



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

LAURA PATRICIA NADAL ORTIZ

**ENERGIA INTERFACIAL PARA FRATURA ENTRE NOVAS
ZIRCÔNIAS DE DIFERENTES TRANSLÚCIDEZ E O CIMENTO
RESINOSO**

São José dos Campos

2020

LAURA PATRICIA NADAL ORTIZ

**ENERGIA INTERFACIAL PARA FRATURA ENTRE NOVAS
ZIRCÔNIAS DE DIFERENTES TRANSLÚCIDEZ E O CIMENTO
RESINOSO**

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

Área: Prótese Dentária. Linha de pesquisa: Desempenho de materiais restauradores protéticos.

Orientador: Prof. Tit. Marco Antonio Bottino

Coorientadora: Profa. Dra. Nathália de Carvalho Ramos Ribeiro

São José dos Campos

2020

Instituto de Ciência e Tecnologia [internet]. Normalização de tese e dissertação [acesso em 2020]. 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).

Nadal, Laura Nadal

Energia interfacial para fratura entre novas zircônias de diferentes translúcidez e o cimento resinoso / Laura Nadal Nadal. - São José dos Campos : [s.n.], 2020.
50 f. : il.

Dissertação (Mestrado em Odontologia Restauradora) - Pós-Graduação em Odontologia Restauradora - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos, 2020.

Orientador: Marco Antonio Bottino Bottino

Coorientadora: Nathalia de Carvalho Ramos Ramos

1. Zircônia. 2. Translúcidez. 3. Fratura. 4. Cisalhamento. 5. Tração. I. Bottino, Marco Antonio Bottino, orient. II. Ramos, Nathalia de Carvalho Ramos, coorient. III. Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos. IV. Universidade Estadual Paulista 'Júlio de Mesquita Filho' - Unesp. V. Universidade Estadual Paulista (Unesp). VI. Título.

BANCA EXAMINADORA

Prof Tit. Marco Antonio Bottino(Orientador)

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Prof. Assoc. Lafayette Nogueira Junior

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Prof. Dr. Júlio Nogueira Luz

Universidade de Guarulhos (UNG)

Faculdade de Odontologia

Campus de Guarulhos

São José dos Campos, 4 de dezembro de 2020.

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador, **Prof. Tit. Dr. Marco Antonio Bottino**, se não fosse por ele, não estaria aqui hoje, por me guiar e me dar a oportunidade de crescer tanto na pesquisa, sou eternamente agradecida.

À minha querida Coorientadora, **Profa. Dra. Nathália de Carvalho Ramos**, pela sua imensa dedicação e paciência, esse mérito é tanto meu como dela, por você, eu sei tudo o que sei de pesquisa, impossível ter chegado até aqui sem você, por isto sou muito grata e espero que Deus encha sua vida com muitíssimas coisas boas.

Aos meus pais, por sempre me apoiar a alcançar meus sonhos, e sempre estar aí quando mais preciso deles.

Aos meus amigos e colegas da pós-graduação, são pessoas que marcaram minha vida por sempre, e serão impossíveis de esquecer.

A todos os professores da pós-graduação, principalmente o **Professor Tarcísio Paes** e o **Professor Lafayette Nogueira Jr.** por me acolher, e sempre estarem abertos para qualquer coisa que eu precisasse, me ajudar e ensinar. Nunca esquecerei do quão incrível vocês foram comigo.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001.

SUMARIO

RESUMO	5
ABSTRACT	6
1 INTRODUÇÃO.....	8
2 REVISÃO DE LITERATURA	11
2.1 Histórico	11
2.2 Zircônia	11
2.3 Adesão em zircônia	14
2.4 Tenacidade à Fratura Interfacial.....	16
3 PROPOSIÇÃO	19
4 MATERIAL E MÉTODOS	20
4.1 Energia Interfacial para fratura	20
4.1.1 Distribuição de Tensões (FEA)	20
4.1.2 Confeção das amostras.....	25
4.1.3 Sinterização das amostras	26
4.1.4 Cimentação dos espécimes.....	27
4.1.5 Análise de Falhas.....	32
5 RESULTADOS.....	33
5.1 Energia Interfacial para fratura	33
5.2 Análise de Elementos Finitos (FEA).....	35
5.3 Análise Fractográfica.....	38
6 DISCUSSÃO	42
7 CONCLUSÃO.....	47
REFERÊNCIAS*	48

Nadal LP. Energia interfacial para fratura entre novas zircônias de diferentes translúcidez e o cimento resinoso [dissertação]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2020.

RESUMO

O objetivo do presente estudo foi determinar a energia interfacial para fratura e a distribuição de tensões usando espécimes *Brazil-nuts*. Esses espécimes foram usinados em zircônia de alta translúcidez (Vita YZ HT, Vita Zahnfabrik), super translúcidez (Vita YZ ST, Vita Zahnfabrik) e extra translúcidez (Vita YZ XT, Vita Zahnfabrik) usando uma máquina de alta precisão, de forma que apresentaram um defeito de forma elíptica no centro de cada hemi-disco totalmente padronizado. As superfícies de cimentação foram preparadas com tratamentos de superfície (jateamento com partícula de óxido de alumínio e aplicação de silano), em seguida seguirão o protocolo de cimentação com cimento resinoso com metacriloiloxi-decil-di-hidrogenofosfato (MDP). Os espécimes cimentados foram armazenados em água destilada em estufa 37 °C por 7 dias, em seguida, metade dos espécimes foi ensaiada e a outra metade foi colocada em envelhecimento térmico em uma com banhos de 5-55 °C (sendo ensaiada logo após o término do envelhecimento). O teste de energia interfacial para fratura (EIF ou tenacidade à fratura interfacial) foi realizado em uma máquina de ensaios universal usando um teste de compressão com a interface adesiva do espécime posicionada em cinco ângulos diferentes (0°, 5°, 15°, 25° e 30°), pois dessa forma foi possível mensurar a EIF em pura tração, puro cisalhamento e em modos mistos de falha. Todas as interfaces foram observadas após a fratura para determinação dos padrões de falha e crescimento de trinca na interface adesiva. Foi realizada também a análise da distribuição de tensões nesses espécimes com o método de elementos finitos (FEA). Foi realizado o teste de normalidade Kolmogorov-Smirnov, Shapiro-Wilk e o Teste de Levene (95%), que concluíram que os dados não apresentam comportamento normal e não são homocedásticos ($p=0,000$). Desta forma, foi realizado o teste Kruskal-Wallis e post hoc Teste de Dunn, ambos com nível de significância de 5%. Entretanto, não houve diferença estatisticamente significativa entre os materiais não envelhecidos ($p_0=0,485$, $p_{10}=0,8580$, $p_{20}=0,4027$, e $p_{30}=0,650$) e envelhecidos ($p_0=0,6976$, $p_{10}=0,3505$, $p_{20}=0,7565$, e $p_{30}=0,1469$). Adicionalmente, foi aplicado o Teste de Mann-Whitney, também com nível de significância de 5%, para comparar cada um dos grupos quanto ao fator envelhecimento; essa análise mostrou diferença estatisticamente significativa entre os materiais envelhecidos e não envelhecidos em cada um dos ângulos usados ($p>0,05$). De acordo com o FEA, o carregamento compressivo de espécimes *Brazil-nut* em diferentes inclinações permitiu a predominância de tensões de tração ou cisalhamento, conforme o ângulo de posicionamento da interface adesiva. Pode ser concluído que, os valores de energia interfacial para fratura sob tensões predominantemente de cisalhamento são maiores do que quando as amostras estão submetidas somente à tensões de tração. Todas zircônias translúcidas cimentadas com cimento resinoso possuem energia para fratura semelhantes e o envelhecimento térmico afeta negativamente essas interfaces.

Palavras-chave: Zircônia, Translúcidez. Fratura. Cerâmica. Cisalhamento. Tração

Nadal LP. *Interfacial energy to fracture between new zirconia of different translucency and resin cement [dissertation].* São José dos Campos (SP): São Paulo State University (Unesp), Institute of Science and Technology; 2020.

ABSTRACT

The objective of the present study will determine the interfacial energy to fracture and stress distribution using the Brazil-nut specimens. These specimens will be milled in high translucent zirconia (Vita YZ HT, Vita Zahnfabrik), super translucent (Vita YZ ST, Vita Zahnfabrik) and extra translucent (Vita YZ XT, Vita Zahnfabrik) using a high precision machine, so that there will be an elliptical shape defect in the center of each hemi-disk. The cementing surfaces will be prepared with surface treatment (sandblasting with aluminum oxide particles), after that a cleaning, application of Silane, drying and application of resin cement with MDP will hold the cementing protocol. The cemented specimens will be stored in a stove with distilled water at a temperature of 37°C for 7 days after the adhesive cementation, after that the specimens will be aged in a thermal cycling bath machine with temperature varying within 5-55°C and will be tested shortly after the aging. The interfacial energy to fracture test (IEF or interfacial fracture toughness) will be held in a universal testing machine using a compression test with the adhesive interface of the specimen placed in five different angles (0°, 5°, 15°, 25° and 30°) this way it will be possible to measure the IEF in its pure form of tensile, pure shear and mixed modes of failure. All interfaces will be observed after the fracture to determine the patterns of failure and crack growth in the adhesive interface. Also, there will be held the stress distribution analysis in these specimens with the finite element method. The data obtained will be discussed in front of the relevant literature. Kolmogorov-Smirnov, Shapiro-Wilk and Levene Test normality test (95%) were preformed, these concluded that the data do not present normal behavior and are not homocedastic ($p=0.000$). Thus, the Kruskal-Wallis test and Dunn's post hoc test were performed, both with a significance level of 5%. However, there was no statistically significant difference among the non-aged materials ($p_0=0.485$, $p_{10}=0.8580$, $p_{20}=0.4027$, and $p_{30}=0.650$) and aged materials ($p_0=0.6976$, $p_{10}=0.3505$, $p_{20}=0.7565$, and $p_{30}=0.1469$) were analyzed. Additionally, the Mann-Whitney Test was applied, also with a significance level of 5% to compare each of the groups regarding the aging factor. Thus, there was a statistically significant difference between aged and non-aged materials at each angle ($p>0.05$). According to FEA, the compressive loading of Brazil-nut specimens at different inclinations allowed the predominance of tensile or shear stresses, according to the positioning angle of the adhesive interface. It can be concluded that the values of interfacial energy to fracture under predominantly shear stresses are higher than when the samples are subjected only to tensile stresses. All translucent zirconia resin cement-bonded have similar interfacial energy to fracture, and thermal aging negatively affects these interfaces.

Keywords: Zirconia. Translucency. Fracture. Ceramics. Shear. Tension

1 INTRODUÇÃO

O uso das cerâmicas como material de substituição da estrutura dentária está baseado nas características favoráveis, como alta biocompatibilidade, altos valores de dureza, inércia química e suas características estéticas (Belo et al., 2014). Cerâmicas à base de zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP) têm sido extensivamente usadas em diversas áreas de atuação, e na área de odontologia foi impulsionada pela introdução da tecnologia CAD-CAM. Devido as suas características estéticas superiores em comparação com estruturas de metal, comportamento mecânico superior ao observado pelas demais cerâmicas odontológicas, e demais excelentes propriedades, como a tenacidade à fratura. Atualmente a zircônia é o material de escolha para a confecção de restaurações submetidas à alta concentração de tensões. Podem ser utilizadas como componentes para implantes dentários, infraestrutura para coroas unitárias e até mesmo coroas monolíticas e próteses parciais fixas totalmente cerâmicas nas regiões anterior e posterior (Belo et al., 2014).

Apesar de mais estéticas que os metais, em comparação às cerâmicas vítreas, as zircônias ainda perdem esteticamente. Para tentar contornar a deficiência óptica, novas zircônias foram idealizadas diminuindo o tamanho do cristal e aumentando a compatibilidade entre os índices de refração dos grãos e da matriz cristalina de forma a ficarem mais próximos. Estudos mostram que a diminuição do tamanho dos grãos da zircônia resulta em um material mais translúcido. Zhang e colaboradores mostraram que com grãos de $0.082\ \mu\text{m}$ (grão convencional: $0,5\ \mu\text{m}$) e em uma espessura de $1,3\ \text{mm}$ é possível que a zircônia apresente o grau de translucidez próximo ao da cerâmica feldspática (Zhang, 2014).

Segundo os fabricantes, as zircônias translúcidas são indicadas para coroas totais e até próteses fixas de 14 elementos na região dos dentes anteriores e posteriores (Vita Zahnfabrik, 2019). Em sua forma translúcida, a zircônia possui 32% de translucidez, a de alta translucidez possui 42%, a super/ultra translúcida 43-46% e a extra translúcida apresenta cerca de 50% de translucidez (Kuraray, 2019; Vita Zahnfabrik, 2019). Assim, as formas mais translúcidas possuem níveis muito próximos

aos encontrados para a cerâmica de dissilicato de lítio, que possui 44% de translucidez (Ghodsi, Jafarian, 2018; Kuraray, 2019).

A Y-TZP é uma cerâmica ácido-resistente, o que influencia diretamente o protocolo de cimentação adesiva das restaurações. Existem alguns tratamentos de superfície para melhorar a união com o cimento resinoso, já que a zircônia não possui reatividade superficial aos ácidos comumente usados, como o jateamento de partículas e a utilização de *primers* ou silanos para melhorar sua adesão à estrutura dental (Belo et al., 2014). A silicatização associada à silanização também mostram bons resultados de união adesiva para estas cerâmicas, além disso é recomendado o uso de um cimento resinoso à base de metacriloiloxi-decil-di-hidrogenofosfato (MDP). (Belo et al., 2014). Clinicamente, além da boa aparência, as cerâmicas devem se aderir satisfatoriamente ao dente e, neste quesito, a zircônia apresenta limitações (Melo et al., 2015). Pouco se sabe sobre o desempenho das zircônias mais translúcidas em se tratando da união aos cimentos resinosos.

Para testar a resistência de união de interfaces adesivas são utilizados testes de tração e cisalhamento, nas modalidades “micro” ou “macro”, mas os resultados obtidos com estes testes são frequentemente dependentes da distribuição de defeitos com forma, tamanho e localização variadas na interface adesiva. A energia interfacial para fratura tem sido relacionada à capacidade de um material resistir tanto à iniciação da trinca quanto à propagação instável. Acredita-se que, quando aplicado a uma interface adesiva, ele deve explicar tanto a força adesiva interfacial quanto os defeitos inerentes na interface ou perto da interface e, portanto, deve ser mais apropriado para a caracterização da resistência à fratura interfacial do que a força convencional adesiva (Hooshmand et al., 2012). A distribuição não uniforme das tensões é um aspecto crucial desses testes, outro aspecto importante dos testes de cisalhamento é que quanto mais perto da interface, as tensões de tração são superiores as de cisalhamento, sugerindo que a primeira é responsável pelo início da falha (Braga et al., 2010; Rasmussen, 1996). A concentração de tensão é ainda mais desfavorável em amostras carregadas em cisalhamento, em comparação com a tração (Braga et al., 2010). Além disso, estes testes não simulam o cenário complexo de distribuição de cargas existente na função oclusal dos dentes na cavidade oral (Kelly, 1999; Wang, Suo, 1990).

Quando a interface é posicionada axialmente com a direção de carga (0°), a interface experimenta tensões de tração pura (fraturas no modo I). Por outro lado, a angulação da interface com relação ao sentido de carga produz tensões crescentes de cisalhamento com ângulos crescentes (fraturas de modo misto tanto tração como cisalhamento). Finalmente, em um determinado ângulo de inclinação, que é uma função de tamanhos de interface e pré-trinca, a fratura ocorre devido a tensões de cisalhamento puras (modo II), então pode-se dizer que quanto maior seja a angulação vai ter mais carga de cisalhamento (Ramos et al., 2019).

O uso da análise de elementos finitos (FEA) é de suma importância para avaliar a distribuição de tensões nos testes de tração e cisalhamento. FEA determinam o papel fundamental da concentração de tensões na superfície de cimentação da Y-TZP. Uma união forte reduz a concentração de tensão elástica na superfície de cimentação cerâmica, melhorando a força. Por outro lado, uma união fraca favorece a concentração de tensões de tração na superfície de cimentação cerâmica, afetando negativamente a força de resistência adesiva (Fraga et al., 2018).

Ainda que a análise por elementos finitos seja uma análise estática e linear, essa técnica permite explorar onde estão ocorrendo exatamente os pontos ou regiões de mais tensões tanto de tração como de cisalhamento, permitindo maior compreensão dos possíveis locais de falha do tratamento restaurador (Dal Piva et al., 2019).

Neste estudo foi realizado a mensuração da energia interfacial para fratura ou tenacidade à fratura interfacial. Assim como a tenacidade à fratura, a tenacidade à fratura interfacial é uma propriedade inerente ao material, e através da mecânica da fratura é possível quantificar a resistência da interface adesiva à propagação de trincas (Mesmar, Ruse, 2019). Além disso, utilizando essa metodologia é possível mensurar a energia interfacial para fratura através da gama completa de modos de falha (por tração, por cisalhamento e por falhas mistas) obtidos por teste de compressão com diferentes angulações (Zhou et al., 2006). Este é um dos métodos, dentre os testes de energia interfacial para a fratura, que simula as variações dos modos mistos de falha que ocorrem também durante a distribuição de cargas mastigatórias sobre os dentes e/ou restaurações (Zdenek Fiala, 1997).

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Histórico

Os minerais de zircônio foram descobertos décadas atrás, mas são referidos ainda como o jargão, o jacinth, e o Hyacinth. O zircônio metálico (Zr) vem da palavra árabe *zargon* (dourada na cor), que por sua vez deriva de duas palavras persas: *ZAR* (ouro) e *Gun* (cor). A zircônia de dióxido de metal foi descoberta pelo químico alemão Martin Heinrich Klaproth em 1789 e foi isolada pelo químico sueco Jöns Jakob Berzelius, em 1824 (Thaleia Vagkopoulou et al., 2009).

No final da década de 1960 foram iniciadas as primeiras pesquisas da zircônia como um biomaterial. Por tanto, trabalhos de pesquisa vem sido efetuados com foco nas cerâmicas de zircônia parcialmente estabilizada por óxido de ítrio (Y-TZP – zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítrio), as quais possuem alta biocompatibilidade e resistência à fratura melhorada (Thaleia Vagkopoulou et al., 2009).

Então desde essa época, na área de odontologia, a zircônia tem se mostrado como um excelente material tanto para restaurações protéticas, quanto para implantes dentários, por apresentarem dentro de suas propriedades uma superioridade quando comparadas com outros tipos de matérias como materiais ou outras cerâmicas. Também é utilizada, fora da odontologia, como para próteses ortopédicas ou outros materiais biomédicos.

2.2 Zircônia

A necessidade de melhores propriedades mecânicas em regiões sujeitas a maiores cargas mastigatórias levou à introdução da zircônia na odontologia. Com o intuito de melhorar ainda mais a resistência das cerâmicas, houve a adição de óxidos, que causou um aumento da resistência à flexão significativo nas cerâmicas à base de

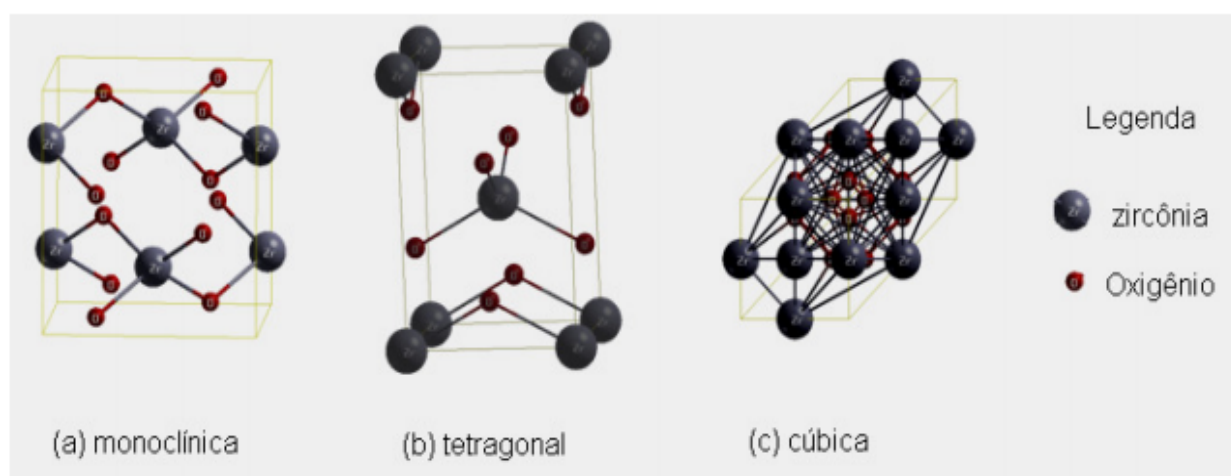
zircônia, proporcionando, entre os materiais cerâmicos, um dos maiores valores de tenacidade (Seyed Asharaf Ali et al., 2014a).

A zircônia é um polimorfo bem conhecido que existe sob três formas: monoclinica (m), tetragonal (t) e cúbica (c) (Figura 1).

Em seu estado puro encontra-se sob a forma Amorfa – pó negro azulado ou Cristalina – metal branco, dúctil. Dentre as cerâmicas consideradas policristalinas, a zircônia não causa alteração no paladar e nem reações alérgicas, apresenta biocompatibilidade com os tecidos dentários, e propicia uma correta adaptação dos tecidos gengivais ao dente de maneira natural (Andreiuolo, Gonçalves, 2011; Bispo, 2016)

Este excelente comportamento da zircônia, já explorado em diversas aplicações médicas e de engenharia, deve-se principalmente à transformação da fase tetragonal para a fase monoclinica ($T \rightarrow M$) (Andreiuolo, Gonçalves, 2011) . Essa transformação gera um aumento de volume na ordem de 3-4% gerando tensões compressivas superficiais impedindo a propagação de trincas como uma resistência adicional, mecanismo conhecido como tenacificação. Tal propriedade explica a alta resistência à fratura da zircônia, podendo ser empregada em próteses parciais fixas posteriores e *abutments* para próteses sobre implantes (Andreiuolo, Gonçalves, 2011; Bispo, 2016).

Figura 1 - Representação esquemática das três fases da zircônia



Legenda: (a) Cúbica (b) tetragonal (c) monoclinica.
Fonte: (Daniel Soares De Almeida, 2005)

Dentre os diversos tipos de sistemas cerâmicos a base de zircônia disponíveis no mercado, três são utilizados na prática clínica odontológica: a Zircônia Parcialmente Estabilizada com Magnésio (Mg-PSZ), a Zircônia Infiltrada por Alumina (ZTA) a zircônia estabilizada por ítria (Y-TZP) (Belo et al., 2014; Fraga et al., 2018).

A zircônia estabilizada por ítria foi desenvolvida depois do descobrimento da ocorrência de propagação de trincas em cerâmicas à base de alumina; a Y-TZP apresenta maior versatilidade em decorrência de sua biocompatibilidade, estética, elevada resistência à fratura e alto módulo de elasticidade (Belo et al., 2014; Zhang, 2014). É o tipo de zircônia mais popular e frequentemente usado nas aplicações dentais ao nível comercial, consiste em uma disposição de grãos transformáveis de t-ZR estabilizados pela adição de 3mol% de óxido de ítrio (Y_2O_3). A 3Y-TZP é fabricada com microestruturas contendo pequenos grãos (0,2 a 0,5 μm de diâmetro), dependendo da temperatura de sinterização, o que evita o fenômeno de deterioração estrutural ou desestabilização na presença de saliva, retardando o crescimento subcrítico de trincas. Esta zircônia exibe baixa porosidade e alta densidade (Belo et al., 2014; Kolakarnprasert et al., 2019).

Também foi desenvolvida zircônia de terceira geração, referida como 5Y-TZP. O aumento do Y_2O_3 para 5 mol. % mantém as fases tetragonais e cúbicas estáveis à temperatura ambiente. Como a refração da luz ocorre predominantemente nos limites dos grãos, e em comparação com cristais tetragonais, cristais cúbicos mostram tamanhos de grãos maiores, a translucidez é melhorada, embora o 3Y-TZP mostra valores mais elevados do que 5Y-TZP (Rosentritt et al., 2020).

Recentemente para equilibrar propriedades ópticas e mecânicas, uma nova variação da dotação de ítrio gerou materiais 4Y-TZP, pois exibe maior translucidez do que os materiais 3Y-TZP. Atualmente, existem dados muito limitados sobre o 4Y-TZP, dificultando a avaliação desses materiais. Há uma série de estudos básicos sobre diferentes tipos de zircônia, mas até o momento, há poucos dados sobre comportamentos de fadiga ou desgaste de novos materiais de zircônia altamente translúcidos (Rosentritt et al., 2020).

Já a zircônia parcialmente estabilizada por Magnésio (Mg-PSZ), possui concentrações de estabilizador adicionado é (MgO) em concentrações mais baixas do que aquelas exigidas para a estabilização completa de c- ZrO_2 . Em materiais comerciais a quantidade de MgO varia geralmente entre 8 e 10 mol%. A microestrutura

de MG-PSZ consiste em ZrO_2 intragranular precipitados dentro de uma matriz de ZrO_2 cúbico estabilizado. Devido à dificuldade de obtenção de precursores de Mg-PSZ livres de SiO_2 , os silicatos de magnésio podem diminuir o teor de Mg nos grãos e promovem a transformação de t-m. Isso pode resultar em propriedades mecânicas inferiores. Este material não foi bem-sucedido devido à presença de porosidade, associada a um grande tamanho de grão (30-60 μm) que pode induzir o desgaste, baixa estabilidade, especial quando comparado a 3Y-TZP (Kolakarnprasert et al., 2019; Zhang, 2014).

A zircônia tenacificada por alumina e infiltrada por vidro possui as partículas de zircônia que são combinadas com uma matriz da alumina que dá forma a uma estrutura conhecida como ZTA. Estas utilizam a capacidade de transformação induzida por estresse da zircônia dispersa, e em contraste com as outras duas classes, a estabilidade da fase tetragonal à temperatura ambiente não envolve principalmente o uso de dopantes, mas é controlada preferivelmente pelo tamanho de partícula, pela morfologia da partícula e pela posição (intra ou intergranular) (Kolakarnprasert et al., 2019).

2.3 Adesão em zircônia

Em geral, as cerâmicas são condicionadas com ácido fosfórico, porém existe uma dificuldade em conseguir a adesão apropriada das Y-TZP com os substratos sintéticos pretendidos ou os tecidos naturais (Seyed Asharaf Ali et al., 2014b). O pré-requisito principal para a obtenção de uma adesão efetiva de matérias poliméricas em qualquer substância é lograr uma superfície limpa livre de contaminantes, a qual pode ser feita tanto com abrasivo de carbono de silicone com solventes (Özcan, Bernasconi, 2015).

Os cimentos resinosos compostos são os materiais padrão usados na cimentação de próteses cerâmicas à estrutura do dente. A composição sem sílica e de estrutura cristalina da zircônia dificulta a adesão da zircônia às estruturas dentárias usando cimentos resinosos tradicionais. Em alguns casos, as restaurações cerâmicas

de grande resistência com retenção ideal podem ser colocadas usando os cimentos convencionais que confiam somente na retenção micromecânica. Entretanto, um adesivo resinoso é desejável em muitas situações clínicas tais como a estrutura preparada curta ou afilada do dente. A adesão forte da resina confia no intertravamento micromecânico e na adesão química adesiva entre o cimento e a superfície cerâmica (Ghodsi, Jafarian, 2018; Seyed Asharaf Ali et al., 2014a).

A retenção de restaurações cerâmicas baseadas em zircônia depende da rugosidade mecânica da superfície e da adesão química com o monômero adesivo em *primers* especiais ou em cimentos resinosos, monômeros adesivos ácidos tais como adesivos à base de MDP (Seyed Asharaf Ali et al., 2014a). O grupo de éster fosfato do monômero ácido resulta em uma adesão química a óxidos metálicos, cerâmicas à base de zircônia e outras cerâmicas. Consequentemente recomenda-se usar o cimento autoadesivo ou adesivo de resina que contem um monômero fosforado (MDP) ou a aplicação do primer cerâmico que contem um monômero adesivo ácido como o pré-tratamento antes da cimentação da zircônia (Seyed Asharaf Ali et al., 2014a).

Para aplicação odontológica, a microestrutura da cerâmica Y-TZP é composta por grãos equiaxiais com diâmetro entre 0,2 a 0,5 μm , dependendo da temperatura de sinterização. O acréscimo do tamanho médio do grão na microestrutura das cerâmicas tem uma relação direta com um aumento nos valores de propriedades mecânicas, como resistência e tenacidade à fratura. Entretanto, este aumento e a redução do conteúdo vítreo, tornaram as cerâmicas policristalinas resistentes ao condicionamento ácido, sendo que o condicionamento ácido não produz alterações topográficas aceitáveis para proporcionar uma união adesiva apropriada. (Belo et al., 2014; Fraga et al., 2018).

Embora estudos *in vitro* indiquem um aumento significativo na resistência à flexão das restaurações cerâmicas de alta resistência após a adesão com cimento resinoso, as evidências sobre a influência exata do meio de cimentação no desempenho clínico são limitadas. Segundo Blatz et al. (2018) em seu estudo, a maioria dos acompanhamentos apresentou até 90% de sobrevivência após 5 anos em restaurações indiretas em zircônia e 85% de sobrevivência em todos os casos avaliados após 10 anos (Blatz et al., 2018).

Portanto, com o objetivo de obter uma união adesiva consistente entre cerâmicas ácido-resistentes, como a Y-TZP, e materiais resinosos, alguns tratamentos de superfície são propostos para as superfícies cerâmicas, tais como o jateamento de superfície com partículas de alumina, a silanização, a silicatização, e o uso de um monômero fosfatado (10-methacryloxydecyl dihydrogen phosphate - MDP) que pode estar presente no cimento resinoso ou ainda associado ao agente de união silano (Ramos et al., 2019).

2.4 Tenacidade à Fratura Interfacial

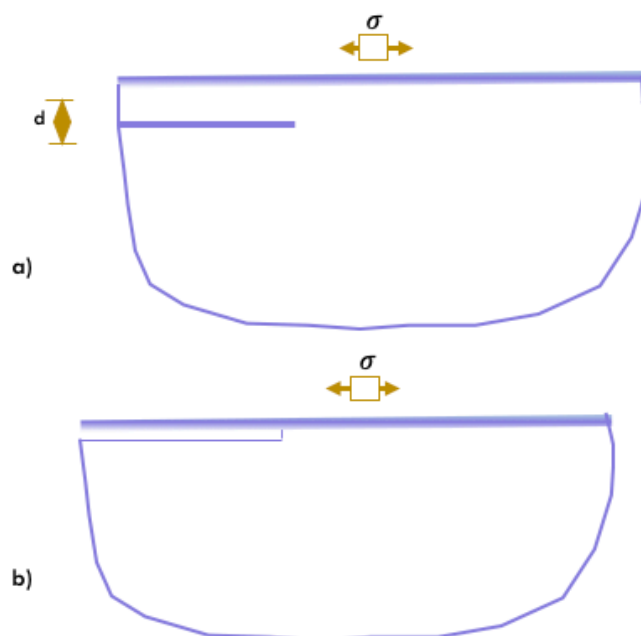
A tenacidade da fratura interfacial é uma propriedade inerente que mede a resistência de uma dada interface à propagação da trinca. Na maioria dos casos, a suscetibilidade à insuficiência interfacial é normalmente avaliada por meio de testes de tração e micro tração. No entanto, os resultados obtidos de tais testes são muitas vezes dependentes de distribuições de defeitos presentes no material não caracterizados dentro das interfaces adesivas (Wang, Suo, 1990).

O objetivo da mecânica da fratura interfacial é definir uma propriedade mensurável e utilizável do material, tenacidade à fratura, para parametrizar a resistência à fratura das interfaces (Wang, Suo, 1990; Zhou et al., 2006). A mecânica da fratura interfacial permite avaliar a integridade estrutural das interfaces que são relevantes para restaurações dentárias. Dentro deste quadro, uma trinca crítica leva a uma liberação de força/energia que pode ser descrita como se fosse o início da instabilidade do crescimento da trinca ou fratura. Esta condição crítica foi mostrada de ser altamente dependente de danos nos modos mistos, que podem ser considerados como a relação da tangente do arco do modo relevante II (cisalhamento) aos fatores da intensidade do stress do modo I (tração). Daqui, as condições críticas para a fratura interfacial podem ser estabelecidas excepcionalmente como funções de modalidade mista (Zhou et al., 2006).

Do ponto de vista mecânico, uma diferença entre trincas em um material monolítico e trincas em uma interface é que o primeiro geralmente procura uma trajetória com o modo de abertura (modo I) localmente, enquanto o último é confinado

na interface, independentemente do modo de estresse local fornecido, a interface é fraca (Wang, Suo, 1990).

Figura 2 - Exemplos para contrastar duas situações



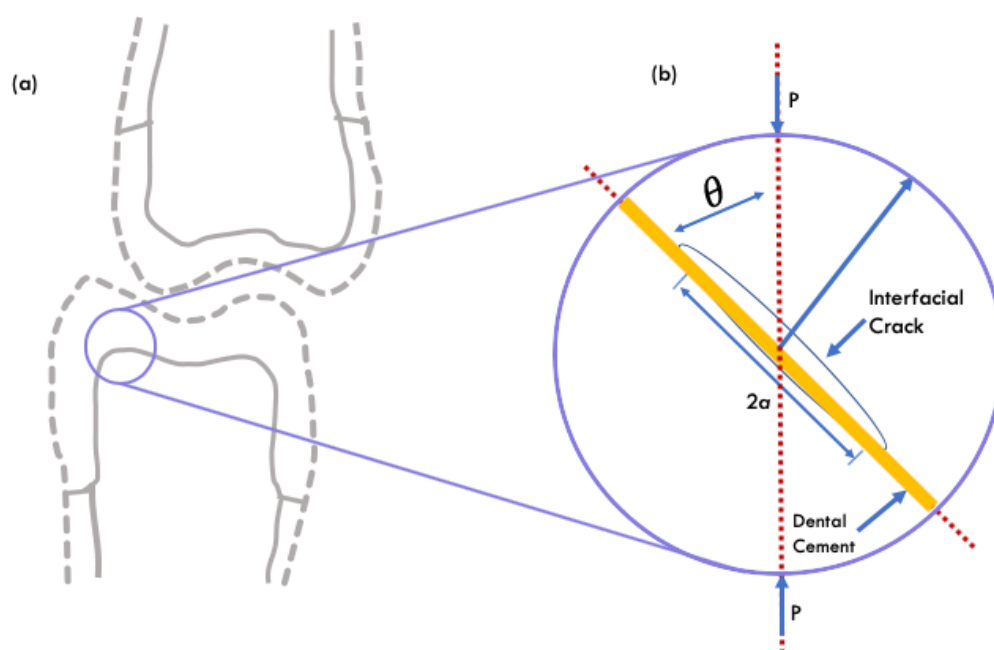
Legenda: (a) trinca em um material homogêneo e, (b) uma trinca interfacial.

Fonte: Elaborado pelo autor (Adaptado de (Wang, Suo, 1990).

Por exemplo, se a interface filme/substrato for forte e o substrato for quebradiço, a trinca irá desviar para o substrato e alcançará uma trajetória paralela à interface (Figura 2a). A profundidade estacionária da medida experimentalmente é consistente com o valor calculado onde a hipótese de que $K_{II} = 0$ (Wang, Suo, 1990; Zhou et al., 2006). Uma implicação deste critério da seleção do trajeto é que apenas uma propriedade material, tenacidade à fratura ou K_{IC} , para dizer quão frágil um material sólido monolítico será. Se a interface está mal unida, no entanto, a trinca vai ficar na interface, independentemente da proporção relativa das cargas de abertura e corte (Figura 2b). Na verdade, para essa análise de situação, a abertura e os modos de corte são comparáveis em magnitude. A informação relevante do material é agora a tenacidade à fratura na fase de carregamento especificada (Wang, Suo, 1990; Zhou et al., 2006).

Neste caso, é interessante medir a tenacidade interfacial com um tipo de espécime chamado *Brazil-Nuts*. A geometria do espécime *Brazil-Nut* mostrada na figura 3 pode ser usada para medir a tenacidade da fratura interfacial sobre a escala completa de modalidades mistas entre o módulo puro I (pura tração) e o módulo puro II (puro cisalhamento). O modo misto associado com a fratura interfacial pode ser controlado variando o ângulo de inclinação da relação entre 0° e 30° . Desta forma, o modo misto pode ser variado entre o que é necessário para o crescimento da trinca em modo puro I e II (Ramos et al., 2019; Zhou et al., 2006).

Figura 3 - Esquema ilustrativo de um espécime *Brazil-nut*



Legenda: Esquemas de (a) contato dos dentes durante a mastigação e (b) amostras de sanduíche de *Brazil-Nut* sob carga de contato.

Fonte: Elaborado pelo autor (Adaptado de (Zhou et al., 2006).

3 PROPOSIÇÃO

Os objetivos deste trabalho foram:

- a) Determinar a energia interfacial para fratura entre zircônias de alta, super e extra translúcidas com cimento resinoso, testando-as em pura tração, puro cisalhamento e em modos mistos de falha;
- b) Avaliar a energia interfacial para fratura das zircônias de alta, super e extra translucidez antes e após o envelhecimento térmico;
- c) Analisar a distribuição de tensões nos espécimes *Brazil-nut* com a análise de elementos finitos.

A hipótese nula deste trabalho é de que as zircônias de alta, super e extra translucidez apresentarão tenacidades à fratura interfacial semelhantes, com menor tenacidade à fratura interfacial após o envelhecimento. Assim como, todas as zircônias também apresentarão padrões de distribuições de tensões semelhantes.

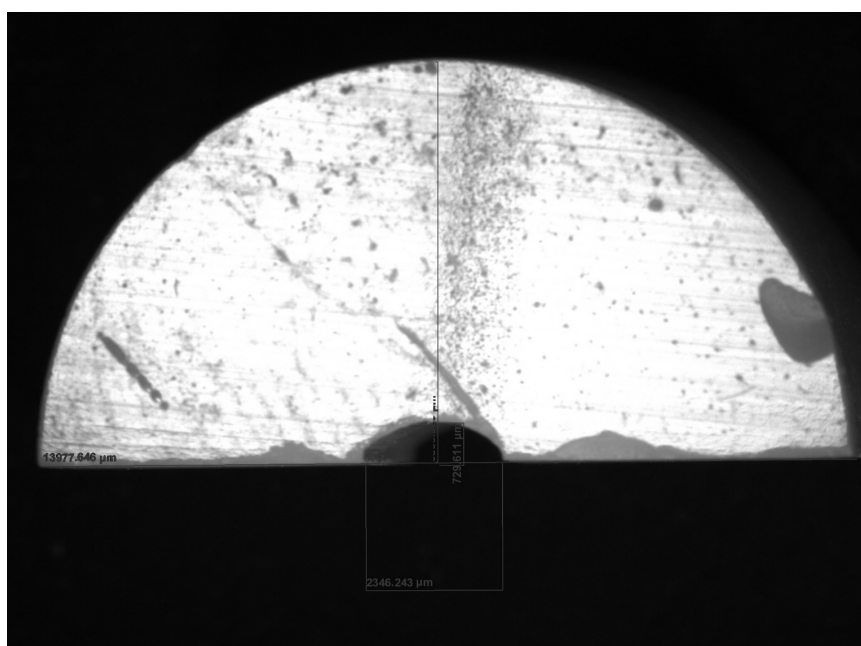
4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Energia Interfacial para fratura

4.1.1 Distribuição de Tensões (FEA)

A Análise de Elementos Finitos possui fundamento teórico e numérico que está além do escopo do presente estudo e, por isso, não foi descrito. foram obtidos modelos tridimensionais (3D) em representação BioCAD dos espécimes *Brazil-nuts*, a partir de um escaneamento desse espécime. Essas imagens obtidas são reconstruídas em formato 3D com ferramentas de computação gráfica implementadas no programa *InVesalius*, para se obterem referências geométricas em formato de arquivo do tipo. STL (Figura 4).

Figura 4 - Fotomicrografia de espécime *Brazil-Nut*. (7.5x)



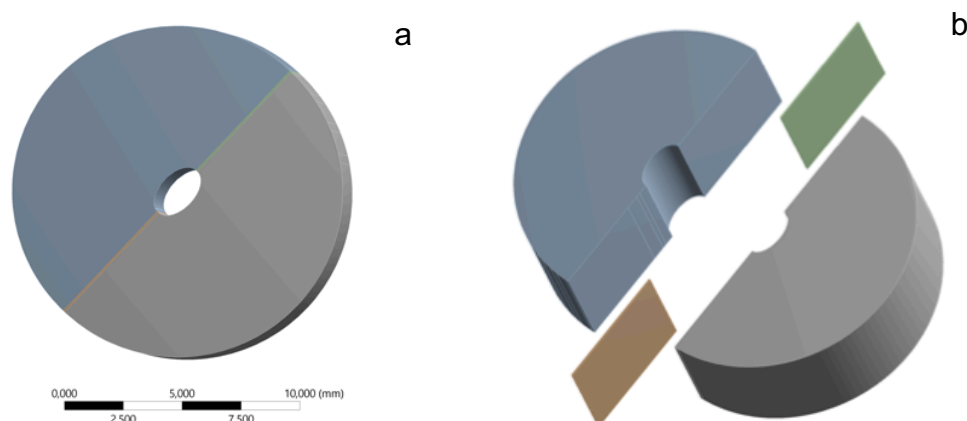
Fonte: Elaborado pelo autor.

Foi então aplicado o protocolo de modelagem BioCAD, que guia a reconstrução da geometria 3D, garantindo o mapeamento de detalhes principais com o uso de entidades geométricas definidas. Esse protocolo foi aplicado ao modelo STL do software InVesalius (software público de imagens médicas – <http://svn.softwarepublico.gov.br/trac/invesalius>) utilizando as ferramentas de modelagem 3D do programa Rhinoceros 4.0. Esta sequência permitirá localizar as linhas próximas aos detalhes importantes e em locais determinados para facilitar o modelamento do estudo. Rhinoceros 4.0 é um *software* de modelagem em CAD (*Computer Aided Design*) que utiliza tecnologia NURBS, para modelagem de superfícies complexas. Tecnologia NURBS (*non-uniform rational β -splines*) consiste de representações matemáticas que são precisamente modeladas a partir de uma linha simples em 2D, a linha de controle, como círculo ou arco, para gerar as mais complexas estruturas de superfícies ou sólidos de forma livre, em 3D. Estas superfícies, que foram cuidadosamente localizadas próximo aos marcos anatômicos identificados na imagem do arquivo. STL, irão representar a simplificação da peça anatômica a ser modelada. Após a formação das superfícies, estas deverão ser transformadas em sólidos para conferir delimitação das áreas que foram estudadas para posterior caracterização das propriedades mecânicas.

Os volumes foram exportados em formato STP (*Standard for the Exchange of Product model Data*) para que o software de pré- e pós-processamento de elementos finitos (Ansys 13.0, Ansys Inc. Canonsburg, PA, EUA) possa ser empregado para a geração da análise.

Assim, o modelo de um espécime *Brazil-nut* foi obtido. As estruturas consideradas para a modelagem foram zircônia e cimento resinoso na interface com uma espessura de 80 μ m. A camada de cimento resinoso nesse caso servirá como passagem de transmissão de tensão entre um hemi-disco de zircônia e outro. De posse dos modelos CAD das geometrias de estudo, inicialmente foi necessário realizar verificações relativas à qualidade dos mesmos no que tange à consistência das superfícies resultantes dos processos de importação das ferramentas de análise numérica. É muito importante a realização deste procedimento, pois a qualidade final das malhas e os contatos entre as estruturas consideradas na modelagem dependem disso (Figura 5).

Figura 5 - Geometria de espécime *Brazil-Nut* em 3D cimentado (a) e sólidos presentes no espécime (b)



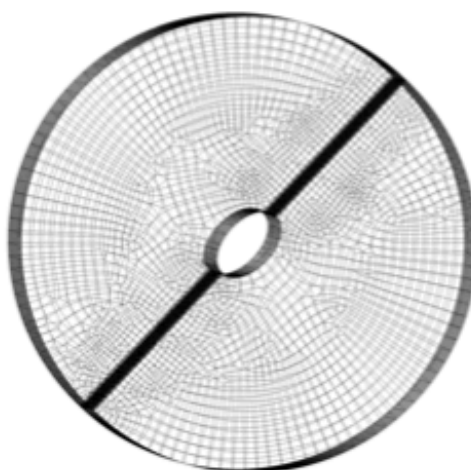
Fonte: Elaborada pelo autor.

No presente estudo, a edição dos modelos ficará por conta das ferramentas disponíveis no *Rhinoceros* e *Ansys*. O trabalho com o formato de arquivo STEP (*.stp) apresenta boa compatibilidade com os programas de modelagem BioCAD e elementos finitos. Após a edição dos modelos, o passo seguinte é a atribuição das propriedades dos materiais. Nesta etapa, aponta-se a importância de verificar a consistência das grandezas físicas utilizadas no modelo junto à homogeneidade de sistemas métricos. Para o caso do estudo, todos os materiais foram considerados isotrópicos, lineares e homogêneos. Embora essa hipótese pareça demasiado forte para materiais reconhecidamente complexos, é uma opção feita com base em dados que se mostram adequados para um procedimento inicial.

Para a geração de malhas de elementos finitos em geometrias biológicas tridimensionais, foi utilizado o *Ansys*. Os módulos de elasticidade e coeficientes de Poisson de cada material foram determinados de acordo com dados da literatura para realização da análise estrutural mecânica. A geração de malhas de elementos finitos em geometrias tridimensionais complexas implica em tarefa cuidadosa, em função de sua complexidade (Figura 6). Mesmo em face da complexidade geométrica, faz-se necessário obter boa discretização destes modelos, a fim de que a qualidade dos resultados não seja comprometida em função de malhas grosseiras. Assim, utilizam-se malhas controladas através de elementos tetraédricos quadráticos, caracterizados por pirâmides de base triangular, com um nó em cada vértice e outro no centro de

cada aresta, totalizando 10 nós por elemento. Este tipo de elemento é uma ferramenta bastante poderosa para representação de volumes de geometrias complexas.

Figura 6 - Malha de elementos finitos. Onde a malha foi criada com elementos tetraédricos de 0,2 mm, sendo 0,1 mm na região do cimento



Fonte: Elaborado pelo autor.

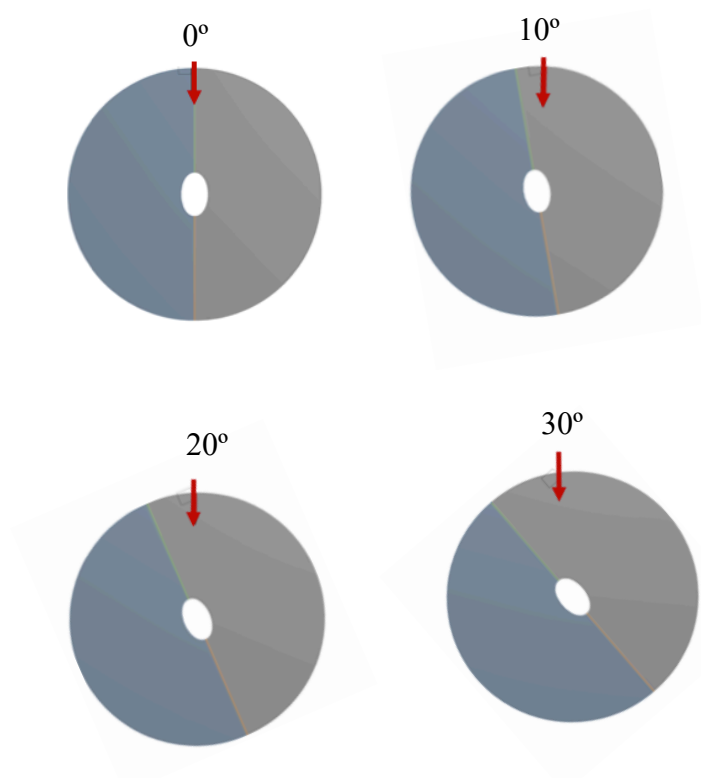
Outro fator importante relacionado ao controle de malha consiste em compreender devidamente os fenômenos de estudo, a fim de que adensamentos da malha possam ser realizados em regiões de maior relevância do comportamento mecânico do sistema. Por outro lado, simplificações também podem ser realizadas no modelo, no intuito de reduzir o adensamento da malha em geometrias que possuem regiões complexas, porém de comportamento mecânico pouco relevante para os objetivos do estudo. Para a aplicação do ensaio matemático é necessário fornecer ao menos duas propriedades do material (o módulo de elasticidade e coeficiente Poisson). Os materiais do estudo terão suas propriedades definidas em uma máquina Sonelastic® Atcp Engenharia Física. Este equipamento serve para a caracterização não destrutiva dos módulos elásticos e Poisson a partir das frequências naturais de vibração obtidas pela técnica de excitação por impulso.

Para o processamento, o *Brazil-nut* foi considerado fixo em todas as direções

do espaço e foi aplicada uma força de 500 N em uma área de contato de 1 mm². O relacionamento entre as superfícies determinará a transmissão das tensões existentes de um elemento para o outro na região de interface. Assim, foram adotados contatos colados (perfeitamente unidos) para todos os relacionamentos.

Neste estudo a simulação e análise mais adequada para representar o ensaio de compressão é a realizada pela análise estática estrutural. Logo, cada geometria possuirá propriedades específicas que caracterizam seu comportamento para um ensaio dentro dos limites de linearidade. A interface adesiva foi posicionada em quatro inclinações diferentes em relação ao longo eixo da aplicação da carga (0°, 10°, 20° e 30°) (Figura 7). A tensão de Von-Mises, tensão de tração e cisalhamento foram selecionadas como critério de, com auxílio de uma escala de cores, onde cada tonalidade representará uma faixa de tensões gerada nas estruturas avaliadas.

Figura 7 - Diferentes angulações de aplicação de cargas em relação a interface adesiva



Fonte: Elaborado pelo autor.

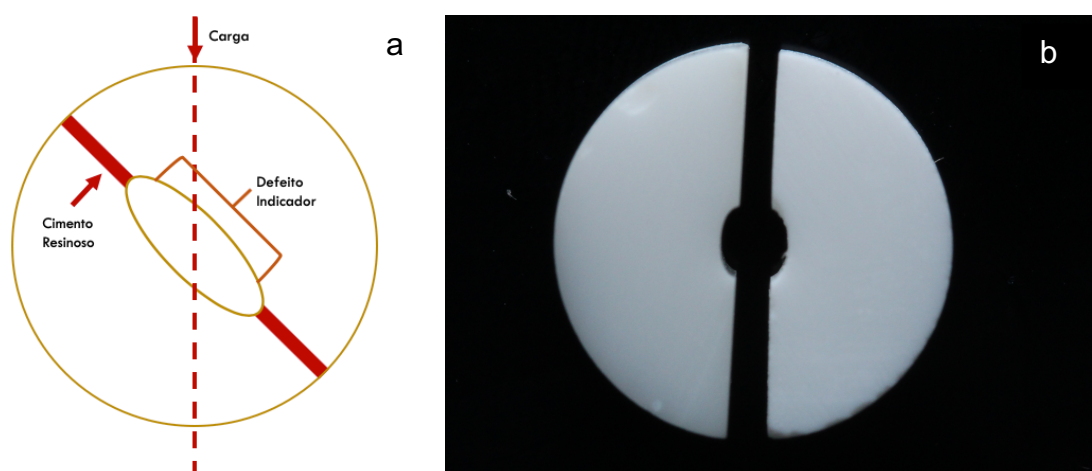
4.1.2 Confeção das amostras

Os blocos cerâmicos de zircônia de alta translucidez (Vita In-Ceram HT, Vita Zahnfabrik, Alemanha), super translucidez (Vita In-Ceram ST, Vita Zahnfabrik) e XT extra translucidez (Vita In-Ceram XT, Vita Zahnfabrik) foram arredondados na forma pré-sinterizada através de desgastes laterais até a forma cilíndrica (diâmetro de 10 mm), e seccionados em discos com 5 mm de espessura, com disco de corte diamantado (Extec Corp., Enfield, CT, EUA) em cortadora de precisão (IsoMet® 1000 Precision Saw, Buehler, Lake Buff – Illinois, EUA).

Em seguida os discos foram regularizados e polidos na máquina de polimento – politriz semi-automática (Ecomet 250, Buehler) para remoção de irregularidades periféricas inerentes ao corte. Os espécimes de zircônia tiveram dimensões pré-sinterização 20% maiores, para compensar a contração de sinterização.

Logo foram cortadas na metade do disco utilizando a cortadeira de precisão (IsoMet® 1000 Precision Saw, Buehler, Lake Buff – Illinois, EUA). Para assim obter duas metades iguais, e em seguida os hemi-discos foram enviados à um centro de usinagem especializado, onde através de uma máquina de usinagem de 5 eixos totalmente automática produzir um defeito interno de formato elíptico de 2 mm de diâmetro, para assim completar a amostra no formato *Brazil-nuts* (Figura 8).

Figura 8 - Geometria do espécime *Brazil nut*



Legenda: a) Esquema do *Brazil Nut*; b) Imagem do espécime antes da cimentação.

Fonte: Elaborado pelo autor.

4.1.3 Sinterização das amostras

As amostras de zircônia foram sinterizadas no forno Sirona inFire HTC speed (Sirona Dentsply, França), de acordo com as recomendações do fabricante para a zircônia YTZP HT e XT 1450 °C por 14 horas e a zircônia YTZP ST 1530 °C por 18 horas (Figura 9).

Figura 9 – Forno utilizado para realização da sinterização dos espécimes de zircônia.

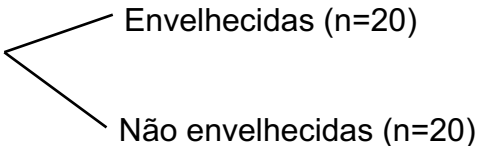


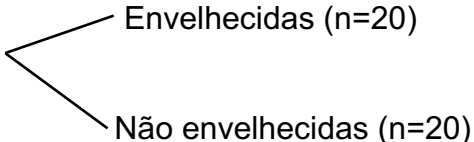
Fonte: Elaborado pelo autor.

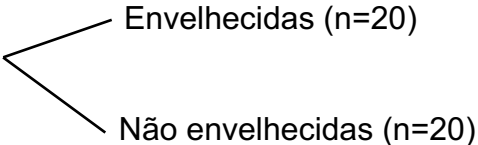
Os espécimes de cada grupo foram subdivididos conforme o fluxograma a seguir (Figura 10).

Figura 10 - Esquema ilustrativo de distribuição dos grupos

Grupos:

Zr HT
(n=40)  Envelhecidas (n=20)
Não envelhecidas (n=20)

Zr ST
(n=40)  Envelhecidas (n=20)
Não envelhecidas (n=20)

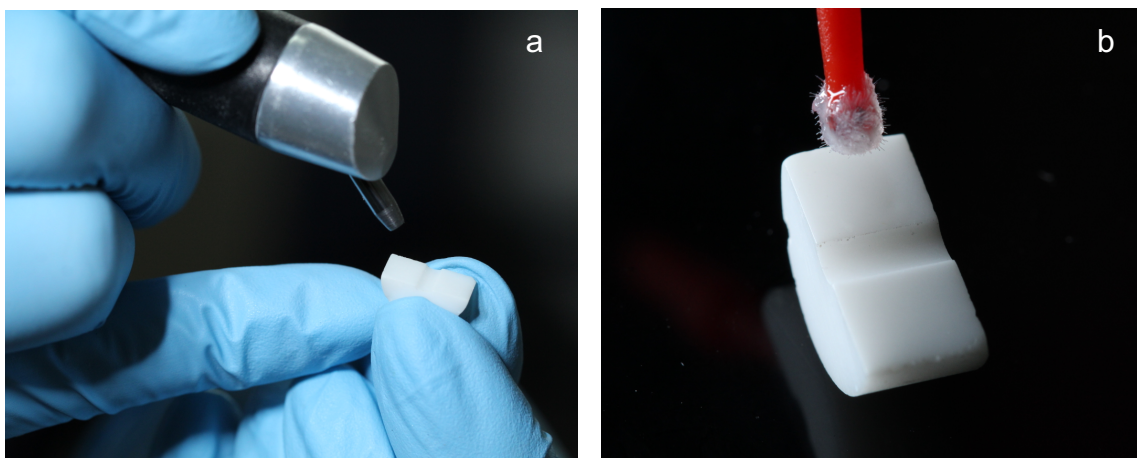
Zr XT
(n=40)  Envelhecidas (n=20)
Não envelhecidas (n=20)

Fonte: Elaborado pelo autor.

4.1.4 Cimentação dos espécimes

Após a sinterização os espécimes foram limpos em água destilada e banho ultrassônico. Em seguida, as amostras foram jateadas com óxido de alumínio 50 μm a uma distância de 1 cm, com 2 bar e por 2 s/cm² (Figura 11a). Todas as amostras foram limpas após o tratamento de superfície, e então foi aplicado ativamente o *Clearfil Ceramic Primer* (Kuraray, Tóquio, Japão), logo depois os espécimes foram secos com jato de ar (Figura 11b).

Figura 11 – Tratamento de superfície

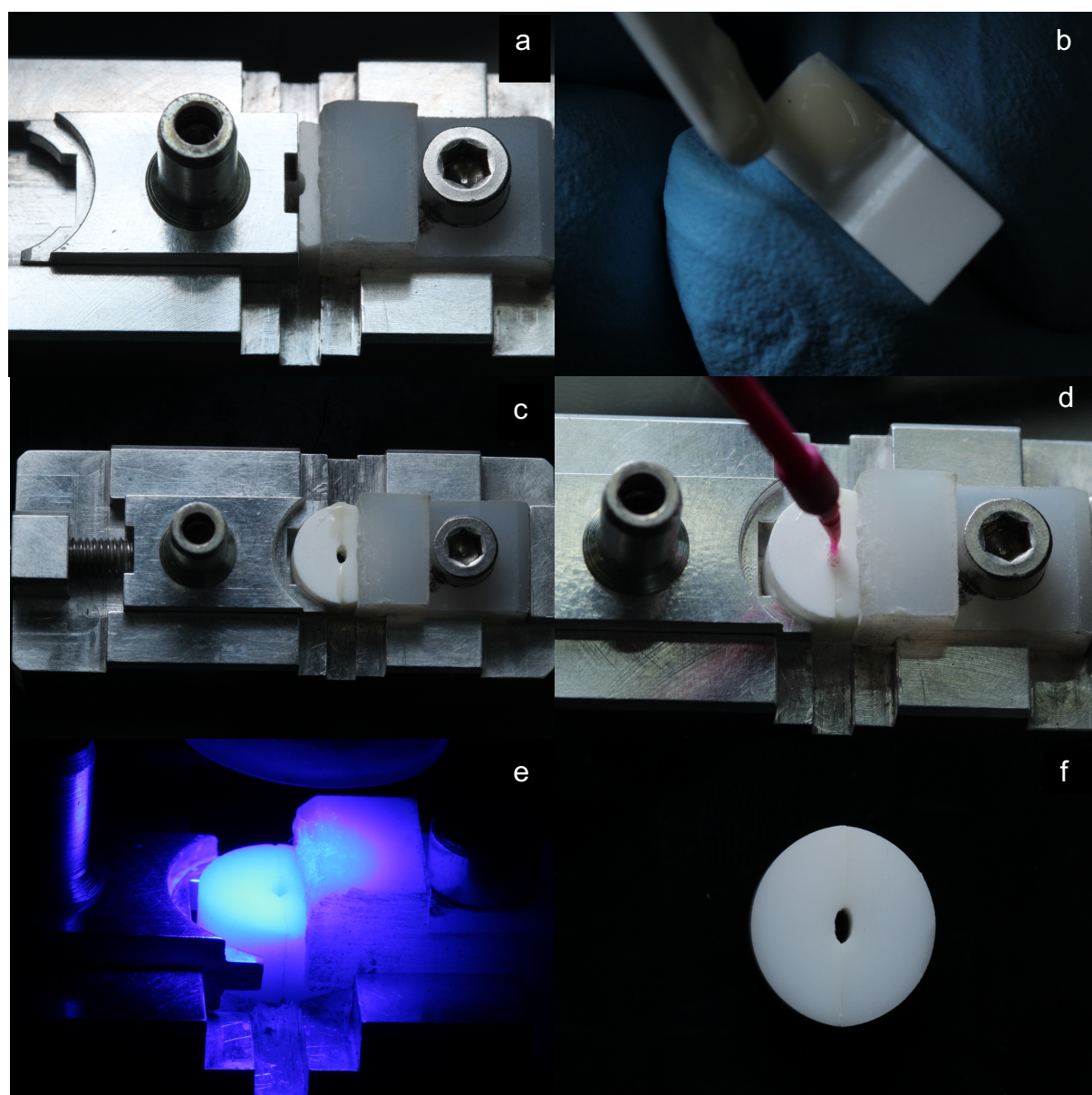


Legenda: a) Jateamento de partículas; b) Aplicação do silano.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Os espécimes foram cimentados com cimento resinoso à base de monômeros fosfatados (*Panavia F 2.0*, *Kuraray*) usando um dispositivo específico para cimentação e fotopolimerizados durante 40 segundos com fotopolimerizador (*Bluephase N*, 1200 mW/cm²; Comprimento de onda 385 - 515 nm, Ivoclar Vivadent) (Figura 12). As amostras foram armazenadas por 7 dias em estufa à 37 °C após a cimentação, e em seguida foram envelhecidas termicamente por 40.000 ciclos (5 - 55 °C) (Figura 13), e então ensaiadas após o envelhecimento (Ramos et al., 2019).

Figura 12 – Processo de cimentação das amostras



Legenda: a) Posicionamento da amostra; b) Aplicação do cimento; c) União dos hemi-discos; d) remoção de excesso; e) Fotopolimerização; f) Espécime cimentado.
Fonte: Elaborado pelo autor.

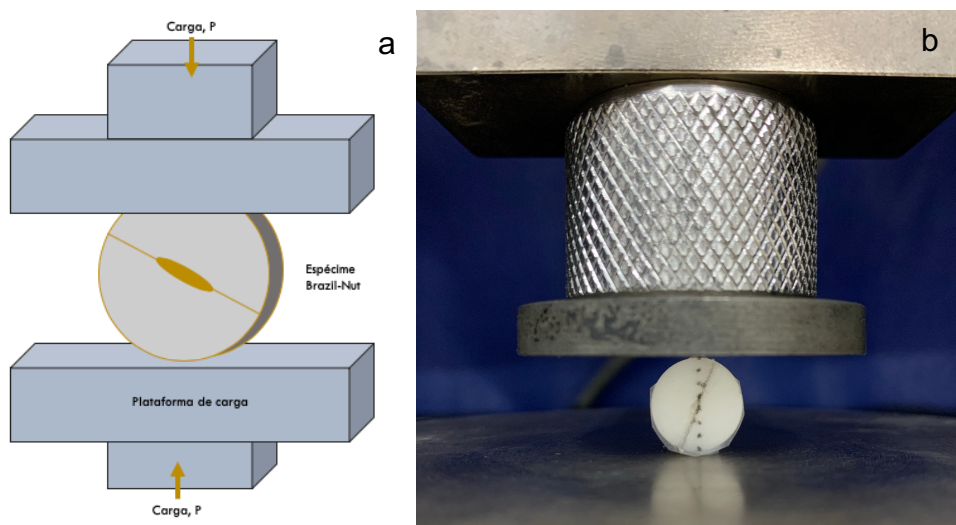
Figura 13 – Máquina de envelhecimento térmico



Fonte: Elaborada pelo autor.

A fratura interfacial foi conduzida em uma máquina de ensaios universal, equipada com uma célula de carga de 1000 kgf, para a realização do teste de compressão. O teste foi realizado com velocidade de deslocamento de 0,001 mm/s, usando-se ângulos (Θ , inclinação da trinca em direção a aplicação da carga) de 0°, 10°, 20° e 30°. Cinco espécimes de cada grupo foram utilizados por ângulo. A carga crítica para a fratura da interface foi usada para o cálculo da taxa de liberação de energia, G (energia interfacial para fratura) (Figura 14). Para determinar a angulação certa, foram desenhadas as diferentes angulações e imprimidas em papel adesivo, posteriormente foram coladas em cada um dos espécimes, correspondendo os ângulos de cada grupo.

Figura 14 – Teste de energia interfacial para fratura



Legenda: a) Esquema do ensaio; b) Imagem do espécime sendo ensaiado.
Fonte: Elaborado pelo autor.

Os fatores de intensidade de tensão correspondentes ao modo I (K_I) e ao modo II (K_{II}) foram derivados ajustando-se formas polinomiais (Atkinson, 1982) usando o ângulo pré-trinca (Θ), a carga crítica (P) para descolamento interfacial e o comprimento relativo da pré-trinca (a) em que $2a$ é o comprimento da pré-trinca e R é o raio do *Brazil-nut*.

$$K_I = f_I P a^{-1/2}$$

$$K_{II} = \pm f_{II} P a^{-1/2}$$

A combinação dos modos I e II é caracterizada pela fase de carga Ψ , que é controlada pelo ângulo da pré-trinca Θ . A amostra estará sob pura tração quando $\Theta \approx 0^\circ$, puro cisalhamento quando $\Theta \approx 30^\circ$ e em modos mistos nos ângulos intermediários. A fase de carregamento é calculada pela equação abaixo:

$$\Psi = \tan^{-1} \left(\frac{K_{II}}{K_I} \right)$$

A condição crítica para o crescimento de trinca é dada pela taxa de liberação

de energia G_c (N/m), que é a energia crítica quando a interface descola, dada pela equação:

$$G_c = G_1 + G_2 = \frac{1}{E_1} (K_I^2 + K_{II}^2)$$

onde G_1 e G_2 são as taxas de liberação de energia dos modos I e II, respectivamente, e E_1 é o módulo de Young no estado de tensão no plano.

4.1.5 Análise de Falhas

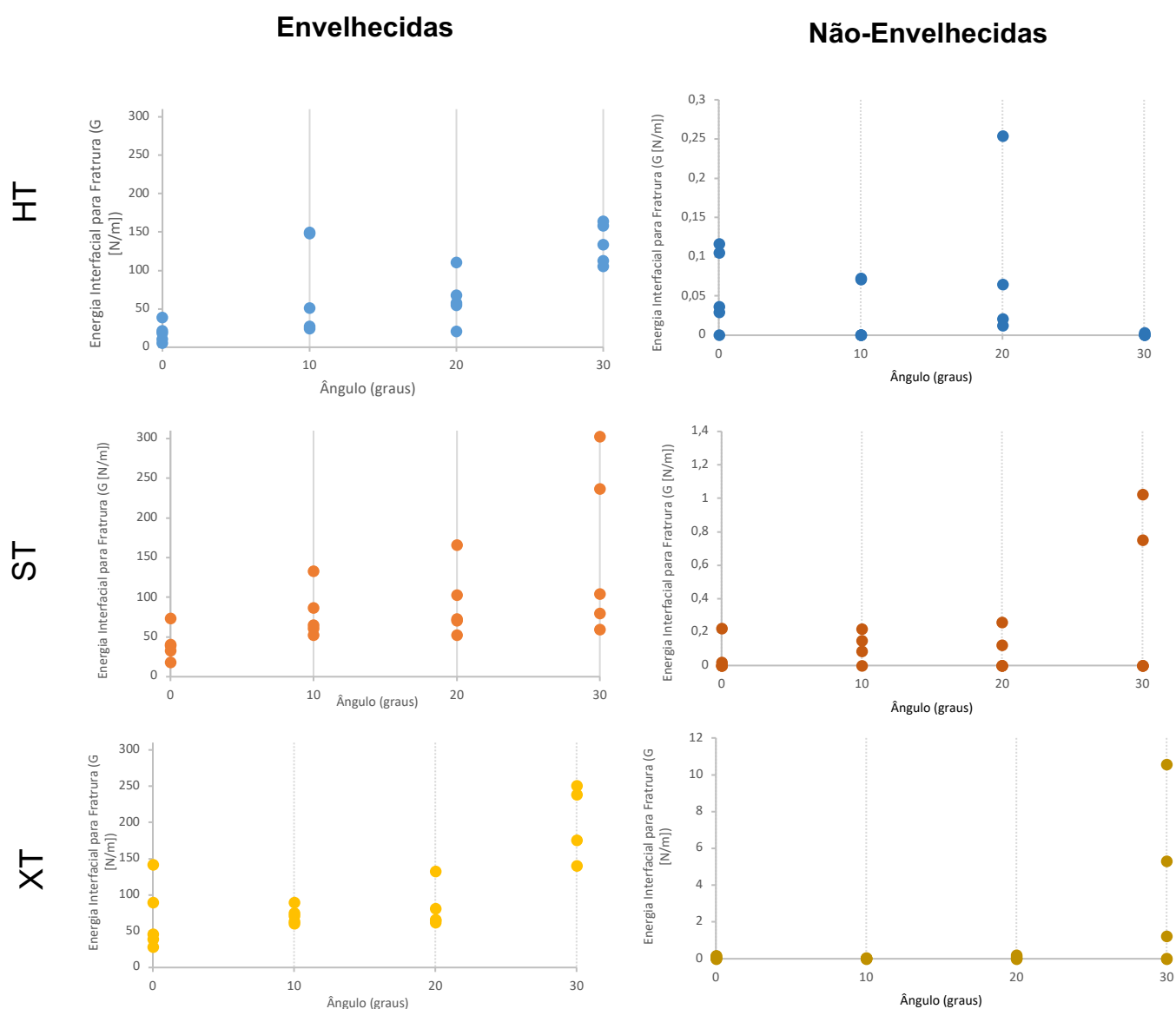
Ao final dos ensaios todas as amostras foram observadas em estereomicroscópio (Discovery V20, Zeiss, Jena, Alemanha) para caracterização das falhas. A caracterização de como a fratura caminhou dentro e por entre os materiais. Somente os dados de falhas que ocorreram na interface entre zircônia e cimento foram considerados estatisticamente. Os espécimes foram observados em e Microscópio Eletrônico de Varredura - MEV (Inspect S50, FEI Company, Brno, República Tcheca) para confirmar os padrões de fratura.

5 RESULTADOS

5.1 Energia Interfacial para fratura

Os dados de energia interfacial para fratura foram plotados em forma de gráficos e estão apresentados na Figura 15.

Figura 15 – Comparação de dados de energia interfacial em espécimes não-envelhecidos e envelhecidos



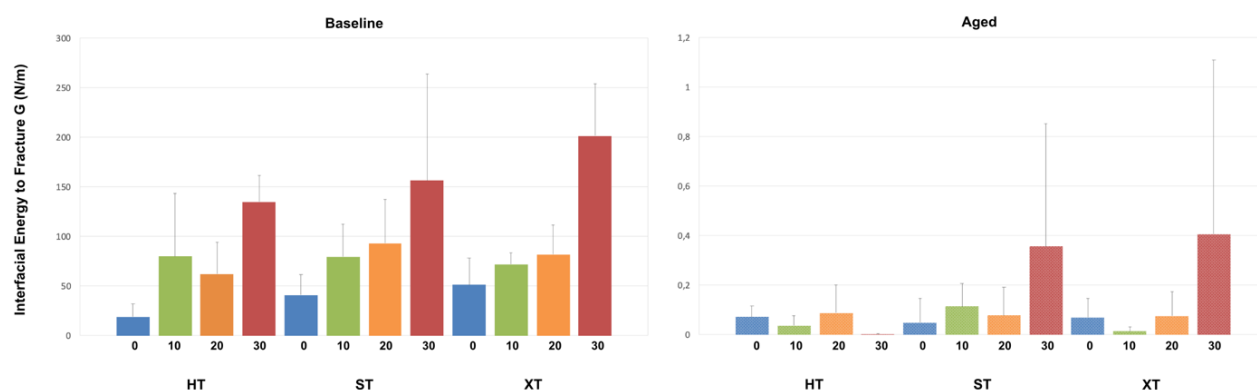
Fonte: Elaborado pelo autor.

Foi realizado o teste de normalidade Kolmogorov-Smirnov, Shapiro-Wilk e o Teste de Levene (95%), que concluíram que os dados não apresentam comportamento normal e não são homocedásticos ($p=0,000$). Desta forma, foi realizado o teste Kruskal-Wallis e post hoc Teste de Dunn, ambos com nível de significância de 5%. Entretanto, não houve diferença estatisticamente significativa entre os materiais quando os grupos não envelhecidos ($p_0=0,485$, $p_{10}=0,8580$, $p_{20}=0,4027$, e $p_{30}=0,650$) e envelhecidos ($p_0=0,6976$, $p_{10}=0,3505$, $p_{20}=0,7565$, e $p_{30}=0,1469$) foram analisados.

Adicionalmente, foi aplicado o Teste de Mann-Whitney, também com nível de significância de 5% para comparar cada um dos grupos quanto ao fator envelhecimento. Desta forma, houve diferença estatisticamente significativa entre os materiais envelhecidos e não envelhecidos em cada dos ângulos ($p>0,05$),

A figura 16 mostra o comportamento dos grupos nos ângulos de 0° - 30° (pura tração, falhas mistas, predominantemente cisalhamento), apesar da tendência do comportamento ser a mesma os valores de energia interfacial para fratura sob tensões de cisalhamento são maiores do que quando as amostras estão submetidas somente à tensões de tração.

Figura 16 – Gráfico das médias de energia interfacial para fratura nas diferentes angulações

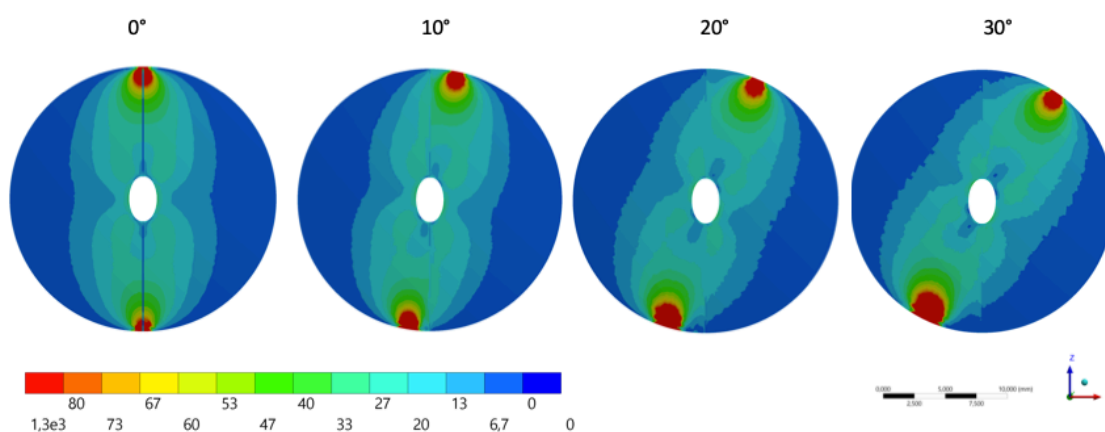


Fonte: Elaborado pelo autor.

5.2 Análise de Elementos Finitos (FEA)

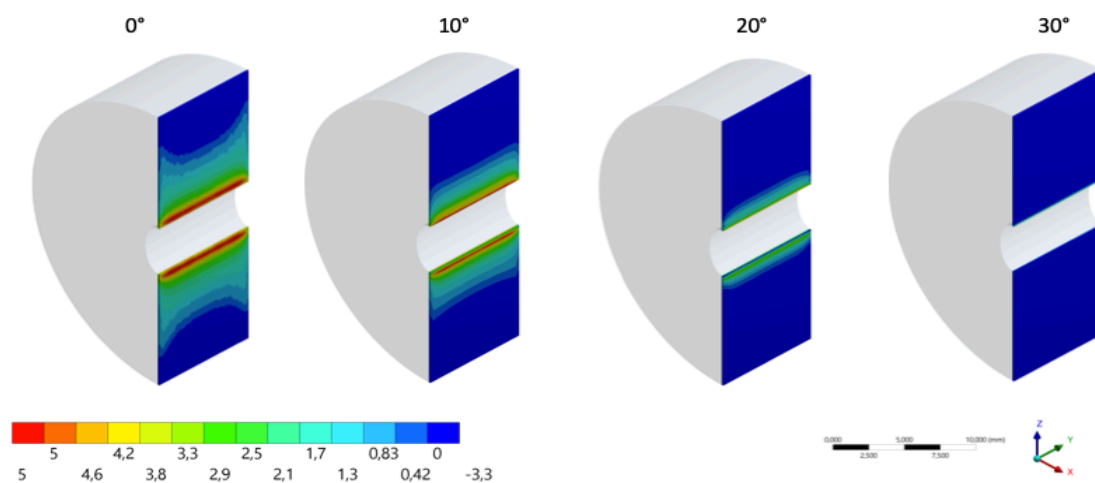
Foram observados diferentes padrões de resposta mecânica pela tensão de Von-Mises, sendo que a tensão de tração no cimento (5,34; 4,87; 3,57 e 1,07 MPa) foi inversamente proporcional ao ângulo da carga aplicada (0°, 10°, 20° e 30°, respectivamente). A maior tensão encontrada foi a de cisalhamento em maior parte do cimento quando a interface foi posicionada em 30° (12,16 MPa) (Figura 17-22).

Figura 17 - Tensão de Von-Mises de acordo com diferentes aplicações de cargas



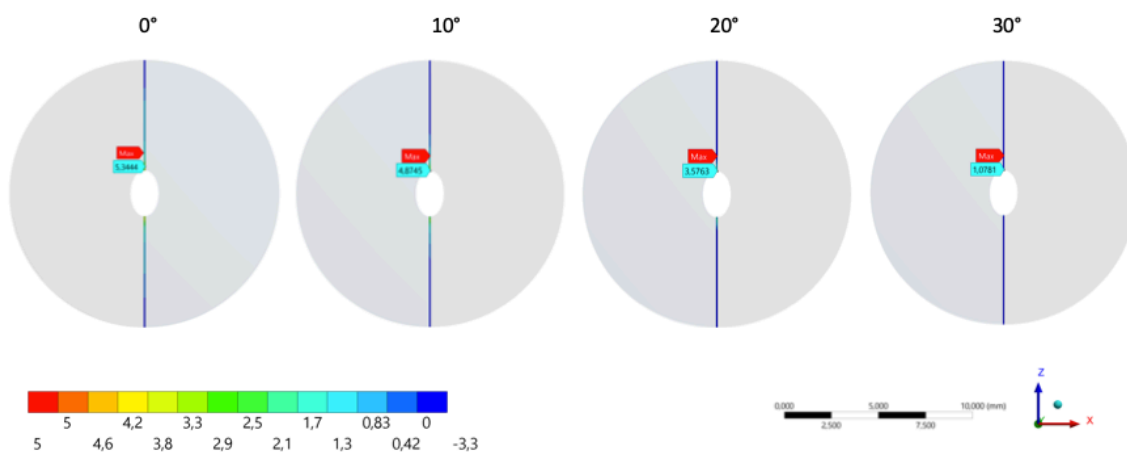
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 18 - Tensão de tração na camada de cimento de acordo com diferentes aplicações de cargas



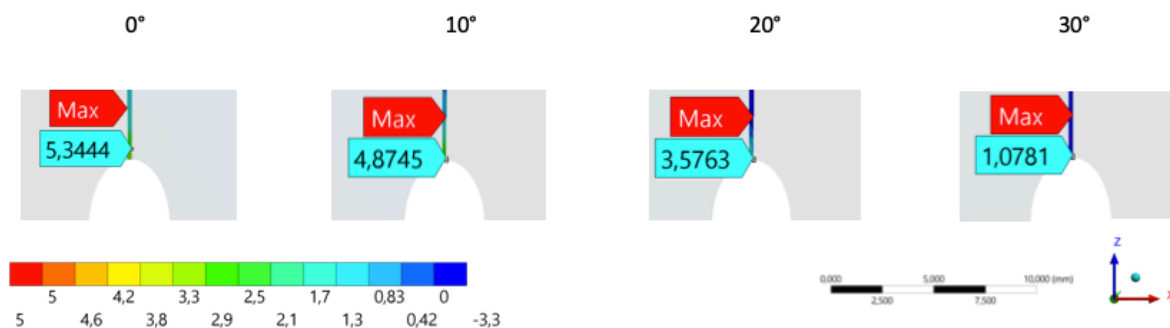
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 19 - Picos de tensão de tração na camada de cimento de acordo com diferentes aplicações de cargas



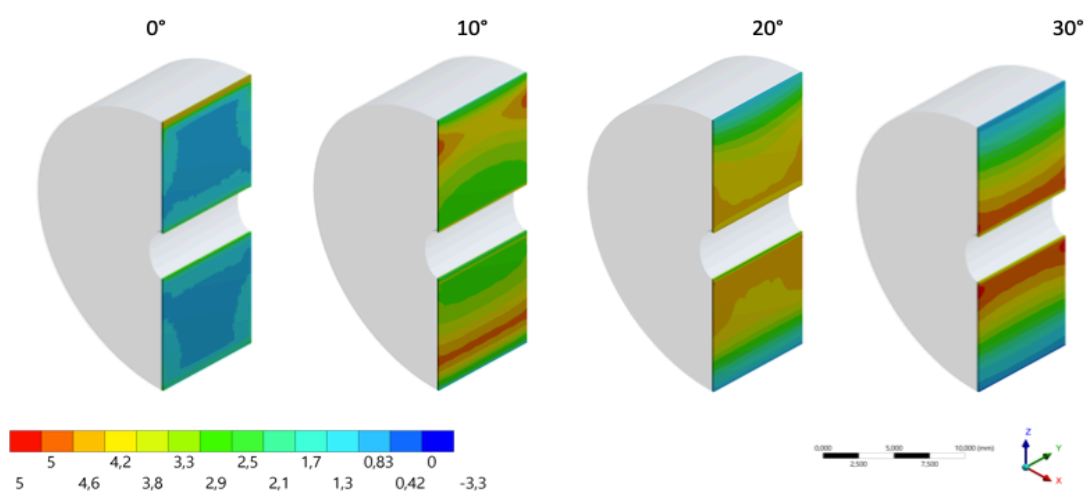
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 20 - Picos de tensão de tração na camada de cimento de acordo com diferentes aplicações de cargas



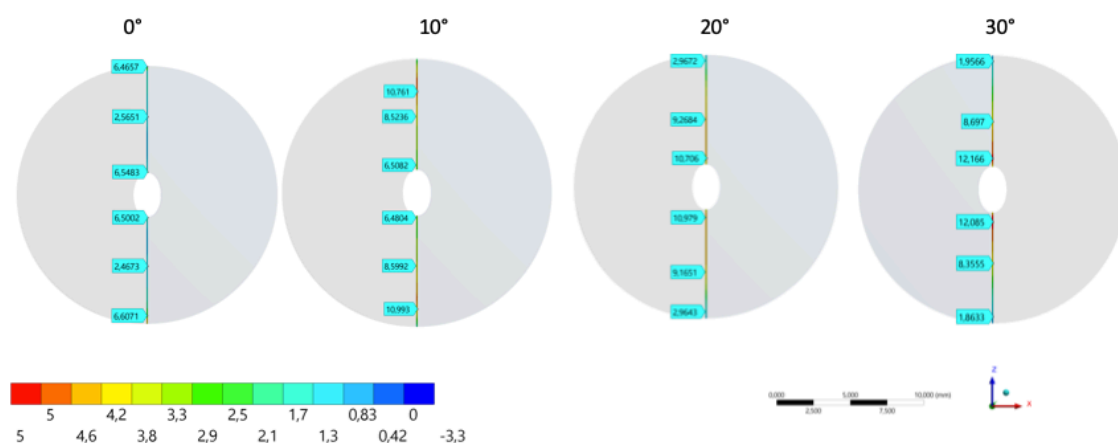
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 21 - Tensão de cisalhamento na camada de cimento de acordo com diferentes aplicações de cargas



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 22 - Picos de tensão de cisalhamento na camada de cimento de acordo com diferentes aplicações de cargas



Fonte: Elaborado pelo autor.

Assim, é possível observar que o carregamento compressivo de espécimes *Brazil-nut* em diferentes inclinações permite a predominância de tensões de tração ou cisalhamento, conforme o ângulo de posicionamento da interface adesiva.

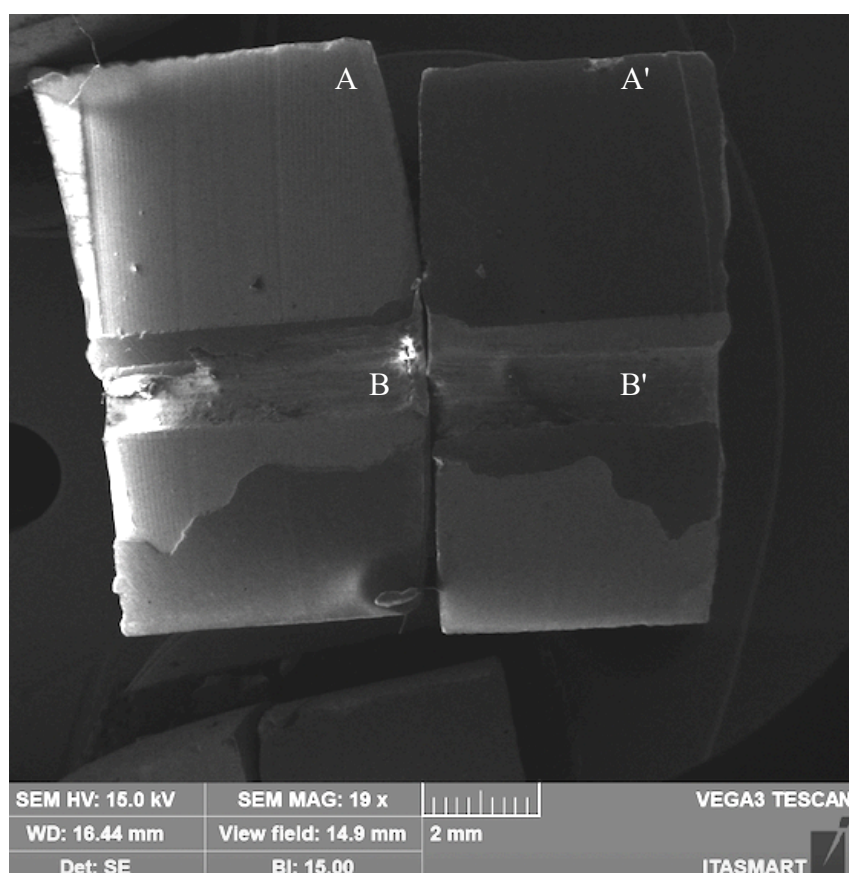
5.3 Análise Fractográfica

As falhas foram classificadas de acordo com Ramos et al (2019), entretanto neste trabalho apenas foram observadas as falhas do tipo II (em que um dos lados da interface encontrava-se coberto de cimento e outro lado apenas em zircônia - trinca iniciou em um lado da interface e correu por este mesmo lado) e falhas do tipo III (em que encontramos traços de cimentos em ambos os lados de forma complementar - a trinca começa em uma interface e vai para a outra). As falhas do tipo II e III foram predominantes em todos os grupos, ocorrendo na maioria das vezes sob tensões de tração.

Uma imagem mostrando um espécime *Brazil-nut* fraturado está apresentada na Figura 23, as falhas encontradas foram as do tipo II (em que um dos lados da

interface encontrava-se coberto de cimento e ouro lado apenas em zircônia - trinca iniciou em um lado da interface e correu por este mesmo lado) e falhas do tipo III (em que encontramos traços de cimentos em ambos os lados de forma complementar - a trinca começa em uma interface e vai para a outra). Os padrões de falha encontrados nesse trabalho estão ilustrados na Figura 24. As falhas do tipo III foram predominantes em todos os grupos, ocorrendo na maioria das vezes sob tensões de tração.

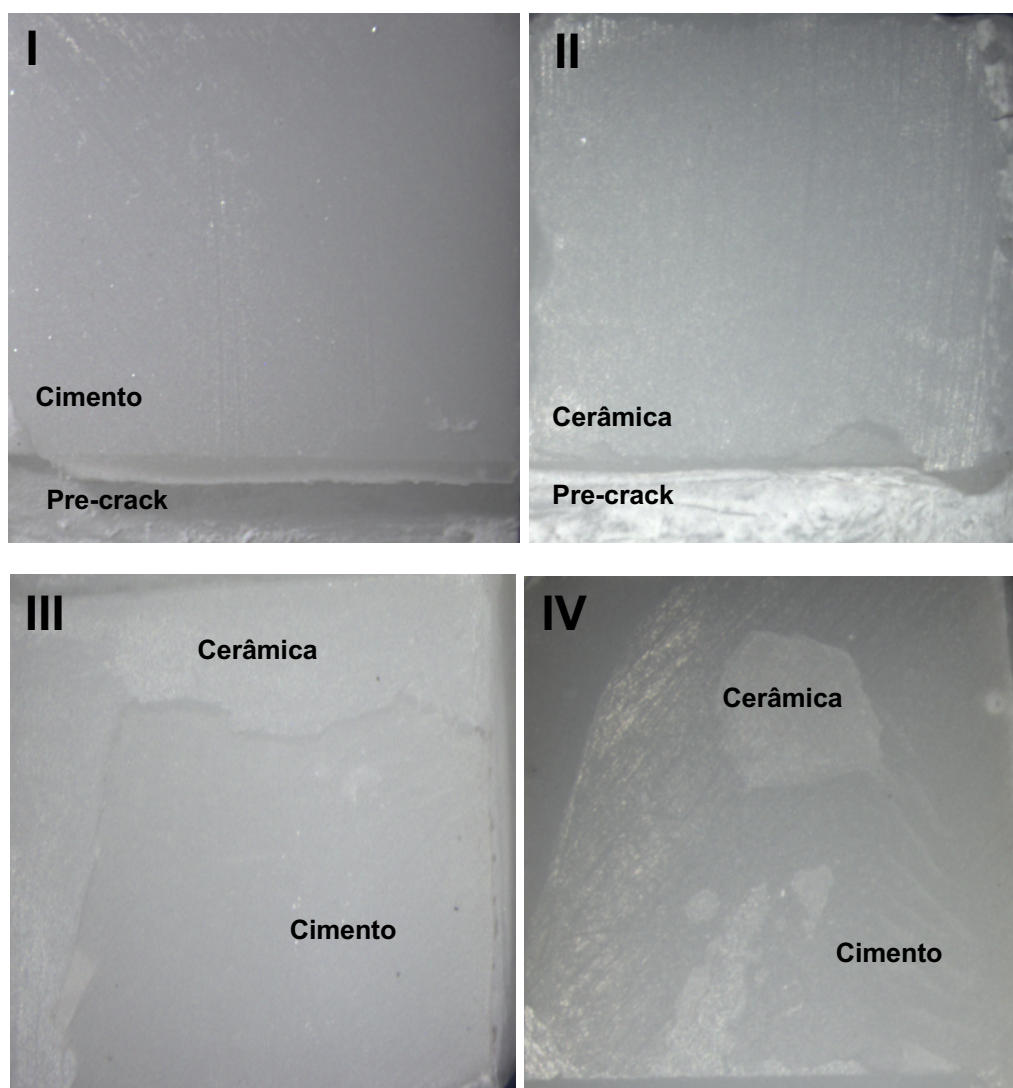
Figura 23 – Imagem de um espécime *Brazil-nut* após a falha em MEV



Legenda: A imagem (A e A') mostram uma das interfaces do espécime em que pode ser observada a falha do tipo II, e em (B e B') está exemplificado o padrão de falha tipo III.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 24 – Imagens de microscopia óptica (estereomicroscópio) dos exemplos dos padrões de falhas

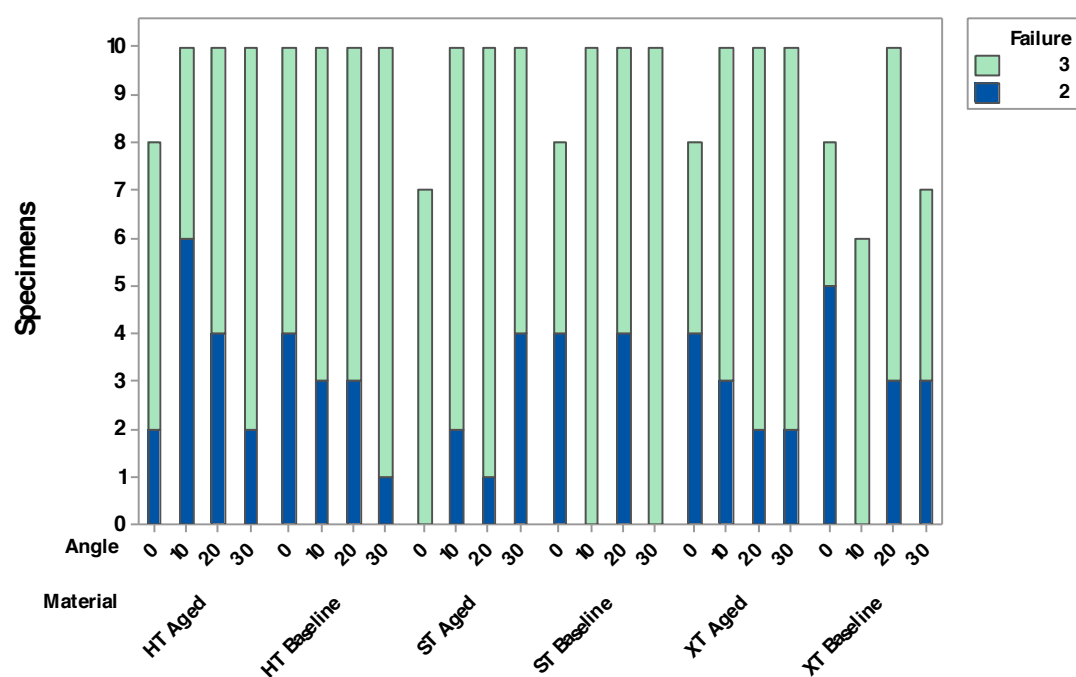


Legenda: Ilustração dos modos de falha classificados nestes estudo: I, a trinca se propaga dentro da camada de cimento ; II, a trinca se propaga entre o cimento e a cerâmica na mesma interface; III, a trinca começa em uma interface e vai para a outra através da espessura do cimento; e IV, trincas entre as duas interfaces

Fonte: Elaborado pelo autor.

Os dados de análise fractográfica foram plotados em forma de gráficos e estão apresentados na Figura 25. Todos os espécimes foram analisados, exceto aqueles em que a zircônia fraturou durante o teste de compressão.

Figura 25 – Classificação de distribuição do tipo de falha em cada condição de teste



Fonte: Elaborado pelo autor.

6 DISCUSSÃO

No presente estudo, foi avaliada a energia interfacial para fratura de cerâmicas à base de zircônia com diferentes níveis de translucidez cimentadas com cimento resinoso, utilizando espécimes *Brazil-nut*. Os diferentes níveis de translucidez da zircônia (HT, ST e XT) não afetaram o comportamento adesivo, entretanto pode-se observar uma maior energia interfacial para fratura em uma angulação de 30°, onde houve predominância de tensões de cisalhamento. Os diferentes tipos de angulações utilizadas durante o teste geraram tipos diferentes de tensões aplicadas, esse fator e o envelhecimento influenciaram na resistência à fratura da interface adesiva.

Os espécimes *brazil-nut*, além de mensurar a energia interfacial para fratura através da faixa completa dos modos de falha, também possuem um defeito padrão elíptico no centro da amostra o qual garante a precisão e confiabilidade deste método de teste para determinar a energia interfacial para fratura entre o modo puro I (tração) e a falha predominantemente do modo II (cisalhamento), já que esse é o defeito que garante a iniciação/propagação da trinca na interface até que haja a fratura completa.

Segundo Ramos et al. (2019), o modo I ($\Psi = 0$, tensões de tração na interface) resulta em menor energia interfacial de fratura, enquanto o aumento das tensões de cisalhamento (modos mistos I e II) denota uma tendência no aumento desta energia (Ramos et al., 2019), corroborando com o resultado deste estudo, em que também houve uma menor energia interfacial de fratura no grupo que foi testado em pura tração (0°) em comparação com o grupo testado em puro/predominantemente cisalhamento (30°). Esse aumento em função dos modos mistos é atribuído principalmente à presença de forças superficiais que inibem o deslizamento das trincas superficiais, ou seja, esse aumento também está relacionado às interações entre a trinca e a microestrutura do material (Rahbar et al., 2010).

O fabricante da zircônia relata diferença entre as tenacidades à fratura de cada uma das zircônias translúcidas (Vita Zahnfabrik), além de Sen e Isler (2020) também mostrarem que a tenacidade à fratura da YZ-HT foi maior do que a da YZ-ST e YZ-XT. Os autores atribuíram esse fato à temperatura de sinterização ser diferentes para essas cerâmicas (1450 °C para HT e XT; 1530 °C para ST), o que pode levar a uma microestrutura diferente para cada uma delas (Sem, Isler, 2020). As Y-TZP HT, ST e

XT são compostas por grãos equiaxiais com diâmetro entre 0,2 a 0,5 μm , e quanto maior a quantidade de fase cúbica e ítria, mais translúcida será a zircônia (Belo et al., 2014). Entretanto, Sen e Isler (2020) observaram grãos menores para YZ-HT ($437 \pm 40 \text{ nm}$) em comparação com a YZ-XT ($815 \pm 97 \text{ nm}$). Estudos recentes e ainda não publicados do nosso grupo de pesquisa, mostram que a microestrutura dessas zircônias (HT, ST e XT) são semelhantes, mas as propriedades mecânicas como dureza Vickers, tenacidade à fratura, resistência à flexão biaxial e a vida em fadiga foram diferentes. Então a relação entre a microestrutura do material e a propagação de trincas ainda precisam ser mais profundamente estudadas, principalmente para as zircônias mais translúcidas que possuem composições diferentes.

O armazenamento em água a longo prazo e ciclagem térmica são as condições mais usadas para testar a durabilidade adesiva das resinas e cimentos resinosos. Ambos os testes são considerados parâmetros de envelhecimento clinicamente relevantes. No estudo de Guilardi et al. (2019), os autores mostraram que os grupos envelhecidos tiveram uma redução significativa na carga para fratura após a fadiga comparado aos grupos não envelhecidos, corroborando os resultados deste estudo. Segundo os autores essa diminuição dos valores está relacionada com duas possíveis causas, a primeira é que a adesão torna-se muito fraca após o envelhecimento e, portanto, reduz a carga para fratura; e a segunda explicação é que a redução pode ter sido causada por uma maior viscosidade (consequentemente menor capacidade de molhamento) deste cimento (que contém MDP) o que leva à uma menor capacidade de preencher os defeitos criados pelo jateamento de partículas com óxido de alumínio (Guilardi et al., 2019). Ambos os processos provavelmente facilitaram a água do processo de envelhecimento (termociclagem + armazenamento) para infiltrar-se mais rapidamente na interface, quebrando as ligações químicas adesivas, resultando em degradação hidrolítica do cimento e, finalmente, em uma menor resistência da interface adesiva.

Um outro estudo realizado por Lüthy et al. (2006), corroborou o fato de que a termociclagem afetou a interface adesiva entre cimentos resinosos e Zirconia Tetragonal Estabilizada ($\text{ZrO}_2\text{-TZP}$) (Lüthy et al., 2006). No entanto, não existe consenso na literatura sobre a quantidade de ciclos necessários para causar envelhecimento de forma padronizada. No presente estudo, foi realizado o envelhecimento das amostras submetendo-as a 40.000 ciclos com temperaturas

alternativas de 5-55 °C durante 30 segundos, o que foi protocolo agressivo de envelhecimento comparado aos demais estudos na literatura, como por exemplo (Guilardi et al., 2019) que realizaram 12.000 ciclos térmicos e já encontraram redução da resistência de união dos espécimes. O protocolo deste estudo foi baseado em Ramos et al. (2019), que também realizaram 40.000 ciclos térmicos e utilizaram espécimes semelhantes, com a mesma área adesiva.

Foi demonstrado anteriormente que a resistência de união de materiais à base de resina à cerâmicas ácido-resistentes, especialmente a zircônia, não é durável nem estável (Özcan et al., 2008). Estudos mostram que a incorporação de monômeros bifuncionais como o MDP (10-methacryloxyloxydecylidihydrogen-fosfato) podem ser benéficos para a adesão à zirconia. No estudo de Lim et al. (2018), foi observado que os grupos cimentados com cimento resinoso sem MDP apresentaram valores significativamente menores de resistência ao cisalhamento em comparação aos grupos contendo MDP (Lim et al., 2018). Mas embora muitas investigações mencionem a eficácia da ligação das moléculas de 10-MDP à zircônia e algumas tentarem apresentar esquemas teóricos detalhando as interações envolvidas, poucas evidências de tais interações químicas são demonstradas (Nagaoka et al., 2017), e por isso os fabricantes continuam indicando o jateamento de partículas como tratamento de superfície para as zircônias. O MDP tem sido incorporado em vários produtos adesivos, como *primers*, cimentos e resinas. Não está claro qual passo de ligação mais se beneficia da adição de MDP, se há um efeito cumulativo do MDP sobre a resistência de união à zircônia ou se a concentração de MDP nos cimentos resinosos é baixa (De Souza et al., 2014).

A análise de elementos finitos (*FEA*) mapeou os espécimes e as interfaces de acordo com o tipo de tensão submetida. Muitos estudos utilizam *FEA* com esta finalidade, Chai et. al., conseguiram determinar via *FEA* 2D, a energia interfacial associada ao crescimento de de laminação ao longo da interface faceta/núcleo levando em conta a presença de “*Channel*” trincas (Herzl Chai, 2018). Neste estudo, além de não ter dados na literatura que descrevem especificamente o uso de *FEA* com espécimes *Brazil-nut*, pode-se determinar que a tensão de tração no cimento foi inversamente proporcional ao ângulo da carga aplicada (0°, 10°, 20° e 30°,

respectivamente). Também foi determinado que a maior tensão encontrada foi a de cisalhamento em maior parte do cimento quando a interface foi posicionada em 30°.

Diferente dos demais trabalhos encontrados usando espécimes *Brazil-nuts* (Ramos et al., 2019; Wang, Suo, 1990; Zhou et al., 2006), este estudo determinou que mesmo em ângulos de 30° as interfaces não estão submetidas ao puro cisalhamento. Conforme o aumento do ângulo, aumentam as tensões de cisalhamento, mas a tensão de tração não é totalmente eliminada, fazendo com que a interface esteja submetida à tensões predominantemente de cisalhamento.

O desempenho clínico de uma restauração cerâmica baseia-se em sua qualidade de adesão e propriedades mecânicas (Guilardi et al., 2019; Kelly, 1999). Entretanto, muitos fatores podem contribuir para o desenvolvimento de fraturas em cerâmicas, sendo estes: o substrato em que está cimentada, espessura da cerâmica, tipo de cimento usado e a espessura do mesmo, tratamentos de superfície, entre outros. Por esta razão, estudos *in vitro* devem resultar em falhas semelhantes às encontradas clinicamente para que os resultados sejam considerados relevantes do ponto de vista clínico.

Todos os tipos de falha encontrados nesse estudo foram adesivas, diferente do encontrado no estudo de Ramos et al. (2019), que encontraram falhas coesivas no cimento resinoso. Entretanto, essas falhas só aconteceram nos grupos de zircônia infiltrada com vidro, o que reflete à uma resistência adesiva muito superior ao tratamento de superfície convencional da zircônia (jateamento). As fraturas da zircônia aconteceram tanto neste estudo quanto no trabalho de Ramos et al. (2019), mas essas fraturas foram tardias, acontecendo após o rompimento da interface adesiva, o que não as torna relevantes. A única implicação dessas fraturas foi a impossibilidade de classificar o tipo de falha nesses espécimes, por isso a ausência de alguns espécimes na figura 24.

Todos os estudos *in vitro* possuem limitações, entretanto esses são necessários para a construção do conhecimento e posterior aplicação dos materiais *in vivo*. Neste caso especificamente, este estudo foi necessário para a compreensão dos mecanismos de mecânica da fratura envolvidos na tenacidade à fratura da interface adesiva. A tenacidade à fratura interfacial é uma propriedade inerente, bem com a tenacidade à fratura, e dentre diversos métodos que podem ser utilizados para a obtenção (Mesmar, Ruse, 2019; Chai et al., 2018), os ensaios envolvendo os

espécimes *Brazil-nuts* são os únicos à testar os materiais sob diferentes tensões (tração e cisalhamento) (Ramos et al., 2019; Melo et al., 2006), o que visa a aproximação dos modos de falha e modos mistos de tensão com aqueles ocorridos na cavidade oral.

7 CONCLUSÃO

De acordo com os resultados encontrados, é possível concluir que:

- a) As interfaces de zircônias de alta, super e extra translucidez com cimento resinoso possuem energia para fratura semelhantes;
- b) O envelhecimento térmico reduz significativamente a energia interfacial para fratura entre zircônias de alta, super e extra translucidez e cimento resinoso;
- c) Os valores de energia interfacial para fratura sob tensões predominantemente de cisalhamento são maiores do que quando as amostras estão submetidas somente à tensões de tração, o que significa que as interfaces entre zircônias translúcidas e cimento resinosos são mais susceptíveis à tensões de tração.

REFERÊNCIAS*

- Andrieuolo R, Gonçalves SA. A zircônia na odontologia restauradora. *Revista Brasileira de Odontologia*. 2011;68(1):49–53. doi: 10.18363/rbo.v68n1.p.49.
- Atkinson C. Combined mode fracture via the cracked Brazilian disk test. *Int J Fract*. 1982;18(4):279–91.
- Belo YD, Sonza QN, Borba M, Bona AD. Zircônia tetragonal estabilizada por ítria: comportamento mecânico, adesão e longevidade clínica. *Cerâmica*. 2014;59(352). doi: 10.1590/s0366-69132013000400021.
- Bispo LB. Cerâmicas odontológicas: vantagens e limitações da zircônia. *Revistas*. 2016;72(1/2):24. doi: 10.18363/rbo.v72i1/2.624.
- Blatz MB, Vonderheide M, Conejo J. The Effect of Resin Bonding on Long-Term Success of High-Strength Ceramics. *J Dent Res*. 2018;97(2):132–9. doi: 10.1177/0022034517729134.
- Braga RR, Meira JBC, Boaro LCC, Xavier TA. Adhesion to tooth structure: A critical review of “macro” test methods. *Dent Mater*. 2010;26(2):e38-49. doi: 10.1016/j.dental.2009.11.150.
- Dal Piva A, Tribst J, Borges A, de Melo R, Bottino M. Influence of substrate design for in vitro mechanical testing. *J Clin Exp Dent*. 2019;11(2):e119–25. doi: 10.4317/jced.55353. PMID: 30805115.
- Fraga S, de Jager N, Campos F, Valandro LF, Kleverlaan CJ. Does Luting Strategy Affect the Fatigue Behavior of Bonded Y-TZP Ceramic? *J Adhes Dent*. 2018;20(4):307–15. doi: 10.3290/j.jad.a40988. PMID: 30206573.
- Ghodsi S, Jafarian Z. A Review on Translucent Zirconia. *Eur J Prosthodont Restor Dent*. 2018;26(2):62–74. doi: 10.1922/EJPRD_01759Ghodsi13. PMID: 29797847.
- Guilardi LF, Pereira GKR, Giordani JC, Kleverlaan CJ, Valandro LF, Rippe MP. Effect of zirconia surface treatment, resin cement and aging on the load-bearing capacity under fatigue of thin simplified full-contour Y-TZP restorations. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2019;97:21–9. doi: 10.1016/j.jmbbm.2019.04.050. PMID: 31085457.
- Herzl Chai, Adam J. Mieleszko, Stephen J. Chu YZ. Using glass-graded zirconia to increase delamination growth resistance in porcelain/zirconia dental structures. *Dent Mater*. 2018;34(1):e8–14. doi: <https://doi.org/10.1016/j.dental.2017.11.004>.

* Baseado em: International Committee of Medical Journal Editors Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical journals: Sample References [Internet]. Bethesda: US NLM; c2003 [cited 2019 Jan 20]. U.S. National Library of Medicine; [about 6 p.]. Available from: http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

Hooshmand T, Rostami G, Behroozibakhsh M, Fatemi M, Keshvad A, Van Noort R. Interfacial fracture toughness of different resin cements bonded to a lithium disilicate glass ceramic. *J Dent*. 2012;40(2):139–45. doi: 10.1016/j.jdent.2011.12.005. PMID: 22182467.

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

Kolakarnprasert N, Kaizer MR, Kim DK, Zhang Y. New multi-layered zirconias: Composition, microstructure and translucency. *Dent Mater*. 2019;35(5):797–806. doi: 10.1016/j.dental.2019.02.017.

KURARAY [internet]. No Title 2019. [cited 2019 Jul 26]; Available from: <https://www.kuraray.com/>.

Lim M-J, Yu M-K, Lee K-W. The effect of continuous application of MDP-containing primer and luting resin cement on bond strength to tribochemical silica-coated Y-TZP. *Restor Dent Endod*. 2018;43(2). doi: 10.5395/rde.2018.43.e19.

Melo RM, Souza ROA, Dursun E, Monteiro EBC, Valandro LF, Bottino MA. Surface Treatments of Zirconia to Enhance Bonding Durability. *Oper Dent*. 2015;40(6):636–43. doi: 10.2341/14-144-L. PMID: 26151461.

Mesmar S, Ruse ND. Interfacial Fracture Toughness of Adhesive Resin Cement-Lithium-Disilicate/Resin-Composite Blocks. *J Prosthodont*. 2019;28(1):e243–51. doi: 10.1111/jopr.12672. PMID: 28913890.

Nagaoka N, Yoshihara K, Feitosa VP, Tamada Y, Irie M, Yoshida Y, et al. Chemical interaction mechanism of 10-MDP with zirconia. *Sci Rep*. 2017;7. doi: 10.1038/srep45563. PMID: 28358121.

Özcan M, Bernasconi M. Adhesion to Zirconia Used for Dental Restorations: A Systematic Review and Meta-Analysis. *J Adhes Dent*. 2015;17(1):7–26. doi: 10.3290/j.jad.a33525.

Özcan 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. PMID: 18309618.

Ramos NC, Kaizer MR, Campos TMB, Kim J, Zhang Y, Melo RM. Silica-Based Infiltrations for Enhanced Zirconia-Resin Interface Toughness. *J Dent Res*. 2019;98(4):423–9. doi: 10.1177/0022034518819477.

Rasmussen ST. Analysis of dental shear bond strength tests, shear or tensile? *Int J Adhes Adhes*. 1996;16(3):147–54. doi: 10.1016/0143-7496(95)00029-1.

Rosentritt M, Preis V, Behr M, Strasser T. Fatigue and wear behaviour of zirconia materials. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2020;110:103970. doi: 10.1016/j.jmbbm.2020.103970.

Sen N, Isler S. Microstructural, physical, and optical characterization of high-translucency zirconia ceramics. *J Prosthet Dent*. 2020;123(5):761–8. doi: 10.1016/j.prosdent.2019.05.004. PMID: 31383525.

Seyed Asharaf Ali, Suma Karthigeyan, Mangala Deivanai, Ranjana Mani. ZIRCONIA: PROPERTIES AND APPLICATION — A REVIEW. *Pakistan Oral Dent J*. 2014a;34(1):178–83.

De Souza G, Hennig D, Aggarwal A, Tam LE. The use of MDP-based materials for bonding to zirconia. *J Prosthet Dent*. 2014;112(4):895–902. doi: 10.1016/j.prosdent.2014.01.016.

Thaleia Vagkopoulou, Spiridon Oumvertos Koutayas, Petros Koidis, Jörg Rudolf Strub. Zirconia in dentistry: Part 1. Discovering the nature of an upcoming bioceramic. *Eur J Esthet Dent*. 2009;4(2):130–51.

VITA ZAHNFABRIK [internet]. VITA YZ® HT Product specifications 2019. [cited 2019 Jul 26]; Available from: <https://www.vita-zahnfabrik.com/en/Technician-Solutions/CAD/CAM-fabrication/Framework-constructions/fully-anatomic-bridges/VITA-YZ-HT-25900,27568.html>.

Wang J-S, Suo Z. Experimental determination of interfacial toughness curves using Brazil-nut-sandwiches. *Acta Metall Mater*. 1990;38(7):1279–90. doi: 10.1016/0956-7151(90)90200-Z.

Zhang Y. Making yttria-stabilized tetragonal zirconia translucent. *Dent Mater*. 2014;30(10):1195–203. doi: 10.1016/j.dental.2014.08.375. PMID: 25193781.

Zhou J, Huang M, Sagnang F, Soboyejo WO. Interfacial failure of a dental cement composite bonded to glass substrates. *Dent Mater*. 2006;22(6):585–91. doi: 10.1016/J.DENTAL.2005.06.007.