



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

**RONALDO LUÍS ALMEIDA DE CARVALHO**

**EFEITO DOS DIFERENTES TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE NA  
RESISTÊNCIA À FADIGA DO DISSILICATO DE LÍTIO**

2016

**RONALDO LUÍS ALMEIDA DE CARVALHO**

**EFEITO DOS DIFERENTES TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE NA  
RESISTÊNCIA À FADIGA DO DISSILICATO DE LÍTIO**

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 obtenção do título de DOUTOR, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Área de Prótese Dentária.

Orientador: Prof. Titular Estevão Tomomitsu Kimpara

Coorientadora: Profa. Dra. Marina Amaral

São José dos Campos

2016

Instituto de Ciência e Tecnologia [internet]. Normalização de tese e dissertação [acesso em 2016]. Disponível em <http://www.ict.unesp.br/biblioteca/normalizacao>

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

Carvalho, Ronaldo Luís Almeida de

Efeito dos diferentes tratamentos de superfície na resistência à fadiga do dissilicato de lítio / Ronaldo Luís Almeida de Carvalho. - São José dos Campos : [s.n.], 2016.  
50 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: Estevão Tomomitsu Kimpara  
Coorientadora: Marina Amaral

1. Cerâmica. 2. Fadiga. 3. Resistência de materiais. I. Kimpara, Estevão Tomomitsu, orient. II. Amaral, Marina, 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.

## **BANCA EXAMINADORA**

**Prof. Dra. Marina Amaral** (Coorientadora)

Universidade de Taubaté  
Programa de Pós-Graduação em Odontologia  
Campus de Taubaté

**Prof. Assistente Dr. Eduardo Bresciani**

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

**Prof. Assistente Dr. Alberto Noriyuki Kojima**

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

**Prof. Dr. Júlio César Brigolini de Faria**

Universidade Federal de Juiz de Fora  
Faculdade de Odontologia  
Campus de Juiz de Fora

**Profa. Dra. Fabíola Pessôa Pereira Leite**

Universidade Federal de Juiz de Fora  
Faculdade de Odontologia  
Campus de Juiz de Fora

São José dos Campos, 17 de junho de 2016.

## DEDICATÓRIA

*À Deus, Nosso criador, minha fonte de vida! Por estar sempre me protegendo e abençoando. Por colocar na minha vida a família única e maravilhosa que eu tenho, por me guiar, me mostrando os caminhos que devo percorrer e por estar sempre me iluminando ao longo de minha vida. Pois sozinho eu nada sou!*

*Aos meus Pais Ronaldo e Maria, que são minha fortaleza, meu porto seguro, sempre me dando amor e muita força para continuar nesta caminhada. Vocês são tudo para mim! Admiro e Amo muito vocês!! Obrigado por tanta coragem, incentivo, vibração com cada conquista minha, por mais simples que fosse. Tudo o que eu sou devo a vocês, muito obrigado!*

*À minha irmã Zaira, agradeço a você pela amizade que temos e por estar sempre ao meu lado em todas as horas me dando apoio e carinho, sempre pronta para me ajudar. Te amo muito! Você é muito importante para mim! Esta conquista também é sua!*

*Ao meu irmão Ronald e aos meus sobrinhos e afilhados Péricles Vitor, Arthur Henrique e João Gabriel, por estarem sempre presentes em minha vida. Amo Vocês!*

## AGRADECIMENTOS

*À toda a minha família, pelo aconchego e carinho, e por participarem junto comigo desta etapa da minha vida. Muito Obrigado!*

*Ao Instituto de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” representado pelo Diretor o Prof. Titular Estevão Tomomitsu Kimpara, e ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora representado pelo Coordenador o Prof. Adjunto Alexandre Luiz Souto Borges, por terem me dado a oportunidade de cursar o Doutorado em uma das melhores universidades públicas do país.*

*Ao meu orientador, Prof. Titular Estevão Tomomitsu Kimpara, por ser para mim um exemplo de profissional. Obrigado pelos ensinamentos, amizade, compreensão, carinho e bom humor. Obrigado por ter me acolhido em São José dos Campos como um filho, já me considero da família. Muito obrigado por um convívio tão agradável, fazendo com que os dias difíceis se tornassem apenas momentos passageiros! Admiro muito o senhor, e tenho muito orgulho de ser seu aluno. Obrigado!*

*À minha coorientadora, Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Marina Amaral, por todo o incentivo e orientação na execução deste trabalho. Obrigado pela amizade incondicional desde de que cheguei em São José dos Campos. Obrigado por compartilhar comigo desta etapa tão importante da minha vida. Te admiro muito!*

*À querida Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Fabíola Pessoa Pereira Leite, pela amizade e por todo o incentivo que me deu para iniciar o doutorado. Você sonhou junto comigo este sonho, e sempre me apoiou e me incentivou a conquistar o doutorado! Obrigado por ser minha eterna orientadora!*

*À Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Márcia Carneiro Valera, por quem eu tenho muita admiração, e por ter me recebido tão bem e me dado apoio nos momentos em que mais precisei. Muito obrigado!*

*À amiga Aline Lins de Lima, obrigado pelo companheirismo, amizade e apoio, pois com sua companhia as dificuldades enfrentadas pareciam mais suaves. Conte sempre comigo!*

*Ao Amigo Humberto Lago de Castro, pela amizade e por sempre me apoiar e me incentivar. Essa conquista também é sua! Obrigado por tudo meu amigo!*

*À amiga Carolina Bacci, pela amizade, apoio e acolhimento em São José dos Campos. Muito obrigado por tudo!*

*Aos Amigos Leonardo Custódio de Lima, Aline Serrado de Pinho Barcellos, Jean Soares Miranda e Carolina da Silva Machado Martinelli, com quem dividi diariamente grande parte do tempo. Muito obrigado pelo apoio, amizade e companheirismo.*

*À amiga Anamaria Pessoa Pereira Leite, obrigado pela amizade e pelas conversas conselheiras mesmo à distância. Sei que sempre esteve torcendo por mim.*

*À amiga Eliane Wenzel, a quem admiro muito. Obrigado pelo apoio e por sempre estar torcendo por mim, e pela alegria e energia positiva com que sempre nos recebe.*

*À Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Paula Carolina Komori de Carvalho, por ter me recebido tão bem em São José dos Campos, e também pelo carinho e pela amizade.*

*Ao Prof. Dr. Júlio César Brigolini de Faria, obrigado pela amizade, confiança e conselhos que sempre me deu desde a Graduação. Obrigado por ter aceitado participar da minha banca!*

*Aos Professores Eduardo Bresciani e Alberto Noriyuki Kojima, por terem aceitado participar da minha banca. Obrigado pelo carinho e atenção com os quais sempre me acolheram, desde de que iniciei o Doutorado! Muito Obrigado!*

*Aos amigos Daiana Viana, Monize Carelli, Danielle Toledo, Fernanda Nathália, Natália Oliveira, Beatriz Nunes, Carlos Aguiar, Leandro Carvalho, Beatriz Netto, amigos do CSC e MUR, por estarem sempre dispostos a me ajudar, mesmo à distância, mostrando preocupação e atenção comigo. Obrigado por tudo!*

*Aos Amigos que levarei da Pós-Graduação, Nathália Ramos, Gabriela Freitas, Tábata Sato, Leandro Santis, Vinícius Rodrigues, Lígia Tiaki, Carolina Almeida, Júlio Luz, Sarina Maciel, Fernanda Papaiz, Fernanda Campos, Pedro Corazza, César Bergoli, Rafael Binato, Lucélia Gonçalves, Laura Meirelles, Amanda Dal Piva, Pollyanna Nogueira, Sâmia Sacorague, Ana Karina*

*Costa, Ana Carolina Santos, Lillian Anami, Ana Flávia Reis, Regina Villefort, Priscila Cristoforides, agradeço pelo agradável convívio e apoio.*

*Aos Técnicos do Laboratório de Pesquisa, Thais Paradela e Márcio Eduardo, e também ao saudoso Marcos Vestali (in memoriam) pela disposição em nos ajudar no dia-a-dia do laboratório. Também aos demais técnicos do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese, Juliane Damasceno, Lillian Vilela, Fernando Fontes e Marco Alfredo. Vocês foram fundamentais para a conclusão desse trabalho.*

*Aos secretários do PPG-Odontologia Restauradora, Bruno Tanaka, Ivan Damasceno, Sandra Cordeiro e Rosemay Salgado, pela disposição e atenção com que sempre nos recebe.*

*Aos Professores do Instituto de Ciência e Tecnologia, Prof. Tarcísio José de Arruda Paes Júnior, Prof. Rubens Nisie Tango, Prof. Alexandre Luiz Souto Borges, Prof. Guilherme Saavedra, Prof. Marco Antônio Bottino, Profa. Renata Marques de Melo, Prof. Ivan Balducci, Prof. Fernando Takahashi obrigado pelo convívio, vou sempre me lembrar de vocês.*

*À CAPES que disponibilizou bolsa de estudo durante o período inicial do Doutorado, viabilizando minha permanência em São José dos Campos.*

*À FAPESP que disponibilizou recursos para a execução deste trabalho.*

*... vocês fazem parte dessa vitória,*

*A todos, o meu reconhecimento e agradecimento!*

*“Um sonho que se sonha só, é só um sonho que se sonha só,  
mas sonho que se sonha junto é realidade”. Raul Seixas*

## SUMÁRIO

<b>LISTA DE FIGURAS .....</b>	<b>9</b>
<b>LISTA DE QUADROS E TABELAS.....</b>	<b>10</b>
<b>RESUMO.....</b>	<b>12</b>
<b>ABSTRACT.....</b>	<b>13</b>
<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>14</b>
<b>2 REVISÃO DE LITERATURA.....</b>	<b>17</b>
<b>2.1 Cerâmicas Odontológicas .....</b>	<b>17</b>
<b>2.2 Resistência mecânica .....</b>	<b>19</b>
<b>2.3 Crescimento subcrítico de trincas em cerâmicas .....</b>	<b>22</b>
<b>3 PROPOSIÇÃO .....</b>	<b>25</b>
<b>4 MATERIAL E MÉTODOS.....</b>	<b>26</b>
<b>4.1 Preparo dos discos de dissilicato de lítio .....</b>	<b>26</b>
<b>4.2 Tratamento de superfície .....</b>	<b>29</b>
<b>4.3 Determinação da resistência à fratura inicial.....</b>	<b>32</b>
<b>4.4 Determinação da resistência inerte .....</b>	<b>33</b>
<b>4.5 Crescimento Subcrítico de Trincas (CST).....</b>	<b>33</b>
<b>4.6 Análise por Microscópio Eletrônico de Varredura.....</b>	<b>34</b>
<b>5 RESULTADO .....</b>	<b>35</b>
<b>5.1 Resistência Inicial .....</b>	<b>35</b>
<b>5.2 Resistência Inerte e Análise de Weibull .....</b>	<b>35</b>
<b>5.3 Parâmetro de Crescimento Subcrítico de Trincas.....</b>	<b>37</b>
<b>5.4 Microscopia Eletrônica de Varredura .....</b>	<b>40</b>
<b>6 DISCUSSÃO .....</b>	<b>42</b>
<b>7 CONCLUSÃO .....</b>	<b>45</b>
<b>8 REFERÊNCIAS.....</b>	<b>46</b>

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Retificadora Cilíndrica CNC CB71N.....	26
Figura 2 - Bloco de dissilicato de lítio antes e após usinagem.....	26
Figura 3 - Máquina de corte Isomet 1000.....	27
Figura 4 - Forno Ivoclar EP5000.....	28
Figura 5 - Programa específico para cristalização do dissilicato de lítio.....	28
Figura 6 - Jateamento de uma amostra com partículas de 30µm de Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> revestidas com sílica.....	29
Figura 7 - Condicionamento com ácido fluorídrico a 5%.....	30
Figura 8 - Tratamento térmico de uma amostra em forno F-1800.....	30
Figura 9 - Amostra posicionada no dispositivo específico para cimentação, com excessos de cimento a serem removidos.....	31
Figura 10 - Amostra sendo submetida ao ensaio mecânico de compressão (flexão biaxial).....	32
Figura 11 - Gráfico de representação da análise de Weibull.....	36
Figura 12 - Gráfico dos valores de resistência em cada taxa de tensão para o tratamento de superfície com Jateamento.....	39
Figura 13 - Gráfico dos valores de resistência em cada taxa de tensão para o tratamento de superfície com Ácido.....	39
Figura 14 - Micrografia de uma amostra do grupo Ácido, com a fratura iniciando na área de tração.....	40
Figura 15 - Micrografia de uma amostra do grupo Jateamento, com fratura iniciando na área de tração.....	41

## LISTA DE QUADROS E TABELAS

Quadro 1 - Imagem dos padrões de fratura dos discos.....	38
Tabela 1 - Grupos de estudo.....	29
Tabela 2 - Valores obtidos pelo ensaio mecânico de compressão .....	35
Tabela 3 - Valores obtidos na resistência inerte.....	36
Tabela 4 – Dados das propriedades mecânicas.....	37
Tabela 5 – Estatística descritiva de acordo com as taxas de tensão para o Jateamento.....	37
Tabela 6 - Estatística descritiva de acordo com as taxas de tensão para o Ácido.....	38

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CST	= Crescimento Subcrítico de Trinca
D	= Parâmetro do CST
F	= Força
g	= Grama
HF	= Ácido Fluorídrico
ISO	= International Organization for Standardization
KgF	= Quilograma-força
m	= Módulo de Weibull
mm	= Milímetro
mm/min	= Milímetro por minuto
MPa/s	= Megapascal por segundo
N	= Newton
n	= Coeficiente de crescimento subcrítico de trincas
°C	= Grau Celsius
µm	= Micrometro
$\sigma_c$	= Resistência característica

Carvalho RLA. Efeito dos diferentes tratamentos de superfície na resistência à fadiga do dissilicato de lítio [tese]. São José dos Campos (SP): Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2016.

## RESUMO

Este estudo avaliou o crescimento subcrítico de trincas de uma cerâmica à base de dissilicato de lítio, levando em consideração dois tipos de tratamento de superfície. Blocos de dissilicato de lítio parcialmente cristalizados, foram usinados até obter um cilindro com 12 mm de diâmetro. Após este processo, os cilindros foram cortados de forma a obter discos com espessura de  $1,2 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$ , segundo norma ISO 6872/2008. Em seguida, 160 discos foram divididos em 2 grupos de estudo, de acordo com o tratamento de superfície: jateamento (Jateamento com partículas de  $30 \text{ }\mu\text{m}$  de alumina modificadas por sílica); e Ácido (Ácido Fluorídrico 5% por 20 segundos). As superfícies tratadas dos discos de todos os grupos receberam aplicação do agente de união silano, e foram submetidos ao tratamento térmico em um forno sob a temperatura de  $100^{\circ}\text{C}$  durante 2 min. Todos os grupos receberam uma camada de cimento resinoso Panavia F. Vinte amostras de ambos os grupos foram submetidas ao ensaio mecânico de compressão, para a determinação da resistência à flexão biaxial, e vinte e cinco amostras de cada grupo foram submetidas ao ensaio de compressão para obtenção da resistência inerte. Trinta e cinco amostras de cada grupo foram submetidas ao teste de crescimento subcrítico de trinca. Este ensaio foi realizado em cinco taxas de tensão:  $10^{-2}$ ,  $10^{-1}$ ,  $10^0$ ,  $10^1$  e  $10^2$  MPa/s. Valores obtidos pelo ensaio mecânico de compressão: Jateamento ( $257,53 \pm 21,22$  MPa) e Ácido ( $279,44 \pm 31,42$  MPa). Valores obtidos pela resistência inerte: Jateamento ( $235,70 \pm 28,63$  MPa) e Ácido ( $343,30 \pm 47,93$  MPa). Os dados do coeficiente de crescimento subcrítico de trincas (n), parâmetro do CST (D), resistência característica ( $\sigma_c$ ) e módulo de Weibull (m), com base no teste de crescimento lento de trincas foram: Jateamento ( $n=18 \pm 1,7$ ;  $D=205,38 \pm 0,02$ ;  $\sigma_c=246,72 / 236,86-256,99$  MPa;  $m=10,46$ ) e Ácido ( $n=15 \pm 1,5$ ;  $D=222,88 \pm 0,02$ ;  $\sigma_c=362,72 / 345,38-380,93$  MPa;  $m=8,48$ ). Pode-se concluir que o tratamento de superfície com ácido fluorídrico 5%, tornou o dissilicato de lítio mais susceptível ao crescimento subcrítico de trinca do que com o jateamento de óxido de alumínio revestido por sílica.

Palavras-chave: Cerâmica. Fadiga. Resistência de materiais.

Carvalho RLA. *Effect of different surface treatment in resistance fatigue of lithium disilicate [doctorate thesis]. São José dos Campos (SP): Institute of Science and Technology, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2016.*

## **ABSTRACT**

*This study evaluated the fatigue behavior of a lithium disilicate ceramic regarding different surface treatments. Partially cristalized lithium disilicate blocks (IPS e.max CAD) were shaped into cylinders (12 mm in diameter). Cylinders were sectioned into disc shaped specimens with 1.2 mm in thickness ( $\pm 0.2$  mm), according to ISO 6872/2008. Half of the specimens were sandblasted with 30  $\mu\text{m}$  silica particles (Rocatec soft system) and received a layer of silane + resin cement (Pavavia F). The other half of the specimens was etched with hydrofluoric acid (HF 5%, 20 s) and also received a layer of silane + resin cement (Pavavia F). Previously to resin cement application, the silane was heat treated at 100°C. The biaxial flexural strength was determined for each surface treatment ( $n=20$ ), as the subcritical crack growth behavior at 5 stress levels:  $10^{-2}$ ,  $10^{-1}$ ,  $10^0$ ,  $10^1$  and  $10^2$  MPa/s. The fatigue limit will be determined with the stair case approach. Values obtained for the biaxial flexural strength teste were: Sandblasting ( $257.53 \pm 21.22$  MPa) and Acid ( $279.44 \pm 31.42$  MPa). values obtained by inert strength were: Sandblasting ( $235,70 \pm 28,63$  MPa) and Acid ( $343,30 \pm 47,93$  MPa). Slow crack growth behavior parameter ( $n$ ), and CST ( $D$ ), characteristic strength ( $\sigma_c$ ) and Weibull modulus ( $m$ ) were: sandblasting ( $n=18 \pm 1.7$ ;  $D=205.38 \pm 0.02$ ;  $\sigma_c=246.72 / 236.86-256.99$  MPa;  $m=10.46$ ) and Acid ( $n=15 \pm 1.5$ ;  $D=222.88 \pm 0.02$ ;  $\sigma_c=362.72 / 345.38-380.93$  MPa;  $m=8.48$ ). It can be concluded that the surface treatment with 5% hydrofluoric acid, lithium disilicate become more susceptible to subcritical crack growth than with the sandblasting aluminum oxide coated silica.*

**Keywords:** Ceramic. Fatigue. Material Resistance.

## 1 INTRODUÇÃO

O aumento da demanda por restaurações cerâmicas em razão da redução do uso do amálgama, e das tradicionais restaurações metálicas fundidas, tem motivado inúmeras pesquisas envolvendo materiais livres de metal. Apesar do sucesso das restaurações metalocerâmicas, a necessidade de uma melhor estética aliada a biocompatibilidade impulsionam, ainda mais, o desenvolvimento de materiais para infraestrutura de restaurações totais cerâmicas (Etman, Woolford, 2010).

O desenvolvimento contínuo de materiais cerâmicos e técnicas de fabricação permitiu a introdução de novos sistemas totalmente cerâmicos (Bindl et al., 2006). Um exemplo desta evolução é a associação de cerâmicas reforçadas por vários tipos de óxidos, com cerâmicas tradicionais (Aboushelib et al., 2007). Entre estes materiais, a cerâmica vítrea acrescida de cristais de dissilicato de lítio recebe destaque especial devido à sua alta resistência (Bindl et al., 2006, Suputtamongkol et al., 2008), porém, a evidência para resultados clínicos ainda não é clara (Pieger et al., 2014).

O dissilicato de lítio, que pode ser processado pelo sistema CAD/CAM (por exemplo, IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) (Bindl et al., 2006, Wiedhahn, 2007; Lee et al., 2008) ou pelo sistema prensado (por exemplo, IPS e.max PRESS, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) (Drummond et al., 2000), é indicado como uma coroa monolítica ou como uma infraestrutura para revestimento com cerâmica feldspática. Em pesquisas clínicas recentes de 2 anos de duração, coroas monolíticas de dissilicato de lítio mostraram resultados promissores em termos de integridade, com poucos eventos de fratura ou lascamento (Fasbinder et al., 2010; Reich et al., 2010). As propriedades mecânicas e quantidade de carga para fratura desse material, não dependem somente da sua microestrutura (Della Bona, Anusavice, 2002; Della Bona, 2009), mas também da técnica de fabricação (Attia et al., 2006; Drummond et al., 2000; Taskonak et al., 2006) e das condições de armazenamento antes da aplicação da carga para a fratura (Attia et al., 2006; Stappert et al., 2005).

Quanto ao tratamento de superfície, as cerâmicas podem ser classificadas em ácidossensíveis e ácidorresistentes, de acordo com a possibilidade ou não de serem degradadas pelo ácido fluorídrico (Valandro et al., 2006). As ácidossensíveis sofrem

modificação superficial pelo ácido fluorídrico permitindo uma união micromecânica com o cimento e uma união química pelo agente silano (cerâmicas feldspática, leucítica e os dissilicatos de lítio). Já as ácidosresistentes apresentam pouca ou nenhuma modificação superficial pelo ácido fluorídrico, obtendo uma limitada união micromecânica dos agentes de união (cerâmicas aluminizadas e a Y-TZP) (Bottino et al., 2009), desta forma, com o intuito de proporcionar uma adequada união, destaca-se como tratamento de superfície a silicatização (jateamento com partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica), como, por exemplo, o sistema Rocatec Soft (Partícula de 30  $\mu\text{m}$ , 3M-ESPE, Saint Paul, EUA). Este tipo de tratamento modifica a superfície da cerâmica, criando micro retenções e impregnando-a com uma camada de sílica, a qual é mais reativa ao silano e aos agentes resinosos (Ozcan et al., 2008). O ácido fluorídrico é um material que apresenta uma composição extremamente cáustica (Brentel et al., 2007) o que faz com que o seu uso na clínica odontológica deva ser realizado com muita cautela. Frente a isso, neste estudo, o dissilicato de lítio foi condicionado com ambos os tratamentos de superfície (Jateamento e Ácido), sendo que segundo Borges et al. (2003) afirmou que ambos os tratamentos de superfície promoveram irregularidades no IPS Empress 2, e estas irregularidades seriam fundamentais para melhorar a resistência de união com cimentos resinosos.

Após o tratamento de superfície, recomenda-se o uso de substâncias químicas como o silano, um monômero composto de radicais orgânicos reativos e grupos monovalentes hidrolisáveis, que propicia uma união química entre a fase inorgânica da cerâmica e a fase orgânica do agente de união aplicado sobre a superfície cerâmica por meio de uniões siloxanas (Brentel et al., 2007; Della Bona, Anusavice, 2002). A união química promovida pelo agente silano é o principal mecanismo de adesão de cerâmicas feldspáticas a cimentos resinosos. Soma-se a isso, o fato do silano aumentar a energia de superfície do substrato cerâmico e melhorar o molhamento do cimento, otimizando a interação microscópica entre este e a cerâmica (De Goes, 1998).

Para a verificação do comportamento mecânico, após a cimentação, os espécimes podem ser submetidos aos testes monotônicos que consistem da aplicação única de uma carga crescente, até a fratura do corpo de prova, sendo amplamente utilizados para a caracterização de materiais e avaliação da influência de diversas variáveis nas propriedades mecânicas destes. Desta forma, os materiais não

falham pelo dano cumulativo (fadiga), como o ocorrido quando os materiais estão em função (Scherrer et al., 2003). Nos testes de fadiga, as aplicações de carga são bastante repetitivas e subcríticas, tais como aquelas que ocorrem em ambiente bucal, caracterizando o comportamento a fadiga e a degradação da resistência do material. Para restaurações cerâmicas, experimentos *in vitro* de fadiga têm se mostrado bons preditores de sua sobrevivência *in vivo* (Lohbauer et al., 2008). Além da aplicação cíclica de carga, ainda deve ser considerado o número de ciclos aplicados, tanto para envelhecimento quanto para fadiga completa do material (Mair, Padipatvuthikul, 2010), sendo a carga cíclica o tipo mais comum de tensão que atua no ambiente bucal (Baran et al., 2001; Wassermann et al., 2006).

Desta forma, as cerâmicas também são susceptíveis ao processo de fadiga, que envolve a iniciação e evolução de trincas sob cargas que são muito baixas para causar uma fratura catastrófica, denominado crescimento subcrítico de trincas (CST), causado por fatores do ambiente, como umidade e carga oclusal. O fenômeno é representado pelo parâmetro  $n$  (coeficiente de susceptibilidade ao crescimento da trinca) que é uma constante do material. Quanto maior o valor de  $n$ , menor a susceptibilidade de ocorrência de CST. Por meio deste parâmetro, é possível estabelecer um cenário onde se reproduzem as falhas clínicas (Anusavice, 2012), que são importantes para conhecer o comportamento do material a médio prazo.

Ao escolher dissilicato de lítio como material restaurador para coroas unitárias, os profissionais devem estar cientes de que a sobrevivência a curto prazo para este tipo de restauração é excelente, mas atualmente, existem poucos estudos sobre a sobrevivência a médio prazo (Pieger et al., 2014). Por isso a importância de se estudar o comportamento deste material submetido a fadiga.

Dentro desse contexto, este estudo propõe avaliar o crescimento subcrítico de trincas de uma cerâmica à base de dissilicato de lítio, levando em consideração as diferentes possibilidades de tratamento de superfície.

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 Cerâmicas Odontológicas

As cerâmicas odontológicas, na maioria dos casos, constituem o material de eleição em trabalhos restauradores estéticos, uma vez que apresentam algumas propriedades como: alta resistência à compressão e abrasão, estabilidade química, biocompatibilidade, propriedades estéticas favoráveis, translucidez, fluorescência e coeficiente de expansão térmica próximo ao da estrutura dentária (Anusavice, 2012; Carvalho et al., 2011; Della Bona, 2009).

Os sistemas cerâmicos tiveram suas propriedades mecânicas e estéticas recentemente aprimoradas principalmente quando se refere aos sistemas cerâmicos CAD/CAM, introduzidos na odontologia em 1970 por Duret (sistema CAD/CAM de Duret). Os sistemas CAD/CAM usam blocos cerâmicos pré-fabricados para confeccionar restaurações livres de metal, que apresentam uma estética natural, são biocompatíveis, duráveis e relativamente resistentes a fratura. Essas características ocorrem devido ao fato desses blocos cerâmicos pré-fabricados serem homogêneos e compactos. Dentre os vários tipos de blocos cerâmicos pré-fabricados usados para restaurações cerâmicas, os blocos de dissilicato de lítio tem sido comumente usados para a confecção de restaurações parciais do tipo onlays, inlays, overlays, facetas laminadas e para restaurações livres de metal em dentes anteriores (Souza et al., 2012).

Em definição, cerâmicas são compostos inorgânicos com propriedades não-metálicas especificamente formuladas para diversas finalidades. A porcelana odontológica convencional é uma cerâmica vítrea baseada em uma rede de sílica ( $\text{SiO}_2$ ) e óxido de potássio feldspato ( $\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$ ) ou soda-feldspato ( $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$ ), ou ambos. Pigmentos, opacificadores e vidros são adicionados para controlar a temperatura de fusão, temperatura de sinterização, coeficiente de contração térmica e solubilidade. Os feldspatos usados para porcelanas odontológicas são relativamente puros e sem cor. Portanto, pigmentos devem ser adicionados para produzir a estética dos materiais cerâmicos (Guerra, 2007).

As cerâmicas odontológicas podem ser classificadas de diferentes formas. Segundo a microestrutura: (1) cristalinas ou policristalinas, (2) parcialmente cristalinas ou vidros com partículas e (3) vidros amorfos (Della Bona, 2009); didaticamente classificaram em metalocerâmicas (feldspáticas) e cerâmicas puras ou livres de metal (feldspáticas com alto teor de leucita, alumina, zircônia e dissilicato de lítio) (Guerra, 2007); quanto ao grau de degradação superficial causado pelo ácido fluorídrico, ácidosensíveis e ácidosresistentes (Valandro et al., 2005); dentre outras formas.

No início dos anos 90, a Ivoclar Vivadent (Schaan, Liechtenstein) introduziu no mercado uma vitrocerâmica reforçada por leucita, com o nome comercial de IPS Empress1. Os finos grãos de leucita dispersos na matriz vítrea amorfa conferiam a este material alta resistência e baixa propagação de trincas, além da alta performance clínica. Em 1998, o fabricante lançou o IPS Empress 2, uma cerâmica de dissilicato de lítio, patente da empresa. A nova versão trouxe melhores resultados de resistência mecânica, porém um menor desempenho estético (Ahmad, 2006; Kang et al., 2013).

Em 2001, chega ao mercado o IPS e.max Press, uma cerâmica de dissilicato de lítio com a técnica injetada. Quatro anos depois é lançado então a cerâmica IPS e.max CAD, também um dissilicato de lítio só que agora desenvolvido em blocos para tecnologia CAD/CAM (Ahmad, 2006; Kang et al., 2013).

Desde então o dissilicato de lítio tem sido muito utilizado em próteses estéticas. Consiste basicamente em uma subestrutura de vidro-cerâmica a base de dissilicato de lítio 60% ( $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ ), com um recobrimento estético baseado em fluorapatita (Dehoff et al., 2006).

Restaurações com o sistema IPS e.max Press exibem uma taxa de sobrevida variando de 96% em quatro anos e meio para 91% em sete anos. As cáries secundárias não foram o fator preponderante de falha, sendo a fratura da restauração a maior causa de insucesso (El-Mowafy, Brochu, 2002). A fratura frágil de um material normalmente é iniciada num defeito interno ou de superfície, na forma de microtrincas que agem como concentradoras de esforços. A fase cristalina é geralmente mais resistente do que a fase vítrea, por isso a trinca normalmente se originará na fase vítrea. A dimensão destas microtrincas pode ser limitada pela distância entre os cristais (Attia, Kern, 2004; Fabianelli et al., 2010).

O IPS e.max CAD é composto por quartzo, dióxido de lítio, óxidos de fósforo, de potássio, alumina e entre outros. Os blocos usináveis são processados por

aquecimentos, fusões e esfriamentos, com nucleação simultânea de dois cristais diferentes. O processo de cristalização parcial forma cristais de metasilicato de lítio responsáveis pelas propriedades mecânicas de alta resistência e estabilidade das bordas, mesmo antes da cristalização. Quanto a microestrutura, os blocos pré-sinterizados apresentam 40% de cristais de metasilicato de lítio em forma de placas, embebidas em uma matriz vítrea. O tamanho destes cristais varia de 0,2 a 1,0  $\mu\text{m}$ . Após a sinterização e completa cristalização, a microestrutura muda para 70% de cristais finos de dissilicato de lítio embebidos em uma matriz vítrea (Ritter, 2010).

Um estudo de Kim et al. (2013) comparou a carga para fratura de coroas monolíticas sobre implantes, de Dissilicato de Lítio (IPS e.max CAD), de zircônia e de zircônia veneer. A carga de fratura do dissilicato de lítio foi maior do que a da coroa de zircônia veneer, com valor médio de 3852,10 N. Um estudo clínico com coroas monolíticas de IPS e.max CAD acompanhou os pacientes por 2 anos, ao final do acompanhamento não houve fratura ou lascamento da cerâmica em nenhuma das 62 coroas (Fasbinder et al., 2010).

## 2.2 Resistência mecânica

As trincas são consideradas o principal fator que controla a resistência mecânica em materiais cerâmicos. Se estas trincas forem minimizadas ou eliminadas, os poros e as inclusões, dependendo principalmente da forma e dimensões, serão considerados o fator de maior severidade no controle da resistência mecânica. Entretanto, não se pode descartar a hipótese de que as falhas em materiais cerâmicos podem ocorrer por um conjunto de defeitos provenientes tanto do processamento cerâmico como introduzidos pelo processo de usinagem ou durante o uso (Green, 1998).

A grande maioria dos trabalhos sobre a resistência de materiais analisa os resultados com base nos parâmetros que caracterizam a distribuição estatística normal (gaussiana), ou seja, a média e o desvio-padrão. Embora em muitos casos, como para várias propriedades mecânicas, os resultados se ajustem a essa distribuição de frequência, é comum encontrar conjuntos de dados cuja dispersão ao

redor da média não é simétrica (como pressupõe a distribuição normal). Entretanto, dados que não se apresentam de maneira simétrica não são bem representados pela média e pelo desvio-padrão (Gonzaga et al., 2011).

Além disso, a distribuição normal considera que a média representa o “valor verdadeiro” e os desvios ao redor deste valor ocorrem ao acaso, devido a diferenças na preparação das amostras ou a pequenas variações incontroláveis ocorridas no momento da realização do ensaio. Ao se determinar a resistência de um material, o “valor verdadeiro” é a resistência obtida por um corpo-de-prova ideal, livre de defeitos. Desta forma, é possível explicar valores de resistência abaixo do “verdadeiro”, mas é difícil encontrar uma justificativa para valores muito acima da média, como ocorre em materiais cerâmicos (McCabe, Carrick, 1986).

A variação de resistência em materiais cerâmicos está relacionada à distribuição de tamanhos de defeitos. Assim, o processo de fratura pode ser analisado de um ponto de vista estatístico, já que depende da probabilidade de um material apresentar um defeito com tamanho maior ou igual do que o crítico para uma dada tensão aplicada. A resistência deve variar em função da área ou volume do material, ou seja, quanto maior a área ou volume, maior a probabilidade do material apresentar um defeito capaz de iniciar a fratura e, portanto, maior a probabilidade da resistência ser menor (Gonzaga et al., 2011).

A distribuição de Weibull, descrita em 1951, vem sendo adotada como alternativa à distribuição normal, pois permite a descrição de fenômenos ou propriedades de materiais representados por um conjunto de dados simétricos ou assimétricos (McCabe, Carrick, 1986). O uso da distribuição de Weibull permite uma abordagem diferente de projeto, envolvendo a probabilidade de falha (ou de sobrevivência) e a tensão aplicada no produto. Esta probabilidade depende do valor do módulo de Weibull ( $m$ ), calculado levando em consideração os desvios, simétricos ou assimétricos, da distribuição de frequência dos dados em estudo. Quando o módulo  $m$  assume valores próximos a 3,6, a distribuição de Weibull assemelha-se muito à distribuição normal (McCabe, Carrick, 1986).

Weibull propôs um modelo de tratamento estatístico que pode ser usado para descrever a distribuição dos valores de resistência de um material frágil, com base na probabilidade de sobrevivência ( $S$ ) dada por (Barsoum, 1997):

$$S = \exp\left[-V_{eff}\left(\frac{\sigma_f}{\sigma_0}\right)^m\right]$$

onde  $V_{eff}$  é o volume efetivamente tensionado,  $\sigma_f$  é a tensão,  $\sigma_0$  é a resistência característica e  $m$  é o módulo de Weibull, cujo valor está inversamente relacionado com a largura da distribuição dos valores. De maneira alternativa, podemos descrever a mesma equação baseada agora na probabilidade de falha, considerando  $V_{eff}$  unitário:

$$P_f = 1 - \exp\left[-\left(\frac{\sigma_f}{\sigma_0}\right)^m\right]$$

onde a resistência característica ( $\sigma_0$ ) é definida como o valor no qual a probabilidade de ocorrer fratura no espécime é de 63%.

Para ensaios de resistência mecânica, o parâmetro  $m$  (módulo de Weibull) é considerado como um indicador da confiabilidade do valor da resistência característica obtida pelo material. Um valor alto de  $m$  significa que os dados apresentam uma pequena dispersão. Essa informação é importante na medida em que existem situações em que é preferível optar-se por um material com resistência característica ligeiramente menor, mas com módulo de Weibull maior (McCabe, Carrick, 1986).

Pode-se esperar que a reprodutibilidade estatística dos parâmetros mensurados diminua com o aumento do número de amostras testadas. A escolha do número de amostras para um determinado teste, para um determinado nível de tensão e para a variação dos níveis de tensão a serem utilizados dependerá de um balanço entre um grau de reprodutibilidade aceitável e o custo do teste para um grande número de amostras. Para a análise estatística de Weibull, um mínimo de 20 espécimes, tem sido sugerido para que se obtenha um valor mais confiável de módulo de Weibull (Cattell et al., 1997).

### 2.3 Crescimento subcrítico de trincas em cerâmicas

Fadiga mecânica é a degradação estrutural localizada e progressiva de um material sob carregamento cíclico não-crítico que eventualmente resulta em falha do material (Loughran et al., 2005). Não se devem confundir o ensaio de fadiga dinâmica com o ensaio de fadiga cíclica (Barsoum, 1997). O objetivo do primeiro ensaio é a determinação dos parâmetros do CST, enquanto que o segundo, além dos parâmetros de CST, irá fornecer o limite de fadiga do material.

Quando os materiais cerâmicos se encontram sob influência de uma tensão aplicada (tensão menor que a necessária para fratura), trincas ou defeitos podem crescer de maneira lenta e estável até um nível crítico. A fratura das cerâmicas ocorre quando o fator de intensidade de tensão ( $K_I$ ) atinge um valor crítico ( $K_{Ic}$ ), definido por uma combinação de tensão aplicada e tamanho do defeito presente no material. Quando o material cerâmico é submetido a níveis de  $K_I$  bem abaixo do valor crítico, ocorre o crescimento subcrítico de trincas ou *slow crack growth* (SCG) (Green, 1998).

Gonzaga et al. (2011) mostraram que a partir dos parâmetros deste crescimento subcrítico de trincas pode-se prever a longevidade clínica de restaurações cerâmicas e determinar a susceptibilidade de um material ao fenômeno de corrosão. A corrosão sob tensão é o principal mecanismo do CST, decorrente da reação química da ponta da trinca com a água, ou seja, a propagação de trincas se deve ao ataque corrosivo do vapor d'água na ponta da trinca. Nesta região, o crescimento da trinca é controlado pela taxa de reação entre a água e a cerâmica (ou vidro), e intensificado pela tensão aplicada. Este crescimento depende também da umidade relativa do ar, da temperatura do ambiente, do pH e da magnitude de  $K_I$  (Pinto et al., 2008; Wachtman et al., 2009). Albakry et al. (2004) revelaram que a cerâmica de dissilicato de lítio apresenta boas propriedades mecânicas, porém, apresenta alta susceptibilidade ao CST.

Os métodos diretos para determinação da curva v-K são geralmente complexos, empregam espécimes de grandes dimensões e utilizam trincas longas (por exemplo, 12 mm de comprimento de trinca inicial em barras de cerca de 40 mm de comprimento), o que pode não corresponder ao comportamento das trincas curtas presentes nas pequenas restaurações dentárias, principalmente se o material

apresentar o comportamento de curva R (aumento da tenacidade com o aumento do comprimento da trinca) (Fett, Munz, 1992).

Os dois principais métodos indiretos utilizados para a determinação dos parâmetros de CST são os ensaios de fadiga dinâmica, onde a resistência à flexão é determinada em diferentes taxas de carregamento, e fadiga estática, onde o tempo de ruptura é medido para diferentes níveis de tensão aplicada, sendo também denominado de teste estático para determinação do tempo de vida. Nestes métodos, empregam-se os ensaios de flexão convencionais, uniaxial (em três ou quatro pontos) ou biaxial, e a fratura dos espécimes ocorre a partir das trincas curtas "naturais" presentes no material. O ensaio de flexão biaxial têm a vantagem de não apresentar interferência dos defeitos de borda do espécime, pois a fratura propaga-se a partir da região central da face tracionada (Green, 1998; Callister, Rethwisch, 2013).

Estudos mostram que quanto maior a taxa de tensão, maior será a resistência a fratura do material, e conseqüentemente, com a menor taxa de tensão o material apresentará menores valores de resistência a fratura. Isto deve-se ao maior tempo que o material terá até a fratura com a menor taxa de tensão, maior tempo que permite o crescimento das trincas tornando o defeito maior (Taskonak et al., 2008; Gonzaga et al., 2011). Quando o material se encontra sob a influência de uma tensão aplicada, abaixo da tensão de fratura, trincas ou outros defeitos podem crescer de maneira estável e lenta até atingirem um tamanho crítico, resultando na fratura frágil da peça. Assim, o tempo decorrido até o momento da falha é associado ao tempo necessário para que a trinca cresça de um tamanho subcrítico até um tamanho crítico para aquela determinada tensão (Guin, Wiederhorn, 2003).

Um estudo de sobrevivência de cerâmicas CAD/CAM apresentou  $n = 19,3$  para uma cerâmica vítrea (IPS Empress, Ivoclar Vivadent),  $n = 16,8$  para cerâmica feldspática (Vita Mark II, Vita Zahnfabrik) e  $n = 36,5$  para uma cerâmica à base de Alumina (In-Ceram, Vita Zahnfabrik), o que significa que a cerâmica feldspática possui maior propensão ao crescimento de trincas, e a cerâmica à base de alumina possui menor propensão à propagação de trincas. Isso pode ser explicado pela reação de corrosão da água com a fase vítrea das cerâmicas; a cerâmica feldspática do estudo possuía 80% de sílica e a cerâmica à base de Alumina apenas 25% (Lohbauer et al., 2008).

Um estudo de caracterização da microestrutura de quatro cerâmicas

odontológicas CAD/CAM, desenvolvido por Ramos et al. (2016) avaliou a susceptibilidade à corrosão sob tensão. Os espécimes foram submetidos ao ensaio de flexão biaxial sob cinco taxas de tensão constante (0,006; 0,06; 0,6; 6 e 60 MPa/s), a fim de se determinar os parâmetros de crescimento subcrítico da trinca (CST) ( $n$  = coeficiente de susceptibilidade ao CST). Vinte e cinco espécimes foram ensaiados na maior taxa de tensão em óleo mineral para determinar a resistência inerte e realizar a análise de Weibull. Duzentos e quarenta discos cerâmicos (12 mm de diâmetro e 1,2 mm de espessura) foram feitos de quatro cerâmicas: cerâmica infiltrada por polímero - CIP (Vita Enamic, Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha), cerâmica feldspática - FEL (Vita Mark II, Vita Zahnfabrik), cerâmica de dissilicato de lítio - DSL (IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) e cerâmica de silicato de lítio reforçada por zircônia - SLZ (Vita Suprinity, Vita Zahnfabrik). A CIP foi caracterizada como geopolímero reforçado com polímeros, apresentando uma fase orgânica e outra inorgânica, obteve  $n = 29,1 \pm 7,7$  e módulo de Weibull ( $m$ ) de 8,96. A FEL apresentou  $n = 36,6 \pm 6,8$  e  $m = 8,02$ . O DSL mostrou uma estrutura com grãos afilados de dissilicato envoltos em uma matriz vítrea e obteve o menor valor de  $n$  ( $8,4 \pm 0,8$ ) e  $m = 6,19$ . O SLZ mostrou grãos semelhantes a bastonetes,  $n = 11,2 \pm 1,4$  e  $m = 9,98$ . FEL apresentou menor susceptibilidade à corrosão sob tensão, DSL e SLZ apresentaram maior susceptibilidade. A CIP apresentou menor módulo elástico e nenhum cristal em sua composição. SLZ mostrou a presença de zircônia tetragonal e a maior confiabilidade estrutural dentre os materiais estudados.

### **3 PROPOSIÇÃO**

Avaliar a influência de dois tratamentos de superfície no crescimento subcrítico de trincas de uma cerâmica à base de dissilicato de lítio.

## 4 MATERIAL E MÉTODOS

### 4.1 Preparo dos discos de dissilicato de lítio

Vinte blocos de dissilicato de lítio parcialmente cristalizados (IPS e.max CAD, cor LTA1/ C14, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), foram arredondados em máquina de usinagem (Retificadora Cilíndrica CNC CB71N) (Figura 1) até obter um cilindro com 12 mm de diâmetro (Figura 2).



Figura 1 - Retificadora Cilíndrica CNC CB71N.



Figura 2 - Bloco de dissilicato de lítio antes (esquerda) e após usinagem (direita).

Após este processo, os cilindros foram levados a máquina de corte Isomet 1000 (Buehler, Estados Unidos) (Figura 3), envolvidos por silicone de adição, e cortados de forma a obter discos com altura de  $1,2 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$ , segundo recomendações da norma ISO 6872/2008. Em seguida, os discos foram polidos em lixas de granulação 400, 800 e 1200 (Nakazato et al., 1999).



Figura 3 - Máquina de corte Isomet 1000.

Após o processo de polimento, a integridade dos discos foi avaliada por microscópio óptico (40x de aumento, Mitutoyo MF, Mitutoyo Ltda, Tokyo, Japan). Aqueles que apresentassem trincas ao longo de sua extensão, bem como lascas foram descartados (Zogheib, 2010).

Os discos foram levados ao interior de fornos cerâmicos (EP5000, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) (Figura 4) para o processo de cristalização da cerâmica, que conferiu a resistência final do material. Entre o disco e a base refratária, foi colocado a pasta Object Fix Flow (Ivoclar Vivadent). Neste forno há um programa específico para este procedimento, que regula a velocidade gradual de fechamento/abertura do mesmo, bem como aquecimento e resfriamento. A temperatura máxima para a cristalização foi  $850^{\circ}\text{C}$  (Figura 5).



Figura 4 - Forno Ivoclar EP5000.

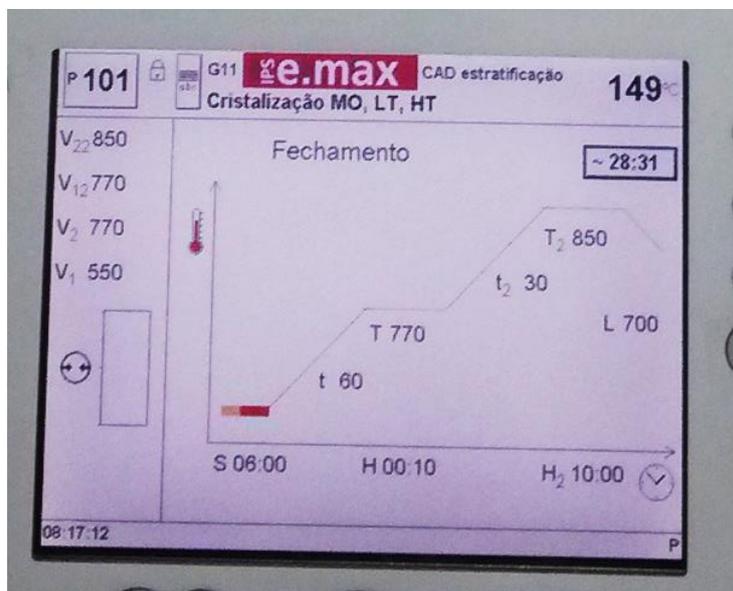


Figura 5 - Programa específico para cristalização do dissilicato de lítio.

Em seguida, os discos foram divididos 2 grupos de estudo, conforme tratamento de superfície, e submetidos a três testes mecânicos (Tabela 1).

Tabela 1 - Grupos de estudo

<b>Tratamento de superfície</b>	<b>Teste mecânico</b>	<b>n</b>
<b>Jateamento</b>	Resistência à flexão biaxial	20
	Resistência Inerte	25
	Crescimento subcrítico de trincas	35
<b>Ácido</b>	Resistência à flexão biaxial	20
	Resistência Inerte	25
	Crescimento subcrítico de trincas	35

#### 4.2 Tratamento de superfície

Inicialmente, as superfícies dos discos do grupo Jateamento foram jateadas com partículas de 30 $\mu$ m de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> revestidas com sílica (Rocatec Soft, 3M-ESPE, Campinas, Brasil) utilizando um dispositivo de abrasão intraoral de ar, a uma pressão de 2,8 bar, a partir de uma distância de 10 mm por 15 segundos (Cristoforides et al., 2012) (Figura 6).

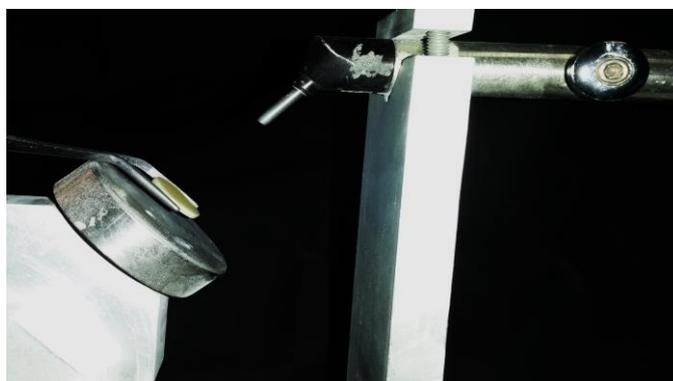


Figura 6 - Jateamento de uma amostra com partículas de 30 $\mu$ m de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> revestidas com sílica.

Os discos do grupo Ácido foram condicionados com ácido fluorídrico (HF) a 5% (Fórmula & Ação; São Paulo; Brasil) por 20 segundos, em seguida, lavados com jatos de água por 60 segundos, limpos em ultrassom com água destilada por 4 minutos e posteriormente, secos com jatos de ar por 30 segundos (Carvalho, 2014) (Figura 7).



Figura 7 - Condicionamento com ácido fluorídrico a 5%.

As superfícies tratadas dos discos de ambos os grupos receberam aplicação do agente de união silano (Monobond S, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), que foi aplicado em única camada e friccionado durante 30 segundos. Em seguida, a superfície cerâmica foi completamente seca com jato de ar por 30 segundos (Carvalho et al., 2011). Após aplicação do agente de união silano, as amostras foram submetidas ao tratamento térmico em forno F-1800 (EDG, São Paulo, Brasil) sob a temperatura de 100°C durante 2 minutos (Figura 8), para otimização da adesão ao cimento (Carvalho et al., 2011; Hooshmand et al., 2002).



Figura 8 - Tratamento térmico de uma amostra em forno F-1800.

Depois de concluídos os tratamentos na superfície das cerâmicas, todos os discos receberam uma camada de cimento resinoso Panavia F (Kuraray Medical Inc., Okayama, Japan).

As pastas base e catalizadora do cimento resinoso foram proporcionadas de acordo com as recomendações do fabricante, misturadas com espátula plástica até a obtenção de uma mistura homogênea, e aplicadas com espátula sobre a superfície tratada do disco. O conjunto disco/cimento foi posicionado em um dispositivo adaptado para cimentação (MetalCard, São José dos Campos, Brasil), com a superfície de cimentação voltada para baixo, perpendicular à aplicação de uma carga vertical estática de 750 g durante 10 minutos (Figura 9). Após o posicionamento do conjunto disco/cimento, os excessos de cimento foram removidos com espátula Suprafill Número 01 (SSWhite Duflex, Brasil) e a fotopolimerização foi realizada por 40 segundos em 4 pontos laterais do disco utilizando-se uma unidade foto-ativadora (UltraLED- Ultradent®, South Jordan, Utah, EUA).

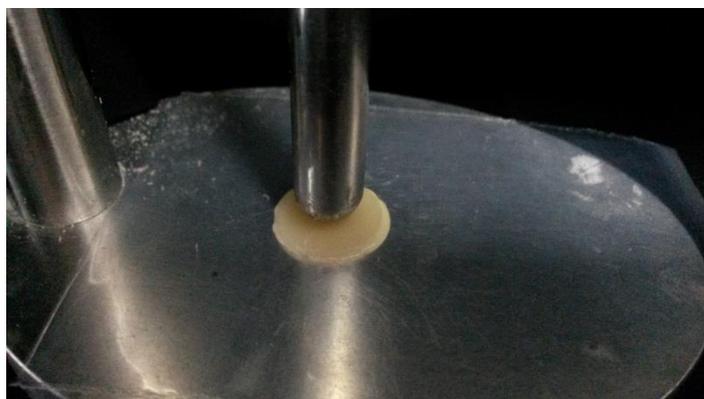


Figura 9 - Amostra posicionada no dispositivo específico para cimentação, com excessos de cimento a serem removidos.

Os conjuntos disco/cimento foram armazenados em estufa durante 24 horas até o momento dos ensaios mecânicos.

### 4.3 Determinação da resistência à fratura inicial

Vinte amostras de cada grupo, Jateamento e Ácido, foram submetidas ao ensaio mecânico de compressão – flexão biaxial, para a determinação da resistência à fratura. Os discos foram posicionados, com a interface tratada para baixo, sobre uma base com três esferas de aço inoxidável com diâmetro de 3.2 mm cada, a 120° distantes uma da outra, formando um triângulo equilátero contido em uma circunferência, e em seguida, uma haste de aço inox, com ponta plana cilíndrica de 1.6 mm de diâmetro, foi montada numa máquina de ensaios universal (EMIC DL-1000, Brasil), e aplicou uma carga (célula de carga de 1000 Kgf) no centro da amostra uma velocidade de 1 mm/min, até à fratura (Attia et al., 2006) (Figura 10), seguindo a norma ISSO 6872/2008.

A resistência flexural biaxial foi calculada de acordo com a equação:

$$\bar{\sigma} = (-0,2387 F (X-Y)) / d^2$$

$$X = (1 + \nu) \ln (r_2 / r_3)^2 + [(1 - \nu) / 2] (r_2 / r_3)^2$$

$$Y = (1 + \nu) [1 + \ln (r_1 / r_3)^2] + (1 - \nu) (r_1 / r_3)^2$$

onde  $\bar{\sigma}$  é a resistência flexural em MPa, F é a carga obtida na fratura do espécime (N), r1 é o raio da esfera de suporte, r2 é o raio da área de carga, r3 o raio da amostra, d é a espessura da amostra na origem da fratura e o  $\nu$  é o coeficiente de Poisson (Jin et al., 2004) do material. Ao final do ensaio, foi contabilizado o número de pedaços de cada disco após a fratura.

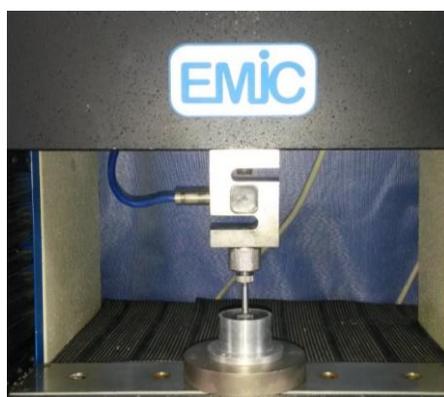


Figura 10 - Amostra sendo submetida ao ensaio mecânico de compressão (flexão biaxial).

#### 4.4 Determinação da resistência inerte

Foram ensaiados 25 discos em condição inerte, na taxa de tensão de  $10^2$  MPa/s para os cálculos do CST e para análise de confiabilidade com a análise de Weibull. Para realização do teste, uma haste de aço inox, com ponta plana cilíndrica de 1.6 mm de diâmetro, foi montada numa máquina de ensaios universal (EMIC DL-1000, Brasil), e foi aplicada a taxa de tensão com uma célula de carga de 1000 Kgf, no centro da amostra. A superfície submetida à tração foi recoberta com uma camada de óleo mineral para minimizar os efeitos do crescimento de trinca subcrítico (Gonzaga et al., 2011). A resistência inerte é a resistência do material na ausência de CST, portanto, é a máxima resistência que uma cerâmica pode alcançar (Green, 1998). Ao final do ensaio, foi contabilizado o número de pedaços de cada disco após a fratura.

#### 4.5 Crescimento Subcrítico de Trincas (CST)

Os grupos Jateamento e Ácido foram submetidos ao teste de crescimento subcrítico de trinca. Os ensaios foram realizados em cinco taxas de tensão:  $10^{-2}$ ,  $10^{-1}$ ,  $10^0$ ,  $10^1$  e  $10^2$  MPa/s. Foram ensaiados 10 espécimes em cada taxa das extremidades ( $10^{-2}$  e  $10^2$ ) e 5 espécimes nas taxas intermediárias. Para realização do teste, uma haste de aço inox, com ponta plana cilíndrica de 1.6 mm de diâmetro, foi montada numa máquina de ensaios universal (EMIC DL-1000, Brasil), e foi aplicada a taxa de tensão com uma célula de carga de 1000 Kgf, no centro da amostra (Lohbauer et al., 2002).

Na menor taxa de carregamento,  $10^{-2}$  MPa/s, devido aos longos tempo de ensaio, foi aplicada uma pré-carga com valor aproximado de 50% da carga de fratura. Na prática, os valores de pré-carga variam entre 41 e 56% da carga obtida no momento da fratura. A Norma ASTM 1368 indica que uma pré-carga de até 80% da carga de fratura pouco afeta os resultados do ensaio de fadiga dinâmica, pois o crescimento significativo da trinca só ocorre em cargas próximas à da fratura.

Os parâmetros de fadiga dinâmica e seus respectivos desvios-padrão foram calculados de acordo com as equações propostas na norma ASTM 1368 (American Society for Testing Materials, 2011). Com base nos resultados obtidos através do ensaio de fadiga dinâmica e da análise estatística de Weibull, foram construídos o diagrama tensão-probabilidade-tempo, SPT. Ao final do ensaio, foi contabilizado o número de pedaços de cada disco após a fratura e o tempo que foi necessário para cada disco fraturar.

O principal parâmetro de CST é o coeficiente de susceptibilidade ao crescimento subcrítico ( $n$ ), que indica a susceptibilidade à falha de um material cerâmico. Quanto maior o valor de  $n$ , menor é a susceptibilidade ao crescimento de trinca subcrítico. Sendo todos os outros fatores iguais, é esperado que o material com maior  $n$  tenha uma maior vida útil no uso clínico (Myers et al., 1994). Dentre os parâmetros de CST, o expoente  $n$  é o mais sensível e o que apresenta um efeito mais significativo nas predições de tempo de vida (Choi et al., 2005).

#### **4.6 Análise por Microscópio Eletrônico de Varredura**

Após os ensaios mecânicos, um espécime de cada grupo foi avaliado por MEV quanto à morfologia da área fraturada. Esta análise foi utilizada para ilustrar se a origem da fratura foi na área de tração ou na área de compressão.

## 5 RESULTADO

### 5.1 Resistência Inicial

Os valores obtidos pelo ensaio mecânico de compressão, para a determinação da resistência a fratura, estão apresentados na Tabela 2. Foi realizado estatística descritiva dos valores de resistência e número de fragmentos, e em seguida, foi realizado teste estatístico t-test ( $p=0,033$ ) para comparação entre os grupos, revelando que o grupo condicionado com ácido fluorídrico a 5% apresentou maior resistência à fratura em relação ao grupo com Jateamento.

Tabela 2 - Valores obtidos pelo ensaio mecânico de compressão (n=20)

	<b>Jateamento</b>	<b>Ácido</b>
<b>Média (MPa)*</b>	257,53 A	279,44 B
<b>Desvio Padrão</b>	21,22	31,42
<b>Média do nº fragmentos após a fratura*</b>	3,8 A	3,7 A

\*letras diferentes significam diferença estatisticamente significativa.

### 5.2 Resistência Inerte e Análise de Weibull

A tabela 3 mostra os valores médios obtidos durante o ensaio de resistência inerte, de acordo com o tratamento de superfície de cada grupo. Foi realizado estatística descritiva dos valores de resistência e número de fragmentos, e em seguida, foi realizado teste estatístico t-test ( $p=0,001$ ) para comparação entre os grupos, em relação aos valores de resistência ( $p=0,001$ ) e ao número de fragmentos após a fratura ( $p=0,001$ ).

Tabela 3 - Valores obtidos na resistência inerte

	Jateamento	Ácido
<b>Média (MPa)*</b>	235,70 A	343,30 B
<b>Desvio Padrão</b>	28,63	47,93
<b>m Weibull</b>	10,46	8,48
<b><math>\sigma</math> (Mpa) / IC*</b>	246,72 / 236,86-256,99	362,72 / 345,38-380,93
<b>Média e Desvio Padrão do nº fragmentos após a fratura*</b>	3,2 ± 0,59 A	3,9 ± 0,57 B

\*Intervalos de confiança (95%)/letras diferentes significam diferença estatisticamente significativa.

O gráfico abaixo (Figura 11) representa a estatística de Weibull com a distribuição dos valores em uma reta, quanto mais inclinada a reta, menor o módulo e menor a confiabilidade do material.

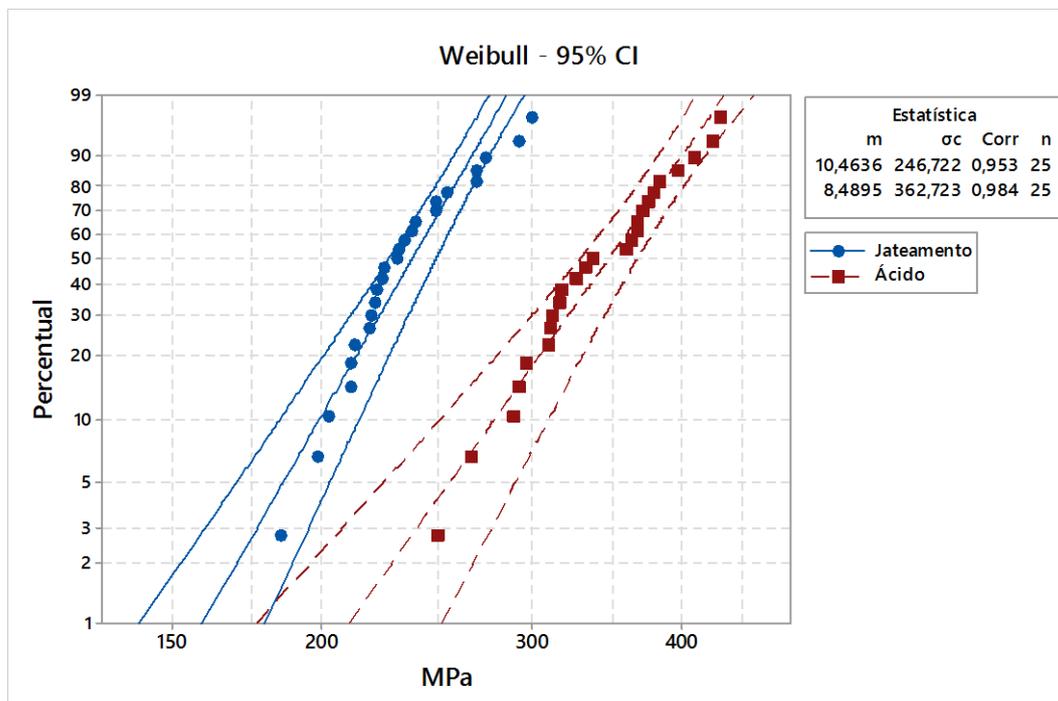


Figura 11 - Gráfico de representação da análise de Weibull.

### 5.3 Parâmetro de Crescimento Subcrítico de Trincas

Os dados do coeficiente de crescimento subcrítico de trincas ( $n$ ), parâmetro do CST ( $D$ ) (É a resistência máxima, quando a taxa de tensão é 1 MPa/s), resistência característica ( $\sigma_c$ ) e módulo de Weibull ( $m$ ) estão apresentados na Tabela 4, e da estatística descritiva de acordo com as taxas de tensão estão apresentados nas Tabela 5 e 6. Pode-se observar nestas mesmas tabelas, que as amostras apresentaram menor resistência à flexão nas taxas mais baixas de aplicação de tensão, assim como menor número médio de fragmentos após a fratura, em relação às taxas mais rápidas de aplicação de tensão.

Tabela 4 – Dados das propriedades mecânicas

	<b>Jateamento</b>	<b>Ácido</b>
<b><math>n</math></b>	18 ± 1,7	15 ± 1,5
<b>D</b>	205,38 ± 0,02	222,88 ± 0,02

Tabela 5 – Estatística descritiva de acordo com as taxas de tensão para o Jateamento

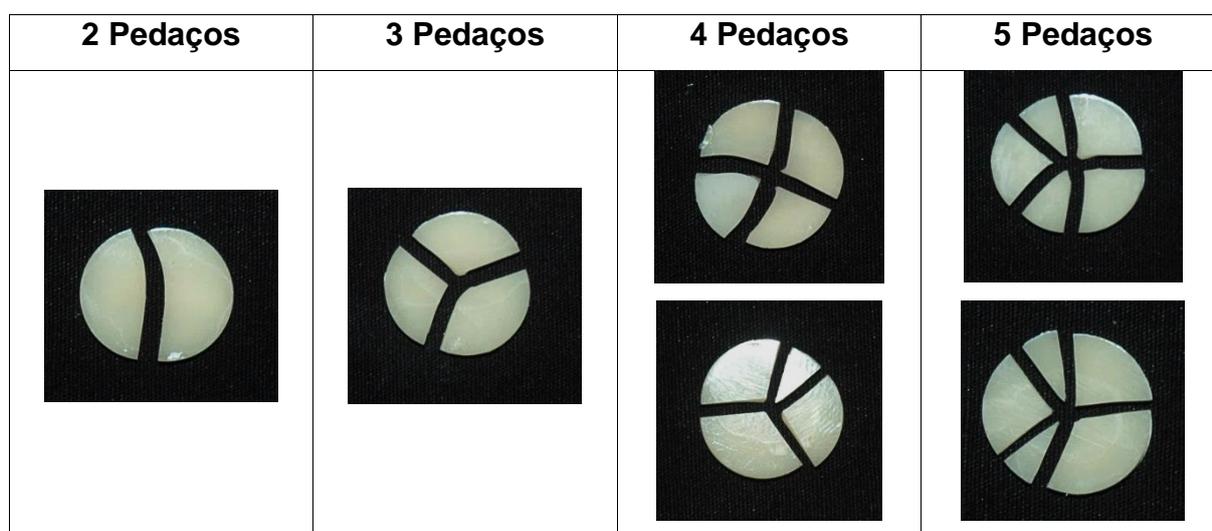
<b>Taxa de tensão</b>	<b>Jateamento</b>				
	100 MPa	10 MPa	1 MPa	0,1 MPa	0,01 MPa
<b>N</b>	10	5	5	5	10
<b>Média</b>	256,5	247,4	213,4	175,9	161,1
<b>Desvio Padrão</b>	33,05	15,96	19,69	18,53	9,452
<b>Coeficiente de Variação</b>	12,88%	6,45%	9,23%	10,54%	5,87%
<b>Média do nº fragmentos</b>	3,9	3,4	3,0	2,2	2,0
<b>Tempo médio para fratura</b>	2,5±0,4 Segundos	26,7±0,6 Segundos	2,1±0,3 Minutos	20,4±3,2 Minutos	99,3±28,8 Minutos

Tabela 6 - Estatística descritiva de acordo com as taxas de tensão para o Ácido

<b>Ácido</b>					
<b>Taxa de tensão</b>	100 MPa	10 MPa	1 MPa	0,1 MPa	0,01 MPa
<b>N</b>	10	5	5	5	10
<b>Média</b>	302,8	250,0	234,8	186,1	177,5
<b>Desvio Padrão</b>	47,19	37,27	22,00	16,42	19,35
<b>Coefficiente de Variação</b>	15,58%	14,91%	9,37%	8,82%	10,90%
<b>Média do nº fragmentos após a fratura</b>	4,1	2,8	3,0	2,4	2,0
<b>Tempo necessário para fratura</b>	2,9±0,4 Segundos	28,2±7,5 Segundos	2,2±0,6 Minutos	21,2±2,9 Minutos	99,8±34,6 Minutos

As imagens abaixo representam o padrão de fratura em relação ao número de fraturas dos discos (Quadro 1). O número de fraturas foi de dois a cinco por disco.

Quadro 1 - Imagem dos padrões de fratura dos discos



As Figuras 12 e 13 são as representações gráficas da média de resistência em cada taxa de tensão para os tratamentos de superfície do estudo. O Jateamento apresentou o maior valor de  $n$ , mostrando-se menos susceptível à propagação de trincas. Opostamente, o tratamento de superfície com ácido mostrou o menor valor de  $n$ , com uma estrutura mais susceptível à propagação de trincas.

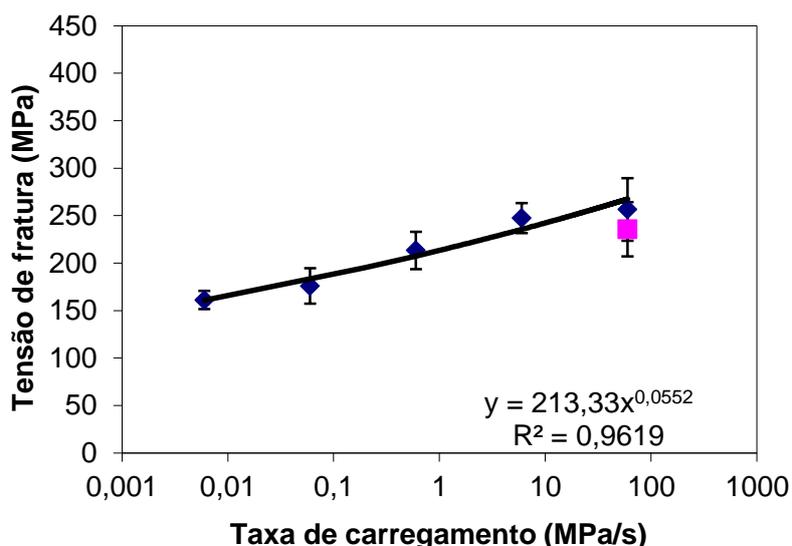


Figura 12 – Gráfico dos valores de resistência em cada taxa de tensão para o tratamento de superfície Jateamento.

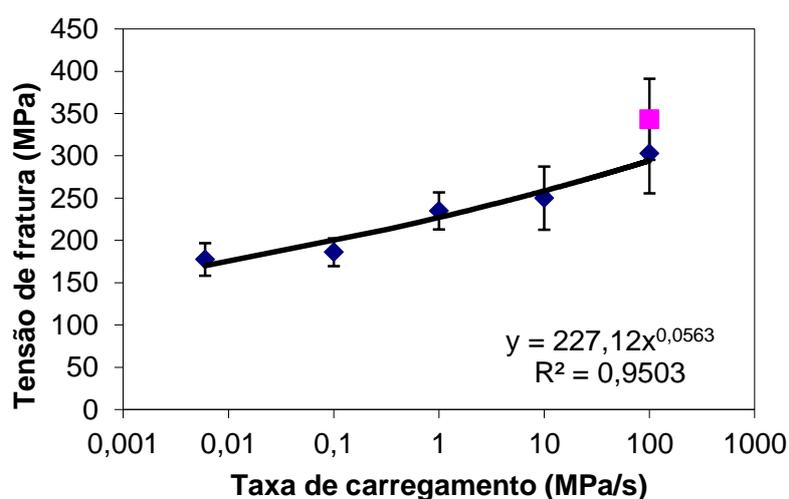


Figura 13 – Gráfico dos valores de resistência em cada taxa de tensão para o tratamento de superfície com Ácido.

## 5.4 Microscopia Eletrônica de Varredura

Com a análise do MEV (JSM-5600LV, Jeol, Tokyo, Japão), foram obtidas imagens da região de início da fratura, sendo que em ambas as imagens, o início da fratura foi na região de tração da amostra, independente do tratamento de superfície (Figura 14 e 15).

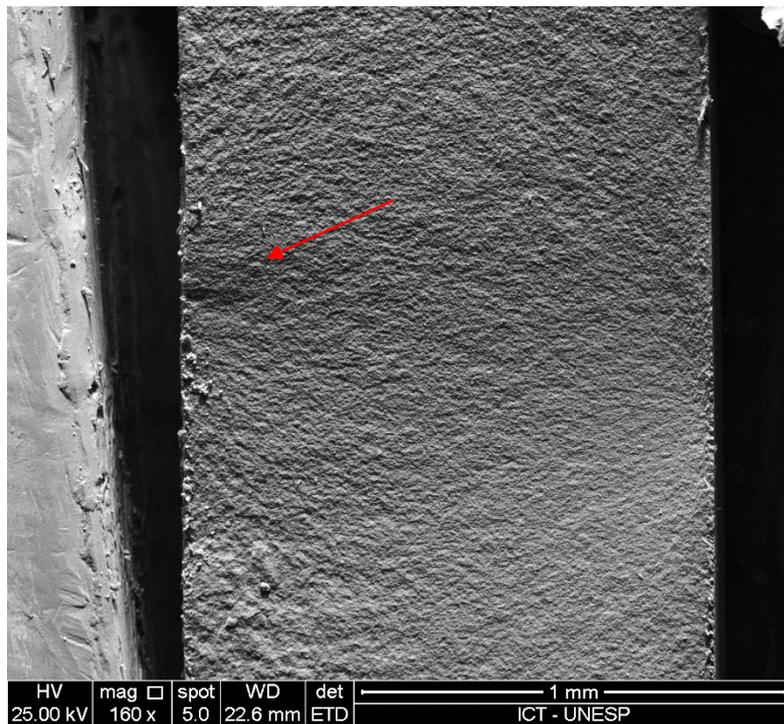


Figura 14 - Micrografia de uma amostra do grupo Ácido, com a fratura iniciando na área de tração.

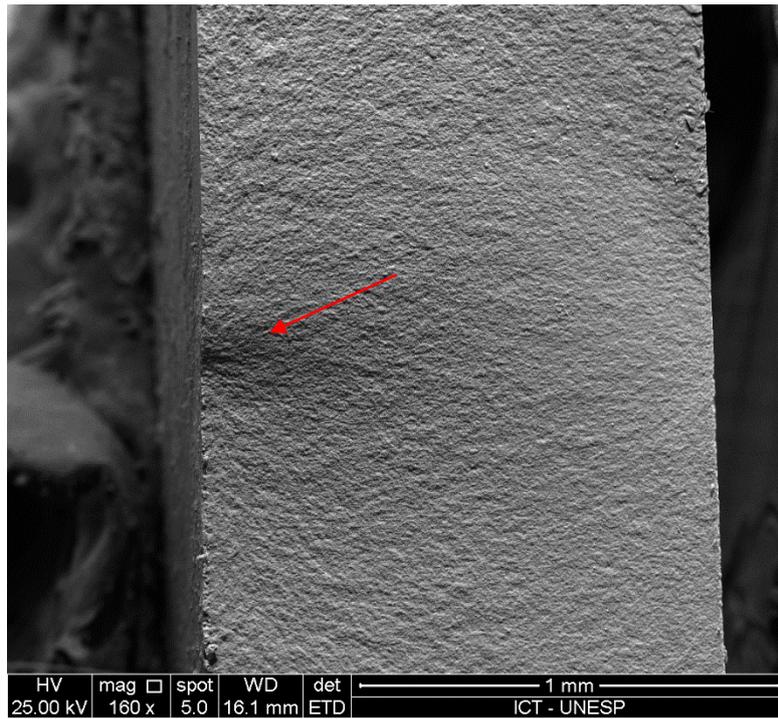


Figura 15 - Micrografia de uma amostra do grupo Jateamento, com fratura iniciando na área de tração.

## 6 DISCUSSÃO

As cerâmicas odontológicas, na maioria dos casos, constituem o material de eleição em trabalhos restauradores estéticos, devido às suas excelentes propriedades (Anusavice, 2012; Carvalho et al., 2011; Della Bona, 2009), sendo que neste estudo, a cerâmica de escolha foi o dissilicato de lítio, que após a sinterização e completa cristalização, a sua microestrutura apresenta cristais finos de dissilicato de lítio embebidos em uma matriz vítrea (Dehoff et al., 2006; Ritter, 2010), sendo que a fase cristalina é geralmente mais resistente do que a fase vítrea (Attia, Kern, 2004; Fabianelli et al., 2010). A forma de apresentação escolhida para o estudo foi em blocos para usinagem em CAD-CAM (Ahmad, 2006; Fasbinder et al., 2010; Kang et al., 2013; Kim et al., 2013), devido a menor variabilidade estrutural em comparação às cerâmicas aplicadas manualmente ou injetadas (Souza et al., 2012). Por isso, neste trabalho avaliamos a confiabilidade e susceptibilidade ao crescimento subcrítico de trincas de cerâmica de dissilicato de lítio para processamento em CAD-CAM, submetida a dois diferentes tratamentos de superfície.

A resistência inerte, obtida em óleo mineral com a alta taxa de tensão (Ramos et al., 2016), para minimizar os efeitos do crescimento subcrítico de trinca (Gonzaga et al., 2011), pode ser considerada uma referência para os valores de resistência, já que ela considera os defeitos preexistentes no material em um meio inerte a umidade, ou seja, na ausência de crescimento subcrítico de trincas, sendo portanto, a máxima resistência que uma cerâmica pode alcançar (Green, 1998). Esses valores não podem ser extrapolados para situações clínicas, pois em ambiente oral a umidade é um dos fatores que causará a corrosão sob tensão. Neste estudo, os valores de resistência inerte foram mais elevados do que os valores obtidos na resistência a compressão inicial em meio úmido, para o grupo ácido. Em comparação à resistência inerte, os valores obtidos em meio úmido no grupo ácido, podem ser considerados como uma medida relativa da degradação da resistência devido a corrosão sob tensão.

O número de pedaços em que o disco fraturou também está correlacionado com a resistência do material, semelhante aos estudos de Gonzaga et al. (2011) e Ramos et al. (2016), sendo que uma possível explicação para este fato, é que quanto mais pedaços são gerados após a fratura significa que mais energia foi necessária

para a fratura. Essa informação foi comprovada, no ensaio de Resistência Inerte, uma vez que foi realizado um teste estatístico (t-test) de comparação entre 2 grupos, onde o grupo do Ácido obteve uma maior quantidade de fragmentos por grupo, correlacionado a maior resistência inerte, quando comparado ao Jateamento (Tabela 3). A relação entre fragmentos por disco e a energia necessária para fratura, também foi observada no crescimento subcrítico de trincas, onde para a menor taxa de tensão (0,01 MPa/s) foram obtidos os menores valores de resistência e média de apenas 2 pedaços de disco após a fratura, já para a maior taxa de tensão (100 MPa/s) os valores de resistência foram maiores e a média de números de pedaços do disco foi 3,9 para o jateamento e 4,1 para o ácido.

O crescimento subcrítico de trincas que ocorre principalmente em ambientes com a presença de umidade, está relacionado com a magnitude e a duração de tensões desenvolvidas no material (Green, 1998). No caso do ensaio de fadiga dinâmica, este fenômeno está relacionado com a taxa de carregamento utilizada. Pode-se perceber que os valores de resistência à fratura aumentam conforme a taxa de tensão aplicada também aumenta, para os dois tratamentos de superfície. Este comportamento era esperado, uma vez que se deve ao tempo que o defeito crítico tem para crescer, nas menores taxas o defeito cresce muito antes de iniciar a trinca e a resistência será menor. Nas maiores taxas, o defeito iniciador da fratura não tem tempo de aumentar e a resistência do material será maior. Na menor taxa de tensão (0,01 MPa/s), os tempos para fratura observados neste trabalho variaram entre 60 minutos e 148 minutos (aproximadamente 1 h e 2 h 30 min) enquanto que os tempos para fratura na maior taxa de tensão (100 MPa/s) variaram entre 1,6 e 3,2 segundos.

Os resultados do presente estudo mostraram que a susceptibilidade ao crescimento subcrítico de trincas do dissilicato de lítio depende do tratamento de superfície adotado. Para o tratamento com jateamento, este estudo mostrou valores superiores (n=18) aos do tratamento com ácido fluorídrico (n=15). Este achado pode estar relacionado sobretudo à degradação da superfície da cerâmica pelo ácido fluorídrico, levando à maior susceptibilidade de propagação de trinca sob tensão. O ideal seria que os parâmetros do crescimento subcrítico de trincas e os valores resistência apresentassem valores elevados, pois poderíamos afirmar que o tratamento de superfície atribuiria uma alta resistência mecânica e uma baixa susceptibilidade ao crescimento subcrítico de trinca.

Para o dissilicato de lítio, foi encontrado um estudo de Ramos et al. (2016) que calcularam o  $n$  para o sistema CAD, onde foi obtido o valor de  $n$  de 8,4, sendo considerado um valor baixo. Albakry et al. (2004) já haviam indicado que, apesar das boas propriedades mecânicas do material, ele apresenta alta susceptibilidade ao CST. Entretanto diversos outros estudos calcularam o valor de  $n$  para o mesmo material, porém obtido de forma injetável, o antigo Empress 2, que possuem a mesma composição, mas com técnicas de processamento diferentes. Estudos obtiveram valores semelhantes e discrepantes de  $n$  em comparação ao presente estudo, com o Empress 2, Gonzaga et al. (2011) encontraram  $n = 17,2$ , Lohbauer et al. (2008) encontraram  $n = 19,3$  e Mitov et al. (2008) encontraram  $n = 28,07$ . O valor  $n$  relativamente baixo para este material, pode estar relacionado com a sua microestrutura, como por exemplo, o alinhamento dos cristais de dissilicato de lítio encontrado no estudo de Gonzaga et al. (2011), onde as trincas encontram um caminho preferencial para se propagarem.

Ambos os tratamentos de superfície, segundo Borges et al. (2003) podem promover irregularidades na superfície do dissilicato, porém o ácido fluorídrico é um material que apresenta uma composição extremamente cáustica (Brentel et al., 2007) e deve ser manuseada com muito cuidado. Neste estudo, o condicionamento com ácido apresentou uma maior resistência característica em relação ao Jateamento, porém, tornou o dissilicato de lítio mais susceptível ao crescimento subcrítico de trincas e com menor confiabilidade estrutural. Deste modo, segundo McCabe e Carrick (1986), existem situações em que é preferível optar-se por um material com resistência característica menor, mas com módulo de Weibull maior.

## 7 CONCLUSÃO

Pode-se concluir que:

O tratamento de superfície com ácido fluorídrico 5% forneceu os maiores valores de resistência mecânica inicial e resistência inerte do que o tratamento com o Jateamento, porém, o ácido fluorídrico 5% tornou o dissilicato de lítio mais susceptível ao crescimento subcrítico de trinca e com menor confiabilidade estrutural do que com o jateamento de óxido de alumínio revestido por sílica.

## 8 REFERÊNCIAS\*

Aboushelib MN, de Jager N, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Effect of loading method on the fracture mechanics of two layered all-ceramic restorative systems. *Dent Mater.* 2007;23(8):952-9. doi: 10.1016/j.dental.2006.06.036

Ahmad I. Protocolos para restaurações estéticas previsíveis. São Paulo: ArtMed; 2006.

Albakry M, Guazzato M, Swain MV. Biaxial flexural strength and microstructure changes of two recycled pressable glass ceramics. *J Prosthodont.* 2004;13(3):141-9. doi: 10.1111/j.1532-849X.2004.04025.x

American Society for Testing Materials 1368. Standard Test Method for determination of slow crack growth parameters of advanced ceramics by constant stress-rate strength testing at ambient temperature. West Conshohocken. American Society for Testing Materials; 2011.

Anusavice KJ. Standardizing failure, success, and survival decisions in clinical studies of ceramic and metal–ceramic fixed dental prostheses. *Dent Mater.* 2012;28:102–11. doi: 10.1016/j.dental.2011.09.012

Attia A, Abdelaziz KM, Freitag S, Kern M. Fracture load of composite resin and feldspathic all-ceramic CAD/CAM crowns. *J Prosthet Dent.* 2006;95(2):117-23. doi: 10.1016/j.prosdent.2005.11.014

Attia A, Kern M. Influence of cyclic loading and luting agents on the fracture load of two all-ceramic crown systems. *J Prosthet Dent.* 2004;92:551-6. doi: 10.1016/S0022391304005852

Baran G, Boberick K, McCool J. Fatigue of restorative materials. *Crit Rev Oral Biol Med.* 2001;12:350-60. doi: 10.1177/10454411010120040501

Barsoum MW. *Fundamental of ceramics.* Singapore: McGraw Hill; 1997.

Bindl A, Luthy H, Mormann WH. Strength and fracture pattern of monolithic CAD/CAM-generated posterior crowns. *Dent Mater.* 2006;22(1):29-36. doi: 10.1016/j.dental.2005.02.007

Borges GA, Sophr AM, De Goes MF, Sobrinho LC, Chan DC. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different ceramics. *J Prosthet Dent.* 2003;89:479-88. doi: 10.1016/S0022391302527049

Bottino MA, Faria R, Valandro LF. Cimentação Adesiva de Restaurações Cerâmicas. In: Bottino MA. *Percepção estética em próteses livres de metal em dentes naturais e implantes.* São Paulo: Artes Médicas; 2009. p. 469-542.

\* 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](http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html)

Brentel AS, Ozcan M, Valandro LF, Alarça LG, Amaral R, Bottino MA. Microtensile bond strength of resin cement to feldspathic ceramic after different etching and silanization regimens in dry and aged conditions. *Dent Mater.* 2007;23(11):1323-31. doi: 10.1016/j.dental.2006.11.011

Callister WD, Rethwisch DG. *Ciência e engenharia de materiais: uma Introdução.* Rio de Janeiro: LTC; 2013.

Carvalho RF. Efeito de protocolos de cimentação na carga de fratura para uma cerâmica de dissilicato de lítio [tese]. São José dos Campos (São Paulo): Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2014.

Carvalho RF, Martins ME, Queiroz JR, Leite FP, Ozcan M. Influence of silane heat treatment on bond strength of resin cement to a feldspathic ceramic. *Dent Mater J.* 2011;30(3):392-7. doi: 10.4012/dmj.2010-137

Cattell MJ, Clarke RL, Lynch EJ. The biaxial flexural strength and reliability of four dental ceramics--Part II. *J Dent.* 1997;25(5):409-14. doi: 10.1016/S0300-5712(96)00059-0

Choi SR, Nemeth N, Gyekenyesi JP. Slow crack growth of brittle materials with exponential crack-velocity formulation – static fatigue. *J Mater Sci.* 2005;40:1647-54. doi: 10.1007/s10853-005-0665-0

Cristoforides P, Amaral R, May LG, Bottino MA, Valandro LF. Composite resin to yttria stabilized tetragonal zirconia polycrystal bonding: comparison of repair methods. *Oper Dent.* 2012;37(3):263-71. doi: 10.2341/11-193-L

De Goes MF. Cimentos resinosos. In: Chain MC, Baratieri LN. *Restaurações estéticas com resina composta em dentes posteriores.* São Paulo: Artes Médicas, 1998. p.176.

Dehoff PH, Anusavice KJ, Gotzen N. Viscoelastic finite element analysis of an all-ceramic fixed partial denture. *J Biomech.* 2006;39(1):40-8. doi: 10.1016/j.jbiomech.2004.11.007

Della Bona A, Anusavice KJ. Microstructure, composition and etching topography of dental ceramics. *Int J Prosthodont.* 2002;15(2):159-67.

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

Drummond JL, King TJ, Bapna MS, Koperski RD. Mechanical property evaluation of pressable restorative ceramics. *Dent Mater.* 2000;16(3):226-33. doi:10.1016/S0109-5641(00)00013-0

El-Mowafy O, Brochu J. Longevity and Clinical Performance of IPS Empress Ceramic Restorations- A Literature Review. *J Can Dent Assoc.* 2002;68(4):233-239.

Etman MK, Woolford MJ. Three-year clinical evaluation of two ceramic crown systems: a preliminary study. *J Prosthet Dent.* 2010;103(2):80-90. doi: 10.1016/S0022-3913(10)60010-8

Fabianelli A, Vichi A, Sedda M, Ferrari M. Traditional and CAD/CAM generated metal-free restorations. 12-Month follow-up. *Dent Mater.* 2010;26:50-1. doi: 10.1016/j.dental.2010.08.115

Fasbinder DJ, Dennison JB, Heys D, Neiva G. A clinical evaluation of chairside lithium disilicate CAD/CAM crowns: A two-year report. *J Am Dent Assoc.* 2010;141(2):10S-14S. doi: 10.14219/jada.archive.2010.0355

Fett T, Munz D. *Fracture mechanics of ceramics.* New York, EUA: Plenum Press; 1992.

Gonzaga CC, Cesar PF, Miranda WG, Jr., Yoshimura HN. Slow crack growth and reliability of dental ceramics. *Dent Mater.* 2011;27(4):394-406. doi: 10.1016/j.dental.2010.10.025

Green DJ. *An Introduction to the mechanical properties of ceramics.* Cambridge, EUA: Cambridge University Press; 1998.

Guerra CN, Neves CAF, Almeida ECB, Valones MAA, Guimarães RP. Present stage of dental ceramics. *Int J Dent.* 2007;6(3):90-5.

Guin JP, Wiederhorn SM. Crack growth threshold in soda lime silicate glass: role of holdtime. *J Non-Crystalline Solids.* 2003;316:12-20. doi: 10.1016/S0022-3093(02)01932-4

Hooshmand T, van Noort R, Keshvad A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. *Dent Mater.* 2002;18(2):179-88. doi: 10.1016/S0109-5641(01)00047-1

Jin J, Takahashi H, Iwasaki N. Effect of test method on flexural strength of recent dental ceramics. *Dent Mater J.* 2004;23(4):490-6. doi: 10.4012/dmj.23.490

Kang SH, Chang J, Son HH. Flexural strength and microstructure of two lithium disilicate glass ceramics for CAD/CAM restoration in the dental clinic. *Restor Dent Endod.* 2013;38(3):134-40. doi: 10.5395/rde.2013.38.3.134

Kim JH, Lee S-J, Park JS, Ryu JJ. Fracture load of monolithic CAD/CAM lithium disilicate ceramic crowns and veneered zirconia crowns as a posterior implant restoration. *Implant Dent.* 2013;22(1):66-70. doi: 10.1097/ID.0b013e318278a576

Lee KB, Park CW, Kim KH, Kwon TY. Marginal and internal fit of all-ceramic crowns fabricated with two different CAD/CAM systems. *Dent Mater J.* 2008;27(3):422-6. doi: 10.4012/dmj.27.422

Lohbauer U, Kramer N, Petschelt A, Frankenberger R. Correlation of in vitro fatigue data and in vivo clinical performance of a glassceramic material. *Dent Mater.* 2008;24(1):39-44. doi: 10.1016/j.dental.2007.01.011

Lohbauer U, Petschelt A, Greil P. Lifetime predictions of CAD/CAM dental ceramics. *J Biomed Mater Res (Appl Biomater).* 2002;63:780-5. doi: 10.1002/jbm.10468

Loughran GM, Versluis A, Douglas WH. Evaluation of sub-critical fatigue crack propagation in a restorative composite. *Dent Mater.* 2005;21(3):252-61. doi: 10.1016/j.dental.2004.04.005

Mair L, Padipatvuthikul P. Variables related to materials and preparing for bond strength testing irrespective of the test protocol. *Dent Mater.* 2010;26(2):17-23. doi: 10.1016/j.dental.2009.11.154

McCabe JF, Carrick TE. A statistical approach to the mechanical testing of dental materials. *Dent Mater.* 1986;2(4):139-42. doi: 10.1016/S0109-5641(86)80021-5

Mitov G, Lohbauer U, Rabbo MA, Petschelt A, Pospiech P. Investigations of subcritical crack propagation of the Empress 2 all-ceramic system. *Dent Mater.* 2008;24(2):267-73. doi: 10.1016/j.dental.2007.05.010

Myers ML, Ergle JW, Fairhurst CW, Ringle RD. Fatigue characteristics of a high-strength porcelain. *Int J Prosthodont.* 1994;7(3):253-7.

Nakazato T, Takahashi H, Yamamoto M, Nishimura F, Kurosaki N. Effect of polishing on cyclic fatigue strength of CAD/CAM ceramics. *Dent Mater J.* 1999;18(4):395-402. doi: 10.4012/dmj.18.395

Ozcan M, Nijhuis H, Valandro LF. Effect of various surface conditioning methods on the adhesion of dual-cure resin cement with MDP functional monomer to zirconia after thermal aging. *Dent Mater J.* 2008;27(1):99-104. doi: 10.4012/dmj.27.99

Pieger S, Salman A, Bidra AS. Clinical outcomes of lithium disilicate single crowns and partial fixed dental prostheses: A systematic review. *J Prosthet Dent.* 2014;112(1)22-30. doi: 10.1016/j.prosdent.2014.01.005

Pinto MM, Cesar PF, Rosa V, Yoshimura HN. Influence of pH on slow crack growth of dental porcelains. *Dent Mater.* 2008;24(6):814-23. doi: 10.1016/j.dental.2007.10.001

Ramos NC, Campos TM, Paz IS, Machado JP, Bottino MA, Cesar PF, Melo RM. Microstructure characterization and SCG of newly engineered dental ceramics. *Dent Mater.* 2016. dx.doi.org/10.1016/j.dental.2016.03.018

Reich S, Uhlen S, Gozdowski S, Lohbauer U. Measurement of cement thickness under lithium disilicate crowns using an impression material technique. *Clin Oral Investig.* 2010;12(4):45-8. doi: 10.1007/s00784-010-0414-x

Ritter RG. Multifunctional uses of a novel ceramic-lithium disilicate. *J Esthet Restor Dent.* 2010;22(5):332-41. doi: 10.1111/j.1708-8240.2010.00362.x

Scherrer SS, Wiskott AH, Coto-Hunziker V, Belser UC. Monotonic flexure and fatigue strength of composites for provisional and definitive restorations. *J Prosthet Dent.* 2003;89:579-588. doi: 10.1016/S0022391303001744

Souza RO, Özcan M, Pavanelli CA, Buso L, Lombardo GH, Michida SM, Mesquita AM, Bottino MA. Marginal and internal discrepancies related to margin design of ceramic crowns fabricated by a CAD/CAM system. *J Prosthodont.* 2012;21(2):94-100. doi: 10.1111/j.1532-849X.2011.00793.x

Stappert CF, Guess PC, Gerds T, Strub JR. All ceramic partial coverage premolars restorations. Cavity preparation design, reliability and fracture resistance after fatigue. *Am J Dent.* 2005;18(4):275-80.

Suputtamongkol K, Anusavice KJ, Suchatlampong C, Sithiamnuai P, Tulapornchai C. Clinical performance and wear characteristics of veneered lithia-disilicate-based ceramic crowns. *Dent Mater.* 2008;24(5):667-73. doi: 10.1016/j.dental.2007.06.033

Taskonak B, Griggs JA, Mecholsky JJ, Yan JH. Analysis of subcritical crack growth in dental ceramics using fracture mechanics and fractography. *Dent Mater.* 2008;24(5):700-7. doi: 10.1016/j.dental.2007.08.001

Taskonak B, Mecholsky JJ, Anusavice KJ. Fracture surface analysis of clinically failed fixed partial dentures. *J Dent Res.* 2006;85(3):277-81. doi: 10.1177/154405910608500314

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

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

Wachtman JB, Cannon WR, Matthewson MJ. Mechanical properties of ceramics. EUA: John Wiley & Sons; 2009.

Wassermann A, Kaiser M, Strub JR. Clinical long-term results of VITA in-ceram classic crowns and fixed partial dentures: a systematic literature review. *Int J Prost.* 2006;19:355-63.

Wiedhahn K. From blue to white: new high-strength material for Cerec—IPS e.max CAD LT. *Int J Comput Dent.* 2007;10:79-91.

Zogheib LV. Efeito da neutralização e remoção sônica do precipitado do ácido fluorídrico na resistência à fratura de coroas cerâmicas [tese]. São José dos Campos (SP): Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP – Univ Estadual Paulista; 2010.