



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

FERNANDA CAMPOS

**RESISTÊNCIA À FADIGA DE INFRAESTRUTURAS DE ZIRCÔNIA:
influência da estratégia de cimentação**

2016

FERNANDA CAMPOS

**RESISTÊNCIA À FADIGA DE INFRAESTRUTURAS DE ZIRCÔNIA: influência da
estratégia de cimentação**

Tese apresentada ao curso de Odontologia do Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP - Univ Estadual Paulista, Campus de São José dos Campos, como parte dos requisitos para a obtenção do título de DOUTOR, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Área de Prótese Dentária.

Orientador: Prof.Tit. Marco Antonio Bottino

Coorientadora: Profa.Dra. Renata de Melo Marques Marinho

Supervisor no exterior: Prof.Dr. Cornelis Johannes Kleverlaan

São José dos Campos

2016

Apresentação gráfica e normatização de acordo com:
Alvarez S, Coelho DCAG, Couto RAO, Durante APM. Guia prático para
Normalização de Trabalhos Acadêmicos do ICT. Rev. São José dos
Campos: ICT/UNESP; 2016.

Campos, Fernanda

Resistência à fadiga de infraestruturas de zircônia: influência da
estratégia de cimentação / Fernanda Campos. - São José dos Campos :
[s.n.], 2016.

63 f. : il.

Tese (Doutorado em Odontologia Restauradora) - Pós-Graduação em
Odontologia Restauradora - Instituto de Ciência e Tecnologia de São
José dos Campos, UNESP - Univ Estadual Paulista, 2016.

Orientador: Marco Antonio Bottino

Coorientador: Renata de Melo Marques Marinho.

1. Cerâmica. 2. Coroas. 3. Cimentação. 4. Cimento de fosfato de
zinco. 5. Estresse mecânico. I. Antonio Bottino, Marco, orient. II.
de Melo Marques Marinho, Renata, coorient. III. Instituto de
Ciência e Tecnologia de São José dos Campos, UNESP - Univ Estadual
Paulista. IV. Universidade Estadual Paulista 'Júlio de Mesquita
Filho'. V. UNESP - Univ Estadual Paulista. VI. Título.

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Prof. Achille Bassi e Seção Técnica de Informática,
ICMC/USP com adaptações - STATi e STI do ICT/UNESP. Dados fornecidos pelo autor.

AUTORIZAÇÃO

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qual
meio convencional ou eletrônico, desde que citada a fonte.

São José dos Campos, 29 de janeiro de 2016

E-mail: cd.fernandacampos@gmail.com

Assinatura: Fernanda Campos

BANCA EXAMINADORA

Marco Antonio Bottino (Orientador)

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

Alexandre Luiz Souto Borges

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

Rubens Nisie Tango

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

Paulo Francisco Cesar

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

Pedro Henrique Corazza

Faculdade de Odontologia
UPF - Universidade de Passo Fundo
Campus de Passo Fundo

São José dos Campos, 29 de janeiro de 2016

DEDICATÓRIA

Aos meus amados pais,

Luis Aristides Campos Guevara e Rosa Maria Inocência Campos. O amor e os ensinamentos que me deram por toda vida construíram as bases dos meus princípios e os alicerces da minha história.

A vontade de orgulhar vocês me trouxe até aqui e me levará sempre além. Isso é o que me move.

Aos meus irmãos,

Luis Campos Junior e Vitor Hugo Campos. A companhia e cumplicidade criada por nossos laços familiares serão sempre levadas comigo. Apesar de

nossas diferenças, nos completamos. Vocês são amigos que vi nascer e dos

quais nunca quero me separar.

Ao meu noívo,

Akira Duarte Kobayashi. O seu amor durante esses dez anos em que estamos juntos me deram força para suportar todo o tempo de separação física. Não teria conseguido finalizar este curso sem seu apoio incondicional.

Amo vocês!

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao meu orientador, Marco Antonio Bottino, pela amizade que construímos ao longo desses cinco anos. O senhor confiou em minha capacidade desde o primeiro momento, me dando todos os meios para que fizesse todos os trabalhos que fiz. As oportunidades que tive durante toda a pós-graduação devo ao senhor, que sempre fez de tudo para que eu crescesse como pesquisadora. Além disso, agradeço por todos os conselhos que me deu, pois nortearam muitos momentos de difícil decisão, tanto na vida acadêmica quanto na pessoal. Tenho certeza de que nossa parceria perdurará por muito tempo, porque é um privilégio ter seus ensinamentos ao alcance de um telefonema ou um e-mail. Levarei todas as brincadeiras e broncas como uma experiência de vida. O senhor é muito especial!

Ao meu professor “da vida toda” Rodrigo Othávio de Assunção e Souza. Agradeço pelos ensinamentos, pelo incentivo, pela dedicação, pela paciência e pela amizade. Você me ensinou a ter paixão pela pesquisa.

Muitas das oportunidades que tive devo a você... Tantos trabalhos em parceria, tantas idéias compartilhadas, tantos conselhos. Meu crescimento como pesquisadora veio em grande parte da autonomia que você sempre me deu, porque acreditou na minha capacidade desde aquele dia em que pedi para entrar no seu recentemente criado grupo de pesquisa na UFPB, ao qual ajudei a batizar NEMOP.

Meus sinceros agradecimentos!

Ao professor Luiz Felipe Valandro por ter me orientado neste e em tantos outros trabalhos. Os seus conhecimentos me ajudaram a avançar como aluna, como pesquisadora e como professora que quero ser. A sua idéia de que eu fosse para Amsterdã fez uma diferença imensurável na minha vida.

Gostaria de que nossa frutífera parceria durasse por muito tempo.

Meus sinceros agradecimentos!

Ao Professor Cees Kleverlaan, por ter me recebido de braços abertos na ACTA (Amsterdã), pelos ensinamentos concedidos, pela imensa dedicação para que eu conseguisse finalizar este trabalho e tantos outros, por toda disponibilidade apesar da agenda tão cheia. A seriedade com que você trabalha, unida a toda sua descontração no dia a dia me ensinaram muito. Te agradeço imensamente!

"Ik wil haar daarvoor van harte bedanken".

A pesquisadora Renata Marques de Melo Marinho, minha coorientadora, pelos ensinamentos compartilhados e pela ajuda em diversos trabalhos em que fomos parceiras.

Muito obrigada!

AGRADECIMENTOS

"E aprendi que se depende sempre
De tanta, muita, diferente gente
Toda pessoa sempre é as marcas
Das lições diárias de outras tantas pessoas

E é tão bonito quando a gente entende
Que a gente é tanta gente onde quer que a gente vá
E é tão bonito quando a gente sente
Que nunca está sozinho por mais que pense estar”

(Caminhos do coração/ Gonzaguinha)

À Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – Instituto de
Ciência e Tecnologia - Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” –
UNESP, na pessoa de seu Diretor, Prof. Dr. Estevão Tomomitsu Kimpara.

Ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora,
Especialidade Prótese Dentária, coordenado pela Prof. Adj. Alexandre Luiz Souto
Borges.

A todos Professores do Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora pela contribuição na minha formação. Em especial aos professores Alexandre Borges e Rubens Tango por todos os ensinamentos passados nas disciplinas, desde o mestrado. Fiquem certos de que vocês fizeram uma enorme diferença na minha caminhada nesta instituição.

Aos Professores Fernando Eidi Takahashi, Alberto Noriyuki Kojima, Osvaldo Daniel Andreatta Filho e Renato Sussumu Nishioka da Disciplina de Prótese Parcial Fixa da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – UNESP, pelos ensinamentos transmitidos e pela oportunidade de participar das atividades da Disciplina de Prótese Parcial Fixa durante o mestrado.

Aos professores das disciplinas de Materiais Dentários e Prótese Total, - Alexandre Luiz Souto Borges, Paula Carolina Komori de Carvalho, Estevão Tomomitsu Kimpara, Rubens Nisie Tango, Sigmar de Mello Rode, Tarcísio José de Arruda Paes Junior, Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra - pela convivência agradável durante o período de estágio docência na disciplina de Materiais Dentários, que considero a disciplina mais importante para o Cirurgião-dentista, do ponto de vista do embasamento científico. Agradecimento especial ao Prof. Tarcísio por ter me aceito em seu PROEX e ter me ensinado tanto sobre Prótese Total.

Ao professor Lafayette Nogueira Junior pela agradável convivência nas clínicas de sexta-feira. Com seu jeito descontraído e engraçado, você me ensinou muito. Muito obrigada!

Aos secretários da Seção Técnica de Pós-Graduação - Rosemary de Fatima Salgado, Bruno Shiguemitsu Marques Tanaka, Sandra Mara Cordeiro e Ivan Oliveira Damasceno – por exercerem seu papel de maneira tão eficiente e prestativa. Obrigada pela paciência e por toda ajuda quando estive fora do Brasil.

Aos funcionários do Laboratório de Prótese Dentária, Fernando Carlos Fontes, Lilian Vilela e Marco Alfredo, pelas inúmeras vezes que me deram suporte nos trabalhos realizados na Clínica.

À funcionária do departamento de Materiais Odontológicos e Prótese, Juliane Damasceno por ser tão prestativa e querida.

Ao querido Prof. Ivan Balducci, pela atenção e pela paciência. Agradeço pela disponibilidade na realização da análise estatística deste trabalho e, mais do que isso, por ter me ensinado quase tudo o que sei sobre estatística. Nossas conversas permeadas por números, dados, bolos, cafés e questões da vida me acrescentaram muito!

À querida Professora Silvia Masae por todos os ensinamentos concedidos durante o curso de atualização da APCD/SJC. Você foi muito importante na minha trajetória como dentista. Muito Obrigada!

Aos Colegas do Curso de Atualização da APCD/SJC - Patrícia, Gabriela, Rafaela, Anna Lucia e José pelos meses de aprendizado intenso juntos. Em especial à Patrícia por todas as caronas das quintas-feiras. Torço pelo sucesso de todos!

Ao técnico do Laboratório de Materiais Odontológicos e Prótese, Marcos Vestali (*in memoriam*), por ter sido - antes de tudo - um amigo muito querido. Você sempre me ajudou em tudo o que precisei no laboratório, me deu muitos conselhos, me apresentou a filmes e musicas legais. A falta que você faz ao nosso laboratório é imensa e jamais você será substituído. Como compartilhávamos de crenças parecidas, não escrevo aqui com o pensamento de que você lerá. Apenas para ficar registrado em algum lugar o quanto foi dolorido perder seu sorriso tão precocemente.

Aos outros técnicos do Laboratório de Materiais Odontológicos e Prótese, Thais Cachuté Paradella e Márcio Eduardo Marques, por toda a ajuda e atenção. Vocês são essenciais na realização dos trabalhos nesse laboratório.

Aos funcionários da Limpeza do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese, pelo carinho e por nos possibilitar trabalhar em um ambiente sempre limpo e organizado.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo Bolsa concedida no início do curso de Doutorado e pela bolsa de Pós-Doutorado Sanduíche no Exterior (PDSE n.99999.014310/2013-09). Essa é a fundação mais importante para a ciência brasileira e me possibilitou uma das melhores experiências que poderia ter na pós-graduação, que é o período de estágio sanduíche no exterior.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo, pela Bolsa (Processo Fapesp nº 2012/05657-5) – que muito ajudou para que conseguisse realizar minhas funções de maneira adequada, me dedicando exclusivamente ao curso - e pelo Auxílio Pesquisa (Processo Fapesp nº 2011/23071-9) – que possibilitou o financiamento deste trabalho.

Ao NEMOP (Núcleo de Estudos em Materiais Odontológicos e Prótese), grupo de pesquisa da Universidade Federal da Paraíba, pelo apoio mútuo na elaboração de trabalhos científicos.

À querida amiga Flavia Zardo Trindade, por ter me acolhido em sua casa nos meus primeiros dias nesta cidade. Os anos de convivência contigo me acrescentaram muito como pessoa e como pesquisadora. Muito obrigada por tudo!

Às minhas colegas de apartamento nos primeiros anos da pós, Mayra Cardoso e Caroline Cotes Marinho, por terem me ensinado muito no período de convivência diária. Muito obrigada por tudo!

À Vanessa Cruz Macedo, pela amizade construída desde os meus primeiros dias nesta cidade.

À Anelyse Arata, pela amizade construída no dia a dia deste curso, mostrando que este curso poderia ser mais leve e descontraído. Você é uma pessoa muito especial!

À Sabrina Alves Feitosa, pela prestatividade de sempre e por também ter me acolhido nesta cidade com uma amizade verdadeira. Obrigada por ter enlouquecido junto comigo por causa dos vários alunos de iniciação científica e por ter topado iniciar um grupo de estudos com alunos da graduação. Nossos planos foram adiados por causa do período em que ficamos fora do Brasil, mas com certeza ficaram muitos ensinamentos daquelas reuniões. Muito obrigada!

Ao querido aluno Ítallo Emídio, por ter me ajudado tanto, por me dar uma das amizades mais verdadeiras, por ser esse menino de ouro, por me ouvir e me dar conselhos... Obrigada, filho!

À querida Nathália de Carvalho Ramos, pela amizade, por ser tão engraçada e falante. Você faz uma diferença tremenda nessa pós! É uma referência de seriedade no trabalho e descontração na vida! Apesar da pouca idade, me ensinou muito! Morar contigo nos últimos meses foi ótimo! Sentirei muitas saudades da nossa casinha!

À querida Rafaela Canavezi, pela amizade e por me escutar em momentos em que eu precisava desabafar e ouvir opiniões sensatas. Nossa convivência em casa foi ótima, sentirei muitas saudades!

Aos queridos Julio Nogueira Luz, Rodrigo Diniz do Prado e Eliseo Pablo Chun pela amizade super descontraída que construímos depois que voltei da Holanda. Vocês foram super importantes no meu período de readaptação. As

maiores crises de risada deste ano devo a vocês! Sentirei muitas saudades dos meus três sobrinhos!

Aos amigos gaúchos Pedro Henrique Corazza e César Bérgholi pela amizade nos primeiros anos da pós-graduação. Os incontáveis churrascos, as expressões engraçadíssimas que me ensinaram, as viagens a congressos, entre tantos outros momentos incríveis ficarão sempre em minha memória. Sentirei muitas saudades!

Às amigas gaúchas Marina Amaral e Marília Pivetta Rippe. Vocês foram muito especiais em vários momentos, sempre tão prestativas, sempre com um sorriso no rosto... Adorei trabalhar com vocês!

Ao querido Lucas Hian da Silva pela amizade e por ter me ajudado muito na adaptação à cidade nos primeiros meses. Apesar da distância atual, guardo nossa amizade com carinho.

À amiga Sarina Maciel pelas incontáveis vezes que me ajudou, pelas risadas, pela conversas sérias, por todos os ensinamentos na clínica. Você é uma pessoa muito especial!

À amiga Julia Magalhães da Costa Lima, por ser uma pessoa tão prestativa e amiga em todos os momentos. Espero que possamos trabalhar por muitos anos juntas, pois estar em sua convivência é um privilégio.

À amiga Anna Karina Figueiredo Costa pela amizade que fomos construindo passo a passo nos anos de pós. Todos os momentos contigo foram muito especiais. Sua amizade é daquelas que quero levar para a vida toda, pois apesar de nossas diferenças de pensamentos, conseguimos fazer das coisas em comum as mais importantes! Te adoro!

À amiga Carolina Martinelli, que iniciou mestrado junto comigo e me apresentou à cidade nos primeiros dias. Obrigada pela amizade que construímos, pelos conselhos, pela convivência e pela torcida!

À amiga Ana Carolina de Oliveira Souza pelas vezes em que me acolheu tão docemente em sua casa. Sempre que precisei, você esteve a postos para me ajudar. Muito obrigada por tudo!

À querida Evelyn Barbosa Dall'Acqua pelas vezes que me fez rir tanto! Tchuca, você faz falta!

Ao querido casal Alecsandro Moura e Milagros Abras Ankha pela amizade, pelos convites para acompanhar as cirurgias, pela convivência quase diária. Sentirei saudades!

Ao casal mais que especial Sâmia e Hugo Sacorage, pelas inúmeras vezes que me receberam tão bem em sua casa, por terem me possibilitado presenciar um dos casamentos mais lindos que já vi, pela amizade, pelos ensinamentos do tipo "a volta é que dói"... Muito obrigada! Sentirei saudades!

Aos amigos brasileiros que fiz na Holanda - Danilo Mildradt Dutra, Rafael Pillar, Beatriz Betti, Sara Fraga e Sara Oliveira - por terem sido, cada um do seu jeito, um pouco da minha família em Amsterdã. Os momentos que compartilhamos naquela cidade linda vão ficar para sempre guardados em meu coração. Em especial ao Danilo por, além de ser meu amigo na ACTA, durante almoços e cafés, também ser aquele cara com quem eu podia contar sempre. Agradecimentos também muito especiais à Bia por ter sido um pouco minha irmã em Amsterdã... Seu jeito extrovertido, seu desprendimento, sua garra, sua coragem de viver tudo o que há para viver me ensinaram tanto que você nem sabe! Sinto muitas saudades de todos vocês!

À querida amiga Ana Milheiro, por toda a agradável convivência diária tanto na faculdade quanto em casa. Das profundas conversas sobre o sentido da

vida até as cervejas sob o sol... Tudo foi muito especial! Todos os amigos e comidas, bebidas e lugares em Amsterdã que me apresentaste foram incríveis! Foi, é e sempre será muito bom! Você é uma amiga que quero levar para a vida toda!

À querida Ana Lourenço, por toda descontração com que leva a vida e por fazer da vida dos que estão em volta mais leve. Te espero em São Miguel do Gostoso!

I would like to thank my colleagues of the Dental Materials Lab in ACTA: Cees, Feilzer, Leontine, Jacqueline, Arie, Ana Lourenço, Ana Milheiro, Paul, Nils, Francis, Niek, Magdalena and Chen. For the pleasant moments around a microscope or a cake. Thank you, Niek de Jager, for the patience explaining my Finite Element Analysis. I also would like to thank my other colleagues in ACTA: Clarissa, Dani, Alejandra, Sepanta, Janak, Sabrina, Angela, Nermin, Josiane, Elmira, Dongyun, BJ and Sara. As someone said: "People come into your life for a reason, a season, or a lifetime". Whatever the option, you will always be in my heart.

E aos demais amigos do programa de pós-graduação – Anderson Castilho, Alexandre Alonso, Aline Lima, Aline Barcelos, Aline Firmino, Amanda Dal Piva, Ana Flávia, Dominique Toyama, Fernanda Papaiz, Gabriela Ramos, Gabriela Nishioka, Hilton Riquieri, Jéssica Santos, João Paulo, Karen Perdigão, Larissa Márcia, Leandro Santis, Ligia Yamamoto, Lisseth Patricia, Nayara Barchetta, Polyanna Silva, Regina Rocha, Tabata Sato, Vinicius Aneas, Vivian Mayumi, Lilian Anami, Susana Salazar, Paula Benetti, Humberto Lago, Priscilla Cristoforides, José Renato, Regina Amaral e Gabriel Portela pelos momentos compartilhados. Foi muito bom conhecer todos vocês!

E a todos aqueles que contribuíram de alguma forma para a realização deste trabalho.

"Ninguém ignora tudo. Ninguém sabe tudo. Todos nós sabemos alguma coisa. Todos nós ignoramos alguma coisa. Por isso aprendemos sempre."

Paulo Freire

SUMÁRIO

| | |
|---|-----------|
| RESUMO..... | 18 |
| ABSTRACT..... | 19 |
| 1 INTRODUÇÃO..... | 20 |
| 2 ARTIGO..... | 24 |
| 2.1 Artigo - Campos F, Valandro LF, Feitosa SA, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ, de Jager N, Bottino MA. A cimentação adesiva promove uma maior resistência à fadiga em coroas de zircônia? Does adhesive cementation promote higher fatigue resistance to zirconia crowns?..... | 24 |
| 3 CONSIDERAÇÕES GERAIS..... | 46 |
| 4 REFERÊNCIAS..... | 48 |
| APÊNDICE..... | 51 |
| ANEXO..... | 62 |

Campos F. Resistência à fadiga de infraestruturas de zircônia: influência da estratégia de cimentação [tese]. São José dos Campos (SP): Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2016.

RESUMO

A cimentação de coroas com infraestrutura de zircônia pode ser realizada de diversas formas, com o uso de diferentes cimentos e tratamentos de superfície. No entanto, apesar da existência de alguns estudos sobre o tema, não há um consenso na literatura sobre qual método de cimentação seria mais indicado. O objetivo do presente estudo foi verificar o efeito das diferentes estratégias de cimentação na resistência à fadiga de copings de zircônia. Foram usinados 75 pilares em resina epóxi com formato de um molar simplificado (6 mm de altura, 12 graus de inclinação, ângulos arredondados). Este pilar-padrão foi escaneado e um coping com espessura de 0,7 mm e 80 µm de espaço de cimento foi desenhado virtualmente no software do sistema CAD/CAM utilizado. A partir do desenho virtual, 75 copings de zircônia foram usinados e sinterizados de acordo com as recomendações do fabricante. Esses copings foram alocados em 5 grupos de acordo com o tratamento de superfície ou cimento utilizado: ZP - limpeza com álcool isopropílico + cimento de fosfato de zinco, PN - limpeza com álcool isopropílico + cimento resinoso (Panavia F), GL- aplicação de uma fina camada de glaze + cimento resinoso; AL - Jateamento com partículas de Al_2O_3 de 125 µm (distância=15 mm/ pressão=3 bar) + cimento resinoso; CJ- Jateamento com partículas de Al_2O_3/SiO_2 de 30 µm (distância=15 mm/ pressão=3 bar) + cimento resinoso. Após tratamento de superfície, os copings foram cimentados aos preparos, sendo aplicada uma carga de 50 N por 5 minutos. O cimento resinoso foi fotoativado por 30 s em cada face. Os espécimes foram testados até momento da fratura em uma máquina de fadiga por 10000 ciclos a cada incremento de carga (600, 800, 1000, 1200, 1400 N) com uma frequência de 1,4 Hz. O modo de falha foi avaliado por microscopia eletrônica de varredura. Foi realizada a análise de "Kaplan-Meier" seguida pelo teste de Mantel-Cox (Log Rank test) e pela comparação múltipla aos pares, todos com nível de significância de 5%. Além disso, também foi utilizada a análise de Weibull. Para a carga de fratura e número de ciclos foi detectada diferença estatística entre as estratégias de cimentação. O modo de falha predominante foi a fratura com início na interface cimento/zirconia. A análise de elementos finitos mostrou uma distribuição diferente da tensão para os dois modelos. A cimentação adesiva levou a uma maior chance de sobrevivência das coroas de zircônia.

Palavras-chave: Cerâmica. Coroas. Cimentação. Cimento de fosfato de zinco. Estresse mecânico.

Campos F. Fatigue resistance of zirconia infrastructures: influence of cementation strategy [thesis]. São José dos Campos (SP): Institute of Science and Technology, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2016.

ABSTRACT

The cementation of crowns with zirconia infrastructure can be performed in several ways, using different cements and surface treatments. However, despite the existence of some studies on the subject, there is no consensus in the literature on which cementation method would be more appropriate. The aim of this study was to investigate the effect of different cementation strategies in fatigue strength of monolithic zirconia crowns. 75 pillars were machined in epoxy resin with a molar simplified shape (6 mm height, 12 degree tilt, rounded corners). This standard-pillar was scanned and a coping with 0.7 mm of thickness and 80 μm of cement space was virtually designed on the CAD/CAM system software used. From the virtual design, 75 zirconia copings were milled and sintered according to the manufacturer's recommendations. These copings were divided into five groups according to surface treatment or cement used: FZ - cleaning with isopropyl alcohol + zinc phosphate cement, PN - cleaning with isopropyl alcohol + resin cement (Panavia F), GL - application of a thin layer of glaze + resin cement; AL - sandblasting with Al_2O_3 particles of 125 μm (distance = 15 mm / pressure = 3 bar) + resin cement; CJ - sandblasting with particles of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ of 30 μm (distance = 15 mm / pressure = 3 bar) + resin cement. After surface treatment, the copings were cemented to the pillars with a load of 50 N for 5 minutes. The resin cement was light activated for 30 seconds on each side. The specimens were tested until the moment of fracture in a fatigue machine for 10,000 cycles at each load increment (600, 800, 1000, 1200, 1400 N) at a frequency of 1.4 Hz. The failure mode was assessed by scanning electron microscope. The "Kaplan-Meier" analysis was held followed by the Mantel-Cox test (Log Rank test) and multiple comparison in pairs, all with a significance level of 5%. Furthermore, it has also used the Weibull analysis. For the load to fracture and for the number of cycles to fracture there was detected a difference among the cementation strategies. The predominant mode of failure was a fracture that initiate in the cement/zirconia layer. The FEA showed different stress distribution for the two models. The adhesive cementation approach lead to a significantly higher survival chance for zirconia crowns.

Keywords: Ceramics. Crowns. Cementation. Zinc phosphate cement. Stress, mechanical.

1 INTRODUÇÃO

As cerâmicas a base de zircônia têm a mais alta tenacidade (Christel et al., 1989) e resistência à fratura (Piconi, Maccauro, 1999) entre as cerâmicas odontológicas. Além disso, este material tem o mecanismo de tenacificação por transformação (*transformation toughening*) no qual os seus grãos passam da fase tetragonal para a fase monoclinica, associado a uma expansão volumétrica, o que previne a propagação de uma trinca (Piconi, Maccauro, 1999). A cerâmica a base de zircônia pode ser usada para confecção de infraestruturas de coroas e de próteses parciais fixas (PPFs). Mais recentemente, este material - com a adição de outros componentes ou não - tem sido também utilizado para confecção de restaurações indiretas de única camada (monolíticas) para regiões posteriores (Beuer et al., 2012).

Protocolos de cimentação não-adesivas ainda são recomendadas para restaurações confeccionadas com infraestrutura de zircônia sobre pilares que seguem os princípios de retenção e estabilidade, como pilares para coroas e próteses parciais fixas (Rosentritt et al., 2011). No entanto, quando da utilização de próteses adesivas confeccionadas em zircônia, a união com o substrato dentário é necessária. Assim, vários estudos têm sido realizados com o objetivo de melhorar essa união (Kern, 2015; Ozcan, Bernasconi, 2015; Sanli et al., 2015). Com relação aos tratamentos de superfície necessários para realização da cimentação adesiva, pode-se classificar as cerâmicas baseando-se na reatividade química ao ácido hidrofúorídrico, que varia de acordo com a microestrutura do material (Valandro et al., 2005). As cerâmicas classificadas como ácido-sensíveis sofrem degradação seletiva da matriz vítrea quando expostas a este ácido (Brentel et al., 2007). Contrariamente, os materiais cristalinos, sem presença de fase vítrea, como a zircônia, não sofrem degradação de suas estruturas quando expostas ao ácido hidrofúorídrico. Assim, são classificadas como ácido-resistentes. Conseqüentemente, a adesão das cerâmicas à base de zircônia ao substrato

dentário, intermediada pelo cimento resinoso, é um ponto crítico do sistema (Ozcan, Bernasconi, 2015).

Neste sentido, diversos tratamentos tem sido utilizados para melhorar a união entre zircônia e cimento resinoso, entre eles o jateamento com partículas de óxido de alumínio (de Castro et al., 2012) e a silicatização com partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica (Ozcan, 2002). O jateamento com partículas de óxido de alumínio cria microrretenções na superfície de cimentação que promovem a união micromecânica ao cimento resinoso (de Castro et al., 2012). O jateamento com partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica origina uma superfície mais microrretentiva devido à sílica aderida, a qual promove a união química entre zircônia e cimento resinoso, intermediada pelo silano (Ozcan, 2002; Ozcan, Bernasconi, 2015; Sarmiento et al., 2014).

No entanto, durante o jateamento, ocorre também a indução de microfalhas na superfície tratada e conseqüentemente a transformação reversa de fase da zircônia de tetragonal para monoclinica (Zhang et al., 2006). Esta transformação de fase cria uma zona de tensão compressiva, resultante do aumento dos grãos da zircônia (Kosmac et al., 1999). Em alguns estudos foi observada uma redução da resistência à fratura do material que decorreria do aumento do número dos grãos monoclinicos e da tensão gerada nas microfalhas criadas pelo jateamento (Curtis et al., 2006; Zhang et al., 2004). Entretanto, outros estudos mostraram que o jateamento com partículas de alumina revestida por sílica de 30 µm pode não promover efeito deletério no comportamento mecânico de cerâmicas de Y-TZP (Cattani-Lorente et al., 2011; Scherrer et al., 2011).

Em contraponto aos tratamentos de superfície baseados em jateamento de partícula sobre a superfície da zircônia, outras técnicas têm sido estudadas, entre elas estão a aplicação de uma camada de *glaze* (Vanderlei et al., 2014) e a utilização de primers e cimentos com monômeros fosfatados (10-metacrilóiloxidecil diidro-genofosfato - MDP) (Amaral et al., 2014; Ozcan, Bernasconi, 2015; Pereira et al., 2015). A fina camada de glaze aplicada sobre a superfície de cimentação da restauração, após condicionamento ácido, resulta em uma superfície com maior microrretenção ao cimento resinoso (Bottino et al., 2014; Vanderlei et al., 2014). Os *primers* com monômeros fosfatados promovem uma união química entre

os óxidos presentes no substrato e os compósitos resinosos (Amaral et al., 2014; Kim et al., 2011; Maeda et al., 2014). Assim como os cimentos que contêm monômeros fosfatados, os quais também têm mostrado resultados promissores (Ozcan, Bernasconi, 2015).

A cimentação com cimentos resinosos não é importante apenas pelo fato de melhorar a união com o substrato dentário, pois leva também a menor microinfiltração (Yuksel, Zaimoglu, 2011). No caso das restaurações em zircônia, alguns estudos afirmam que a alta resistência à fratura deste material seria capaz de suportar as forças oclusais, não importando qual cimento seja utilizado (Rosentritt et al., 2011; Zesewitz et al., 2014). Por este motivo e também pela retenção alcançada, como já citado, o cimento de fosfato de zinco ainda é indicado para cimentação de restaurações de zircônia (Rosentritt et al., 2011). De fato, os danos superficiais - como lascamento e delaminação - são os mais comuns em restaurações de duas camadas (Rekow et al., 2011; Sailer et al., 2015). No entanto, fraturas da infraestrutura também têm sido reportadas (Cehreli et al., 2009; Sagirkaya et al., 2012; Sailer et al., 2015).

Neste sentido, estudos *in-vitro* com ensaios monotônicos podem não ser os melhores para simular o comportamento mecânico de coroas confeccionadas em zircônia submetidas às cargas da mastigação, pois - apesar de serem mais rápidos - não têm a capacidade de prever a sobrevida da restauração. Em ambiente oral, as falhas serão provocadas pela fadiga do material, ou seja, originam-se pelo aumento de defeitos intrínsecos causados pelo dano acumulado (Kelly, 1999). Conseqüentemente, ensaios que levem as coroas cerâmicas à falha por fadiga têm mostrado maior relevância em estudos *in-vitro* (Corazza et al., 2015). Nestes ensaios, as coroas são carregadas na face oclusal com cargas maiores que as fisiológicas para acelerar a ocorrência de falha, sem - contudo - causar uma falha precoce. Dentre as metodologias utilizadas para ensaios de fadiga, o método do incremento de carga passo-a-passo (Stepwise) - em que cargas cada vez maiores são aplicadas sobre os espécimes durante determinado número de ciclos - pode ser utilizado para coroas de zircônia (Anami et al., 2016).

Uma vez que restaurações indiretas são sistemas mecânicos complexos, incluindo a coroa cerâmica (com uma ou duas camadas), o cimento e o

dente, todos os componentes e a relação entre eles quando submetidos a cargas cíclicas são importantes. Assim, diferentes tratamentos da superfície interna de coroas de zircônia podem afetar sua resistência à fadiga. Portanto, o objetivo do presente estudo foi investigar a influência de diferentes estratégias de cimentação na resistência à fadiga de coroas de zircônia.

2 ARTIGO

2.1 Artigo - Campos F, Valandro LF, Feitosa SA, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ, de Jager N, Bottino MA. A cimentação adesiva promove uma maior resistência à fadiga em coroas de zircônia? *Does adhesive cementation promote higher fatigue resistance to zirconia crowns?**

RESUMO

O objetivo do presente estudo foi verificar o efeito das diferentes estratégias de cimentação na resistência à fadiga de coroas monolíticas de zircônia. Foram usinados 75 pilares em resina epóxi com formato de um molar simplificado (6 mm de altura, 12 graus de inclinação, ângulos arredondados). Este pilar-padrão foi escaneado e um coping com espessura de 0,7 mm e 80 µm de espaço de cimento foi desenhado virtualmente no software do sistema CAD/CAM utilizado. A partir do desenho virtual, 75 copings de zircônia foram usinados e sinterizados de acordo com as recomendações do fabricante. Esses copings foram alocados em 5 grupos de acordo com o tratamento de superfície ou cimento utilizado: FZ - limpeza com álcool isopropílico + cimento de fosfato de zinco, PN - limpeza com álcool isopropílico + cimento resinoso (Panavia F2.0), GL- aplicação de uma fina camada de glaze + cimento resinoso; AL - Jateamento com partículas de Al₂O₃ de 125 µm (distância=15 mm/ pressão=3 bar) + cimento resinoso; CJ- Jateamento com partículas de Al₂O₃/SiO₂ de 30 µm (distância=15 mm/ pressão=3 bar) + cimento resinoso. Após tratamento de superfície, os copings foram cimentados aos preparos, sendo aplicada uma carga de 50 N por 5 minutos. O cimento resinoso foi fotoativado por 30 s em cada face. Os espécimes foram testados até momento da fratura em uma máquina de fadiga por 10000 ciclos a cada incremento de carga (600, 800, 1000, 1200, 1400 N) com uma frequência de 1,4 Hz. Foi usada a análise de elementos finitos para verificar as diferenças de distribuição de tensão entre os modelos colados e não-colados. O modo de falha foi avaliado por microscopia eletrônica de varredura. Foi realizada a análise de “Kaplan-Meier” seguida pelo teste de Mantel-Cox (Log Rank test) e pela comparação múltipla aos pares, todos com nível de significância de 5%. Além disso, também foi utilizada a análise de Weibull. O grupo CJ obteve os maiores valores de carga de fratura (1200 N), seguido pelo PN (1026 N), AL (1026 N) e GL (1013 N), enquanto o grupo ZP obteve o menor valor (706 N). Os grupos cimentados adesivamente (CJ, AL, PN e GL) necessitaram de um número maior de ciclos do que o grupo ZP para a falha. Os módulos de Weibull dos grupos foram diferentes quando se considerou o número de ciclos para falhas (CJ>AL=GL=PN>ZP). O modo de falha predominante foi uma fratura com início na interface cimento/zircônia. A análise de elementos finitos mostrou diferenças na distribuição da tensão entre os dois

*Artigo elaborado de acordo com as normas do Periódico Operative Dentistry (Online version ISSN 1559-2863). Submetido em: 01/01/2016.

modelos. A cimentação adesiva levou a uma maior chance de sobrevivência das coroas de zircônia.

Palavras-chave: Cerâmica. Coroas. Cimentação. Cimento de Fosfato de Zinco. Estresse Mecânico.

Does adhesive cementation promote higher fatigue resistance to zirconia crowns?

Fernanda Campos, Luiz Felipe Valandro, Sabrina Alves Feitosa,, Cornelis Johannes Kleverlaan, Albert J. Feilzer, Niek de Jager, Marco Antonio Bottino

Objective. The aim of this study was to investigate the influence of the cementation strategy on the fatigue resistance of zirconia crowns. The null hypothesis was that the cementation strategy would not affect the fatigue resistance of the crowns. Material and methods. Seventy-five simplified molar tooth crown preparations were machined in glass-fiber-filled epoxy resin. Zirconia crowns were designed (thickness = 0.7 mm), milled by CAD/CAM and sintered, as recommended. The crowns were cemented onto the resin preparations using five cementation strategies (n= 15): ZP – luting with zinc phosphate cement, PN – luting with Panavia F resin cement, AL – air-particles abrasion with alumina particles (125 µm) as crown inner surface pre-treatment + Panavia F, CJ – Tribochemical silica coating as zirconia pre-treatment + Panavia F, GL – application of a thin-layer of porcelain glaze followed by etching with hydrofluoric acid and silanization as zirconia pre-treatment + Panavia F. The resin cement was activated for 30 s, each face. The specimens were tested until fracture in a stepwise stress fatigue test (10,000 cycles in each step, 600 to 1400 N, frequency of 1.4 Hz). The Finite Element Analysis was used to verify the differences between the bonded and non-bonded models. The mode of failure was analyzed by stereomicroscope and SEM. Data were analyzed by Kaplan-Meier and Mantel-Cox (Log Rank) tests and a pairwise comparison ($P < 0.05$), and by Weibull analysis. Results. The CJ group had the highest load mean value for failure (1200 N), followed by PN (1026 N), AL (1026 N) and GL (1013 N) groups, while the ZP group had the lowest mean value (706 N). The adhesively cemented groups (CJ, AL, PN and GL) needed higher number of cycles for failure than the group ZP. The groups' Weibull moduli were different, considering the number of cycles for failure data ($CJ > AL = GL = PN > ZP$). The predominant mode of failure was a fracture that initiated in the cement/zirconia layer. FEA showed different stress distribution for the two models. Conclusion: The adhesive cementation approach leads to a significantly higher fatigue resistance for zirconia crowns.

Keywords: Ceramics. Crowns. Cementation. Zinc Phosphate Cement. Stress, Mechanical.

Introduction

Nowadays, among dental ceramics, the zirconia has the highest fracture toughness¹ and flexural strength.² In addition, this material has the “toughening transformation” mechanism, in which its grains turn from tetragonal to monoclinic phase, with volumetric expansion, to prevent the crack propagation.² Therefore, this material can be used for crown infrastructure and fixed partial dentures (FPD). Most recently, this material has also been used for posterior regions full-contour indirect restorations, so that chipping failures – which are the most found failure type in veneered crowns³ – do not occur.⁴

The zirconia is a crystalline material which cannot be etched by hydrofluoric acid (at low concentrations) as the glass-based ceramics.⁵ Thus, the adhesion between the tooth and the zirconia crown is a critical point. Hence, several surface treatments have been proposed to improve the resin-bonding to zirconia: air-particle abrasion with alumina or alumina coated with silica particles (tribochemical silica coating)^{6,7}, application of an etchable glaze layer^{8,9}, use of MDP-based primers^{10,11}, plasma deposition of silica films¹² and many others. In addition, the use of MDP-based resin cements has been indicated.¹³ However, a recent literature review stated that the resin-bonding to zirconia is no more a drawback of this material, since the cementation strategies – with surface mechanical treatments and chemical approaches – which has been applied to improve this bonding interface seem to be reliable.¹⁴

Besides the retention, the luting with resin cement leads to less microleakage¹⁵ and, in glass-ceramics restorations, to incomplete fractures¹⁶. Despite that, the non-adhesive cementation strategies are still recommended for more retentive zirconia preparations, such as crowns and FPDs¹⁷. The hypothesis that the high fracture strength of the zirconia could support the entire restoration, no matter which cement is used, guides this recommendation¹⁷. Indeed, the surface damage is more common in bilayer restorations¹⁸. However, the complete fracture of zirconia crowns has been reported^{19,20}. Moreover, as the restoration is a complex mechanical system including the ceramic bilayer crown, the cement and the tooth, all the components and the interaction between them are important. The question is: how

does Y-TZP crowns behave in terms of fatigue resistance when different cementation approaches are used?

Therefore, the aim of this study was to investigate the influence of the cementation strategy on the fatigue resistance of zirconia crowns. The null hypothesis was that the cementation strategy would not affect the fatigue resistance of the crowns.

Methods and materials

Prosthetic preparation and zirconia crowns' production

A simplified posterior full-crown preparation (6 mm high, large chamfer finishing line, 12 degrees of convergence of the walls) was designed and seventy-five replicas were machined in glass-fiber-filled epoxy resin. This epoxy resin has an elastic behavior similar to human dentin²¹ (National Electrical Manufacturers Association [NEMA] grade G10, Accurate Plastics, New York, NY, USA).

A preparation model was firstly scanned with a laboratory scanner (inEos Blue, Sirona Dental, Bensheim, Germany). The framework was virtually designed and machined from zirconia blocks (Vita InCeram 2000 YZ, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany) using a CAD/CAM system (Cerec MC XL, Sirona Dental, Bensheim, Germany) with 80 µm of cement space. After the sintering process (ZYrcomat T, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany), the crowns achieved the final thickness of 0.5 mm for the circumferential and 0.7 for the occlusal wall.

Luting procedures

The crowns were cleaned with ethanol before the respective surface treatments and allocated into five groups, according to the cementation strategy:

Group ZP – no zirconia surface treatment + zinc phosphate cement.

Group PN – no zirconia surface treatment + resin cement.

Group AL – air-particles abrasion with alumina particles (125 µm) + resin cement. The crowns were air-particle abraded (Rocatector delta, 3M ESPE AG,

Seefeld, Germany) with alumina particles (Alublast 125 μm , Elephant Dental B.V., The Netherlands) with 3 bar of pressure during 15 s and with 15 mm of distance.

Group CJ – air-particle abrasion with alumina coated with silica particles (30 μm) + silane + resin cement. The crowns were air-particle abraded as in the AL group, with the alumina coated by silica particles (CojetSand, 3M ESPE, Seefeld, Germany).

Group GL – application of a glaze layer + etching with hydrofluoric acid + silane + resin cement. A thin layer of glaze ceramic (Vita Akzent, Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Germany) was applied on the crowns fit surface with a brush and then, cured according to the manufacturer's recommendation. This glaze layer was etched with hydrofluoric acid at 9 % for 1 minute and silanized.

For the ZP, the preparations were ultrasonically cleaned in distilled water for 5 min before the cementation process. For the other groups, the surface preparations were treated with hydrofluoric acid at 9 % for 1 minute, rinsed with distilled water, ultrasonically cleaned in distilled water for 5 minutes and air dried. A silane layer (Clearfil Porcelain Bond Activator + Clearfil SE Bond Primer, Kuraray Medical, Tokyo, Japan) was applied on the preparation with a microbrush, followed by a gentle air stream. The adhesive system (ED primer, Kuraray Medical, Tokyo, Japan) was applied, followed by a gentle air stream, after 60 seconds.

For ZP, the zinc phosphate cement was mixed and applied according to the manufacturer's instructions. For the other groups, a dual-activated resin cement was mixed for 20 seconds and placed in the internal surface of each crown. These crowns were placed on the preparations and a constant load of 50 N was applied during photo-activation (Astralis 10, Ivoclar Vivadent AG, Liechtenstein, Austria) of each face for 30 seconds. The cemented crowns were then stored in distilled water for 1 – 7 days at 37°C.

Stepwise stress testing

The cemented crowns were tested until failure occurrence in a stepwise stress fatigue test. In each step of 10,000 cycles, a load of 600 to 1400 N (200 N of increment) was applied, with a frequency of 1.4 Hz, in an aqueous

environment (Fatigue Tester, ACTA, the Netherlands). The load was applied by means of a stainless steel piston-ball of 40 mm in diameter.

Fracture analysis

After fracture occurrence, the specimens were analyzed by stereomicroscopy (Olympus, Shinjuku, Tokyo, Japan) at a magnification of up to 100x. The specimens with the most significant failures were ultrasonically cleaned in isopropyl alcohol for 10 minutes, gold-sputtered, and subjected to scanning electron microscopy (SEM, XL 20, FEI Company, GG Eindhoven, The Netherlands).

Finite element analysis

The Finite Element Analysis (FEA) of the abutment with crown specimens was performed to evaluate the failure load values. Two models were made; in the first model, the bonding between the cement layer and the crown was supposedly strong enough to resist the shear stress in the cement layer/ crown interface (model 1). In the second model, the surface in the interface between the preparation and the crown was modeled for contact surface purposes with a friction coefficient of 0.45 (model 2). Since the models are symmetric in two directions, a quarter FEA model was prepared in order to facilitate the boundary conditions using symmetry, with the nodes in the centric planes allowed sliding in the surface only. The FEA model was created using FEMAP software (FEMAP 10.1.1; Siemens PLM software, Plano, Texas, USA), while the analysis was carried out with NX Nastran software (NX Nastran; Siemens PLM Software, Plano, Texas, USA). The models consisted of 13,952 parabolic tetrahedron solid elements. For both models, calculations were made with the PN and ZP cement layers. For the properties of the used materials, please refer to Table 4. The nodes at the bottom of the abutment were fixed so that no movement was allowed in any direction. The crown was loaded on the nodes in the centre of the occlusal surface simulating the plastic deformation of the occlusal surface caused by the loading ball (radius of 20 mm). The calculations considered a load of 300 N.

Statistical analysis

Data were analyzed with the application of Kaplan-Meier and Mantel-Cox (Log Rank) tests and a pairwise comparison ($P < 0.05$) (SPSS version 21, IBM, Chicago, Illinois, USA). Data were also examined using a Weibull analysis with two softwares (Minitab 17, State College, PA, USA and Weibull++ 9, Reliasoft, Tucson, AZ, USA). For the Minitab 17 software, the Weibull parameters (shape and scale) were calculated in the Maximum Likelihood Estimation method (MLE) and the correlation coefficients were calculated in the Least Squares Estimation method (LSE).

RESULTS

For the fracture load, a difference among the cementation strategies was detected (Mantel-Cox Log-Rank test, $X^2 = 56.50$, $p = 0.000 < 0.05$) (table 1). The CJ presented the higher fracture load values, followed other cementation adhesive strategies. Apart from it, for the number of cycles to fracture, a difference was also detected (Mantel-Cox Log-Rank test, $X^2 = 92.34$, $p = 0.000 < 0.05$) (table 1). In this case, all the adhesively cemented groups (CJ, AL, PN and GL) needed higher number of cycles for fracture occurrence than ZP group, non-adhesively cemented.

Figure 1 shows the survival curves according to the steps of load and number of cycles until failure. Table 2 summarizes the mean fracture loads and number of cycles until failure, calculated from the survival curves.

Figure 2 shows the Weibull curves for the experimental groups. The Weibull parameters are described in table 3. For the load to failure values, there is no difference in the Weibull's modulus values or shape among the groups ($p = 0.031$). On the other hand, there is statistical difference of Weibull's modulus values among the groups according the number of cycles to failure ($p = 0.007$).

Contour plots of the groups with 95% of bilateral interval confidence are presented in figure 3. The β values were higher than 1 (PN = 3.7; ZP = 1.8; GL = 3.9; AL = 4.4; CJ = 5.9), indicating that failures occurred by fatigue in all groups.

The predominant mode of failure was a fracture that initiate in the cement/zirconia layer (Figure 4).

FEA is represented in figure 5 and the stress values are shown in Table 4.

DISCUSSION

The present study demonstrated that the cementation strategy affects fatigue resistance of zirconia-based crowns. Consequently, the null hypothesis was rejected, since the fatigue experiment showed that adhesively cemented crowns had higher survival rates than non-adhesively ones. The FEA also confirmed these findings, as the stress distribution was different for bonded and non-bonded designed crowns.

For porcelain-based crowns, it is known that the use of resin cements may increase the fracture resistance, by means of blunting the defects of the ceramic restorations.^{26,27} However, for alumina-, zirconia- and lithium disilicate-based crowns, it is not clear if the luting adhesive enhances their mechanical properties, since some studies state that there is no influence^{17,28,29} while others show some influence.^{30,31} A recent study³¹ suggested that, for veneered zirconia crowns, the cementation surface treatment (with sandblasting, glazing or tribochemical silica coating) did not affect the fatigue resistance. However, the results of the cited study showed better performance for the groups cemented without previous surface treatment and with MDP-based resin cement. As this study³¹ was carried out to produce veneering failures, like chipping, it was necessary to develop a study in which the failure of the zirconia layer would be assessed. The present study was designed with this purpose, and directed failures to the cementation region. In fact, the fractographic analysis showed that the fractures initiated on the interface between the cement and the zirconia, underneath the load application point (Figure 4).

The cementation strategies used in this study were in accordance with several bond strength studies^{14,32-34}, in which different surface treatments - such as sandblasting of alumina or alumina coated with silica particles (tribochemical silica coating), and glaze layer application (ceramic coating) - and luting agents (zinc

phosphate cement or resin cement with MDP) were used to promote the retention of zirconia-based restorations to the tooth substrate. Although the zinc phosphate cement does not produce chemical bonding to zirconia, it is still indicated for cementation of restorations with larger adherence areas available – such as crowns - due to their retention ability.^{35,36} For this reason, this cement was used with the control group of this study. Although the application of a glaze layer in the intaglio surface before cementation of zirconia has been reported as an efficient treatment for bond strength improvement between zirconia and resin cement^{8,9}, according to Yener³⁷, this technique may lead to lower fracture strength results. In the present study, the GL group showed similar results compared to the adhesively cemented groups.

The adhesive cementation with sandblasting of alumina particles has been done for zirconia due to the promotion of a more retentive surface by the creation of a rougher topography.⁶ Since some studies affirm this surface treatment could damage the zirconia's mechanical properties³⁸, mainly with the use of larger alumina particles, in the present study, large alumina particles (125 µm) were used to simulate the worst possible scenario. However, even with this particle size, the AL group did not behave inferiorly if compared to the others groups. Probably, the combination with resin cement with MDP maintained the bond strength to zirconia and, consequently, the system behaved as a bonded crown. Similarly, the silicatization approaching - which left some silica adhering to the zirconia surface by a tribochemical reaction - is the best treatment to improve the bond strength between zirconia ceramic and resin cement^{39,40}, the system acted as a bonded crown in the CJ group. However, as the CJ specimens survived for more cycles in the higher load and presented the highest Weibull moduli. It is possible to state that this adhesive luting combination (tribochemical silica coating and resin cement with MDP) seems to be the more reliable cementation strategy.

Even though the origin of fracture of all crowns was in the bonding interface, the macroscopic failure mode was different among the groups. Most fragments of the groups adhesively cemented remained bonded to the resin abutment, while the fragments of non-adhesively cemented group (ZP) were detached. This showed that the cementation strategies were simulated by FEA under

closely realistic conditions, whereas the retention condition without chemical bonding (zinc phosphate cement) was applied as a non-bonded interface area with a friction coefficient of 0.45, resulting in an area with some friction, values of which may range between 0 (no friction) and 1 (without movement).

Considering that long periods of underwater storage may lead to lower bond strength, the resin cement elastic moduli reduction and changes in the stress distribution in the crowns/cement/tooth complex⁴¹, the short storage period is a limitation of the present study.

CONCLUSIONS

The adhesive cementation approach leads to a significantly higher fatigue resistance for zirconia crowns.

REFERENCES

1. Christel P, Meunier A, Heller M, Torre JP & Peille CN (1989) Mechanical properties and short-term in-vivo evaluation of yttrium-oxide-partially-stabilized zirconia *J Biomed Mater Res* **23(1)** 45-61.
2. Piconi C & Maccauro G (1999) Zirconia as a ceramic biomaterial *Biomaterials* **20(1)** 1-25.
3. Sailer I, Gottnerb J, Kanelb S & Hammerle CH (2009) Randomized controlled clinical trial of zirconia-ceramic and metal-ceramic posterior fixed dental prostheses: a 3-year follow-up *Int J Prosthodont* **22(6)** 553-560.
4. Beuer F, Stimmelmayer M, Gueth JF, Edelhoff D & Naumann M (2012) In vitro performance of full-contour zirconia single crowns *Dent Mater* **28(4)** 449-456.
5. Brentel AS, Ozcan M, Valandro LF, Alarca LG, Amaral R & Bottino MA (2007) Microtensile bond strength of a resin cement to feldspathic ceramic after different

etching and silanization regimens in dry and aged conditions *Dent Mater* **23(11)** 1323-1331.

6. de Castro HL, Corazza PH, Paes-Junior Tde A & Della Bona A (2012) Influence of Y-TZP ceramic treatment and different resin cements on bond strength to dentin *Dent Mater* **28(11)** 1191-1197.

7. Sarmiento HR, Campos F, Sousa RS, Machado JPB, Souza ROA, Bottino MA & Ozcan M (2014) Influence of air-particle deposition protocols on the surface topography and adhesion of resin cement to zirconia *Acta Odontol Scand* **72(5)** 346-353.

8. Ntala P, Chen X, Niggli J & Cattell M (2010) Development and testing of multi-phase glazes for adhesive bonding to zirconia substrates *J Dent* **38(10)** 773-781.

9. Vanderlei A, Bottino MA & Valandro LF (2014) Evaluation of resin bond strength to yttria-stabilized tetragonal zirconia and framework marginal fit: comparison of different surface conditionings *Oper Dent* **39(1)** 50-63.

10. Amaral M, Belli R, Cesar PF, Valandro LF, Petschelt A & Lohbauer U (2014) The potential of novel primers and universal adhesives to bond to zirconia *J Dent* **42(1)** 90-98.

11. Pereira LL, Campos F, Dal Piva AM, Gondim LD, Souza RO & Ozcan M (2015) Can application of universal primers alone be a substitute for airborne-particle abrasion to improve adhesion of resin cement to zirconia? *J Adhes Dent* **17(2)** 169-174.

12. Queiroz JRC, Massi M, Nogueira L, Sobrinho ASD, Bottino MA & Ozcan M (2013) Silica-based Nano-coating on Zirconia Surfaces Using Reactive Magnetron Sputtering: Effect on Chemical Adhesion of Resin Cements *Journal of Adhesive Dentistry* **15(2)** 151-159.

13. Ozcan M & Bernasconi M (2015) Adhesion to Zirconia Used for Dental Restorations: A Systematic Review and Meta-Analysis *Journal of Adhesive Dentistry* **17(1)** 7-26.

14. Kern M (2015) Bonding to oxide ceramics-laboratory testing versus clinical outcome *Dent Mater* **31(1)** 8-14.
15. BM AL-M, Razak AA & Abu-Hassan MI (2008) Evaluation of load at fracture of Procera AllCeram copings using different luting cements *J Prosthodont* **17(2)** 120-124.
16. Bindl A, Luthy H & Mormann WH (2006) Strength and fracture pattern of monolithic CAD/CAM-generated posterior crowns *Dent Mater* **22(1)** 29-36.
17. Rosentritt M, Hmaidouch R, Behr M, Handel G & Schneider-Feyrer S (2011) Fracture resistance of zirconia FPDs with adhesive bonding versus conventional cementation *Int J Prosthodont* **24(2)** 168-171.
18. Rekow ED, Silva NR, Coelho PG, Zhang Y, Guess P & Thompson VP (2011) Performance of dental ceramics: challenges for improvements *J Dent Res* **90(8)** 937-952.
19. Cehreli MC, Kokat AM & Akca K (2009) CAD/CAM Zirconia vs. slip-cast glass-infiltrated Alumina/Zirconia all-ceramic crowns: 2-year results of a randomized controlled clinical trial *J Appl Oral Sci* **17(1)** 49-55.
20. Sagirkaya E, Arikan S, Sadik B, Kara C, Karasoy D & Cehreli M (2012) A randomized, prospective, open-ended clinical trial of zirconia fixed partial dentures on teeth and implants: interim results *Int J Prosthodont* **25(3)** 221-231.
21. Kelly JR, Rungruanganunt P, Hunter B & Vailati F (2010) Development of a clinically validated bulk failure test for ceramic crowns *J Prosthet Dent* **104(4)** 228-238.
22. Borba M, de Araujo MD, de Lima E, Yoshimura HN, Cesar PF, Griggs JA & Della Bona A (2011) Flexural strength and failure modes of layered ceramic structures *Dent Mater* **27(12)** 1259-1266.
23. Nakamura T, Wakabayashi K, Kinuta S, Nishida H, Miyamae M & Yatani H (2010) Mechanical properties of new self-adhesive resin-based cement *J Prosthodont Res* **54(2)** 59-64.

24. Rekow ED, Harsono M, Janal M, Thompson VP & Zhang G (2006) Factorial analysis of variables influencing stress in all-ceramic crowns *Dent Mater* **22(2)** 125-132.
25. Yi YJ & Kelly JR (2008) Effect of occlusal contact size on interfacial stresses and failure of a bonded ceramic: FEA and monotonic loading analyses *Dent Mater* **24(3)** 403-409.
26. Leevailoj C, Platt JA, Cochran MA & Moore BK (1998) In vitro study of fracture incidence and compressive fracture load of all-ceramic crowns cemented with resin-modified glass ionomer and other luting agents *J Prosthet Dent* **80(6)** 699-707.
27. May LG, Kelly JR, Bottino MA & Hill T (2012) Effects of cement thickness and bonding on the failure loads of CAD/CAM ceramic crowns: multi-physics FEA modeling and monotonic testing *Dent Mater* **28(8)** e99-109.
28. Al-Wahadni AM, Hussey DL, Grey N & Hatamleh MM (2009) Fracture resistance of aluminium oxide and lithium disilicate-based crowns using different luting cements: an in vitro study *J Contemp Dent Pract* **10(2)** 51-58.
29. Stawarczyk B, Beuer F, Ender A, Roos M, Edelhoff D & Wimmer T (2013) Influence of cementation and cement type on the fracture load testing methodology of anterior crowns made of different materials *Dent Mater J* **32(6)** 888-895.
30. Borges GA, Caldas D, Taskonak B, Yan J, Sobrinho LC & de Oliveira WJ (2009) Fracture loads of all-ceramic crowns under wet and dry fatigue conditions *J Prosthodont* **18(8)** 649-655.
31. Anami LC, Lima J, Valandro LF, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ & Bottino MA (2016) Fatigue Resistance of Y-TZP/Porcelain Crowns is Not Influenced by the Conditioning of the Intaglio Surface *Oper Dent*.
32. Inokoshi M, De Munck J, Minakuchi S & Van Meerbeek B (2014) Meta-analysis of bonding effectiveness to zirconia ceramics *J Dent Res* **93(4)** 329-334.

33. Alves M, Campos F, Bergoli CD, Bottino MA, Ozcan M & Souza R (2015) Effect of Adhesive Cementation Strategies on the Bonding of Y-TZP to Human Dentin *Oper Dent*.
34. Ozcan M & Bernasconi M (2015) Adhesion to zirconia used for dental restorations: a systematic review and meta-analysis *J Adhes Dent* **17(1)** 7-26.
35. Palacios RP, Johnson GH, Phillips KM & Raigrodski AJ (2006) Retention of zirconium oxide ceramic crowns with three types of cement *J Prosthet Dent* **96(2)** 104-114.
36. Derand T, Molin M, Kleven E, Haag P & Karlsson S (2008) Bond strength of luting materials to ceramic crowns after different surface treatments *Eur J Prosthodont Restor Dent* **16(1)** 35-38.
37. Yener ES, Ozcan M & Kazazoglu E (2011) The effect of glazing on the biaxial flexural strength of different zirconia core materials *Acta Odontol Latinoam* **24(2)** 133-140.
38. Sato H, Yamada K, Pezzotti G, Nawa M & Ban S (2008) Mechanical properties of dental zirconia ceramics changed with sandblasting and heat treatment *Dent Mater J* **27(3)** 408-414.
39. Kim BK, Bae HE, Shim JS & Lee KW (2005) The influence of ceramic surface treatments on the tensile bond strength of composite resin to all-ceramic coping materials *J Prosthet Dent* **94(4)** 357-362.
40. Valandro LF, Ozcan M, Bottino MC, Bottino MA, Scotti R & Bona AD (2006) Bond strength of a resin cement to high-alumina and zirconia-reinforced ceramics: the effect of surface conditioning *J Adhes Dent* **8(3)** 175-181.
41. Lu C, Wang R, Mao S, Arola D & Zhang D (2013) Reduction of load-bearing capacity of all-ceramic crowns due to cement aging *J Mech Behav Biomed Mater* **17** 56-65.

Table 1 Loads and number of cycles for failure for the experimental groups.

| Groups | Load (N) | | | | Number of cycles | | | |
|--------|-------------------|---------------|-------------------------|-------|--------------------|---------------|-------------------------|-------|
| | Mean | Std. Error | 95% Confidence Interval | | Mean | Std. Error | 95% Confidence Interval | |
| | | | Lower | Upper | | | Lower | Upper |
| | | | Bound | Bound | | | Bound | Bound |
| PN | 1026 ^B | 47 | 934 | 1119 | 26474 ^a | 2275 | 22014 | 30934 |
| ZP | 706 ^C | 33 | 641 | 771 | 9376 ^b | 1240 | 6945 | 11808 |
| GL | 1013 ^B | 41 | 932 | 1094 | 24319 ^a | 1870 | 20653 | 27985 |
| AL | 1026 ^B | 38 | 951 | 1101 | 25788 ^a | 1746 | 22364 | 29212 |
| CJ | 1200 ^A | 33 | 1133 | 1266 | 32532 ^a | 1745 | 29110 | 35953 |

Obs.: The same uppercase letters denote no significant statistical difference. The same lowercase letters denote no significant statistical difference.

Table 2 Survival rates (probability that the specimens have to exceed the respective load or number of cycles without failure) for the experimental groups.

| Group | Load (N) | | | | | Number of cycles* | | | | |
|-----------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|-------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|
| | 600 | 800 | 1000 | 1200 | 1400 | 3500 | 12000 | 22000 | 32000 | 40560 |
| PN | 0.933 (0.064) | 0.800 (0.103) | 0.400 (0.126) | 0.000 (0.000) | 0.000 (0.000) | 1 | 0.867 (0.088) | 0.733 (0.114) | 0.333 (0.122) | 0.000 (0.000) |
| ZP | 0.467 (0.129) | 0.067 (0.064) | 0.000 (0.000) | 0.000 (0.000) | 0.000 (0.000) | 0.933 (0.064) | 0.133 (0.088) | 0.000 (0.000) | 0.000 (0.000) | 0.000 (0.000) |
| GL | 1 | 0.733 (0.114) | 0.333 (0.122) | 0.000 (0.000) | 0.000 (0.000) | 1 | 0.933 (0.064) | 0.060 (0.126) | 0.067 (0.064) | 0.000 (0.000) |
| AL | 1 | 0.800 (0.103) | 0.333 (0.122) | 0.000 (0.000) | 0.000 (0.000) | 1 | 0.933 (0.064) | 0.667 (0.122) | 0.200 (0.103) | 0.000 (0.000) |
| CJ | 1 | 1 | 0.800 (0.103) | 0.200 (0.103) | 0.000 (0.000) | 1 | 1 | 0.867 (0.088) | 0.600 (0.126) | 0.670 (0.640) |

*These numbers of cycles are approximated.

Table 3 Weibull parameters with their 95% confidence intervals (MLE) and correlation coefficient (LSE).

| Group | Load | | | Number of cycles | | |
|-----------|-----------------------------------|-----------------------|----------------|----------------------------------|--------------------------|----------------|
| | Shape (CI) | Scale (CI) | R ² | Shape (CI) | Scale (CI) | R ² |
| PN | 7.6 ^A (4.9 - 11.6) | 1079 (1023 - 1176) | 0.94 | 3.7 ^{ab} (2.4 - 5.9) | 29293 (25514 - 33631) | 0.93 |
| ZP | 5.7 ^A (4.0 - 8.3) | 760 (692 - 834) | 0.80 | 2.1 ^b (1.4 - 3.1) | 10629 (8284 - 13637) | 0.97 |
| GL | 7.6 ^A (5.1 - 11.5) | 1079 (1007 - 1157) | 0.91 | 3.9 ^{ab} (2.6 - 5.8) | 26908 (23477 - 30839) | 0.99 |
| AL | 8.4 ^A (5.6 - 12.6) | 1088 (1021 - 1159) | 0.91 | 4.4 ^{ab} (2.9 - 6.5) | 28337 (25107 - 31983) | 0.96 |
| CJ | 10.3 ^A (7.0 - 15.2) | 1257 (1193 - 1323) | 0.89 | 5.9 ^a (3.9 - 8.8) | 35155 (32135 - 38458) | 0.96 |

Obs.: The same uppercase letters denote no significant statistical difference. The same lowercase letters denote no significant statistical difference.

Table 4 The maximum tensile stress (solid maximum principal stress) in the zirconia and maximum tensile stress and the maximum shear stress (solid Y normal stress) in the cement layer in the circumferential wall.

| FEA results | Model 1 (bonded) | Model 2 (non-bonded) |
|---|------------------|----------------------|
| | PN | ZP |
| Max. tensile stress (MPa) (zirconia) | 308 | 443 |
| Max. tensile stress (MPa) (cement) | 6 | 85 |
| Max. shear stress (MPa) (cement) | 7.5 | 56 |

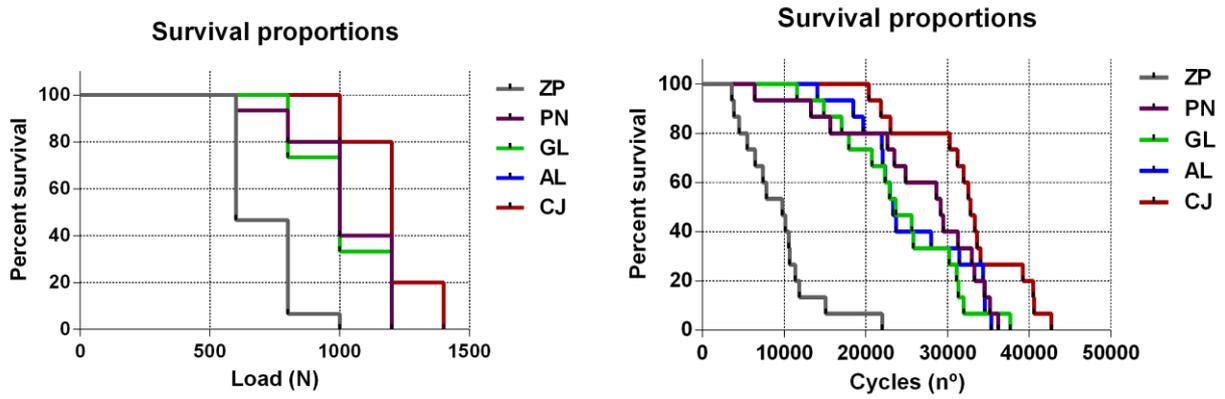


Figure 1 Survival curves according to the steps of load (A e B) and number of cycles (C e D) in which each crown failed.

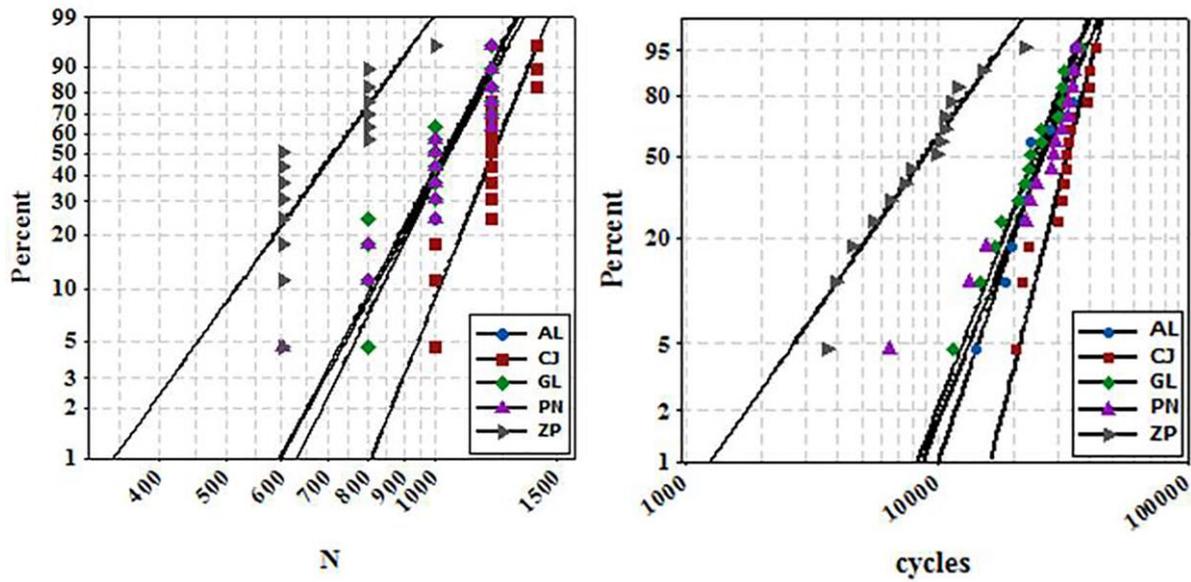


Figure 2 Weibull analysis according to the steps of load (A) and number of cycles (B) in which each crown failed.

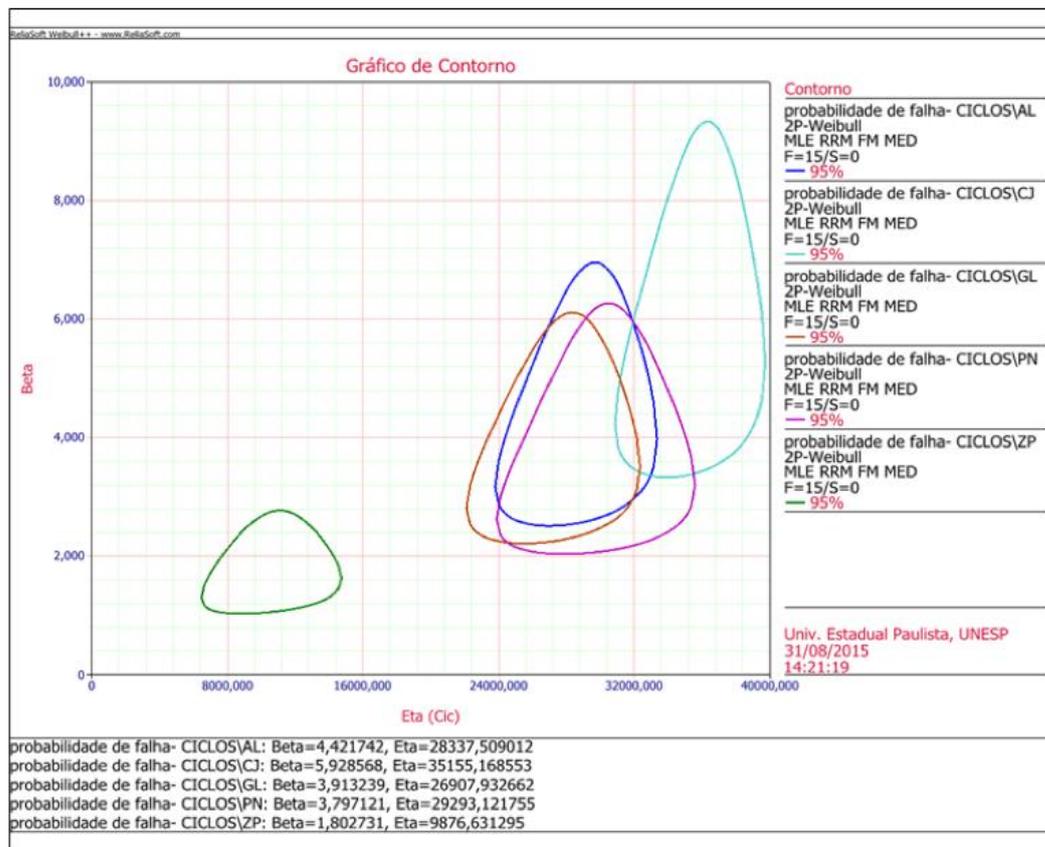


Figure 3 Contour plots with 95% of bilateral interval confidence.

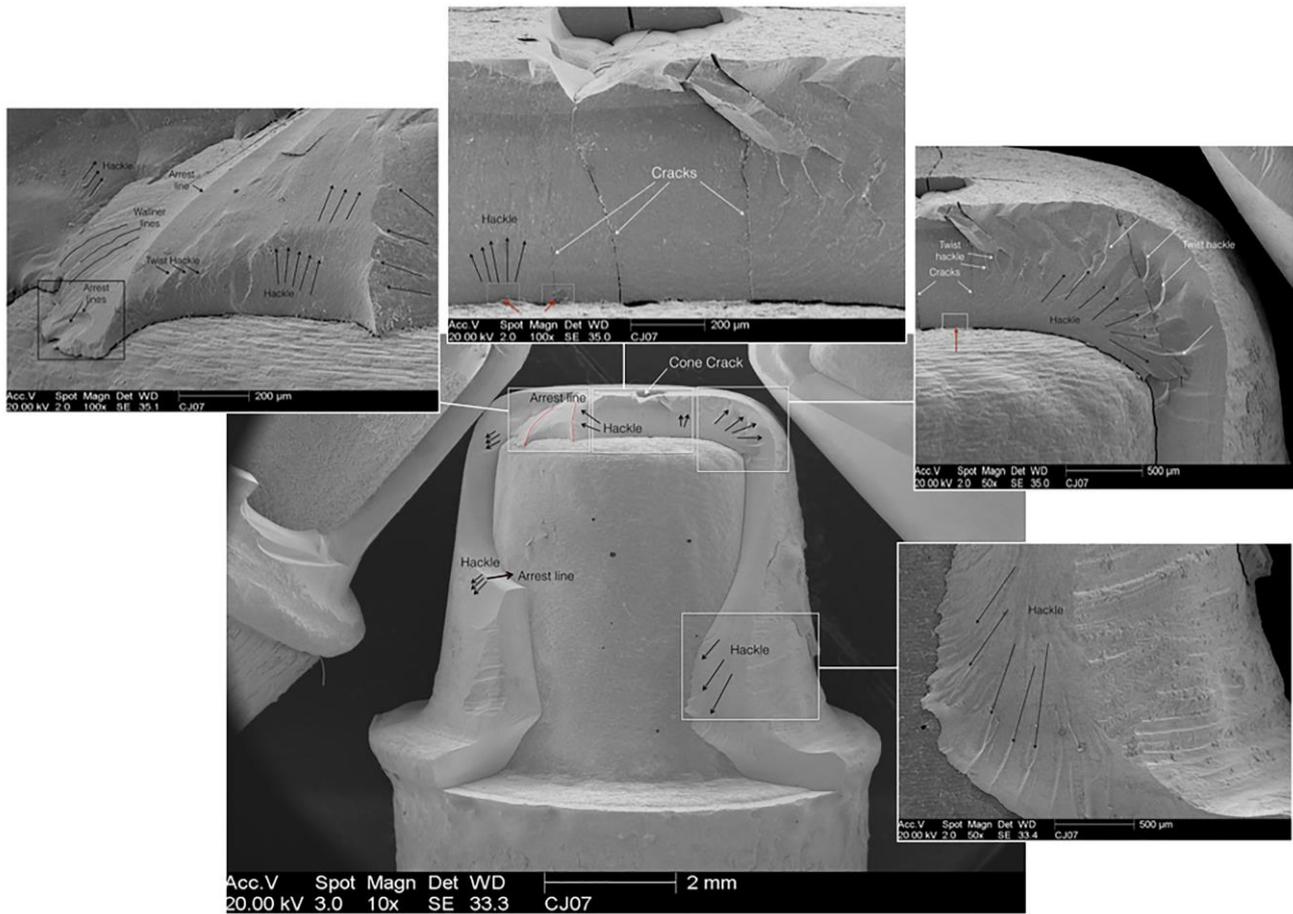


Figure 4 Representative crowns failure modes. The black arrows indicate failure direction. The red arrows indicate failure origins.

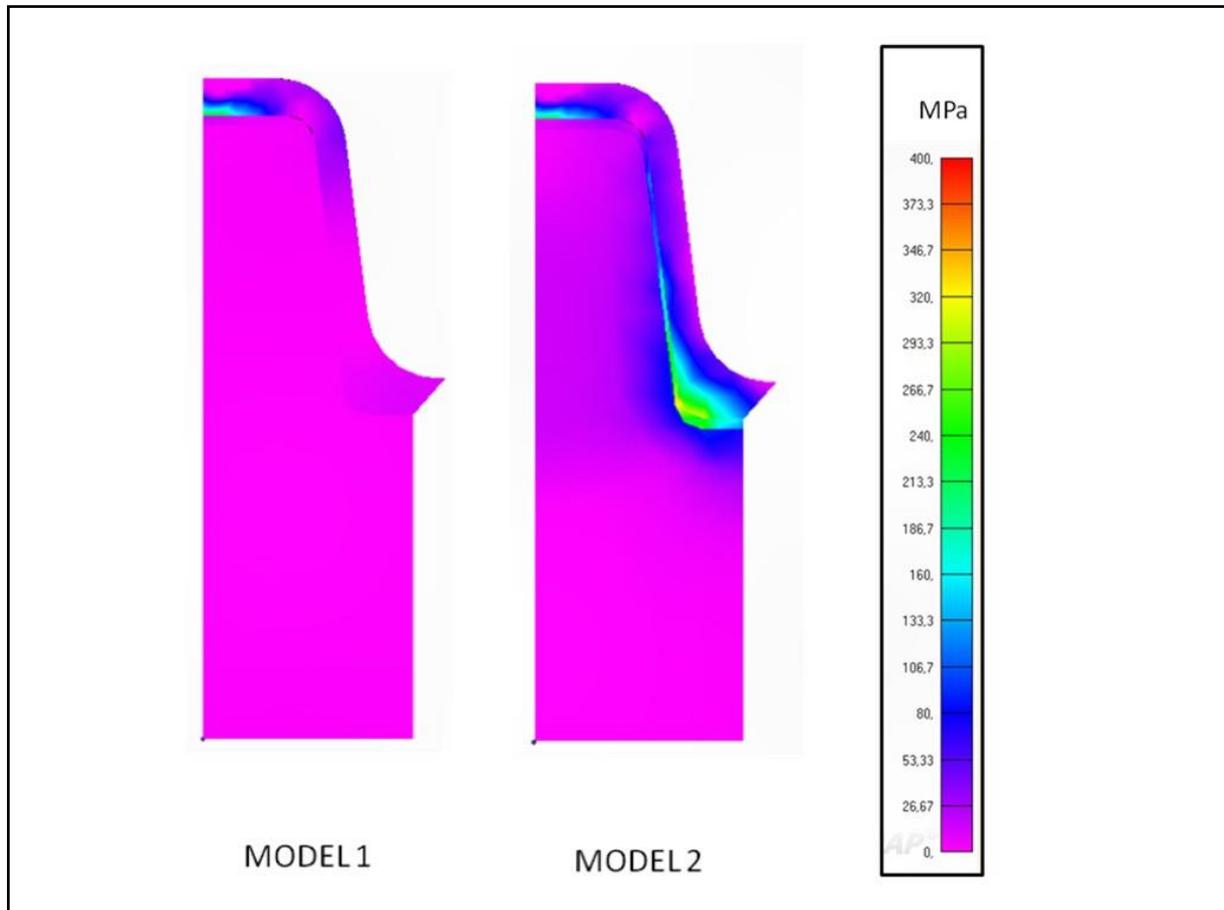


Figure 5 The maximum principal stress in model 1 with the PN cement layer and in model 2 with the ZP cement layer.

3 CONSIDERAÇÕES GERAIS

Podem-se utilizar diversas estratégias de cimentação para coroas de zircônia (de uma ou duas camadas). Apesar da resistência de união entre zircônia e cimento não ter sido alvo deste estudo, sabe-se que a deposição triboquímica de sílica ou silicatização, que consiste em jatear a superfície de cimentação com partículas de óxido de alumínio revestidas com óxido de silício, tem se mostrado a técnica mais eficaz em estudos *in vitro* que medem resistência de união entre zircônia e cimento resinoso. O uso deste tratamento de superfície unido à utilização de um cimento resinoso com monômeros fosfatados (MDP) mostrou os melhores resultados no presente estudo. Os outros tratamentos de superfície, como o jateamento com partículas de óxido de alumínio e aplicação de camada de *glaze* com posterior condicionamento, assim como a cimentação sem tratamento de superfície, mostraram resultados intermediários. Por outro lado, as coroas de zircônia cimentadas com cimento de fosfato de zinco, como indicado por alguns fabricantes, mostraram uma maior probabilidade de falha, ou seja, necessitaram de menor carga e número de ciclos para fraturarem.

Neste sentido, a análise de elementos finitos também mostrou grandes diferenças na distribuição de tensão de tração entre coroas coladas ou não. O valor de fricção utilizado para as coroas não-coladas tentou simular a retenção característica do cimento de fosfato de zinco, conseguida por embricamento mecânico. Consequentemente, as coroas não estavam totalmente descoladas sobre o preparo. Já o valor de fricção para as coroas coladas tentou simular uma condição de união perfeita entre cimento resinoso e zircônia, representando o que aconteceria em uma cimentação adesiva sem falhas. Apesar de as simulações virtuais terem apresentado regiões de concentração de tensão diferentes para os dois modelos, a análise fractográfica apontou como local de origem da falha a região abaixo da ponta aplicadora de carga, na interface cimento/zircônia. Isso mostra que, embora haja concentração de tensão próximo a região de término nas coroas não-coladas, a região abaixo da ponta aplicadora concentrou maior tensão de tração.

Portanto, a partir dos resultados apresentados neste estudo, é possível indicar a utilização de cimentação adesiva, com cimentos resinosos e tratamentos de superfície, para cimentação de coroas de zircônia, em detrimento da

cimentação não-adesiva. Tal indicação contraria a recomendação da maioria dos fabricantes de zircônia, que ainda indicam a cimentação não-adesiva como opção, sendo um ponto de inovação do presente estudo. No entanto, seriam necessários estudos futuros com envelhecimento - em água e termociclagem - destas coroas cimentadas para prever um comportamento após alguns anos de serviço clínico.

4 REFERÊNCIAS*

Amaral M, Belli R, Cesar PF, Valandro LF, Petschelt A, Lohbauer U. The potential of novel primers and universal adhesives to bond to zirconia. *J Dent*. 2014;42(1):90-98. doi:10.1016/j.jdent.2013.11.004.

Anami LC, Lima J, Valandro LF, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ, Bottino MA. Fatigue resistance of y-tzp/porcelain crowns is not influenced by the conditioning of the intaglio surface. *Oper Dent*. 2016 Jan-Feb;41(1):E1-E12. doi: 10.2341/14-166-L.

Beuer F, Stimmelmayer M, Gueth JF, Edelhoff D, Naumann M. In vitro performance of full-contour zirconia single crowns. *Dent Mater*. 2012 Apr;28(4):449-56. doi: 10.1016/j.dental.2011.11.024.

Bottino MA, Bergoli C, Lima EG, Marocho SM, Souza RO, Valandro LF. Bonding of Y-TZP to dentin: effects of Y-TZP surface conditioning, resin cement type, and aging. *Oper Dent*. 2014 May-Jun;39(3):291-300. doi: 10.2341/12-235-L.

Brentel AS, Ozcan M, Valandro LF, Alarca 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 Nov;23(11):1323-31. doi: 10.1016/j.dental.2006.11.011.

Cattani-Lorente M, Scherrer SS, Ammann P, Jobin M, Wiskott HW. Low temperature degradation of a Y-TZP dental ceramic. *Acta Biomater*. 2011 Feb;7(2):858-65. doi: 10.1016/j.actbio.2010.09.020.

Cehreli MC, Kokat AM, Akca K. CAD/CAM Zirconia vs. slip-cast glass-infiltrated Alumina/Zirconia all-ceramic crowns: 2-year results of a randomized controlled clinical trial. *J Appl Oral Sci*. 2009 Jan-Feb;17(1):49-55.

Christel P, Meunier A, Heller M, Torre JP, Peille CN. Mechanical properties and short-term in-vivo evaluation of yttrium-oxide-partially-stabilized zirconia. *J Biomed Mater Res*. 1989 Jan;23(1):45-61. doi: 10.1002/jbm.820230105.

Corazza PH, Duan Y, Kimpara ET, Griggs JA, Della Bona A. Lifetime comparison of Y-TZP/porcelain crowns under different loading conditions. *J Dent*. 2015 Apr;43(4):450-7. doi: 10.1016/j.jdent.2015.01.012.

Curtis AR, Wright AJ, Fleming GJ. The influence of surface modification techniques on the performance of a Y-TZP dental ceramic. *J Dent*. 2006 Mar;34(3):195-206. doi: 10.1016/j.jdent.2005.06.006.

* 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 jan 2016]. U.S. National Library of Medicine; [about 6 p.]. Disponível em: http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

de Castro HL, Corazza PH, Paes-Junior Tde A, Della Bona A. Influence of Y-TZP ceramic treatment and different resin cements on bond strength to dentin. *Dent Mater*. 2012 Nov;28(11):1191-7. doi: 10.1016/j.dental.2012.09.003.

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

Kelly JR, Rungruanganunt P, Hunter B, Vailati F. Development of a clinically validated bulk failure test for ceramic crowns. *J Prosthet Dent*. 2010 Oct;104(4):228-38. doi: 10.1016/S0022-3913(10)60129-1.

Kern M. Bonding to oxide ceramics-laboratory testing versus clinical outcome. *Dent Mater*. 2015 Jan;31(1):8-14. doi: 10.1016/j.dental.2014.06.007.

Kim MJ, Kim YK, Kim KH, Kwon TY. Shear bond strengths of various luting cements to zirconia ceramic: surface chemical aspects. *J Dent*. 2011 Nov;39(11):795-803. doi: 10.1016/j.jdent.2011.08.012.

Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. *Dent Mater*. 1999 Nov;15(6):426-33.

Maeda FA, Bello-Silva MS, de Paula Eduardo C, Miranda Junior WG, Cesar PF. Association of different primers and resin cements for adhesive bonding to zirconia ceramics. *J Adhes Dent*. 2014 Jun;16(3):261-65. doi:10.3290/j.jad.a31938.

Ozcan M. The use of chairside silica coating for different dental applications: a clinical report. *J Prosthet Dent*. 2002 May;87(5):469-72.

Ozcan M, Bernasconi M. Adhesion to zirconia used for dental restorations: a systematic review and meta-analysis. *J Adhes Dent*. 2015 Feb;17(1):7-26. doi: 10.3290/j.jad.a33525.

Pereira L de L, Campos F, Dal Piva AM, Gondim LD, Souza RO, Ozcan M. Can application of universal primers alone be a substitute for airborne-particle abrasion to improve adhesion of resin cement to zirconia? *J Adhes Dent*. 2015 Apr;17(2):169-74. doi: 10.3290/j.jad.a33974.

Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*. 1999 Jan;20(1):1-25. doi: 10.1016/S0142-9612(98)00010-6.

Rekow ED, Silva NR, Coelho PG, Zhang Y, Guess P, Thompson VP. Performance of dental ceramics: challenges for improvements. *J Dent Res*. 2011 Aug;90(8):937-52. doi: 10.1177/0022034510391795.

Rosentritt M, Hmaidouch R, Behr M, Handel G, Schneider-Feyrer S. Fracture resistance of zirconia FPDs with adhesive bonding versus conventional cementation. *Int J Prosthodont*. 2011 Mar-Apr;24(2):168-71.

Sagirkaya E, Arikan S, Sadik B, Kara C, Karasoy D, Cehreli M. A randomized, prospective, open-ended clinical trial of zirconia fixed partial dentures on teeth and implants: interim results. *Int J Prosthodont*. 2012 May-Jun;25(3):221-31.

Sailer I, Makarov NA, Thoma DS, Zwahlen M, Pjetursson BE. All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part I: Single crowns (SCs). *Dent Mater*. 2015 Jan;31(6):603-23. doi: 10.1016/j.dental.2015.02.011.

Sanli S, Comlekoglu MD, Comlekoglu E, Sonugelen M, Pamir T, Darvell BW. Influence of surface treatment on the resin-bonding of zirconia. *Dent Mater*. 2015 Jul;31(6):657-68. doi: 10.1016/j.dental.2015.03.004.

Sarmento HR, Campos F, Sousa RS, Machado JPB, Souza ROA, Bottino MA, et al. Influence of air-particle deposition protocols on the surface topography and adhesion of resin cement to zirconia. *Acta Odontol Scand*. 2014 Jul;72(5):346-53. doi: 10.3109/00016357.2013.837958.

Scherrer SS, Cattani-Lorente M, Vittecoq E, de Mestral F, Griggs JA, Wiskott HW. Fatigue behavior in water of Y-TZP zirconia ceramics after abrasion with 30 µm silica-coated alumina particles. *Dent Mater*. 2011 Feb;27(2):e28-42. doi: 10.1016/j.dental.2010.10.003.

Valandro LF, Della Bona A, Antonio Bottino M, Neisser MP. The effect of ceramic surface treatment on bonding to densely sintered alumina ceramic. *J Prosthet Dent*. 2005 Mar;93(3):253-9. doi: 10.1016/j.prosdent.2004.12.002.

Vanderlei A, Bottino MA, Valandro LF. Evaluation of resin bond strength to yttria-stabilized tetragonal zirconia and framework marginal fit: comparison of different surface conditionings. *Oper Dent*. 2014 Jan-Feb;39(1):50-63. doi: 10.2341/12-269-L.

Yuksel E, Zaimoglu A. Influence of marginal fit and cement types on microleakage of all-ceramic crown systems. *Braz Oral Res*. 2011 May-Jun;25(3):261-6.

Zesewitz TF, Knauber AW, Northdurft FP. Fracture resistance of a selection of full-contour all-ceramic crowns: an in vitro study. *Int J Prosthodont*. 2014 May-Jun;27(3):264-6. doi: 10.11607/ijp.3815.

Zhang Y, Lawn BR, Malament KA, Van Thompson P, Rekow ED. Damage accumulation and fatigue life of particle-abraded ceramics. *Int J Prosthodont*. 2006 Sep;19(5):442-8.

Zhang Y, Lawn BR, Rekow ED, Thompson VP. Effect of sandblasting on the long-term performance of dental ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2004 Nov;71b(2):381-86. doi: 10.1002/jbm.b.30097.

APÊNDICE A - Metodologia

Material

Os materiais utilizados no presente estudo, assim como os nomes comerciais, os fabricantes e os números de lote estão listados no quadro 1.

Quadro 1 - Materiais utilizados com seus respectivos nomes comerciais e fabricantes

| Material | Nome comercial | Fabricante |
|---|---|--|
| Cerâmica a base de zircônia - Y-TZP | Vita In-Ceram 2000 - YZ Cubes | Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha |
| Resina epóxi reforçada por fibra de vidro | G10 Resin (Epoxyglass™) | Accurate Plastics, New York, EUA |
| Ácido hidrófluorídrico 10% | Ultradent Porcelain Etch | Ultradent Products, EUA |
| Silano | Clearfil Porcelain Bond Activator + Clearfil Se Bond (Primer) | Kuraray Medical, Tóquio, Japão |
| Partículas de óxido de alumínio recobertas por sílica | Cojet Sand | 3M ESPE, St. Paul, EUA |
| Partículas de óxido de alumínio | Alublast 125 µm | Elephant Dental B.V., Hoorn, Holanda |
| Glaze | Vita Akzent | Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha |
| Cimento Resinoso | Panavia F | Kuraray Medical, Tóquio, Japão |
| Cimento de fosfato de zinco | Cimento de Zinco | SS White, Lakewood, EUA |

Método

O delineamento do estudo seguiu o seguinte fluxograma:

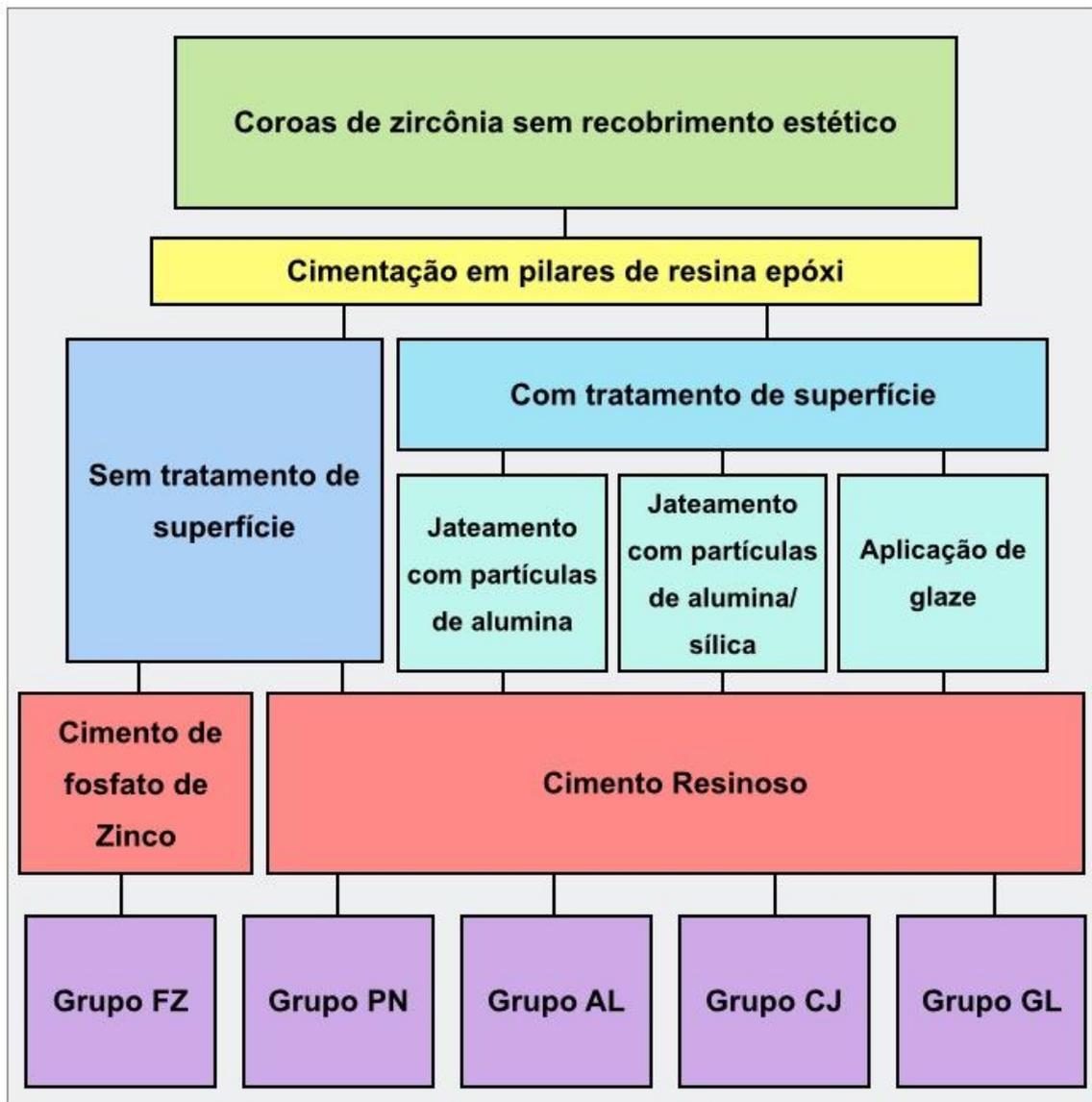


Figura 1 - Fluxograma de execução do trabalho.

Confecção dos corpos-de-prova

Os corpos-de-prova foram compostos por coroas de zircônia, sem cobertura estética, cimentadas sobre pilares resinosos. Esta cimentação seguiu diversas estratégias de cimentação, as quais serão mostradas no decorrer desta seção.

Usinagem dos preparos

Foram utilizados pilares confeccionados em resina G10 (National Electrical Manufacturers Association (NEMA) grade G10) com dimensões semelhantes a preparos para coroa total em dentes posteriores (Figura 1). A resina G10 é uma resina epóxi reforçada com fibras de vidro trançadas (National Electrical Manufacturers Association (NEMA) grade G10). Este material tem sido utilizado como análogo da dentina (Corazza et al., 2015), pois possui módulo de elasticidade semelhante a esta (Kelly et al., 2010).

A resina G10 apresenta-se comercialmente em diversos formatos e, neste estudo, foram escolhidos bastões com diâmetro de 12 mm como base para usinagem dos preparos. Estes bastões foram cortados em pequenas porções de 12 mm de altura. Em seguida, foram cortados em bastões de 8 mm de diâmetro. Uma base de 6 mm de altura deste bastão serviu como suporte para fixação em uma máquina de usinagem e a porção superior de 6 mm foi usinada de acordo com as dimensões pré-estabelecidas. Ao final do processo, os pilares ficaram com as seguintes características: altura de 6 mm; término em chanfro largo; ângulos arredondados e angulação de 12 graus (Figura 2).

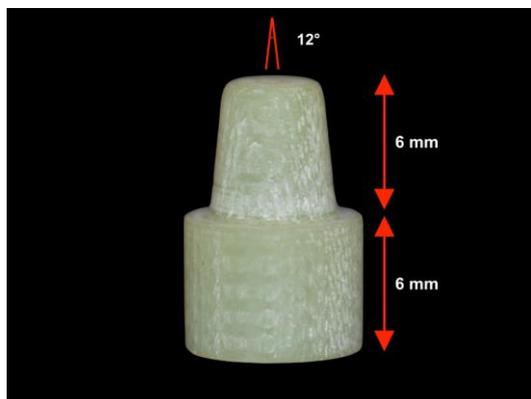


Figura 2 - Pilar em resina G10.

Usinagem dos *copings* de zircônia

Um pilar em resina G10 foi moldado em dois passos com silicone de adição (Elite HD Putty Soft e Light Body Normal Setting, Zhermack). Inicialmente, a massa putty foi manipulada e posicionada sobre o pilar. Este molde foi aliviado, preenchido com silicone de adição leve e levado novamente em posição sobre o pilar. Após conferência do molde e espera de uma hora, este foi preenchido com gesso especial para CAD/CAM (CAM-base, Dentona AG) com auxílio de uma espátula Nº7 e um vibrador de bancada.

O modelo de gesso foi posicionado no equipamento inEos Blue (Sirona Dental Systems, Bensheim, Alemanha) para digitalização. Inicialmente, no software Inlab 3.8 (Sirona Dental Systems, Bensheim, Alemanha), seleciona-se o tipo de restauração que será desenhada e o material que será utilizado. Em seguida, faz-se o escaneamento do preparo. Nessa imagem tridimensional do modelo, delimitam-se o término do preparo e seu eixo de inserção (Figura 3A). A partir destas informações, a imagem do coping foi gerada com espessura uniforme de 0,5 mm nas paredes axiais e de 0,7 mm na parede oclusal (Figura 3B).

Para confecção desses *copings*, foram utilizados 25 blocos cerâmicos parcialmente sinterizados Vita In-Ceram 2000 YZ Cubes (Vita zahnfabrik, Bad

Sachingen, Alemanha), com dimensões de 19 x 15 x 40 mm, sendo que eram usinados 3 *copings* por bloco. Foi padronizado o alívio interno de 80 µm, previamente à sua fresagem e em seguida o bloco cerâmico foi adaptado no eixo central do compartimento de usinagem da unidade CAM do Cerec (Modelo MCXL, Sirona Dental Systems, Bensheim, Alemanha). Durante o processo de fresagem dos blocos cerâmicos foram utilizadas duas pontas montadas diamantadas.

Após usinagem dos copings, estes foram separados dos blocos com o auxílio de disco diamantado e pontas diamantadas de granulação fina em baixa rotação. Os copings foram então lavados em banho ultra-sônico (Cuba de Ultrassom, Cristófoli, Campo Mourão, Paraná, Brasil) por 5 min em água destilada. Após secagem completa, foram levados ao forno (Vacumat 6000MP, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) para queima de limpeza, que consiste em um ciclo de 5 min em 700 °C, para que resíduos do líquido de refrigeração e lubrificação do Cerec possam ser removidos antes da sinterização final. Em seguida foi realizada a sinterização final dos copings de acordo com o ciclo de sinterização recomendado pelo fabricante (Figura 3C e Quadro 2).

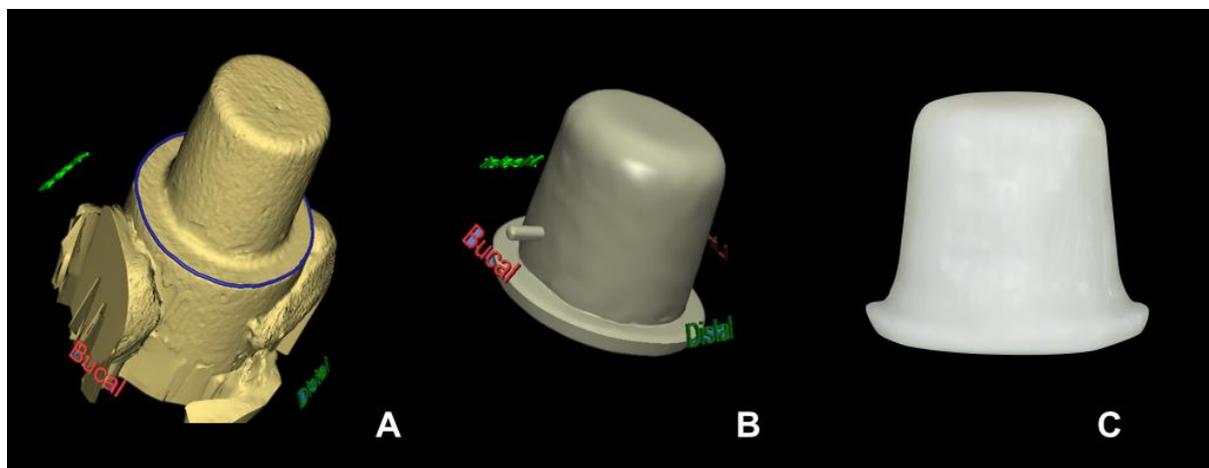


Figura 3 - A) pilar escaneado com término delimitado; B) *coping* desenhado; C) *coping* após sinterização final.

Quadro 2 - Ciclo de sinterização da cerâmica Vita YZ

| Temperatura inicial (°C) | Tempo aumentando a temperatura (min) | Taxa de incremento da temperatura (°C/min) | Temperatura de sinterização | Tempo de permanência na Temperatura final |
|--------------------------|--------------------------------------|--|-----------------------------|---|
| 40 | 90 | 17 | 1530 | 120 |

Tratamentos de superfície

Os *copings* de zircônia foram tratados conforme os grupos experimentais:

FZ – Sem tratamento de superfície, apenas limpeza com álcool isopropílico. Cimentação com cimento de fosfato de zinco (SSWhite, Gloucester, Reino Unido), de acordo com as recomendações do fabricante.

PN – Sem tratamento de superfície, apenas limpeza com álcool isopropílico. Cimentação com cimento resinoso de dupla ativação Panavia F (kuraray, Tóquio, Japão), de acordo com as recomendações do fabricante.

AL – Jateamento da superfície interna da infraestrutura com partículas de óxido de alumínio de 125 µm, a uma distância de 15 mm, por 30 segundos, com uma pressão de 3 bar. (Figura 4) Cimentação com cimento resinoso de dupla ativação Panavia F(kuraray, Tóquio, Japão), de acordo com as recomendações do fabricante.

CJ – Jateamento da superfície interna da infraestrutura com partículas de óxido de alumínio revestidas com sílica de 30 µm, a uma distância de 15 mm, por 15 segundos, com uma pressão de 3 bar (Figura 4). Após lavagem das coroas em ultrassom com água destilada por 5 min, foi aplicado o agente de união silano

(Clearfil Bond Activator + Clearfil SE Bond Primer, Kuraray, Tóquio, Japão). Cimentação com cimento resinoso de dupla ativação Panavia F (Kuraray, Tóquio, Japão), de acordo com as recomendações do fabricante.

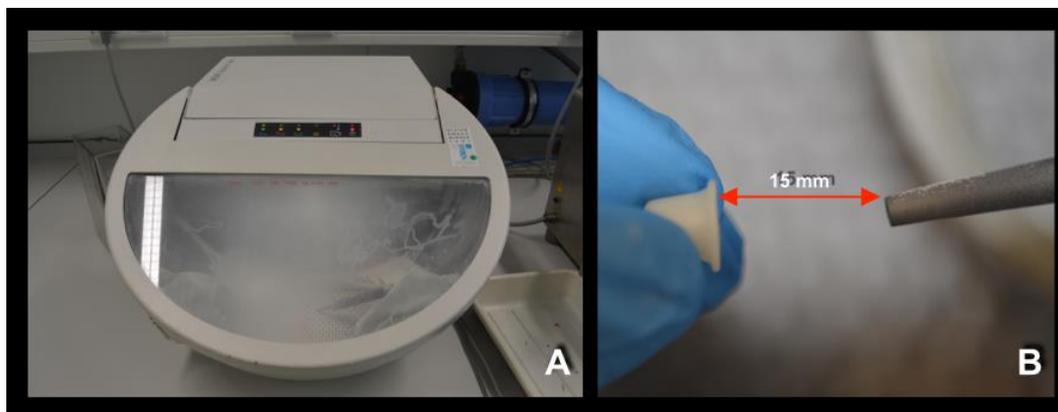


Figura 4 - A) câmara de jateamento; B) coroa e bico jateador posicionados.

GL – Aplicação de uma fina camada de *glaze* (Vita Akzent, Vita Zahnfabrik, Alemanha). O pó foi misturado ao líquido, seguindo as recomendações do fabricante. A aplicação foi realizada com um pincel e a sinterização foi realizada de acordo com o ciclo de queima recomendado pelo fabricante (Figura 5A). A camada de *glaze* foi então condicionada com ácido hidrófluorídrico por 60 s (Figura 5B), seguida de lavagem com jatos de água por 30 s e lavagem em ultrassom com água destilada por 5 minutos. Após secagem, foi aplicado o agente de união silano (Clearfil Bond Activator + Clearfil SE Bond Primer, Kuraray, Tóquio, Japão) (Figura 5C). Cimentação com cimento resinoso de dupla ativação Panavia F (Kuraray, Tóquio, Japão), de acordo com as recomendações do fabricante.

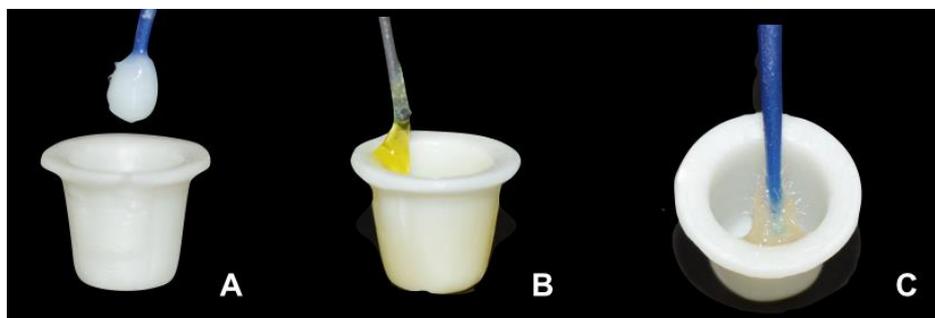


Figura 5 - A) aplicação do *glaze*; B) após queima do *glaze*, condicionamento com ácido hidrófluorídrico; C) aplicação do silano.

Cimentação

Para a cimentação do grupo ZF, o preparo de G10 não foi tratado. Para cimentação dos demais grupos, o preparo em G10 foi condicionado com ácido hidrofúorídrico a 10% por 60 s (Figura 6A), seguido de lavagem com água por 30 segundos e lavagem em ultrassom por 5 min em água destilada. Após secagem, foi aplicado o agente de união silano (Clearfil Bond Activator + Clearfil SE Bond Primer, Kuraray, Tóquio, Japão) (Figura 6B).

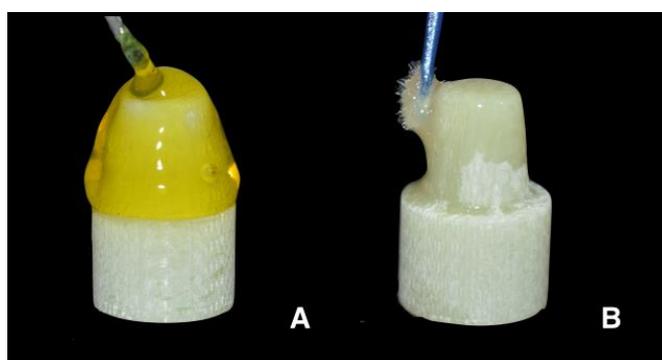


Figura 6 - Tratamento de superfície da resina G10. A) condicionamento com ácido hidrofúorídrico; B) aplicação do agente de união silano.

O pó (uma porção pequena da colher-medida) e o líquido (4 gotas) do cimento de fosfato de zinco foram dispensados e manipulados por 1,5 min. O cimento resinoso foi dispensado em partes iguais e manipulado por 20 s. Após, foi colocado na coroa e esta foi posicionada sobre o preparo, com aplicação de uma carga de 50 N (Figura 7A e 7B). Os excessos foram removidos e a coroa ficou sob carga por 5 min (Figura 7C). O cimento resinoso foi fotoativado por 30 s em cada face (Figura 7D).

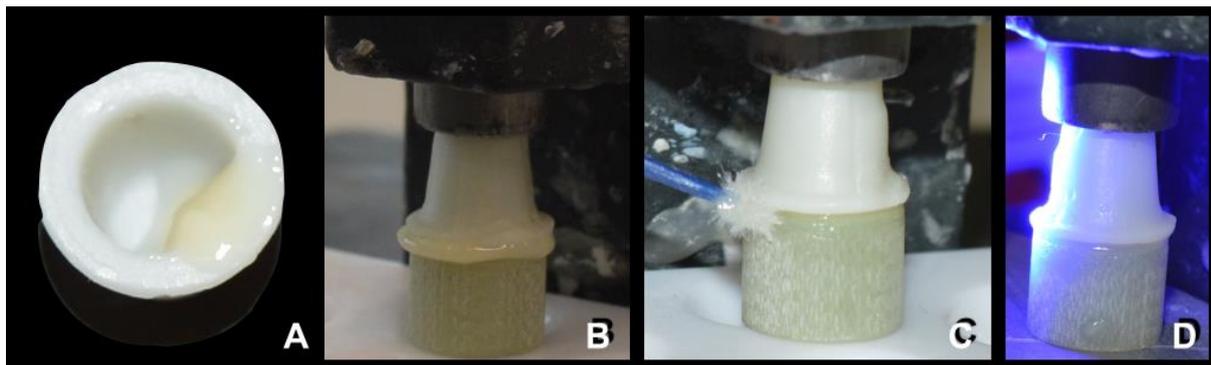


Figura 7 - O cimento resinoso foi aplicado na parte interna da coroa (A) e o conjunto coroa/pilar foi posicionado no dispositivo de cimentação (B); os excessos de cimento foram removidos (C) e executou-se a fotoativação (D).

Teste de resistência à fadiga

Os corpos de prova foram posicionados em um dispositivo acoplado à uma máquina universal de testes capaz de realizar carregamento cíclico (*ACTA Fatigue Tester II*; Figura 8) e foram ciclados até sua fratura na frequência de 1,4 Hz por 10.000 ciclos a 600, 800, 1000, 1200 e 1400 N. A aplicação de carga foi realizada por uma esfera de aço inoxidável de 40 mm de diâmetro (Figura 9).



Figura 8 - Máquina em que se realizou o ensaio (*ACTA Fatigue Tester II*).

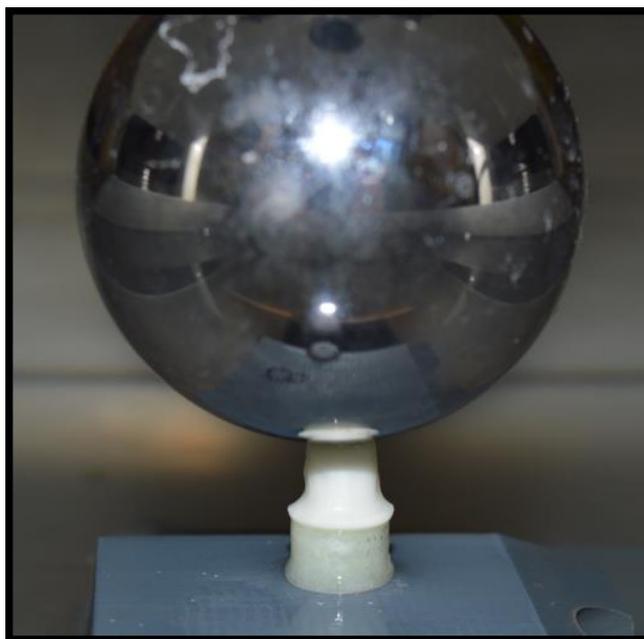


Figura 9 - Amostra posicionada para ensaio.

Análise das superfícies fraturadas

As amostras foram limpas em banho ultrassônico (água destilada por 5 minutos seguido por álcool isopropílico) e inicialmente analisadas em estereomicroscópio (Discovery V20 - Zeiss, Göttingen, Alemanha) para localização do defeito que originou as fraturas. Em seguida, amostras representativas foram analisadas em microscopia eletrônica de varredura (XL 20, FEI Company, República Tcheca). As amostras foram fixadas ao porta-amostra, metalizadas com ouro e analisadas por detector de elétrons secundários.

Análise estatística

O degrau de carga em que cada espécime falhou foi utilizado para a análise de sobrevivência. Após a tabulação dos dados em uma tabela de sobrevivência, foram realizadas as análises de Kaplan- Meier e Mantel-Cox (Log Rank test), seguidas por comparação múltipla aos pares, todos com nível de significância de 5% (SPSS versão 21, IBM, Chicago, Illinois, EUA).

Também foi realizada uma análise não-paramétrica da distribuição e confiabilidade dos dados por meio da análise de Weibull de dois parâmetros.

ANEXO A - Comprovante de submissão do artigo

Operative Dentistry



To ensure proper functionality of this site, both JavaScript and Cookies must be enabled.

[HOME](#)

Detailed Status Information

| | |
|-----------------------------|--|
| Manuscript # | 16-002-L |
| Current Revision # | 0 |
| Submission Date | 2016-01-11 |
| Current Stage | Waiting for Revision |
| Title | Does adhesive cementation promote higher fatigue resistance to zirconia crowns? |
| Running Title | Fatigue resistance of zirconia crowns |
| Manuscript Type | Laboratory Research |
| Corresponding Author | Marco Antonio Bottino (Institute of Science and Technology, Univ Estadual Paulista - UNESP) |
| Contributing Authors | FERNANDA CAMPOS , Luiz Felipe Valandro , Sabrina Feitosa , Comelis Kleverlaan , Albert Feilzer , Niek de Jager |
| Financial Disclosure | I have no relevant financial interests in this manuscript. |

| | |
|-------------------------------|--|
| Abstract | <p>Objective. The aim of this study was to investigate the influence of the cementation strategy on the fatigue resistance of zirconia crowns. The null hypothesis was that the cementation strategy would not affect the fatigue resistance of the crowns. Material and methods. Seventy-five simplified molar tooth crown preparations were machined in glass-fiber-filled epoxy resin. Zirconia crowns were designed (thickness = 0.7 mm), milled by CAD/CAM and sintered, as recommended. The crowns were cemented onto the resin preparations using five cementation strategies (n= 15): ZP - luting with zinc phosphate cement, PN - luting with Panavia F resin cement, AL - air-particles abrasion with alumina particles (125 µm) as crown inner surface pre-treatment + Panavia F, CJ - Tribochemical silica coating as zirconia pre-treatment + Panavia F, GL - application of a thin-layer of porcelain glaze followed by etching with hydrofluoric acid and silanization as zirconia pre-treatment + Panavia F. The resin cement was activated for 30 s, each face. The specimens were tested until fracture in a stepwise stress fatigue test (10,000 cycles in each step, 600 to 1400 N, frequency of 1.4 Hz). The mode of failure was analyzed by stereomicroscope and SEM. Data were analyzed by Kaplan-Meier and Mantel-Cox (Log Rank) tests and a pairwise comparison (P<0.05), and by Weibull analysis. Results. The CJ group had the highest load mean value for failure (1200 N), followed by PN (1026 N), AL (1026 N) and GL (1013 N) groups, while the ZP group had the lowest mean value (706 N). The adhesively cemented groups (CJ, AL, PN and GL) needed higher number of cycles for failure than the group ZP. The groups' Weibull moduli were different, considering the number of cycles for failure data (CJ>AL=GL=PN>ZP). The predominant mode of failure was a fracture that initiated in the cement/zirconia layer. FEA showed different stress distribution for the two models. Conclusion: The adhesive cementation approach leads to a significantly higher fatigue resistance for zirconia crowns.</p> |
| Associate Editor | Assigned |
| Key Words | zirconia, all-ceramic, resin cement, cementation, fatigue resistance |
| Topic | CAD-CAM, CEMENTATION / LUTING AGENTS, PROCEDURES, ESTHETIC DENTISTRY, FINITE ELEMENT ANALYSIS, LONGEVITY OF DENTAL RESTORATIONS, PROSTHODONTICS |
| Clinical Relevance | In this study, the adhesively cemented zirconia crowns needed more load and cycles to failure. Therefore, the adhesive cementation should be the strategy of choice for luting zirconia crowns |
| Copyright Release Date | Not Received |

| Stage | Start Date |
|-----------------------------|------------|
| Waiting for Revision | 2016-02-17 |
| Decision Sent to Author | 2016-02-17 |
| Editorial Office Processing | 2016-02-17 |

| | |
|---|------------|
| Manuscript Revise Only | 2016-02-17 |
| Editor Decision Complete | 2016-02-17 |
| Editor Decision Started | 2016-02-17 |
| Review Complete | 2016-02-17 |
| Review Processing | 2016-01-22 |
| Review Started | 2016-01-18 |
| Review Processing | 2016-01-16 |
| Potential Reviewers Assigned | 2016-01-16 |
| Waiting for Potential Reviewer Assignment | 2016-01-16 |
| Editorial Office Processing | 2016-01-11 |
| Editor Assigned | 2016-01-11 |
| Editorial Office Processing | 2016-01-11 |
| Initial QC Complete | 2016-01-11 |
| Initial QC Started | 2016-01-05 |
| Editorial Office Processing | 2016-01-04 |
| Author Approved Converted Files | 2016-01-04 |
| Preliminary Manuscript Data Submitted | 2015-12-28 |