016/j.jpor.2016.12.008. PubMed PMID: 28111135.

Souza RO, Castilho AA, Fernandes VV, Bottino MA, Valandro LF. Durability of microtensile bond to nonetched and etched feldspar ceramic: self-adhesive resin cements vs conventional resin. *J Adhes Dent*. 2011 Apr;13(2):155-62. doi: 10.3290/j.jad.a18784.

Takano T, Tasaka A, Yoshinari M, Sakurai K. Fatigue strength of Ce-TZP/Al₂O₃ nanocomposite with different surfaces. *J Dent Res*. 2012 Aug;91(8):800-4. doi: 10.1177/0022034512452277.

Thompson JY, Anusavice KJ, Naman A, Morris HF. Fracture surface characterization of clinically failed all-ceramic crowns. *J Dent Res*. 1994 Dec;73(12):1824-32. doi: 10.1177/00220345940730120601.

Venturini AB, DDS, MSD, Catina Prochnow, DDS, MSD, Liliana G. May, DDS, PhD, Cornelis J. Kleverlaan, PhD, and Luiz Felipe Valandro, DDS, PhD. Fatigue failure load of feldspathic ceramic crowns after hydrofluoric acid etching at different concentrations. *J Prosthet Dent*. 2018 Feb;119(2):278-285. doi: 10.1016/j.prosdent.2017.03.021. Epub 2017 May 26.

Villefort RF, Amaral M, Pereira GK, Campos TM, Zhang Y, Bottino MA, et al. Effects of two grading techniques of zirconia material on the fatigue limit of full-contour 3-unit fixed dental prostheses. *Dent Mater.* 2017 Apr;33(4):e155-e164. doi: 10.1016/j.dental.2016.12.010.

Wang Y, Katsube N, Seghi RR, Rokhlin SI. Statistical failure analysis of adhesive resin cement bonded dental ceramics. *Eng Fract Mech.* 2007 Aug;74(12):1838-1856.

Zimmermann M, Koller C, Mehl A, Hickel R. Indirect zirconia-reinforced lithium silicate ceramic CAD/CAM restorations: Preliminary clinical results after 12 months. *Send to Quintessence Int.* 2017;48(1):19-25. doi: 10.3290/j.qi.a37017.