



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

KAREN CRISTINA ARCHANGELO PERDIGÃO

**EFEITO DA GRADUAÇÃO DO MÓDULO ELÁSTICO NA VIDA ÚTIL E
RESISTÊNCIA DE RESTAURAÇÕES CERÂMICAS**

2017

KAREN CRISTINA ARCHANGELO PERDIGÃO

**EFEITO DA GRADUAÇÃO DO MÓDULO ELÁSTICO NA VIDA ÚTIL E
RESISTÊNCIA DE RESTAURAÇÕES CERÂMICAS**

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

Orientador: Prof. Adj. Alexandre Luiz Souto Borges

São José dos Campos

2017

Instituto de Ciência e Tecnologia [internet]. Normalização de tese e dissertação [acesso em 2018]. 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).

Perdigão, Karen Cristina Archangelo

Efeito da graduação do módulo elástico na vida útil e resistência de restaurações cerâmicas / Karen Cristina Archangelo Perdigão. - São José dos Campos : [s.n.], 2017.

82 f. : il.

Tese (Doutorado) - - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos, 2017.

Orientador: Alexandre Luiz Souto Borges.

1. Cerâmica. 2. Materiais dentários. 3. Fadiga. 4. Análise de elementos finitos. 5. Restauração dentária permanente. I. Borges, Alexandre Luiz Souto, orient. II. Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos. III. Universidade Estadual Paulista 'Júlio de Mesquita Filho' - Unesp. IV. Universidade Estadual Paulista (Unesp). V. Título.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Adj. Alexandre Luiz Souto Borges (Orientador)

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Prof. Dra. Laís Regiane da Silva Concilio

Universidade de Taubaté (UNITAU)

Campus de Taubaté

Prof. Dr. Fábio da Silva Matuda

Universidade do Vale do Paraíba (UNIVAP)

Campus de São José dos Campos

Prof. Dra. Renata Marques de Melo Marinho

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Prof. Dr. Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

São José dos Campos, 07 de dezembro de 2017.

DEDICATÓRIA

À Deus, pelo dom da vida, pela sabedoria que me concede a cada dia, por me proporcionar oportunidades de engrandecimento pessoal e profissional. Meu muito obrigada, em especial pelos momentos em que sua presença se fez forte em mim.

Aos meus queridos pais, José Carlos Archangelo e Everly Nara Boamorte José Archangelo, por todo carinho e amor que me dedicam, pelo exemplo como pessoas. Sem vocês nada teria sentido.

Ao meu marido, Eduardo Perdigão, pelo marido carinhoso, companheiro de todos os momentos, pelo amor que nos une, e em especial, por todo apoio que me deu durante estes 3 anos de estudos e toda a compreensão pela minha ausência.

Ao meu irmão Carlos Marcelo Archangelo, pelo companheirismo, pelo amor que nos une e por toda a ajuda na minha vida profissional, e pela sua dedicação à arte de fazer sorrir, que me inspira a querer ser sempre melhor.

Meu muito obrigada a todos vocês, que fazem a minha vida especial.

AGRADECIMENTOS

À **Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho** - UNESP, Campus de São José dos Campos, pela colhida como estudante de doutorado, contribuindo pela minha formação profissional e acadêmica.

Ao **Programa de Pós Graduação em Odontologia Restauradora**, na pessoa do coordenador **Prof. Adj. Dr. Alexandre Luiz Souto Borges**, pela oportunidade concedida. E à **Secretaria de Pós Graduação**, em especial ao **Ivan Damasceno, Bruno Tanaka e Sandra**, por viabilizarem a realização deste doutorado.

Ao meu orientador, querido prof. **Adj. Dr. Alexandre Luiz Souto Borges**, que com muito carinho me acolheu como sua aluna e, com discernimento, conduziu-me e guiou-me neste caminho da pesquisa e docência. A você todo meu respeito, carinho e agradecimento por este breve período em que pude partilhar dos seus ensinamentos e da sua companhia, pois além de professor, carrego um amigo por quem tenho muita estima.

Aos **professores** do Programa de Pós Graduação em Odontologia Restauradora pela contribuição na minha formação acadêmica e científica. De modo carinhoso agradeço aos professores: **Adj. Alexandre Luiz Souto Borges, Dr^a Renata Melo, Adj. Tarcísio de Arruda Paes Junior, Adj. Rubens Nisie Tango**, por dedicarem seu tempo a arte de ensinar.

Aos funcionários do Departamento de Prótese pela disponibilidade em

ajudar, em especial à **Juliane Damasceno**, por sempre me atender com um sorriso e paciência. Aos funcionários do laboratório, **Fernando Fontes**, **Marco Alfredo**. Aos funcionários do Laboratório de Materiais Dentários, **Thais Cachuté Paredella** e **Márcio**, pelo auxílio nas pesquisas e atividades do laboratório. Estendo meus agradecimentos a todos os servidores da UNESP.

Ao professor **Dr. Luiz Felipe Valandro**, pela disponibilidade em ajudar e compartilhar conhecimentos durante a realização deste estudo, e ao colega **Luiz Felipe Guilard** pelo compartilhamento de informações e auxílio. Em especial à **Universidade Federal de Santa Maria** por proporcionar infraestrutura necessária para realização de parte deste estudo.

Ao **Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Paraná, IFPR**, Campus Londrina, pela liberação para capacitação profissional em minha área de conhecimento e atuação na docência. Em especial aos meus colegas de trabalho, os professores: **Carlos Marcelo Archangelo**, **Carlos Alexandre Bertoncelo**, **Manoel Martin Junior**, **André Tomazini Gomes de Sá**, pelo apoio e compreensão durante os anos de curso e pelo suporte durante meu período de afastamento. À prof. **Francielle Delgado Agostini**, por me substituir com tanta competência durante o período em que estive ausente.

À **Ivoclar Vivadent**, na pessoa do **Sr. Hebert Mendes**, em especial aos estimados **Daniel Ribeiro** e **Camila Madruga**, pelo auxílio na aquisição de materiais e instruções e orientações repassadas.

Ao **Laboratório de Prótese Odontológica Romanini**, na pessoa do **Sr. José Carlos Romanini**, e especialmente à **Cris** e ao **Flávio**, por gentilmente

ceder o espaço do laboratório e se colocarem à disposição para auxiliar nas etapas laboratoriais da pesquisa.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pela bolsa concedida, a qual possibilitou a execução deste doutorado.

À Fundação de Amparo à Pesquisa (FAPESP), pelo auxílio para compra de materiais para execução da pesquisa de doutorado (processo 2014/00668-4).

Aos meus familiares, que sempre estiveram ao meu lado para a concretização deste trabalho e que torcem e vibram a cada conquista minha. Aos Meus pais, **José Carlos e Everly**, meu querido irmão **Carlos Marcelo Archangelo**, **Ana Paula**, **Leonardo**, **Rodrigo**, **João Perdigão**, **Maria Lúcia**, **Sandra**, **Andre**, **Luísa**, **Fernando**, **Joseane**, **Júlia**, **Ricardo** e **Juliana**.

Às grandes amigas que este doutorado me proporcionou. Minha amiga de todos os dias, com quem dividi moradia por esses três anos e que me acolheu com muito carinho, fazendo com que a distância e a saudade de casa se tornassem mais amenas, **Aline Barcelos**. Minha amiga de conversas, de partilha, de trabalhos, que em muitos momentos me inspirou com sua dedicação e sabedoria, uma pessoa boa de coração e de alma, a amiga que a vida me presenteou e que fez com que este período se tornasse mais leve e mais alegre, **Gabriela Freitas Ramos**. Minha amiga "arretada", que esteve presente nos momentos mais alegres e divertidos deste doutorado, e que a cada ano comemorávamos juntas nossos aniversários, **Aline Lins Lima**. Daqui

em diante a distância estará presente entre nós, sentiremos saudades, mas fica a certeza de que a amizade é um bem maior e que o amor e o carinho nos unirão sempre.

Às eternas Borgetes, **Anna Karina, Aline Lins, Jéssica Santos, Dayana Campanelli, Tábata Sato, Cristiane Quishida, Marcela Penteado, Ana Carolina de Oliveira Souza**, pelo grupo de estudos e trabalho que juntas partilhamos e pelas pesquisas desenvolvidas no laboratório de estudo de bioengenharia aplicada à odontologia (**GEBAO**). Muito mais que trabalho e pesquisa, tivemos a oportunidade de nos unirmos através de laços de carinho e amizade. À querida **Dayanna**, por todo auxílio em minha pesquisa, pelos dedos lixados, pelas caronas, e, especialmente, pela companhia e amizade. À minhas alunas de Iniciação Científica, **Andréa e Elisa**, pela dedicação ao trabalho e paciência com minhas ausências e falhas. Meu muito obrigada a vocês pelas experiências divididas!

Aos amigos queridos da pós graduação, **Amanda Dal Piva e João Tribst**, pelos momentos de alegria partilhados, pelos trabalhos em conjunto, por serem pessoas especiais. A vida ainda lhes reserva muito sucesso! À querida amiga, **Jaiane Monteiro**, com que dividi meus dias de moradia em São José, por alegrar nossa casa, por esta menina especial que és, pelo apoio e amizade a cada dia.

Aos colegas de pós-graduação, **Jean Soares, Lígia Tiaki Yamamoto, Larissa Alves, Pollyanna Nogueira, Patricia Contreras, Hilton Hiquieri, Vinícius Anéas, Dominique Toyama, Nayara Barqueta, Ana Flávia Reis**, pelas experiências e trabalhos divididos. Foi muito bom conviver com todos vocês.

Às minha amigas de graduação, **Aline Butzke, Francielle Delgado Agotini e Paula Krelling** pela amizade além da distância, pelas risadas, pelo carinho que sempre nos uniu, pelo exemplo de profissionais dedicadas. Obrigada por partilharem comigo meus momentos mais especiais. À Aline, com quem tive o prazer de dividir algumas aulas, lembrando que aluno é sempre aluno nas nossas conversas paralelas. Sua companhia fez falta. À Fran, que estava sempre presente, pra dar uma descontraída nos momentos de estresse, nossas "comilanças" e risadas foram essenciais. À Paula, por dividir as aflições decorrentes do doutorado, por me incentivar, mesmo sabendo que não seria fácil, pelo carinho que nos une, e mesmo na ausência devido às nossas atribulações, tenho certeza que está presente, que torce por mim e que posso contar com você. A vocês, minhas grandes amigas!

A todos, que direta ou indiretamente, contribuíram para a realização deste trabalho.

Meu muito obrigada!

“E ainda que tivesse o dom de profecia, e conhecesse todos os mistérios e toda a ciência, e ainda que tivesse toda a fé, de maneira tal que transportasse os montes, e não tivesse amor, nada seria.” (1 Coríntios 13:2)

SUMÁRIO

RESUMO	11
ABSTRACT	13
1 INTRODUÇÃO	15
2 ARTIGOS	19
2.1 Artigo – Archangelo KC, Tribst JP, Dal Piva A, Penteado MM, Borges ALS. Comportamento mecânico de restaurações cerâmicas multicamadas bioinspiradas / <i>Mechanical behavior of bioinspired multilayer restorations.</i>	19
2.2 Artigo – Archangelo KC, Guilardi LF, Campanelli D, Valandro LF, Borges ALS. Resistência à fadiga e análise de elementos finitos de restaurações cerâmicas multicamadas / <i>Fatigue failure load and finite element analysis of multilayer ceramic restorations</i>	32
3 CONSIDERAÇÕES GERAIS	55
REFERÊNCIAS	57
APÊNDICES	60
ANEXO	82

Perdigão KCA. Efeito da graduação do módulo elástico na vida útil e resistência de restaurações cerâmicas [tese]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2017.

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar a distribuição de tensão, resistência, confiabilidade e vida útil de diferentes configurações cerâmicas dispostas em multicamadas, compostas por materiais cerâmicos de módulos de elasticidade distintos, comparando-as a modelos monocamadas. Para o delineamento dos modelos teórico e experimental, foram utilizadas as cerâmicas usinadas, com respectivos módulos elásticos: Feldspática (F): 64 GPa; dissilicato de lítio (L): 95 GPa; Zircônia tetragonal policristalina parcialmente estabilizada por ítrio (Y): 209,3 GPa. No estudo teórico foi utilizada a análise de elementos finitos, e foram desenhados dois modelos em 3D de um primeiro molar superior num software CAD para simular uma restauração monolítica (espessura: 1,5 mm) e uma restauração multicamadas (3 camadas cerâmicas de 0,4 mm + 2 camadas de cimento de 0,15 mm, totalizando de 1,5 mm de espessura). Foram preconizados 3 grupos monolíticos: F, L e Y; e 5 grupos multicamadas: FLY (F + L + Y), FFY (F + F + Y), LLY (L + L + Y), LFY (L + F + Y); YLF (Y + L + F), correspondente ao modelo bioinspirado. Foi aplicada uma carga de 150 N em três áreas de contato na fossa central e a tensão máxima principal (MPS) foi calculada em cada camada. O pico de tensão obtido (MPa) em cada camada de cada grupo foi: F: 10,55; Y: 18,48; L: 12,26; LFY: 25,58/3,96/26,82; LLY: 22,07/7,18/24,04; FFY: 22,58/6,26/28,99; FLY: 20,11/9,68/24,98; YLF: 39,44/7,18/5,42. Desta forma, foi possível constatar que a gradação do módulo elástico, com maior E externamente e menor E na região mais interna, proporcionou menor tensão nas camadas internas da restauração. Com o objetivo de validar os achados, foi proposto o modelo experimental simplificado, no qual foram utilizados discos cerâmicos de espessuras 0,3 mm e 1,5 mm. Os discos de 0,3 mm foram dispostos em 4 camadas, cimentados com cimento químico (Multilink N), e os discos de 1,5 mm não receberam nenhum tratamento, de modo que a espessura final dos espécimes fossem 1,5 mm ($\pm 0,15$ mm). Foram obtidos 6 grupos: F (F: monolítico de 1,5 mm); L (L: monolítico de 1,5 mm); LLFF (L + L + F + F); FFLL (F + F + L + L); YLFF (Y + L + F + F); YLLF (Y + L + L + F). A carga para a fratura foi obtida através do ensaio de flexão biaxial (n=10; 1000 kgf, velocidade 1,0 mm/min) até a ocorrência de falha. Os dados foram analisados através de ANOVA-1 fator e comparações múltiplas de Tukey (5%). O ensaio de flexão biaxial foi também simulado através da análise de elementos finitos para identificar a tensão de tração gerada em cada camada dos grupos. O limite de fadiga (100.000 ciclos; 20 Hz) foi determinado através do método de escada (staircase). A análise de fratura foi realizada através de estereomicroscópio e microscopia eletrônica de varredura. Os resultados mostraram valores de carga para a fratura (N) seguindo a ordem: L ($592,88 \pm 73,78$)^D > FFLL ($319,78 \pm 43,59$)^C > YLLF ($246,75 \pm 24,89$)^B > F ($167,13 \pm 9,84$)^A > YLFF ($166,51 \pm 15,24$)^A > LLFF ($165,46 \pm 22,75$)^A; e limite de resistência à fadiga (N): L ($310,92 \pm 26,73$)^F > FFLL ($190,17 \pm 8,32$)^E > F ($106,21 \pm 2,81$)^D > YLLF ($96,48 \pm 5,73$)^C > YLFF ($89,56 \pm 2,38$)^B > LLFF ($77,23 \pm 6,33$)^A. Ocorreram falhas em

todos os grupos, sendo o local de origem na superfície de tração, coincidente com o local de maior tensão de tração analisado pelo método dos elementos finitos. Desta forma, concluiu-se que o modelo teórico evidenciou melhor desempenho de restaurações bioinspiradas, entretanto, no modelo experimental, a resistência do conjunto foi guiada pelo material na região de tração e a interface adesiva foi um fator limitante, com necessidade de se desenvolver uma estrutura bioinspirada de forma homogênea para validar os achados do modelo teórico.

Palavras-chave: Cerâmica. Materiais dentários. Módulo elástico. Tensão de tração. Fadiga. Análise de elementos finitos.

Perdigão KCA. *Effect of the elastic modulus graduation on the useful life and resistance of ceramic restorations [doctorate thesis]. São José dos Campos (SP): São Paulo State University (Unesp), Institute of Science and Technology; 2017.*

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the strength, reliability and useful life of different ceramic configurations arranged in multilayers, composed of ceramic materials with different elastic moduli, comparing them to monolayer models. For the design of the theoretical and experimental models, machined ceramics were used, with respective elastic modulus: feldspathic (F), 64 GPa; lithium disilicate (L), 95 GPa; and Yttrium-partially stabilized tetragonal zirconia (Y-TZP) (Y), 209.3 GPa. In the theoretical study it was used the Finite Element Analyses, Two 3D upper first molar models were generated in CAD software in order to simulate monolayer (1.5 mm thickness) and multilayer restorations (3 ceramic layers of 0.4 mm + 2 cement layers of 0.15 mm, with a final thickness of 1.5 mm). The following groups were obtained: Monolithic groups: F, L and Y; Multilayer groups: FLY (F + L + Y), FFY (F + F + Y), LLY (L + L + Y), LFY (L + F + Y); and a Bioinspired Multilayer group: YLF (Y + L + F). Maximum principal stress (MPS) was calculated on each layer through a load of 150 N in three contact areas in the central fossa. The tensile strength peaks (MPa) were F: 10.55, Y: 18.48, L: 12.26, LFY: 25.58/3.96/26.82, LLY: 22.07/7.18/24.04, FFY: 22.58/6.26/28.99, FLY: 20.11/9.68/24.98 and YLF: 39.44/7.18/5.42. F and L ceramics did not prevent stress dissipation in the inner layers, and Y provided a decrease in tensile stress in the inner layers when used in the outermost layer in ZLF group. Multilayer ceramics with a larger external E modulus and a smaller internal modulus provided less stress in the innermost layers of the restoration. To validate these findings an experimental simplified model was preconized in order to obtain discs of 0.3 mm and 1.5 mm thickness. The 0.3 mm discs were arranged in 4 layers cemented with chemical cement (Multilink N), and the 1.5 mm discs were not treated, in such a way that the final thickness of all specimens was 1.5 mm (± 0.15 mm). The following 6 groups were obtained: F (F: monolithic); L (L: monolithic); LLFF (L + L + F + F); FFLL (F + F + L + L); YLFF (Y + L + F + F); YLLF (Y + L + L + F). The loads to fracture were obtained using the biaxial flexure strength test (1000 kgf, 1 mm/min) until failure and data were analyzed using ANOVA-1 way and Tukey's multiple comparisons (5%). The biaxial bending test was also simulated through finite element analysis (FEA) to identify the tensile stress generated at each layer of the groups. Mean flexural fatigue limits (100,000 cycles; 20 Hz) were determined under stair case approach. The fracture analysis was performed by stereomicroscope and scanning electron microscopy. The load to fracture (N) were obtained as follow L ($592,88 \pm 73,78$)^D > FFLL ($319,78 \pm 43,59$)^C > YLLF ($246,75 \pm 24,89$)^B > F ($167,13 \pm 9,84$)^A > YLFF ($166,51 \pm 15,24$)^A > LLFF ($165,46 \pm 22,75$)^A; and the fatigue limit (N): L ($310,92 \pm 26,73$)^F > FFLL ($190,17 \pm 8,32$)^E > F ($106,21 \pm 2,81$)^D > YLLF ($96,48 \pm 5,73$)^C > YLFF ($89,56 \pm 2,38$)^B > LLFF ($77,23 \pm 6,33$)^A. All the groups presented failures and the origin were located at the tension region of the discs, as encountered in FEA. Thus, it was concluded that the theoretical model showed better performance of bioinspired restorations, however, in the experimental model the material under

tension was mandatory for the resistance of the restoration, the adhesive interface negatively influenced the biomechanical behavior of the multilayer structures and there is a need to develop a homogeneous bio-inspired structure to validate the findings of the theoretical model.

Keywords: Ceramics. Dental Materials. Elastic modulus. Tensile strength. Fatigue. Finite element analysis.

1 INTRODUÇÃO

O dente humano é reconhecidamente uma estrutura complexa, que, além de compor o aparelho mastigatório, apresenta função primordial na estética da face. A perda dentária ainda é um fato recorrente e a reposição de estruturas dentárias recebe grande atenção da área da saúde e de áreas comerciais voltadas ao desenvolvimento de materiais. Nesse sentido, o desenvolvimento de um material que possa substituir completamente o dente humano em relação as suas propriedades biológicas, físicas e mecânicas, ainda não foi possível.

As cerâmicas odontológicas tem sido amplamente utilizadas em tratamentos restauradores devido à excelente estética, biocompatibilidade, estabilidade química, resistência à abrasão, baixo acúmulo de placa e estabilidade de cor (Kelly, 1996). Além disso, a constante otimização de sua microestrutura e de propriedades físicas possibilitou a sua utilização em locais de grande esforço mastigatório como regiões posteriores (Wang et al., 2012).

A resistência mecânica é um importante fator que controla o sucesso clínico das restaurações dentárias. Usualmente, a distribuição de tensões que são introduzidas por compressão, tração e cisalhamento estão presentes nas cerâmicas, sendo difícil a indução de um único tipo de tensão na estrutura. Por conveniência, a resistência à compressão é medida em materiais frágeis, como as porcelanas. Entretanto, estes materiais são muito menos resistentes quando submetidos a forças de tração do que de compressão. Nesse sentido, a resistência à tração é considerada como a propriedade mecânica mais significativa dos materiais cerâmicos, e o principal meio de se detectar o potencial de falha das restaurações (Ban, Anusavice, 1990).

Falhas mecânicas ocorrem quando a tensão aplicada a um material se torna maior que sua resistência (Mecholsky, 1995). As cerâmicas dentárias tendem a falhar com uma deformação crítica de 0,1%, e qualquer aumento de resistência ou tenacidade somente é possível com o aumento do módulo elástico (Rizkalla, Jones, 2004). Entretanto, as cerâmicas são incapazes de reversão de deformação plástica, o que caracteriza um material com tendência a falhas catastróficas (Morena et al., 1986). O grande número de falhas ou trincas preexistentes e a baixa tenacidade à

fratura, limitam a resistência das cerâmicas e causam grande variabilidade nos valores de resistência e no tempo até que ocorra a fratura (Arola, 2017, Danzer et al., 2013). A avaliação dos modos de falhas em estruturas cerâmicas bilaminadas tem demonstrado que o tipo de substrato influencia a propagação do dano, sendo que o início da trinca tende a ocorrer na superfície dos sistemas que apresentam forte interface de união e pequena incompatibilidade plástica-elástica entre os materiais. Já nos materiais com grande incompatibilidade plástica-elástica, o início da trinca tende a ocorrer na interface interna (Bona et al., 2003).

Com o objetivo de melhorar as propriedades mecânicas das cerâmicas, novos materiais com composições e técnicas de processamento diferentes foram introduzidos. Alguns tipos de cerâmicas reforçadas, embora apresentem resistência melhorada em relação às cerâmicas feldspáticas convencionais, ainda apresentam possibilidades de fratura (Santos et al., 2015). Cerâmicas processadas pela tecnologia de fresagem apresentam maior resistência à flexão e menor probabilidade de falhas, dentre elas, cerâmica feldspática sinterizada industrialmente, disponibilizada na forma de blocos, cerâmica de dissilicato de lítio e cerâmica a base de zircônia parcialmente estabilizada por ítria. Desta forma, a tecnologia CAD/CAM (Desenho assistido por computador/ Manufatura assistida por computador) para a fabricação de restaurações dentárias, oferece uma solução aos problemas inerentes à técnica laboratorial tradicional, reduzindo presença de falhas, trincas ou porosidades durante a fabricação das restaurações (Li et al., 2014).

Apesar dos grandes avanços, o desenvolvimento de um material que possa substituir completamente o dente humano, em relação as suas propriedades biológicas e mecânicas ainda não foi possível. Desta forma, restaurações cerâmicas preconizadas sob a perspectiva de novas configurações tem sido propostas, sobretudo restaurações multicamadas, bioinspiradas (Huang et al., 2007; Niu et al. 2008; Niu et al., 2009; Du et al., 2015).

A coroa dentária é uma estrutura graduada composta de matriz mineralizada e reforços orgânicos, que consiste em três estruturas básicas: esmalte, dentina e junção dentina-esmalte (Bajaj, Arola, 2009), os quais apresentam um decréscimo do módulo elástico a partir da região mais externa do dente, para a região mais interna (Zhang et al., 2014). Esta forma de organização proporciona resistência à fratura ao esmalte dentário e evita a propagação de trincas do esmalte em direção à junção

dentina-esmalte, ou seja, a trinca é barrada e não penetra a dentina (Madfa, Yue, 2016).

Em restaurações tradicionais, dispostas em multicamadas, o módulo elástico da cerâmica mais externa varia entre 65 e 300 GPa, enquanto na estrutura de suporte, caracterizada pela dentina, este valor é de 20 GPa. Já o módulo elástico do cimento é de 2 a 13 GPa (Huang et al., 2007). Esta grande diferença nos valores gera um alto nível de tensão entre as estruturas, podendo acarretar trincas radiais na cerâmica de cobertura (Rhabar; Soboyejo, 2011). Esta situação, entretanto, não ocorre no dente natural, o qual apresenta uma estrutura graduada funcionalmente entre esmalte e dentina, com espessura de 10 a 100 μm , que atua como um amortecedor de tensão (Lin et al., 1993). A literatura demonstra, ainda, que a interposição de cimento entre infraestrutura e cerâmica de cobertura aumenta os valores de flexão biaxial em restaurações multicamadas (Costa et al., 2014). Desta forma, as tentativas em se graduar o módulo de elasticidade em materiais com diversas camadas, simulando a condição dentária natural, tem apresentado resultados promissores. Huang et al. (2007), simularam uma estrutura funcionalmente graduada, através da análise de elementos finitos, composta por cerâmica, camada graduada, cimento e polímero semelhante a dentina, da região mais externa para a região mais interna, graduando-se o módulo elástico. Esta estrutura foi comparada aos modelos de um dente natural e de uma coroa cerâmica tradicional, submetidos ao teste de contato Hertziano, sob carga de 120 N. Foi constatado que na coroa tradicional houve uma alta concentração de tensão (tensão máxima principal) na cerâmica dentária, especialmente nas regiões de interface de união entre as camadas, e no modelo graduado, houve uma redução de 30% da tensão máxima principal. Outros estudos (Zhang, Kim, 2009; Zhang et al., 2010) fabricaram uma estrutura graduada utilizando a técnica de infiltração de vidro resultando numa estrutura composta por vidro-zircônica-vidro, submetida aos testes de nanoindentação e teste de flexão por contato. Pode-se observar que, comparado às estruturas controle de zircônia, a carga necessária para a fratura das amostras graduadas foi maior, além de melhora na resistência ao dano por contato, na estética e nas propriedades de cimentação.

Nesse sentido, o objetivo do presente estudo foi investigar a interação e a distribuição de tensão entre materiais cerâmicos dispostos em multicamadas, em

especial no modelo bioinspirado, e compreender o comportamento mecânico, o modo de falha e a origem de fratura em tais estruturas, comparadas com o modelo monolítico.

Desta forma, o primeiro artigo corresponde a um modelo teórico de restaurações cerâmicas em multicamadas, considerando-se a gradação de módulo elástico nas diversas camadas. Através da análise de elementos finitos, foi abordado a distribuição de tensão nas diferentes configurações. Em virtude do melhor desempenho do modelo bioinspirado, foi delineado o segundo artigo, que trata da gradação do módulo elástico num modelo simplificado, utilizando-se discos cerâmicos dispostos em 4 camadas cerâmicas, interpostas por cimento adesivo, com o intuito de validar o conceito de melhor distribuição de tensão através da gradação do módulo elástico mais elevado na região mais externa para a região mais interna da restauração multicamada.

2 ARTIGOS

2.1 Artigo – Archangelo KC, Tribst JP, Dal Piva A, Penteado MM, Borges ALS. Comportamento mecânico de restaurações cerâmicas multicamadas bioinspiradas / *Mechanical behavior of bioinspired multilayer restorations**

RESUMO

O objetivo do presente estudo foi avaliar o efeito do módulo elástico (E) de três materiais cerâmicos distintos, na distribuição de tensão em restaurações monolíticas e em multicamadas, através da Análise de Elementos Finitos. Para isso, foram desenhados dois modelos em 3D de um primeiro molar superior num software CAD para simular uma restauração monolítica (espessura: 1,5 mm) e uma restauração multicamadas (3 camadas cerâmicas de 0,4 mm + 2 camadas de cimento de 0,15 mm, totalizando de 1,5 mm de espessura). Três módulos elásticos de cerâmicas usinadas foram utilizados: Feldspática (F), 64 GPa; dissilicato de lítio (L), 95 GPa; Zircônia tetragonal policristalina parcialmente estabilizada por ítrio (Y-TZP) (Y), 209,3 GPa. Foram obtidos 3 grupos monolíticos: F, L e Y; e 5 grupos multicamadas: FLY (F + L + Y), FFY (F + F + Y), LLY (D + L + Y), LFY (L + F + Y); YLF (Y + L + F), correspondente ao modelo bioinspirado. Foi aplicada uma carga de 150 N em três áreas de contato na fossa central e a tensão máxima principal (TMP) foi calculada em cada camada. O pico de tensão obtido (MPa) em cada camada de cada grupo foi: F: 10,55; Y: 18,48; L: 1,26; LFY: 25,58/3,96/26,82; LLY: 22,07/7,18/24,04; FFY: 22,58/6,26/28,99; FLY: 20,11/9,68/24,98; YLF: 39,44/7,18/5,42. As camadas cerâmicas F e L não preveniram a dissipação de tensão para as camadas mais internas, e Y proporcionou um decréscimo da tensão nas camadas internas quando utilizada na camada mais superior do grupo YLF. Desta forma, concluiu-se que restaurações multicamadas com graduação do módulo elástico, com maior E externamente e menor E na região mais interna, proporcionam menor tensão nas camadas internas da restauração.

Palavras-chave: Cerâmicas. Módulo elástico. Tensão de tração. Análise de elementos finitos.

ABSTRACT

Objective: To evaluate the effects of the elastic (E) modulus of three different ceramic materials on stress distribution in multilayer and monolayer restorations through finite element analysis. **Methods:** Two 3D upper first molar models were generated in CAD software in order to simulate monolayer (1.5 mm thickness) and multilayer restorations (3 ceramic layers of 0.4 mm + 2 cement layers of 0.15 mm, with a final thickness of 1.5 mm). Three E moduli of machined ceramics were used corresponding to: feldspathic (F), 64 GPa; lithium disilicate (L), 95 GPa; and Yttrium-

partially stabilized tetragonal zirconia (Y-TZP) (Y), 209.3 GPa. The following groups were obtained: Monolithic groups: F, L and Y; Multilayer groups: FLY (F + L + Y), FFY (F + F + Y), LLY (L + L + Y), LFY (L + F + Y); and a Bioinspired Multilayer group: YLF (Y + L + F). Maximum principal stress (MPS) was calculated on each layer through a load of 150 N in three contact areas in the central fossa. **Results:** The tensile strength peaks (MPa) were F: 10.55, Z: 18.48, L: 12.26, LFY: 25.58/3.96/26.82, LLY: 22.07/7.18/24.04, FFY: 22.58/6.26/28.99, FLY: 20.11/9.68/24.98 and YLF: 39.44/7.18/5.42. F and D ceramics did not prevent stress dissipation in the inner layers, and Y provided a decrease in tensile stress in the inner layers when used in the outermost layer in YDF group. **Conclusion:** Multilayer ceramics with a larger external E modulus and a smaller internal modulus provided less stress in the innermost layers of the restoration.

Keywords: Ceramics. Elastic modulus. Tensile strength. Finite element analysis.

1. INTRODUCTION

Recent years have been accompanied by great evolution in the development of ceramic materials with favorable physical and mechanical properties, improving their use as restorative materials with superior aesthetics (Wang et al., 2012). The most used ceramics are vitreous ceramics, ceramics reinforced by oxides and polycrystalline ceramics with high resistance. Clinical studies demonstrate a success rate over 90% for ceramic restorations, regardless of the material used (Della Bona, 2008a; Sailer et al., 2015). However, factors such as brittleness, low tensile strength, wear and marginal adaptation still limit their use, and are correlated with the occurrence of failures (Conrad et al., 2007; Sadowsky, 2006).

One of the main reported failure modes is chipping of the ceramic veneer due to fracture in the internal region of the restoration, where there is stress concentration during masticatory function (Du et al., 2013; Jian et al., 2016). In considering all ceramic single crowns, recent studies report that some technical complications can exist in a period of 5 to 10 years of follow up such as ceramic chipping, framework fracture, loss of retention and marginal discoloration (Ioannides et al., 2016; Jian et al., 2016; Sailer et al., 2015). These failures tend to increase when it comes to fixed prostheses with multiple elements due to the more complex geometry (Bulpakdi et al. 2009). In addition, the restoration site/location in the mouth becomes a factor to be

considered when analyzing failure rates, since a higher force load occurs in the molars, decreasing in the premolars and anterior teeth (Goodacre et al., 2003).

In this sense, in order to improve the success of ceramic restorations, studies considering the difference between the elastic modulus of enamel (70 GPa) and dentin (20 GPa) have inspired the creation of multilayer models in order to simulate the conditions that occur with natural teeth (Al-Maqtari et al., 2014; Corazza et al., 2013). Some findings suggest that ceramic multilayer crowns better dissipate stress and consequently reduce the possibility of failure over time (Costa et al., 2014, Du et al., 2015). The evaluation of these layers provides relevant information on stress distribution, failure origin and mode of failure (Belli et al., 2014). It has been observed that cracks may initially arise due to the different behaviors in the stress dissipation between the ceramics, the adhesive system and the dental substrate. Failures generally occurs due to the different elastic moduli and different thermal expansion coefficients between the ceramic layers, in addition to the adhesive interface (Al-Maqtari et al., 2014; Belli et al., 2012; Kim et al., 2010). Another important factor is the behavior of the ceramic layers according to the thickness, especially in relation to tensile strength (Borba et al., 2011; Costa et al., 2014; Yi et al., 2008).

Thus, the purpose of this study was to evaluate stress dissipation in monolithic, multilayer and bio-inspired molar restorations with different elastic moduli through finite element analysis. The null hypothesis is that ceramic restorations arranged in multilayers do not present differences in stress dissipation compared to monolayer restorations.

2. MATERIALS AND METHODS

Two configurations were initially modeled in CAD (Computer Aided Design) Rhinoceros 5.0 software (McNeel North America, Seattle, WA, USA). A monolithic design with a final thickness of 1.5 mm and another design with 3 ceramic layers of 0.4 mm interposed by 0.15 mm of resin cement, and disposed as multilayer restorations were modeled.

Models were then exported in STEP format to CAE (Computer Aided Engineering) Ansys v. 16.0 software (v. 17.2, Houston, TX, USA), and were subjected to an experimental model of mechanical structural analysis (Figure 1a-b). The mesh was composed of a tetrahedral structure, with 360,864 elements and 205,503 nodes for the monolayer crowns. The multi-layer crowns presented 641,214 elements and 352,032 nodes (Figure 1c-d). Solids were considered isotropic, linearly elastic and homogeneous; interfaces between layers were considered ideal with perfect union. The mechanical properties of each material used in this study were based on the literature (Table 1). Next, 8 different groups were assumed according to ceramic arrangement as shown in Table 2. Maximum principal stress (MPS) was calculated for the applied load of 150 N, divided in three contact areas in the central fossa, normal to the surface, and fixation was at the base of the preparation (Figure 2). The MPS values of each ceramic layer was calculated in the tensile region and then quantitatively compared within the group and between all groups.

Material	E (GPa)	Poisson Ratio (ν)	References
G10	14.9	0.31	Yi; Kelly, 2008
Lithium disilicate	95	0.25	Belli et al., 2014
Feldspathic ceramic	64	0.25	Yi; Kelly, 2008
Zirconia	208	0.31	Corazza et al., 2013
Resin cement	3	0.35	Costa et al., 2014

Table 1. Elastic modulus (E) values and Poisson ratio used to feed the CAE software.

Groups	Disposition	External layer	Intermediate layer	Internal layer
F	Monolithic	-	-	-
L		-	-	-
Y		-	-	-
YLF (bioinspired)	Multilayer	Y	L	F
FLY		F	L	Y
FFY		F	F	Y
LLY		L	L	Y
LFY		L	F	Y

Table 2. Group distribution according to ceramic layer arrangement. (Legend: F= Feldspathic ceramic, L = Lithium disilicate, Y = Zirconia Y-TZP).

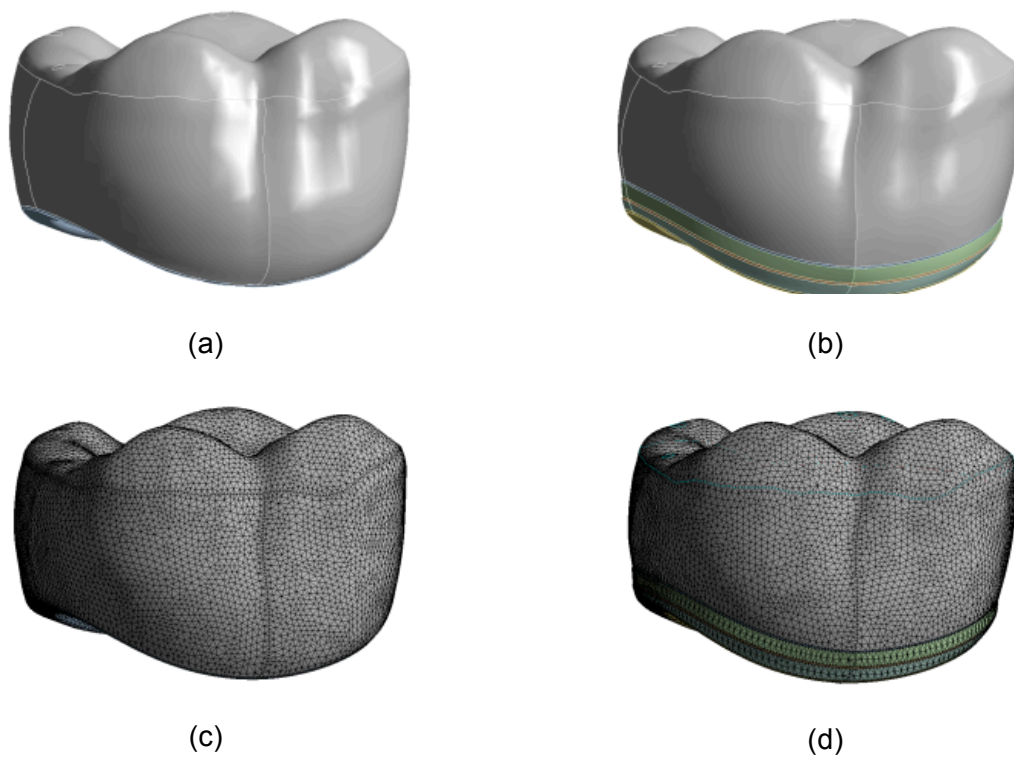


Figure 1. Schematic image of the modeling sequence in Rhinoceros Software for (a) monolithic and (b) multilayer arrangements. Image comprised by tetrahedral disposition and mesh formation for (c) monolithic and (d) multilayer arrangements.

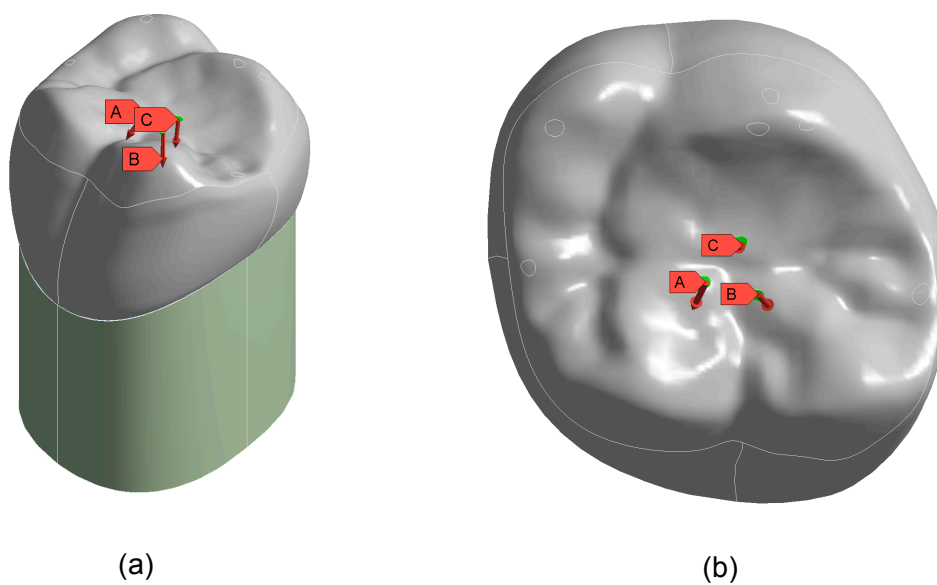


Figure 2. (a and b) Force vector applied in the tripoidism area of central fossa on the static analysis, and fixation that occurred under the base structure.

3. RESULTS

The maximum principal stress (MPS) values in each group are presented in Figure 3. For monolithic crowns, stress values were increasing as follows: F<L<Y. The same behavior was repeated for multilayer samples arranged in the YLF and LFY groups, when the three types of different ceramics were present. The lower stress dissipation values were observed in the intermediate layer in all multilayer groups, while the highest stress concentration was observed at the zirconia layer, followed by the external restoration layer. In the bioinspired configuration, externally exposed zirconia was responsible for the high stress concentration, which was dissipated through the intermediate and internal layers.

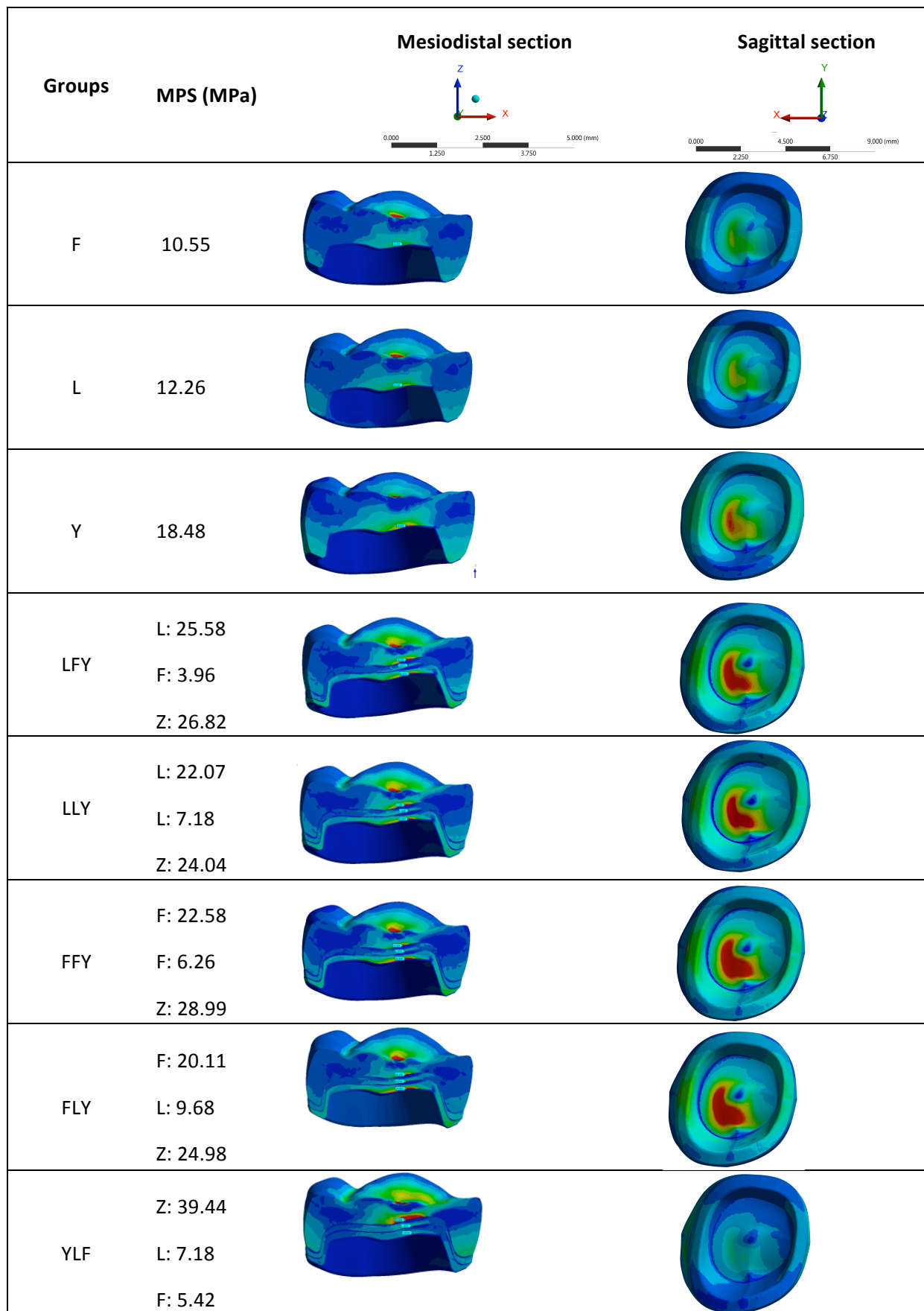


Figure 3. Cross sectional and internal view of MPS distribution in each layer after applying a virtual load of 150N

4. DISCUSSION

The purpose of this study was to evaluate stress dissipation in ceramic restorations according to 8 different material arrangements. The null hypothesis was rejected as the stress dissipation was different between the monolayer and multilayer crowns.

Feldspathic, lithium disilicate and zirconia Y-TZP are ceramics frequently used in current restorative dentistry; nonetheless, each presents different characteristics regarding aesthetic and mechanical aspects (Lima et al., 2013). Thus, many studies are conducted in attempts to develop materials that associate both qualities, and minimize issues that trigger any failures (Della Bona et al., 2008b). Since delamination and chipping are the most common failure types found in these systems, determining crack origin is fundamental to predict the behavior of possible fractures (Christensen et al., 2011; Sailer et al., 2015; Jian et al., 2016).

Monolithic crowns presented results that are proportional to their respective E modulus, as the larger the E modulus, the higher the stress concentration in ceramics. However, each material has a critical tensile stress value in which fractures occur. In this sense, group Y can concentrate more stress due to its high resistance and low strain which lowers the occurrence of fractures (Lin et al., 2012). The inverse occurs with group F which is able to concentrate less stress, so the lower critical stress to fracture of the material allows the occurrence of a higher number of fractures (Campos et al., 2011). This is in accordance with Lin et al. (2012) who found similar results evaluating the impact of fracture strength of lithium disilicate and zirconia crowns. Other studies have evaluated the flexural strength of monolithic crowns according to the increase of the E modulus, and higher values have been found for monolithic crowns than for bilayers (Lekesiz 2014; Lameira et al., 2015; GÜNGÖR et al., 2017). In this sense, the use of the methodology through finite element analysis is reasonable to predict the mechanical behavior of these restorations, since the results obtained in this research presented similar biomechanical behavior to in vitro assays.

Multilayer samples with the three types of ceramics presented increasing tensile stress in the ratio YLF<FLY<LFY. Regardless of the position of each material,

Y presented the highest stress values, followed by L and F, except for FLY group. Nevertheless, the position of each ceramic type influenced the stress dissipation for the subsequent layers (figure 3). The lowest MPS values were found in the intermediate region of the system, near the neutral line. This is predicted due to the vector intersection of both the compressive force and the tensile force.

All studied ceramics and the three positions in which they may be arranged in layers allow multiple combinations. The specific purpose in this study was to compare the behavior of zirconia ceramic in the external and internal regions of an anatomical crown for molars since it showed favorable mechanical behavior in the monolithic form. In this sense, the group that contained the zirconia as the outermost layer (YLF) was superior to the other groups that presented the zirconia in the innermost layer, regardless of the ceramic type in the upper layers. This indicates that the Y-TZP layer endured maximum stress values before distributing them to the underlying ceramics (D'souza, Aras, 2017). YLF (the bioinspired group) presented decreasing stress absorption from the outermost to the innermost layer, as zirconia is more rigid (i.e. less strain) than the other ceramics, and consequently transmits less stress to the subsequent layers (Figure 3). Furthermore, feldspathic ceramics in the inner region are more favorable to cementation (Reich et al., 2005; Brentel et al., 2007). Conversely, when zirconia is placed in the inner layer it absorbs the stress of the other ceramic layers, but due to the lower E modulus of feldspathic and lithium disilicate positioned above, it is possible for delamination or cracks to occur in the external ceramics since values of maximum stress represent areas of weakness and starting points for crack propagation.

Through a sagittal view, it was observed that YLF was the group with lower stress concentration in the region of interface between tooth and crown; thus, it can be affirmed that it is probably the group with lower chances of adhesive failure. In contrast, when zirconia is arranged in the innermost region of the crown (multilayers) or when it is used in manufacturing monolithic crowns, the stress concentration is higher at the interface. Although it has a minimum probability of restoration fracture, the ratio of debonding may be higher than that encountered for glass ceramic restorations (Sailer et al., 2015).

Taking into account the arrangement of the layers similar to natural teeth, the YLF system was the closest to this model, demonstrating the functionality of the E

modulus graduation concept by varying the largest to the smallest modulus, in the external-to-internal direction. This aspect may lead to a new strategy for ceramic restorations called bioinspired restorations (Du et al., 2015).

Natural teeth present a stress-shielding system by combining the size and arrangement of the enamel prisms and the formation of dentinal tubules with type I collagen associated with micro crystals (Imbeni et al., 2005; Xie et al., 2008). Enamel and dentin behave in opposite ways; enamel hardness supports occlusal loads when the tooth is in function. On the other hand, dentin conformation avoids cracks propagation inherent to the enamel (Xie et al., 2008). Thus, it is believed that the combination of ceramic materials with opposing biomechanical behaviors is more favorable than manufacturing monolithic crowns, which, despite having an easier manufacturing process are not in line with a better biomechanical behavior.

In this sense, the clinical advantages with this graded restorations would be a greater tolerance to fracture and a favorable adhesion to the teeth structure.

5. CONCLUSION

Within the limits of this study, it is possible to conclude that:

- 1) The multilayer ceramic arrangement according to graduation of the E modulus is a favorable alternative for ceramic restorations.*
- 2) The external ceramic layer with the greatest E modulus followed by the internal region with a lower modulus provides less stress in the internal layers of the restoration.*

References

Al-Maqtari AA, Razak AAA, Hamdi M. 3D Finite element analysis of functionally graded multilayered dental ceramic cores. Dent Mater J. 2014;33(4):458-65.

Belli S, Eraslan Ö, Eraslan O, Eskitaşcıoğlu G. Effect of restoration technique on stress distribution in roots with flared canals: an FEA study. J Adhes Dent. 2014 Apr;16(2):185-91.

Belli R, Monteiro Jr S, Baratieri LN, Katte H, Petschelt A, Lohbauer U. A photoelastic assessment of residual stresses in zirconia-veneer-crowns. *J Dent Res*. 2012 Mar;91(3):316-20.

Borba M, de Araújo MD, de Lima E, Yoshimura HN, Cesar PF, Griggs JA, Della Bona A. Flexural strength and failure modes of layered ceramic structures. *Dent Mater*. 2011 Dec;27(12):1259-66.

Brentel AS, Ozcan M, Valandro LF, 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 Nov;23(11):1323-31.

Bulpakdi P, Burak T, Jiahau Y, Mecholsky Jr J. Failure analysis of clinically failed all-ceramic fixed partial dentures using fractal geometry. *Dent Mater*. 2009;25(5):634-40.

Campos RE, Soares CJ, Quagliatto PS, Soares PV, de Oliveira OB Jr, Santos-Filho PC, Salazar-Marinho SM. In vitro study of fracture load and fracture pattern of ceramic crowns: a finite element and fractography analysis. *J Prosthodont*. 2011 Aug;20(6):447-55.

Christensen GJ. The ceramic restoration dilemma: where are we? *J Am Dent Assoc*. 2011 Jun;142(6):668-71.

Conrad HJ, Seong WJ, Pesun IJ. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: a systematic review. *J Prosthet Dent*. 2007 Nov;98(5):389-404.

Corazza PH, Feitosa SA, Borges AL, Della Bona. Influence of convergence angle of tooth preparation on the fracture resistance of Y-TZP-based all-ceramic restorations. *Dent Mater*. 2013 Mar;29(3):339-47.

Costa AK, Borges AL, Fleming GJ, Addison O. The strength of sintered and adhesively bonded zirconia/veneer-ceramic bilayers. *J Dent*. 2014 Oct;42(10):1269-76.

Della Bona A, Kelly JR. The clinical success of all-ceramic restorations. *J Am Dent Assoc*. 2008a Sep;139 Suppl:8S-13S.

Della Bona A, Mecholsky JJ, Barrett AA, Griggs JÁ. Characterization of glass-infiltrated alumina-based ceramics. *Dent Mater*. 2008b Nov; 24(11): 1568–74.

D'souza KM, Aras MA. Three-dimensional finite element analysis of the stress distribution pattern in a mandibular first molar tooth restored with five different restorative materials. *J Indian Prosthodont Soc*. 2017 Jan-Mar;17(1):53-60.

Du J, Niu X, Rahbar n, Soboyejo W. Bio-inspired dental multilayers: Effects of layer architecture on the contact-induced deformation. *Acta Biomater*. 2013 Feb;9(2):5273-9.

Du J, Niu X, Soboyejo W. Crrep-assited slow carck growth in bio-inspired dental multilayers. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2015 Jun;46:41-8.

Goodacre CJ, Bernal G, Rungcharassaeng K, Kan JY. Clinical complications in fixed prosthodontics. *J Prosthet Dent*. 2003 Jul;90(1):31-41.

Güngör MB, Nemli SK. Fracture resistance of CAD-CAM monolithic ceramic and veneered zirconia molar crowns after aging in a mastication simulator. *J Prosthet Dent*. 2017 Jun 20. pii: S0022-3913(17)30352-9.

Imbeni V, Kruzic JJ, Marshall GW, Marshall SJ, Ritchie RO. The dentin-enamel junction and the fracture of human teeth. *Nat Mater*. 2005 Mar;4(3):229-32.

Ioannides A, Bindl A. Clinical prospective evaluation of zirconia-based three-unit posterior fixed dental prostheses: up to ten year results. *J Dent*. 2016 Apr;47:80-5.

Jian T, Tang MV., Swain X, Wang KZ. Effect of core ceramic grinding on fracture behavior of bilayered zirconia veneering ceramic systems under two loading schemes. *Dent Mater*. 2016 Dec;32(12):1453-63.

Kim JW, Liu L, Zhang Y. Improving the resistance to sliding contact damage of zirconia using elastic gradients. *Journal of biomedical materials research Part B. Applied biomaterials*, 2010 Aug;94(2):347-52.

Lameira P, Silva ABS, Silva FA, Souza GM. Fracture strength of aged monolithic and bilayer zirconia-based crowns. *Biomed Res Int* 2015;2015:7.

Lekesiz H. Reliability estimation for single unit ceramic crown restorations. *J Dent Res*. 2014 Sep;93(9):923-8.

Lima JM, Souza AC, Anami LC, Bottino MA, Melo RM, Souza RO. Effects of thickness, processing technique, and cooling rate protocol on the flexural strength of a bilayer ceramic system. *Dent Mater*. 2013 Oct;29(10):1063-72.

Lin WS, Ercoli C, Feng C, Morton D. The effect of core material, veneering porcelain, and fabrication technique on the biaxial flexural strength and weibull analysis of selected dental ceramics. *J Prosthodont*. 2012 Jul;21(5):353-62. doi: 10.1111/j.1532-849X.2012.00845.x.

Reich SM, Wichmann M, Frankenberg R, Zacz D. Effect of surface treatment on the shear bond strength of three resin cements to a machinable feldspatic ceramic. *J Biom Mat Res* 2005 Jun;74(2):740-6.

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

Sadowsky SJ. An overview of treatment considerations for esthetic restorations: a review of the literature. *J Prosthet Dent*. 2006 Dec;96(6):433-42.

Wang X, Fan D, Swain MV, Zhao K. A systematic review of all-ceramic crowns: clinical fracture rates in relation to restored tooth type. *Int J Prosthodont*. 2012 Sep-Oct;25(5):441-50.

Xie Z, Swain M, Munroe P, Hoffman M. On the critical parameters that regulate the deformation behavior of tooth enamel. *Biomaterials*. 2008 Jun;29(17):2697-703.

Yi YJ, Kelly JR. Effect of occlusal contact size on interfacial stresses and failure of a bonded ceramic: FEA and monotonic loading analyses. *Dent Mater*. 2008 Mar;24(3):403-9.

2.2 Artigo – Archangelo KC, Guilardi LF, Campanelli D, Valandro LF, Borges ALS. Fatigue failure load and finite element analysis of multilayer ceramic restorations*

RESUMO

Objetivos: avaliar a resistência, confiabilidade e vida útil de diferentes configurações de multicamadas cerâmicas, compostas de materiais cerâmicos de módulos de elasticidade distintos, comparando-os com configurações em monocamadas.

Metodologia: foram utilizados três tipos de cerâmicas usinadas: Feldspática (F), 64 GPa; Dissilicato de Lítio (L), 95 GPa; e Zircônia (Y-TZP) (Y), 209,3 GPa, para a obtenção de discos de espessuras 0,3 mm e 1,5 mm. Os discos de 0,3 mm foram dispostos em 4 camadas, cimentados com cimento químico (Multilink N), e os discos de 1,5 mm não receberam nenhum tratamento, de modo que a espessura final de todos os espécimes fossem 1,5 mm ($\pm 0,15$ mm). Foram obtidos 6 grupos: F (F: monolítico); L (L: monolítico); LLFF (L + L + F + F); FFLL (F + F + L + L); YLFF (Y + L + F + F); YLLF (Y + L + L + F). A carga para a fratura foi obtida através do ensaio de flexão biaxial (1000 kgf, 1 mm/min) até a ocorrência de falha e os dados foram analisados através de ANOVA-1 fator e comparações múltiplas de Tukey (5%). O ensaio de flexão biaxial foi também simulado através da análise de elementos finitos (AEF) para identificar a tensão de tração em cada camada dos espécimes em cada grupo. O limite de fadiga (100.000 ciclos, 20 Hz) foi determinado pelo método da escada. A análise de fratura foi realizada através de estereomicroscópio e microscopia eletrônica de varredura.

Resultados: Os valores de carga para fratura (N) foram obtidos seguindo a ordem crescente: L (592.88 ± 73.78)^D > FFLL (319.78 ± 43.59)^C > YLLF (246.75 ± 24.89)^B > F (167.13 ± 9.84)^A > YLFF (166.51 ± 15.24)^A > LLFF (165.46 ± 22.75)^A; e o limite de fadiga (N): L (310.92 ± 26.73)^F > FFLL (190.17 ± 8.32)^E > F (106.21 ± 2.81)^D > YLLF (96.48 ± 5.73)^C > YLFF (89.56 ± 2.38)^B > LLFF (77.23 ± 6.33)^A. Ocorreram falhas em todos os grupos, sendo o local de origem na superfície de tração, coincidente com o local de maior tensão de tração analisado pelo método dos elementos finitos.

Conclusão: o material sob tensão foi mandatório na resistência final dos espécimes; a interface adesiva influenciou negativamente o comportamento biomecânico das estruturas multicamadas; necessidade de se desenvolver uma estrutura bioinspirada de forma homogênea.

Palavras-chave: Cerâmicas. Materiais dentários. Módulo elástico. Tensão de tração. Fadiga. Análise de elementos finitos.

ABSTRACT

Objectives: to evaluate the fatigue failure load and stress distribution via FEA of different ceramic configurations arranged in multilayers, composed of ceramic materials with different elastic moduli, comparing them to monolayer models.

Methods: CAD-CAM ceramic blocks were used to shape discs of 0.3 mm and 1.5 mm in thickness, corresponding to: feldspathic (F), 64 GPa; lithium disilicate (L), 95

GPa; and Yttrium-partially stabilized tetragonal zirconia (Y-TZP) (Y), 209.3 GPa. The 0.3 mm discs were arranged in 4 layers cemented with resin cement (Multilink N), and the 1.5 mm discs were not treated, in such a way that the final thickness of all specimens was 1.5 mm (± 0.15 mm). The following 6 groups were tested: F (F: monolithic); L (L: monolithic); LLFF (L + L + F + F); FFLL (F + F + L + L); YLFF (Y + L + F + F); YLLF (Y + L + L + F). The loads-to-fracture were obtained using the biaxial flexural strength test until failure and the data were run using one-way ANOVA and Tukey's multiple comparisons ($\alpha = 0.05$) tests. The biaxial bending test was also simulated through finite element analysis (FEA) to identify the tensile stress generated at each layer of the groups. Mean fatigue failure load (100,000 cycles; 20 Hz) were determined under stair case approach. The fracture analysis was performed by stereomicroscope and scanning electron microscopy.

Results: The load to fracture (N) were obtained as follow: L (592.9 ± 73.8)D > FFLL (319.78 ± 43.59)C > YLLF (246.75 ± 24.89)B > F (167.13 ± 9.84)A > YLFF (166.51 ± 15.24)A > LLFF (165.46 ± 22.75)A; and the fatigue failure load (N): L (310.92 ± 26.73)F > FFLL (190.17 ± 8.32)E > F (106.21 ± 2.81)D > YLLF (96.48 ± 5.73)C > YLFF (89.56 ± 2.38)B > LLFF (77.23 ± 6.33)A. The origin of all of the tested specimens was located at the tensile region of the discs, as encountered in FEA.

Conclusion: the material under tensile stress is determinant for the strength of the restoration and the adhesive interface negatively influenced the mechanical behavior of the multilayer structures.

Keywords: Ceramics. Dental Materials. Elastic modulus. Tensile strength. Fatigue. Finite element analysis.

1. Introduction

Ceramic materials have been widely used in restorative treatments due to excellent qualities as such superior aesthetics, biocompatibility, chemical stability, wear resistance, low biofilm adhesion and color stability [1]. In addition, the constant optimization of its microstructure and physical properties allowed its use in areas of great masticatory effort as posterior regions [2]. Regardless of the type of ceramic material used, clinical researches point to an estimated survival rate of around 90% after 5 years [3-7]. The main failure mode reported for bilayered ceramics is the chipping of the veneering ceramic, due to the thermal expansion mismatch between core and veneer, and/or due to the lack of support for the veneering ceramic as a result of an incorrect framework design [7,8].

The fracture behavior of all ceramic restorations is related to their mechanical properties. Dental ceramics tend to fail at the critical strain of 0.1%. On this sense, any increase in strength and toughness can be achieved by an increase in the elastic

modulus (E) [9]. However, the ceramics are incapable of reversible deformation, since the material presents low tensile strength, consequently tending to catastrophic failure [10].

In order to improve the fracture strength of ceramic materials, bioinspired multilayer configurations have been proposed [11-14]. The human tooth is a graded structure composed by a mineralized matrix and organic reinforcements, consisting of three basic structural parts: enamel, dentin and dentin-enamel junction [15], presenting a decreased E from the external surface of the enamel to the internal region of the tooth [16]. This configuration favors the ability of the enamel in resisting to fracture, and the crack propagation towards the dentin-enamel junction is always arrested and unable to penetrate the dentin [17].

In traditional ceramic restorations, arranged in layers, the ceramic modulus of elasticity in the upper region ranges from 65 to 300 GPa, while in the natural tooth support structure, characterized by the dentin, the value is approximately 20 GPa [18,19]. The modulus of elasticity of adhesive cements ranges from 2 to 13 GPa [11]. This large difference of modulus of elasticity results in a high stress level that may cause radial cracks in the ceramic veneer [20]. This situation, however, does not occur in the natural tooth, which presents a functionally graded layer at the interface between enamel and dentin (dentin-enamel junction) with thickness ranging from 10 to 100 μm [21].

Thus, the aims of this study were to investigate the interaction and the stress distribution between the ceramic materials arranged in layers, and to understand the mechanical behavior, the failure mode and the fracture origin, in both monolithic and bioinspired (in layers) ceramic configurations.

2. Materials and methods

The materials used in this study are presented in table 1.

Table 01: Commercial name, initials, lot and material's properties (Elastic Modulus – E; and Poisson's ratio - ν) [22-25].

Commercial name	Initials	Lot	E (GPa)	Poison's rate (ν)
Vita In-Ceram YZ (40/19, VITA – Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha)	Y	48000	209.3	0.32
IPS e.max CAD (HT B1/B40, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)	L	U33870	102.7	0.21
Vitablocs Mark II (2 M2C I-40/19, VITA – Zahnfabrik)	F	35020	64	0.25
Multilink N (Ivoclar Vivadent)	-	U26911	18.6	0.28
Condicionador de Porcelanas (Dentsply, Rio de Janeiro, Brasil)	-	124311H	-	-
Monobond N (Ivoclar Vivadent)	-	U29879	-	-
Multilink N Primer A (Ivoclar Vivadent)	-	U12051 U33826	-	-
Multilink N Primer B (Ivoclar Vivadent)	-	U09377 U26409	-	-

2.1. Preparation of ceramic discs

Ceramic blocks were rounded to a 15 mm diameter (Vita In-Ceram YZ - Y) and 13 mm diameter (IPS e.max CAD - L, Vitablocs Mark II - F) cylinders using a diamond-impregnated drill, mounted in a cutting machine. The cylinders were sliced in a saw cutting machine (IsoMet Low Speed, Buehler, IL, USA) at 250 rpm under water-cooling to obtain the discs. Y discs were wet-ground flat with silicon carbide (SiC) (#1200) and sintered according to the manufacturer's instructions (Vita Zyrcomat, Vita Zahnfabrik) following schedule: temperature elevation time, 1 h; final temperature, 1530 °C; waiting time, 2 h; and cooling temperature, 400 °C. The Y discs were air-abraded with aluminum oxide (50 μ m) during 10 s, 2.5 bar pressure,

10 mm distance from the disc to the tip of the micro-etcher (Basic Classic, Renfert, Brazil) and the annealing was set in accordance with manufacturer's instructions (Atlantis 50P-Platinum, Kota equipments, Brazil): initial temperature, 500 °C; heating rate, 100 °C/min; final temperature, 1000 °C; waiting time, 15 min. The final dimensions were 12 mm in diameter and 0.3 ± 0.03 mm thick measured using a digital micrometer (Mitutoyo Corporation, Tokyo, Japan).

L and F discs were wet-ground flat in a polisher machine (Ecomet 250, Buehler, Lake Bluff, IL, USA) with sequential SiC papers (#400, #800 e #1200). L discs were sintered according to the manufacturer's instructions (Programat P500, Ivoclar Vivadent) following schedule: stand-by temperature, 403 °C; heating rate, 90 °C/min; firing temperature (T1), 820 °C; holding time, 10 min; heating rate, 30 °C/min; firing temperature (T2), 840 °C; holding time, 7 min; long-term cooling, 700 °C. The final dimensions were 12 mm in diameter (ISO 6872) and thickness of 0.3 ± 0.03 mm and 1.5 ± 0.10 mm, measured using a digital micrometer.

All the discs were ultrasonically bath in 99.8% isopropanol during 380 s and stored dry at room temperature.

2.2. Preparation of specimens

The surfaces that would be in contact with the cement were etched with 10% hydrofluoric acid during 20 seconds (L) and 60 seconds (F), and water cleaned. The multilayer group's cementation was performed with the aid of a micrometer, which contained two flat metallic plateaus that serve as supports for the ceramic discs. The first two discs were positioned between the plateaus that were juxtaposed and the micrometer was reset until the distance mark of zero. The micrometer was opened and the discs were removed. On the pre treated surfaces of the discs a layer of Monobond N was applied with a microbrush and was allowed to react for 60 s, being dispersed with a strong stream of air. The Multilink N primers A and B were mixed in a 1:1 ratio and applied onto the top surface of the inferior disc with a microbrush and scrubbed for 30 s. The multilink N cement was applied on the center region of the bottom surface of the superior disc. The two discs were centered between the plateaus of the micrometer that was closed until the pointed distance of 100 μ m and allowed to self-cure for 8 minutes. The subsequent layers were

cemented following the same protocol until the specimens were composed of 4 ceramic layers.

Two monolayer groups (F (F), L (L)) and four multilayer groups (FLL (F+F+L+L); LLFF (L+L+F+F); YLFF (Y+L+F+F) - bioinspired; YLLF (Y+L+L+F) - bioinspired) were composed. The final dimensions were according to ISO 6872 standard, being 12 mm in diameter and 1.5 ± 0.1 mm thick.

2.3. Biaxial Flexure Strength (BFS)

A piston-on-three-ball assembly (ISO 6872:2008) was used to determine the load-to-fracture using a universal testing machine (Emic, DL1000 with a 1 KN load cell, EMIC Test Equipment and Systems Ltd, São José dos Pinhais, Brazil). The ceramic specimen ($n= 10$ per group) was positioned over the three steel spheres (2.5 mm in diameter, 10 mm equidistant), with a load applied at a rate of 1 mm/min, perpendicular to the center of the top surface of the specimen, by a 1.4 mm flat tip of a cylindrical steel piston. The load-to-fracture was reported by tester and data were analyzed by one-way ANOVA and a post hoc Tukey's multi-comparison test ($\alpha= 0.05$).

2.4. Biaxial flexural fatigue strength (Staircase Test)

The fatigue test was performed in an electric machine (Instron ElectroPuls E3000, Instron Corporation, Norwood, USA), following the flexural strength test set up according to ISO 6872, and using the Staircase method described by Collins [26]. The flexural fatigue strength was determined by 100,000 cycles for each specimen; the cyclic load was applied in a sinusoidal approach with a frequency of 20 Hz and the amplitude ranged from a minimum of 10 N (to maintain the piston in an intimate contact with the specimen) up to the maximum load attributed for each specimen. To determine the initial load for the first specimen for the fatigue test (estimated fatigue failure load: 60% of the mean load-to-fracture), three specimens of each group were monotonically tested to obtain the mean load-to-fracture value, which is considered as the maximum load supported by the material until its failure. The subsequent specimen was tested with a loading level of approximately 5% (step size) higher or

lower than the initial loading level, according to survival or failure (fracture/crack) of the previous specimen, respectively (Table 2). This procedure was repeated until 15 specimens of each group were tested, counting since the first event inversion (survival to failure or vice versa). The mean biaxial flexural fatigue load (σ_f), standard deviation (SD) and confidence interval (CI - 95%, 0.05) were calculated based on the least frequent event data (survival or failure), according to Dixon and Mood method, which involves maximum-likelihood estimation, assuming that these data follows a normal distribution [26], using equations 1 and 2:

$$(1): \sigma_f = \sigma_{f0} + d[\sum in_i / \sum n_i \pm 1/2]$$

$$(2): s = 1,62d\{[(\sum n_i \sum i^2 n_i - (\sum in_i)^2) / (\sum n_i)^2] + 0,029\}$$

$$\text{if: } [(\sum n_i \sum i^2 n_i - (\sum in_i)^2) / (\sum n_i)^2] \geq 0,3$$

Where σ_{f0} is the lowest stress level considered in the analysis, and d is the step size. In Eq. 2 the negative sign was used when the less frequent event was failure and the positive sign was used when the less frequent event was survival. $i = 0$ was the lowest stress level, $i = 1$ the next stress level, and consecutively. n_i is the number of failures or survivals at the given stress level.

The test was scheduled to stop when the specimen failed, and the load until fracture and the number of fragments were registered.

2.5. Fracture analysis

After the mechanical tests, the number of fracture fragments were counted and correlated to its applied load using the Pearson's correlation. In order to identify the origin of fracture and crack extension in the ceramic layers, the specimens were analyzed in a light microscope (Stereo Discovery V20; Carl Zeiss, Gottingen, Germany). The specimens that were not completely separated during the test were sectioned perpendicularly to the fracture mark using a diamond impregnated saw, under water-cooling (IsoMet low speed, Buehler). The representative discs from each evaluated condition were submitted to scanning electron microscopy (SEM, Inspect S50, Fei, Oregon, USA). Fractographic landmarks including hackles and Wallner's

lines were utilized to track the propagating crack to an initiating origin in the ceramic layers (Figures 4 and 5).

2.6. Finite element analysis

The biaxial flexural strength test was simulated using the Finite Element Analysis (FEA). Initially the six experimental groups were modeled in CAD (Computer Aided Design) Software Rhinoceros 5.0 (Mc Neel North America, Seattle, WA, USA) and exported in STEP format for the CAE (Computer Aided Engineering; Software Ansys v. 16.0, Houston, TX, USA) to obtain three-dimensional finite element models. The materials were considered as isotropic, linear and homogeneous, the interfaces between layers were considered ideal, with perfect union, and the mesh was a quadratic tetrahedral element. Table 1 presents the elastic modulus (E) and Poisson's ratio for the materials used in this study, according to previous studies [22-25]. Six different groups were assumed according to ceramic arrangement as the previously groups arrangements described above. The applied load of each group was the mean load to fracture obtained at the biaxial flexural strength test (Table 2). The maximum principal stress (MPS) was calculated for the applied load, normal to the surface, and the fixation was at the base of the preparation. The MPS values of each ceramic layer was calculated in the tensile region and compared quantitatively within the group and among all groups.

3. Results

The ceramic multilayer arrangements resulted in lower mean of load-to-fracture in comparison to the lithium disilicate monolayer group ($p < 0.05$) (Figure 1). The bioinspired configuration YLLF presented a higher value ($246.75 \text{ N}^{\text{B}}$) compared to the monolithic feldspathic material ($167.13 \text{ N}^{\text{A}}$) but the monolithic lithium disilicate group (L) presented better performance ($592.88 \text{ N}^{\text{D}}$).

The fatigue failure load (N) was significantly higher for L group ($310.92 \pm 26.73^{\text{F}}$) and decreased as follows: $\text{FFLL} > \text{F} > \text{YLLF} > \text{YLFF} > \text{LLFF}$. The bioinspired configurations had a decrease in the fatigue failure load compared to load-to-fracture test in 59% for YLLF and 40.21% for YLFF (Table 2) and the monolithic groups had a

decrease of 52.21% for L and 40% for F group. The patterns of runouts (survival) and failures are shown in Figure 2. Low strength specimens were associated with the presence of two layers of feldspathic ceramic in the tensile region.

Pearson correlation coefficient demonstrated a positive moderate correlation between the number of fracture fragments and load-to-fracture ($r^2= 0.55$) in the monotonic biaxial flexural strength test, and a positive moderate correlation between the number of fracture fragments and fatigue failure load test ($r^2= 0.57$). For all specimens subjected to the monotonic and fatigue tests, the monolithic groups failed catastrophically, most specimens of FLL group failed catastrophically, while in the groups LLFF, YLFF and YLLF, the non-catastrophically failures were predominant.

Fractographic analysis of the tested samples demonstrates radial crack/fracture (Figure 3) that originates from the bottom surface of the specimens (Figures 4 and 5). For the multilayer groups the fracture direction was modified between the layers and it is possible to observe deflection in the crack direction (Figures 4C-F; Figures 5C-F).

The FEA models (Figure 6) revealed that the tensile stress region is located, for all the groups, in the area compatible with the fracture origin of the specimens, as shown in the fractographic analysis. The load applied in each group was the load-to-fracture obtained in the monotonic test, so the FEA predicts the MPS generated during the same condition of BFS test. As observed, the MPS generated in each layer was significantly lower than the flexural strength of the corresponding ceramic material [27].

Table 2 – Load-to-failure means, initial load for fatigue test (60% of the monotonic load-to-fracture) and the step size (5% of the initial load) for fatigue tests (Staircase Method). Fatigue failure load, standard deviation (SD) and 95% confidence interval (CI) from the staircase test, and the percentage of decrease compared the monotonic and fatigue findings.

Groups	Load to failure (N)	Initial fatigue test load 60% (N)	Step size 5% (N)	Fatigue limit in N		Mean load to fracture decrease (%)
				$\sigma_r \pm SD$	95% CI	
L	650.65	390.39	19.52	310.92 \pm 26.73	291.71 – 330.12 ^F	52,21
FFLL	329.91	197.95	9.90	190.17 \pm 8.32	183.88 – 196.46 ^E	42,35
F	177.01	106.21	5.31	106.21 \pm 2.81	103.96 – 108.46 ^D	40,00
YLLF	235.31	141.19	7.06	96.48 \pm 5.73	91.29 – 101.66 ^C	59,00
YLFF	149.81	89.88	4.49	89.56 \pm 2.38	87.91 – 91.21 ^B	40,21
LLFF	147.10	88.26	4.41	77.23 \pm 6.33	72.68 – 81.78 ^A	47,50

*Different letters indicate statistically significant differences (5%).

4. Discussion

The present study considered the ceramic materials disposed in layers according to different arrangements, including bioinspired configuration, in order to mimic the mechanical behavior encountered in the natural tooth, which presents a graduated elastic modulus from the outer surface to the inner surface. This configuration offers an alternative to reduce the stress generated in the restoration because of the difference between the elastic moduli of the ceramic layers [20].

The monotonic test was conducted to determine the load-to-fracture of the specimens, as preconized by the American Society for Testing and Materials for strength testing of ceramic substrates and by international standard for evaluating dental ceramics [28]. The groups in which the feldspathic ceramic was under tensile stress presented the lowest fracture load values in both monotonic and biaxial flexural fatigue tests (Figure 1, Table 2). This finding is probably related to the fact that the origin of the fracture and the fracture load of the multilayer configuration are dependent on the material that is directly subjected to the tensile stress [29-31]. Further, in the biaxial flexural configuration, the maximum tensile stress is located in the central area of the bottom surface of the disc, between the supporting spheres

[28]. Therefore, a similar mechanical behavior was encountered for monolithic and multilayered structures.

The flexural fatigue test was performed for preventing overestimation of the load-to-fracture of the ceramic structures [32] and predict the failure when applying cyclic intermittent load. The fatigue is a mode of failure that occurs due to progressive brittle cracking under repeated cyclic stresses with intensity below the material strength [33]. As expected for all groups, there was a significantly reduction in the fracture load values of at least 40% (Table 2), from the monotonic to fatigue findings, due to sub-critical slow crack growth (SCG) process. The SCG process in dental ceramics is accelerated in the presence of an aqueous environment because of the corrosion process triggered in the interaction of water molecules with the ceramic microcracks and grain boundaries. As the current tests were run under water, the SCG process was accelerated [10].

From the monotonic biaxial test, it notes that the multilayer structures of YLLF and FLL had better performance than feldspathic monolithic group, but they obtained worst results when compared to monolithic L group. However, in the fatigue test, the YLLF group did not perform at the same way, and presented 59% of reduction in fracture load, being lower than the other groups. A recent study demonstrated that the feldspathic ceramic is less susceptible to SCG than lithium disilicate ceramic [34], which could be related to this behavior. Then, in the YLLF group, the first zirconia layer contributed to the strength but the lithium disilicate layers contributed to weakest the structure, added to the fact that the thickness of 0.3 mm is too thin in this study configuration. This weakening of the YLLF group also evidences the role of the adhesive interface.

The use of a cement layer were based on the fact that adhesive bonds offer a simple means of joining ceramic brittle layers and avoid the residual stress from the sintering process due to the differences in coefficient of thermal expansion [35]. Further, a strong bonding prevents transverse cracks and delamination within the ceramic layers [36], as observed in the multilayered groups. However, the adhesive bond involves different materials and demands additional steps that may result in incorporation of flaws, and in this case, different ceramic composition were presented in each layer, which forms hybrid layers and interdiffusion zones with their own properties, which may result in a significant reduction of the fatigue strength, as

observed in our results [32]. Another fact that must be considered is that the YLLF group was the only configuration where the three lowest layers in the region subjected to the tensile stress were composed of three different elastic modulus (feldspathic-cement-lithium disilicate), which it could explain the different performance in the mechanical tests.

The graded structures with highest E modulus in the top surface did not fail catastrophically, contrary as observed at monolithic groups. The inferior layers failed, but the crack did not reach the top ceramic layer, demonstrating that the highest E modulus in the top layer is effective to arrest the crack. Further, the MPS generated at the Y layer, in bioinspired configurations, is below the MPS at the lowest F layer. So, it is reasonable to expect that the multilayer arrangement may be improved to achieve better results.

Multilayer structures showed similar fracture patterns and fracture origin to monolithic structures. As observed in the top view of the specimens (Figure 4), the radial crack pattern is the mode of fracture for all the specimens, as encountered in multilayer dental structures with glass top layers [12,37]. For all the specimens, the crack originated from the ceramic surface at the tensile region; in the graded specimens, the crack cross through the cement layer and propagates throughout the ceramic layers, which could be explained due to differences in elastic modulus and fracture strength between the cement and ceramic layers. No delamination was observed because the stress to promote fracture did not exceed the interface fracture energy [38]. Nevertheless, contrary to previous studies, the use of an adhesive interface in the multilayer discs did not change the pattern of fracture and did not produce an effective strength improvement at layered configurations [24].

The FEA corroborates these findings and presents the highest maximum principal stress value (MPS) at the tensile region of the models [39]. However, the zirconia layer in the bioinspired configurations presented higher MPS than the inferior layers, except the most inferior feldspathic layer. These zirconia layers correspond to SEM images where it notes that the crack did not cross through these layers, since the zirconia material presents a higher flexural strength than the MPS generated during the finite element analysis and in the load-to-fracture in the biaxial flexural strength test.

The preconized cement thickness of 100 μm was idealized considering that the thinner the cement layer, the higher the strength of the ceramic restorations [40]. In multilayer models, the use of a cement layer of 30 μm produced the highest MPS values, whilst the use of a cement layer of 100 μm presented the lower values of MPS [41]. The ceramic thickness is another parameter to be considered, since in the present study it was preconized a final thickness of 1.5 mm as recommended for ceramic restorations [42]. It is in accordance to a previous study in which ceramic layers of 2 mm presented higher MPS values when compared to ceramic layers of 1 mm and 1.5 mm [41]. Moreover, thinner configurations of graded restorations analyzed by FEA of 200 μm produced higher MPS than a 1200 μm thickness, revealing an ideal thickness of 1.5 mm [20]. Further, the lower the veneering ceramic thickness, the higher the flexural strength of the ceramic restoration [43], besides, the optical properties are highly correlated and can be affected by the thickness of both core and veneer ceramics [44]. However, the individual thickness layer of 0.3 mm was the weakest because the adhesive interface was not sufficiently strong and stiff to produce a homogeneous structure acting as a unique body.

The load-to-fracture of the configurations presented in this study may be related to the maximum bite force (MBF) pointed in previous studies. The MBF measurement is defined as a parameter indicating the functional condition of the masticatory system [45]. In healthy individuals with normal occlusion, this MBF varies from 93 N to 150 N in anterior region [46], 424 N to 583 N at premolar [47] and 424 N to 630 N in molar region [45]. Considering that the percentage of the MBF varies from 7.7% to 36.2% in the natural movements of the mouth as clenching, opening, and at occlusion [48], it is reasonable to attest that the concept of graded multilayer restorations still needs to be improved, since a restoration made from this concept could be used in anterior region, but should be avoided in posterior region of the arc due to the risk of fracture and premature failure.

In this sense, a possible alternative could be the use of an interlayer with similar elastic modulus and coefficient of thermal expansion of the ceramic materials. This could be achieved with a fusion glass layer, commonly used in the CAD-on technique, that presents an elastic modulus of 65 GPa [49,50], nearest the feldspathic ceramic blocks that presents the value of 64 GPa and a coefficient of thermal expansion of about $9.5 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$, similar to those of ceramic materials. In

addition, this technique could prevent the flaw incorporation inherent to the adhesion procedure and favor the fracture behavior, like occurs at monolithic zirconia restorations [50]. The interlayer would be sufficiently stiff to avoid the flexure of the outer ceramic layer, which decreases the incidence of failures as a result of the multilayer behavior as a homogeneous structure. [31,36].

The method presented in this paper, for the stress distribution between the ceramic materials arranged in layers, was focused on the elastic properties of the materials in order to build a graded structure. Nonetheless, it was noted that each type of ceramic material and their limitations, related to composition, thickness, strength, adhesion properties and aesthetic characteristics, must be considered. Besides, the disc-shaped simplified model cannot reproduce or represent the mechanical behavior of the ceramic crown complex geometry. Thus, the efforts must be focused on the improvement of the graded concept in order to obtain beneficial effects with this material structure.

5. Conclusion

Within the limits of this study, it was possible to conclude that:

- The material under tensile is determinant for the strength of the restoration.*
- The adhesive interface negatively influenced the mechanical behavior of the multilayer structures.*
- Further investigation considering a homogeneous structure should be performed to evaluate the concept of a restoration with different elastic modulus from the outermost to the innermost layer.*

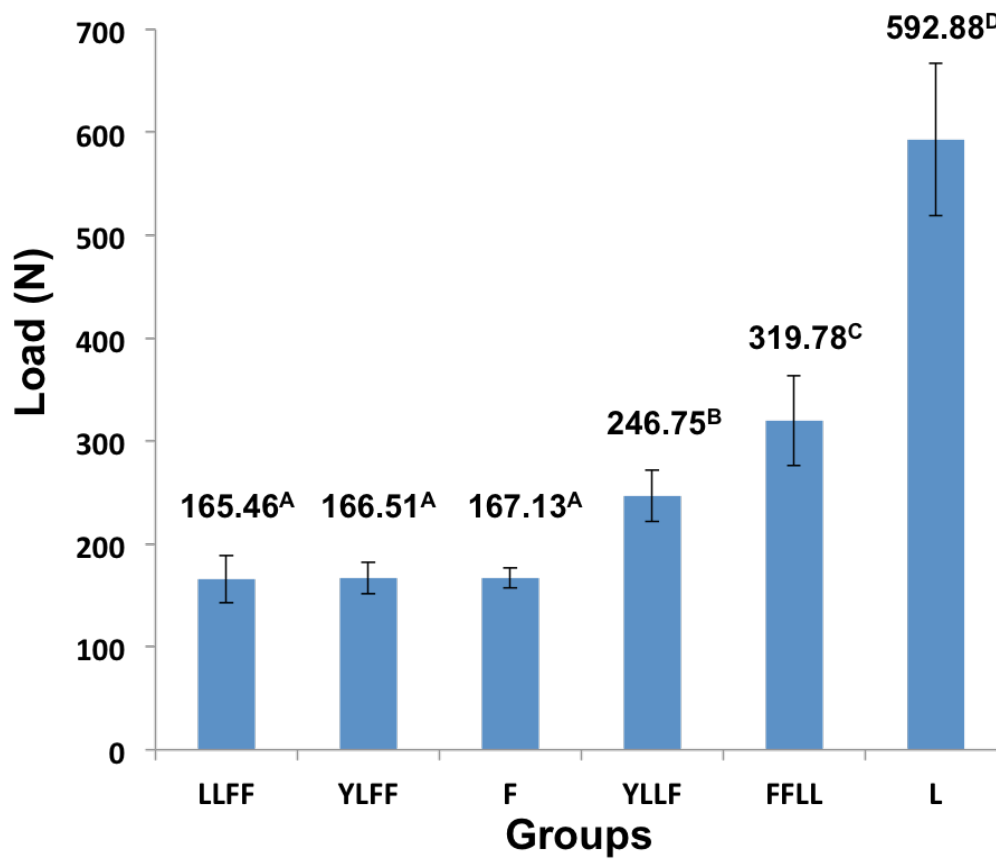


Figure 1 – Mean values and standard deviation of load to fracture (N) at the Biaxial Flexure Strength test. Different capital letters means statistical difference ($p < 0.005$).

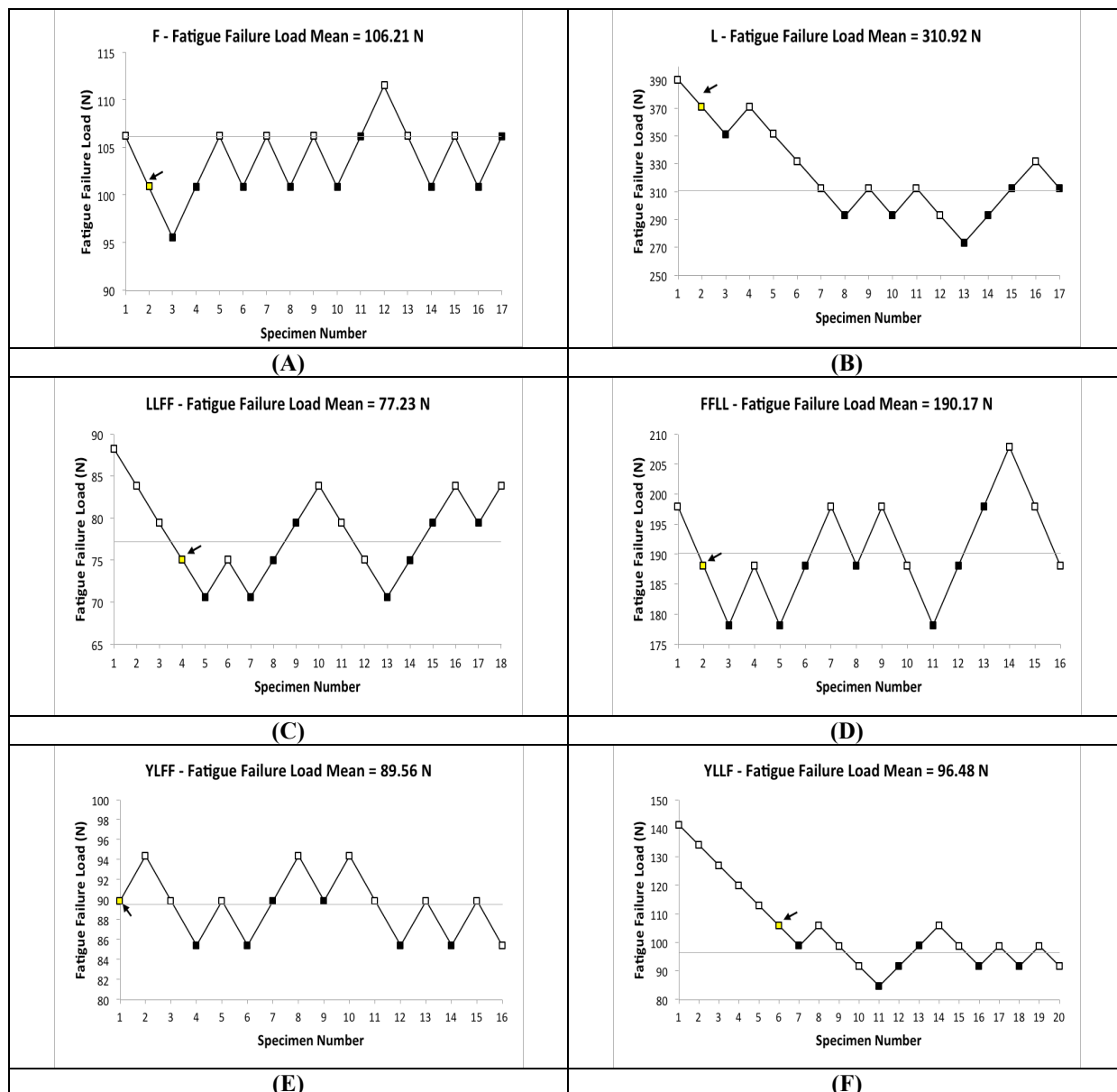


Figure 2 – Pattern of runouts (survival) and failures for each group observed during fatigue testing.

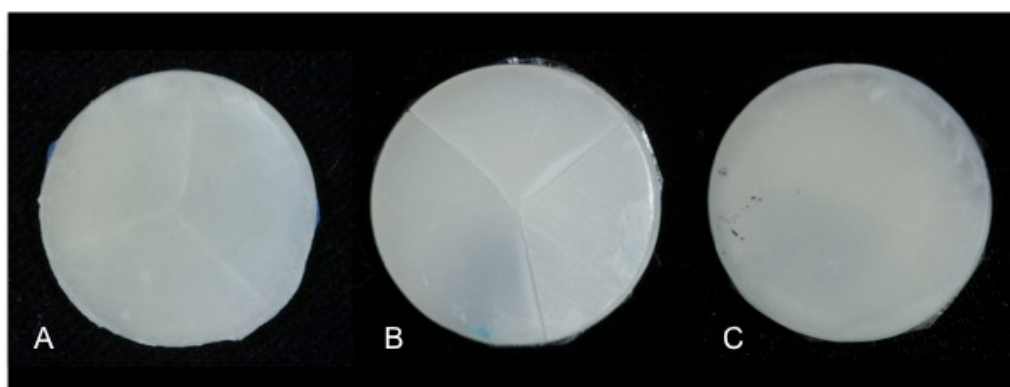


Figure 3 – Representative images of radial fracture patterns of the specimens. A) After monotonic test; B) After fatigue test (Groups F, L, LLFF, FLL); C) After fatigue test (Groups YLFF, YLLF).

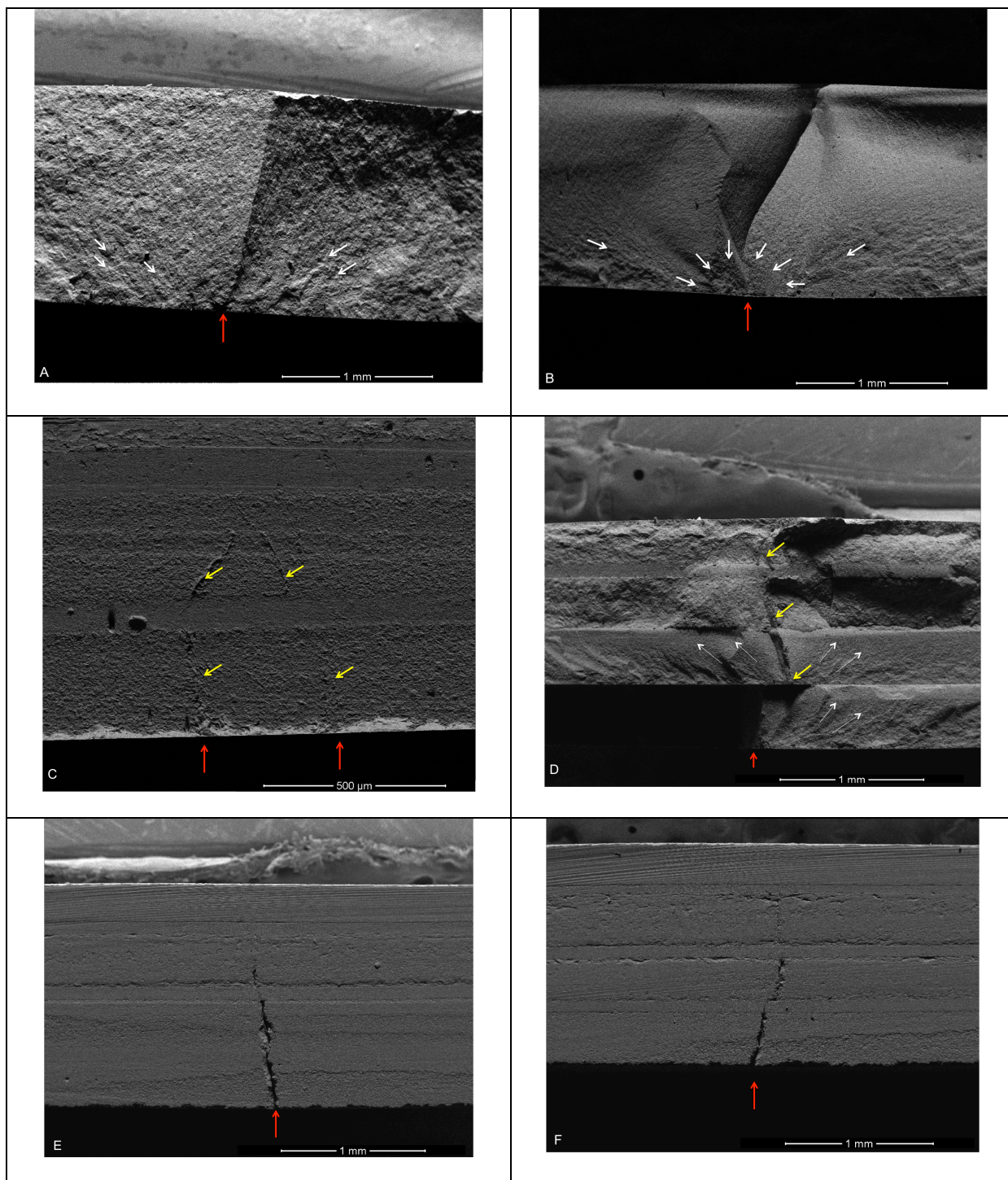


Figure 4 – Representative micrographics of fractured surfaces (fractographic examination) of all groups after biaxial flexure strength test: A) F; B) L; C) LLFF; D) FLL; E) YLFF; F) YLLF). The red arrows indicate the fracture origins initiated at the tension region. The yellow arrows indicate the crack propagation direction into the ceramic layers and the white arrows indicate fracture propagation.

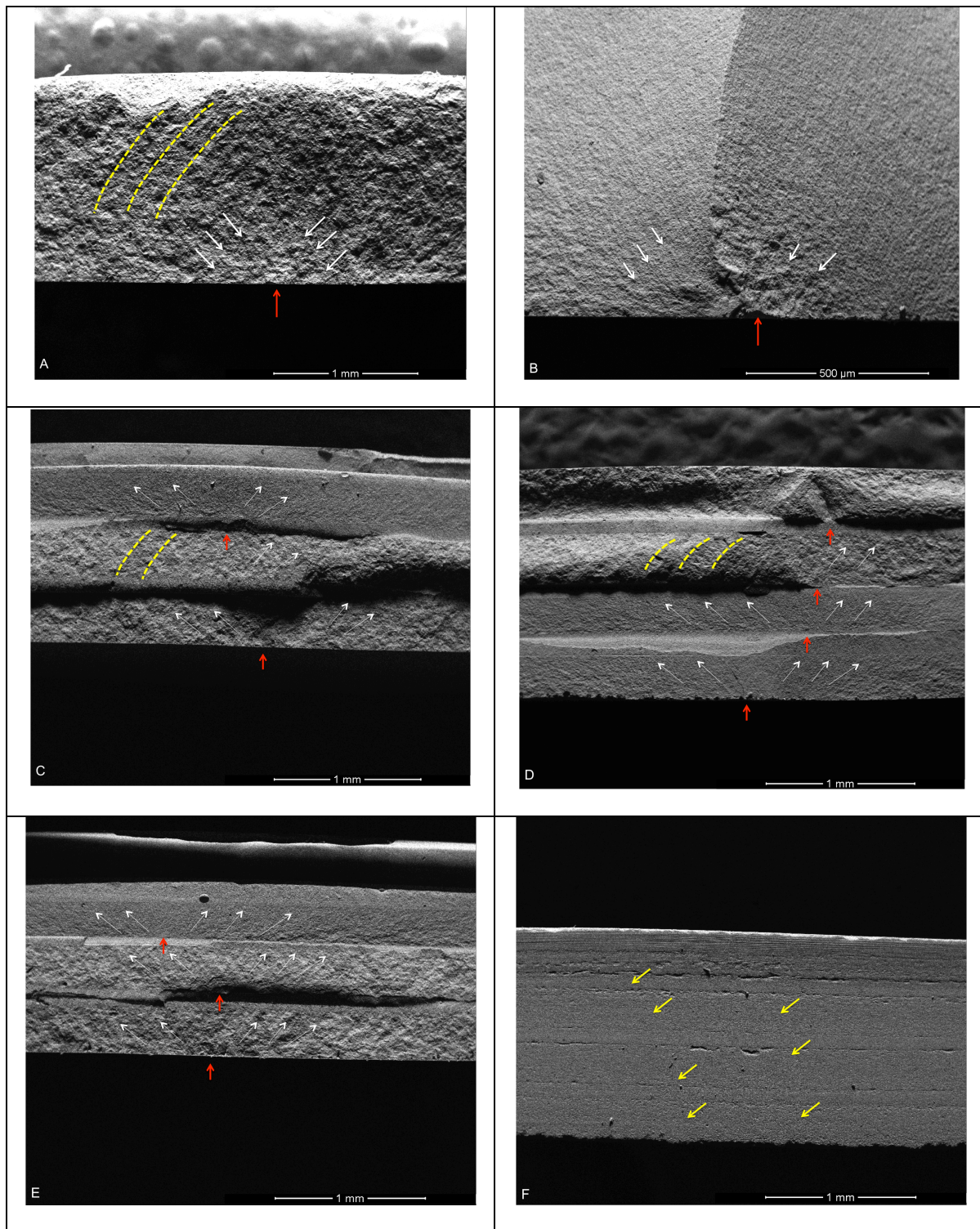


Figure 5 – Representative micrographics of fractured surfaces (fractographic examination) of all groups after fatigue test: A) F; B) L; C) LLFF; D) FFLL; E) YLFF; F) YLLF). The red arrows indicate the fracture origins initiated at the tension region. The yellow arrows indicate the crack propagation direction into the ceramic layers. The white arrows indicate the crack propagation and the dashed lines indicate the Wallner line arc.

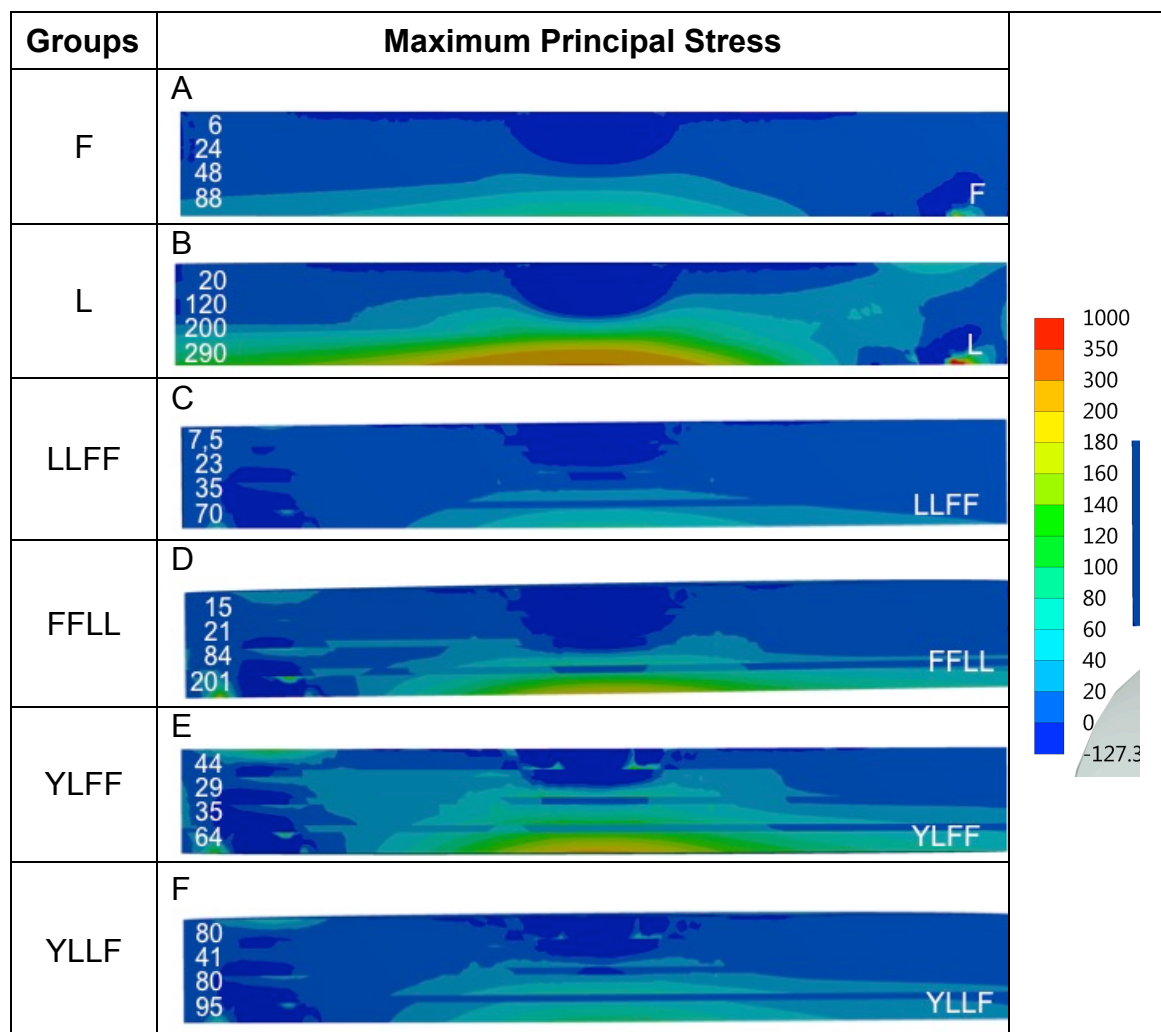


Figure 6 – Maximum principal stress distributions in the dental multilayer structures. Applied load: A) 177 N; B) 650 N; C) 147 N; D) 330 N; E) 150 N; F) 235 N. The MPS generated in each ceramic in the layers was below the predicted flexural strength of the materials [27].

References

- [1] Kelly JR, Nishimura I, Campbell SD. Ceramics in dentistry: historical roots and current perspectives. *J Prosthet Dent* 1996;75(1):18-32.
- [2] Wang X, Fan D, Swain MV, Zhao K. A systematic review of all-ceramic crowns: clinical fracture rates in relation to restored tooth type. *Int J Prosthodont* 2012;25(5):441-50.
- [3] Della Bona A, Kelly JR. The clinical success of all-ceramic restorations. *J Am Dent Assoc* 2008;139:8S-13S.
- [4] Zimmer S, Göhlich O, Rüttermann S, Lang H, Raab WH, Barthel CR. Long-term survival of Cerec restorations: a 10-year study. *Oper Dent* 2008;33(5):484-7.

- [5] Sailer I, Makarov NA, Thoma DS, Zwahlen M, Pjetursson BE. All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part I: Single crowns (SCs). *Dent Mater* 2015;3(6):603-23.
- [6] Ioannidis A, Bindl A. Clinical prospective evaluation of zirconia-based three-unit posterior fixed dental prostheses: up to ten year results. *J Dent* 2016;47:80-5.
- [7] Kelly JR, Giordano R, Pober R, Cima MJ. Fracture surface analysis of dental ceramics: clinically failed restorations. *Int J Prosthodont*. 1990 Sep-Oct;3(5):430-40.
- [8] Pjetursson BE, Sailer I, Makarov NA, Zwahlen M, Thoma DS. All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part II: Multiple-unit FDPs. *Dent Mater* 2015;31(6):624-39.
- [9] Rizkalla AS, Jones DW. Mechanical properties of commercial high strength ceramic core materials. *Dent Mater* 2004;20(2):207-12.
- [10] Morena R, Lockwood PE, Fairhurst CW. Fracture toughness of commercial dental porcelains. *Dent Mater* 1986;2(2):58-62.
- [11] Huang M, Rahbar N, Wang R, Thompson V, Rekow D, Soboyejo WO. Bioinspired design of dental multilayers. *J Mater Sci Eng A* 2007;464:315-20.
- [12] Niu X, Yang Y, Soboyejo W. Contact deformation and cracking of zirconia/cement/foundation dental multilayers. *J Mater Sci Eng A* 2008;485(1-2):517-23.
- [13] Niu X, Rahbar N, Farias S, Soboyejo W. Bio-inspired design of dental multilayers: experiments and model. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2009;2(6):596-602.
- [14] Du J, Niu X, Soboyejo W. Creep-assisted slow crack growth in bio-inspired dental multilayers. *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials* 2015;46:41-8.
- [15] Bajaj D, Arola D. Role of prism decussation on fatigue crack growth and fracture of human enamel. *Acta Biomater* 2009;5(8):3045–56.
- [16] Zhang YR, Du W, Zhou XD, Yu HY. Review of research on the mechanical properties of the human tooth. *Int J Oral Sci* 2014;6(2):61-9.
- [17] Madfa AA, Yue X-G. Dental prostheses mimic the natural enamel behavior under functional loading: A review article. *Jpn Dent Sci Rev* 2016;52(1):2-13.

- [18] Deng Y, Miranda P, Pajares A, Guiberteau F, Lawn BR. Fracture of ceramic/ceramic/polymer trilayers for biomechanical applications. *J Biomed Mater Res A* 2003;67(3):828-33.
- [19] Lawn BR, Deng Y, Lloyd IK, Janal MN, Rekow ED, Thompson VP. Materials design of ceramic-based layer structures for crowns. *J Dent Res* 2002;81(6):433-8.
- [20] Rahbar N, Soboyejo WO. Design of functionally graded dental multilayers. *Fatigue Fract Engng Mater Struct* 2011;34:887-97.
- [21] Lin CP, Douglas WH, Erlandsen SL. Scanning electron microscopy of type I collagen at the dentin-enamel junction of human teeth. *J Histochem Cytochem* 1993;41(3):381-8.
- [22] Borba M, Araújo MD, Lima E, Yoshimura HN, Cesar PF, Griggs JA, Della Bona A. Flexural strength and failure modes of layered ceramic structures. *Dent Mater* 2011;27(12):1259-66.
- [23] Belli R, Wendler M, de Ligny D, Cicconi MR, Petschelt A, Peterlik H, Lohbauer U. Chairside CAD/CAM materials. Part 1: Measurement of elastic constants and microstructural characterization. *Dent Mater* 2017;33(1):84-98.
- [24] Costa AK, Borges AL, Fleming GJ, Addison O. The strength of sintered and adhesively bonded zirconia/veneer-ceramic bilayers. *J Dent* 2014;42(10):1269-76.
- [25] Schmitter M, Schweiger M, Mueller D, Rues S. Effect on in vitro fracture resistance of the technique used to attach lithium disilicate ceramic veneer to zirconia frameworks. *Dent Mater* 2014;30(2):122-30.
- [26] Collins JA. Failure of materials in mechanical design: analysis, prediction, prevention. 2nd ed. New York: John Wiley Sons; 1993.
- [27] Zhang Y, Kelly JR. Dental ceramics for restoration and metal veneering. *Dent Clin North Am* 2017;61(4):797-819.
- [28] Huang CW, Hsueh CH. Piston-on-three-ball versus piston-on-ring in evaluating the biaxial strength of dental ceramics. *Dent Mater* 2011;27(6):e117-23.
- [29] Della Bona A, Anusavice KJ, DeHoff PH. Weibull analysis and flexural strength of hot-pressed core and veneered ceramic structures. *Dent Mater* 2003;19(7):662-9.
- [30] Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater* 2004a;20(5):449-56.

- [31] Basso GR, Moraes RR, Borba M, Griggs JA, Della Bona A. Flexural strength and reliability of monolithic and trilayer ceramic structures obtained by the CAD-on technique. *Dent Mater* 2015;31(12):1453-9.
- [32] Arola D. Fatigue testing of biomaterials and their interfaces. *Dent Mater* 2017;33(4):367-381.
- [33] Wiskott HW, Nicholls JI and Belser UC. Stress fatigue: basic principles and prosthodontic implications. *Int J Prosthodont* 1995;8(2):105-16.
- [34] 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;32(7):870-8.
- [35] Benetti P, Kelly JR, Sanchez M, Della Bona A. Influence of thermal gradients on stress state of veneered restorations. *Dent Mater* 2014;30(5):554-63.
- [36] Lee JJW, Lloyd IK, Chai H, Jung YG, Lawn BR. Arrest, deflection, penetration and reinitiation of cracks in brittle layers across adhesive interlayers. *Acta Materialia* 2007 55(17):5859-66.
- [37] Niu X, Soboyejo WO. Effects of loading rate on the deformation and cracking of dental multilayers: Experiments and models. *J Mater Res* 2006;21(4):970-5.
- [38] Thompson GA. Influence of relative layer height and testing method on the failure mode and origin in a bilayered dental ceramic composite. *Dent Mater* 2000;16(4):235-43.
- [39] Guazzato M, Proos K, Quach L, Swain MV. Strength, reliability and mode of fracture of bilayered porcelain/zirconia (Y-TZP) dental ceramics. *Biomaterials* 2004;25(20):5045-52.
- [40] May LG, Kelly JR, Bottino MA, Hill T. Influence of the resin cement thickness on the fatigue failure loads of CAD/CAM feldspathic crowns. *Dent Mater* 2015;31(8):895-900.
- [41] Kurtoglu C, Uysal H, Mamedov A. Influence of layer thickness on stress distribution in ceramic-cement-dentin multilayer systems. *Dent Mater J* 2008;27(4):626-32.
- [42] Volpato CA, Monteiro S Jr, de Andrada MC, Fredel MC, Petter CO. Optical influence of the type of illuminant, substrates and thickness of ceramic materials. *Dent Mater* 2009;25(1):87-93.

- [43] Benetti P, Pelogia F, Valandro LF, Bottino MA, Bona AD. The effect of porcelain thickness and surface liner application on the fracture behavior of a ceramic system. *Dent Mater* 2011;27(9):948-53.
- [44] Wang F, Takahashi H, Iwasaki N. Translucency of dental ceramics with different thicknesses. *J Prosthet Dent* 2013;110(1):14-20.
- [45] Abreu RA, Pereira MD, Furtado F, Prado GP, Mestriner W Jr, Ferreira LM. Masticatory efficiency and bite force in individuals with normal occlusion. *Arch Oral Biol* 2014;59(10):1065-74.
- [46] Paphangkorakit J, Osborn JW. The effect of pressure on a maximum incisal bite force in man. *Arch Oral Biol* 1997;42(1):11-7.
- [47] Van Eijden TM. Three-dimensional analyses of human bite-force magnitude and moment.. *Arch Oral Biol* 1991;36(7):535-9.
- [48] Gibbs CH, Mahan PE, Lundeen HC, Brehnan K, Walsh EK, Holbrook WB. Occlusal forces during chewing and swallowing as measured by sound transmission. *J Prosthet Dent* 1981;46(4):443-9.
- [49] Kanat B, Cömlekoğlu EM, Dündar-Çömlekoğlu M, Hakan Sen B, Ozcan M, Ali Güngör M. Effect of various veneering techniques on mechanical strength of computer-controlled zirconia framework designs. *J Prosthodont* 2014;23(6):445-55.
- [50] Alessandretti R, Borba M, Benetti P, Corazza PH, Ribeiro R, Della Bona A. Reliability and mode of failure of bonded monolithic and multilayer ceramics. *Dent Mater* 2017;33(2):191-7.

3 CONSIDERAÇÕES GERAIS

Com o objetivo de melhorar o comportamento biomecânico de restaurações cerâmicas e mudar os padrões de fratura do material, várias metodologias que levam em consideração restaurações multicamadas tem sido descritas (Lee et al., 2007; Costa et al., 2015; Alessandretti et al., 2017). De modo análogo, o modelo teórico experimental do presente estudo, através da metodologia de elementos finitos utilizando uma restauração em multicamadas, demonstrou melhor distribuição de tensão de tração em modelo bioinspirado, considerando-se a gradação do módulo elástico da região mais externa da coroa para a região mais interna. Desta forma, a simulação de uma arquitetura graduada foi efetiva em melhorar o comportamento biomecânico da restauração.

Contrariamente, o modelo experimental em disco não apresentou o mesmo comportamento. De modo geral, as configurações em monocamadas apresentaram melhores desempenhos, necessitando um valor de carga para a fratura maior do que os modelos multicamadas, tanto no teste monotônico quanto em fadiga. Portanto, o valor de carga para a fratura foi dependente do formato do espécime estudado. O emprego de geometrias planas, como discos, permite a comparação entre os materiais, mas diversos fatores dependentes da geometria podem atuar modificando o padrão de tensão gerado ou as falhas ocorridas em estruturas mais complexas (Hooi et al., 2014). De acordo com Hooi et al. (2014), em ensaio de flexão biaxial é encontrado um valor de carga para a fratura maior para espécimes curvos do que para espécimes planos.

Além disso, no estudo experimental, ao se observar os resultados obtidos fica evidente o melhor desempenho da estrutura monolítica da cerâmica de dissilicato de lítio, tanto no ensaio monotônico, quanto na fadiga. A composição do material cerâmico, aliado à espessura da camada foi determinante para o comportamento obtido para os grupos em multicamadas. Cerâmicas vítreas, com maior quantidade de material amorfo, posicionada em região de tração e espessura fina, como a de 0,3 mm utilizada, proporcionou a propagação da trinca com mais rapidez, enquanto em cerâmicas reforçadas por cristais, estes atuaram como reforço levando a trinca a se defletir por entre os cristais (Santos et al., 2015). Somado a

isto, a cerâmica feldspática é menos susceptível ao crescimento lento de trinca do que a cerâmica de dissilicato de lítio (Ramos et al., 2016), razão pela qual foi obtido melhor desempenho para o grupo monolítico de cerâmica feldspática em relação às configurações multicamadas, especialmente no teste de fadiga.

A interface adesiva também representou um fator a ser considerado, uma vez que a resistência de união entre cimento e cerâmica está relacionada à resistência à fratura das restaurações (May et al., 2012). Apesar de não ter ocorrido delaminações, a diferença entre o módulo elástico do cimento e dos materiais cerâmicos influenciou na resistência final das configurações cerâmicas em multicamadas.

Portanto, apesar do conceito de multicamadas melhorar o desempenho de restaurações cerâmicas num modelo teórico, experimentalmente, este conceito precisa ser aprimorado, no sentido de anular ou minimizar a diferença de módulo elástico entre as camadas cerâmicas, através da utilização de um material que possibilite a constituição de uma estrutura homogênea.

REFERÊNCIAS*

- Alessandretti R, Borba M, Benetti P, Corazza PH, Ribeiro R, Della Bona A. Reliability and mode of failure of bonded monolithic and multilayer ceramics. *Dent Mater.* 2017;33(2):191-197. doi: 10.1016/j.dental.2016.11.014.
- Arola D. *Dent Mater.* 2017 Abr;33(4):367-381. doi: 10.1016/j.dental.2017.01.012.
- Bajaj D, Arola D. Role of prism decussation on fatigue crack growth and fracture of human enamel. *Acta Biomater.* 2009;5:3045–3056. doi: 10.1016/j.actbio.2009.04.013.
- Ban S, Anusavice KJ. Influence of test method on failure stress of brittle dental materials. *J Dent Res.* 1990;69(12):1791-9.
- Bona AD, Anusavice KJ, DeHoff PH. Weibull analysis and flexural strength of hot-pressed core and veneered ceramic structures. *Dent Mater.* 2003;19(7):662-9.
- Costa AK, Borges AL, Fleming GJ, Addison O. The strength of sintered and adhesively bonded zirconia/veneer-ceramic bilayers. *J Dent.* 2014 Oct;42(10):1269-76. doi: 10.1016/j.jdent.2014.08.001.
- Costa AK, Kelly RD, Fleming GJ, Borges AL, Addison O. Laminated ceramics with elastic interfaces: a mechanical advantage? *J Dent.* 2015;43(3):335-41. doi: 10.1016/j.jdent.2014.12.012.
- Danzer R, Lube T, Morrell R, Supancic P. Mechanical properties of ceramics. In: Shigeyuki Somiya editor. *Handbook of advanced ceramics: materials, applications, processing, and properties.* Massachusetts: Academic Press; 2013. p. 609-32.
- Du J, Niu X, Soboyejo W. Creep-assisted slow crack growth in bio-inspired dental multilayers. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2015 Jun;46:41-8. doi: 10.1016/j.jmbbm.2015.01.019.
- Hooi P, Addison O, Fleming GJ. Strength determination of brittle materials as curved monolithic structures. *J Dent Res.* 2014 Abr;93(4):412-6. doi: 10.1177/0022034514523621.
- Huang M, Rahbar N, Wang R, Thompson V, Rekow D, Soboyejo WO. Bioinspired design of dental multilayers. *J Mater Sci Eng A.* 2007;464(1–2):315-20.
- Kelly JR, Nishimura I, Campbell SD. Ceramics in dentistry: historical roots and current perspectives. *J Prosthet Dent.* 1996;75(1):18-32.
- Lee JJW, Lloyd IK, Chai H, Jung YG, Lawn BR. Arrest, deflection, penetration and reinitiation of cracks in brittle layers across adhesive interlayers. *Acta Materialia.* 2007;55(17): 5859-66. doi: 10.1016/j.actamat.2007.06.038

* 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

Li RW, Chow TW, Matinlinna JP. Ceramic dental biomaterials and CAD/CAM technology: state of the art. *J Prosthodont Res*. 2014 Oct;58(4):208-16. doi: 10.1016/j.jpor.2014.07.003.

Lin CP, Douglas WH, Erlandsen SL. Scanning electron microscopy of type I collagen at the dentin-enamel junction of human teeth. *J Histochem Cytochem*. 1993 Mar;41(3):381-8.

Madfa AA, Yue X-G. Dental prostheses mimic the natural enamel behavior under functional loading: A review article. *Jpn Dent Sci Rev*. 2016 Feb;52(1):2-13. doi: 10.1016/j.jdsr.2015.07.001.

May LG, Kelly JR, Bottino MA, Hill T. Effects of cement thickness and bonding on the failure loads of CAD/CAM ceramic crowns: multi-physics FEA modeling and monotonic testing. *Dent Mater*. 2012 Aug;28(8):e99-109. doi: 10.1016/j.dental.2012.04.033.

Mecholsky JJ. Fracture mechanics principles. *Dent Mater*. 1995 Mar;11(2):111-2.

Morena R, Lockwood PE, Fairhurst CW. Fracture toughness of commercial dental porcelains. *Dent Mater*. 1986;2(2):58-62.

Niu X, Rahbar N, Farias S, Soboyejo W. Bio-inspired design of dental multilayers: experiments and model. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2009 Dec;2(6):596-602. doi:10.1016/j.jmbbm.2008.10.009.

Niu X, Yang Y, Soboyejo W. Contact deformation and cracking of zirconia/cement/foundation dental multilayers. *J Mater Sci Eng A*. 2008;485(1-2):517-23. doi: 10.1016/j.msea.2007.09.014.

Rahbar N, Soboyejo WO. Design of functionally graded dental multilayers. *Fatigue Fract Engng Mater Struct*. 2011;34:887-97. doi: 10.1111/j.1460-2695.2011.01581.x.

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 Jul;32(7):870-8. doi: 10.1016/j.dental.2016.03.018.

Rizkalla AS, Jones DW. Mechanical properties of commercial high strength ceramic core materials. *Dent Mater*. 2004;20(2):207-12.

Santos MJ, Costa MD, Rubo JH, Pegoraro LF, Santos GC Jr. Current all-ceramic systems in dentistry: a review. *Compend Contin Educ Dent*. 2015 Jan;36(1):31-7; quiz 38, 40.

Wang X, Fan D, Swain MV, Zhao K. A systematic review of all-ceramic crowns: clinical fracture rates in relation to restored tooth type. *Int J Prosthodont*. 2012 Set-Out;25(5):441-50.

Zhang Y, Chai H, Lawn BR. Graded structures for all-ceramic restorations. *J Dent Res*. 2010 Apr;89(4):417-21. doi: 10.1177/0022034510363245.

Zhang Y, Kim JW. Graded structures for damage resistant and aesthetic all-ceramic restorations. *Dent Mater*. 2009 Jun;25(6):781-90. doi: 10.1016/j.dental.2009.01.002.

Zhang YR, Du W, Zhou XD, Yu HY. Review of research on the mechanical properties of the human tooth. *Int J Oral Sci*. 2014 Jun;6(2):61-9.

APÊNDICE A – Detalhamento da metodologia do artigo: Comportamento mecânico de restaurações cerâmicas multicamadas bioinspiradas / *Mechanical behavior of bioinspired multilayer restorations.*

MATERIAL E MÉTODOS

Duas configurações de um primeiro molar superior foram modeladas no software CAD (Design assistido por computador) Rhinoceros 5.0 (McNeel North America, Seattle, WA, EUA), sendo uma monolítica, com espessura de 1,5 mm, e outra em multicamadas, composta por 3 camadas cerâmicas de 0,4 mm, interpostas por camada de cimento de 0,15 mm entre elas, totalizando 1,5 mm de espessura.

Os modelos foram exportados no formato STEP para o software CAE (Engenharia assistida por computador) Ansys v. 16.0 (v. 17.2, Houston, TX, EUA), e submetidos a um modelo experimental de análise estrutural mecânica (Figura 1a-b). A malha foi composta por estrutura tetraédrica, com 360.864 elementos e 205.503 nós para o modelo de coroa monolítica. As coroas multicamadas foram compostas por 641.214 elementos e 352.032 nós (Figura 1c-d). Os sólidos foram considerados isotrópicos, elástico lineares e homogêneos; as interfaces entre as camadas foram consideradas ideais, com união perfeita. As propriedades mecânicas de cada material utilizado no estudo foram baseadas na literatura (Tabela 1).

Foram criados 8 grupos diferentes de acordo com a disposição mostrada na tabela 2. A tensão máxima principal (TMP) foi calculada para uma carga de 150 N aplicada em três áreas de contato na fossa central, normal à superfície, e as fixações foram na base do preparo (Figura 2). O valor da TMP de cada camada foi calculada na região de tensão e comparada qualitativamente entre as camadas do grupo e entre os demais grupos.

Tabela 1 – Valores do módulo elástico (E) e coeficiente de Poisson.

Material	E	Coeficiente de Poisson	Referências
G10	14.9	0.31	Yi; Kelly, 2008
Dissilicato de lítio	95	0.25	Belli et al., 2014
Cerâmica feldspática	64	0.25	Yi; Kelly, 2008
Zircônia	208	0.31	Corazza et al., 2013
Cimento resinoso	3	0.35	Costa et al., 2014

Fonte: Elaborado pelo autor.

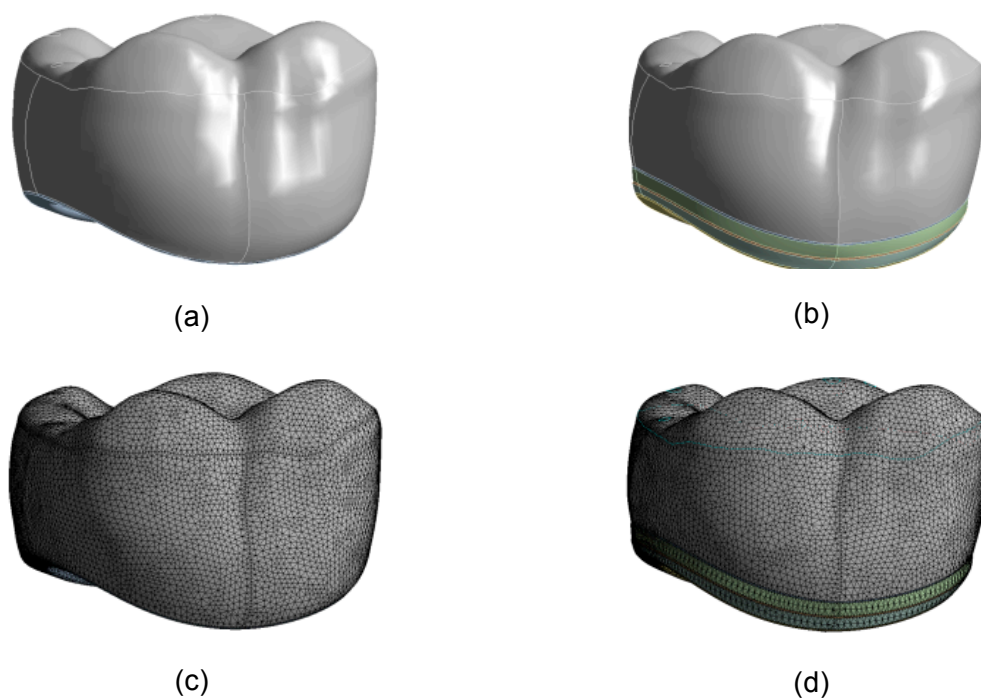
Tabela 2 – Distribuição dos grupos de acordo com o arranjo das camadas cerâmicas.

Groups	Disposition	External layer	Intermediate layer	Internal layer
F	Monolithic	-	-	-
D				
Y				
YLF (bioinspirado)	Multilayer	Y	L	F
FLY		F	L	Y
FFY		F	F	Y
LLY		L	L	Y
LFY		L	F	Y

Legenda: F: cerâmica feldspática; L: dissilicato de lítio; Y: zircônia Y-TZP.

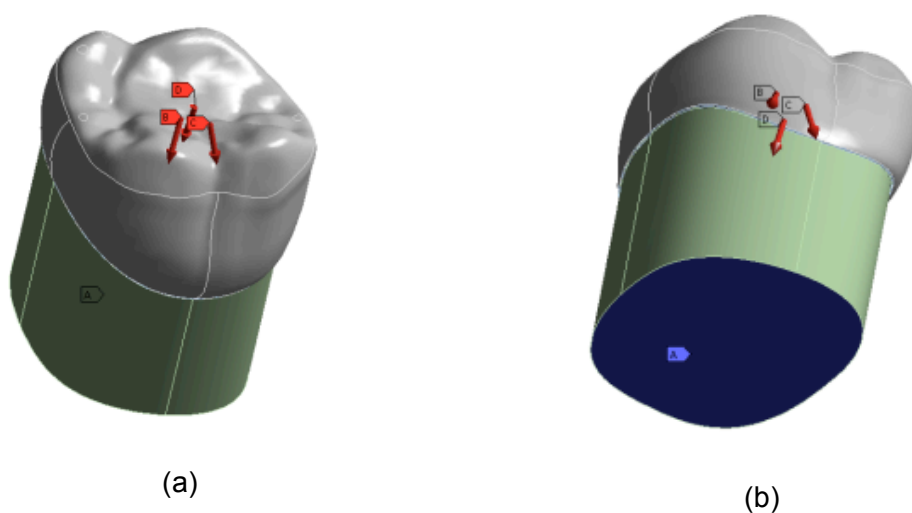
Fonte: elaborado pelo autor.

Figura 1 – Imagem ilustrativa da sequência de modelamento.



Legenda: Modelagem (a) estrutura monolítica; (b) arranjo em multicamadas. Imagem das malhas em disposição tetraédrica para as coroas (c) monolíticas e (d) multicamadas.
 Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 2 – Carregamentos e fixações do modelo experimental



Legenda: Vetor de força aplicado na área de tripoidismo da fossa central na análise estática e fixação ocorrendo abaixo da base da estrutura.
 Fonte: Elaborado pelo autor.

APÊNDICE B – Detalhamento da metodologia do artigo: Resistência, confiabilidade e vida útil de restaurações cerâmicas multicamadas / *Strength, reliability and useful life of multilayer ceramic restorations*

1 MATERIAL E MÉTODOS

1.1 Material

Os materiais a serem utilizados neste estudo estão apresentados no quadro 1.

Quadro 1 – Nome comercial, tipo de material, sigla e lote comercial

Sigla	Nome comercial	Tipo de material	Lote
Y	Vita In-Ceram YZ (VITA – Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha)	Cerâmica a base de Zircônia	48000
L	IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)	Cerâmica a base de Dissilicato de lítio	U33870
F	Vitablocs Mark II (VITA – Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha)	Cerâmica Feldspática	35020
-	Multilink N (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)	Cimento resinoso de ativação química	U26911
-	Condicionador de Porcelanas (Dentsply, Rio de Janeiro, Brasil)	Ácido fluorídrico 10%	124311H
-	Monobond N (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)	Agente de união (silano)	U29879
-	Multilink N Primer A (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)	Solução aquosa de iniciadores	U12051 U33826
-	Multilink N Primer B (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)	Solução aquosa de iniciadores	U09377 U26409

Fonte: Elaborado pelo autor.

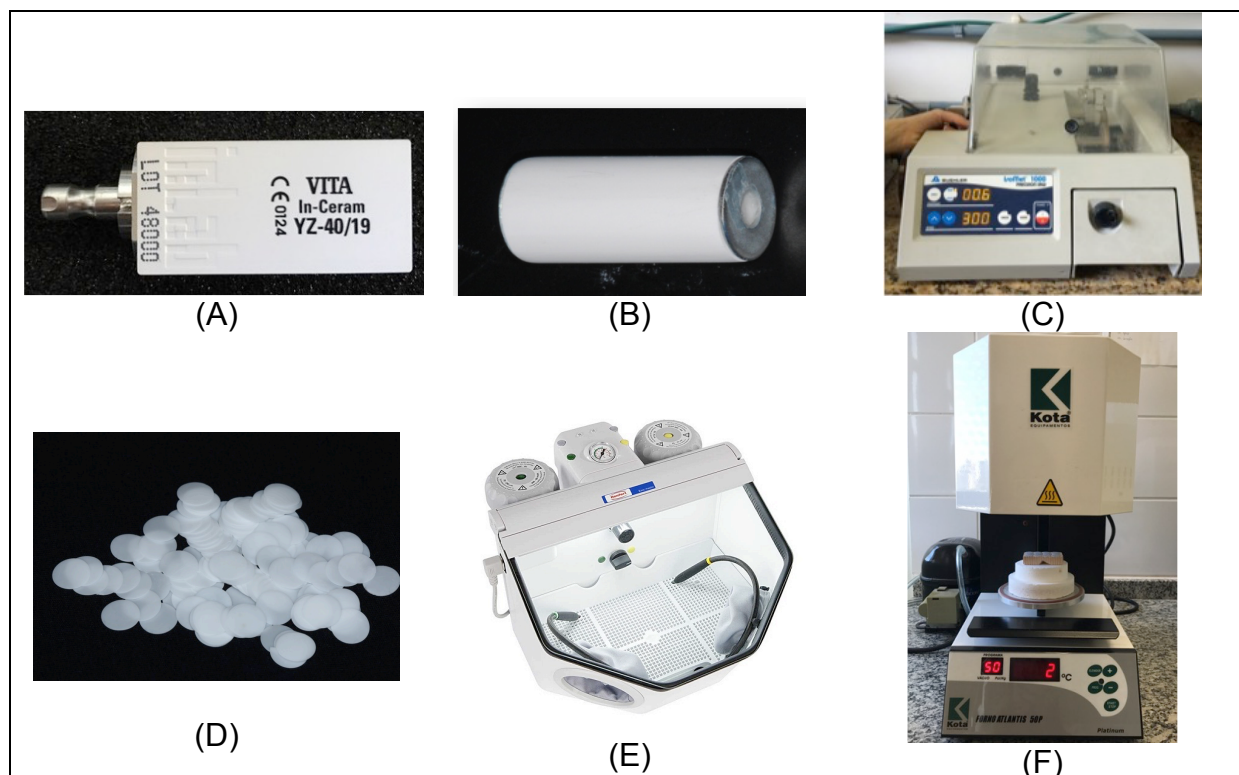
1.2 Método

1.2.1 Confeção dos discos de zircônia

Blocos de zircônia Vita in-Ceram YZ (39 mm x 19 mm x 15,5 mm, Vita Zahnfabrik, Alemanha) foram regularizados em politriz, com lixa de carbetto de silício de granulação P800 e irrigação com água, até se obter uma forma cilíndrica de 15 mm de diâmetro. Os cilindros foram fixados numa base metálica através de adesivo cianoacrilato (SuperBonder, Loctite, Henkel, Brasil), para serem seccionados de forma perpendicular utilizando uma cortadora de precisão (Isomet 1000, Buehler, Illinois, EUA), sob irrigação constante. Em seguida os discos foram polidos manualmente nas duas superfícies utilizando lixas de granulação P800 e P1000 e água para se obter uma espessura final de pre-sinterização de $0,38 \text{ mm} \pm 0,02 \text{ mm}$. Os discos foram sinterizados em forno Vita Zircomat 6000 MS (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha), seguindo as especificações do fabricante (temperatura inicial de $400 \text{ }^\circ\text{C}$; tempo de subida de 1.5 h, temperatura final de $1530 \text{ }^\circ\text{C}$, com tempo de espera de 2 h; descida até atingir $400 \text{ }^\circ\text{C}$), obtendo-se diâmetro final de 12 mm e espessura de $0,3 \text{ mm} \pm 0,05 \text{ mm}$ ($n=80$), aferidos com paquímetro digital de precisão $10 \text{ } \mu\text{m}$ (Mitutoyo Corporation, Tokyo, Japão). Os discos foram submetidos à limpeza em cuba ultrassônica com álcool isopropílico durante 380 segundos e armazenados em ambiente seco.

As superfícies dos discos Y-TZP a serem cimentadas foram jateadas com partículas de óxido de alumínio de granulação de $50 \text{ } \mu\text{m}$, sob pressão de 2,5 bar a 10 mm de distância em angulação de 90° , durante 10 segundos, segundo orientações do fabricante. Os discos foram lavados em cuba ultrassônica com água destilada durante 380 segundos, secos e armazenados em ambiente seco. Por último, foi feito o relaxamento de tensões nos discos, os quais foram levados ao forno (Atlantis 50P-Platinum, Kota equipamentos, Brasil), seguindo a programação indicada pelo fabricante (temperatura inicial de $500 \text{ }^\circ\text{C}$, velocidade de aquecimento de $100 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$, temperatura final de $1000 \text{ }^\circ\text{C}$, tempo de espera de 15 minutos) (figura 1).

Figura 1 – Confeção dos discos em zircônia



Legenda: A) blocos cerâmicos; B) arredondamento dos blocos em forma cilíndrica; C) secção do cilindro em discos; D) discos obtidos após sinterização com espessura final de 0,3 mm ($\pm 0,03$ mm); E) jateadora para jateamento dos discos com óxido de alumínio (50 μ m); F) relaxamento de tensão nos discos.

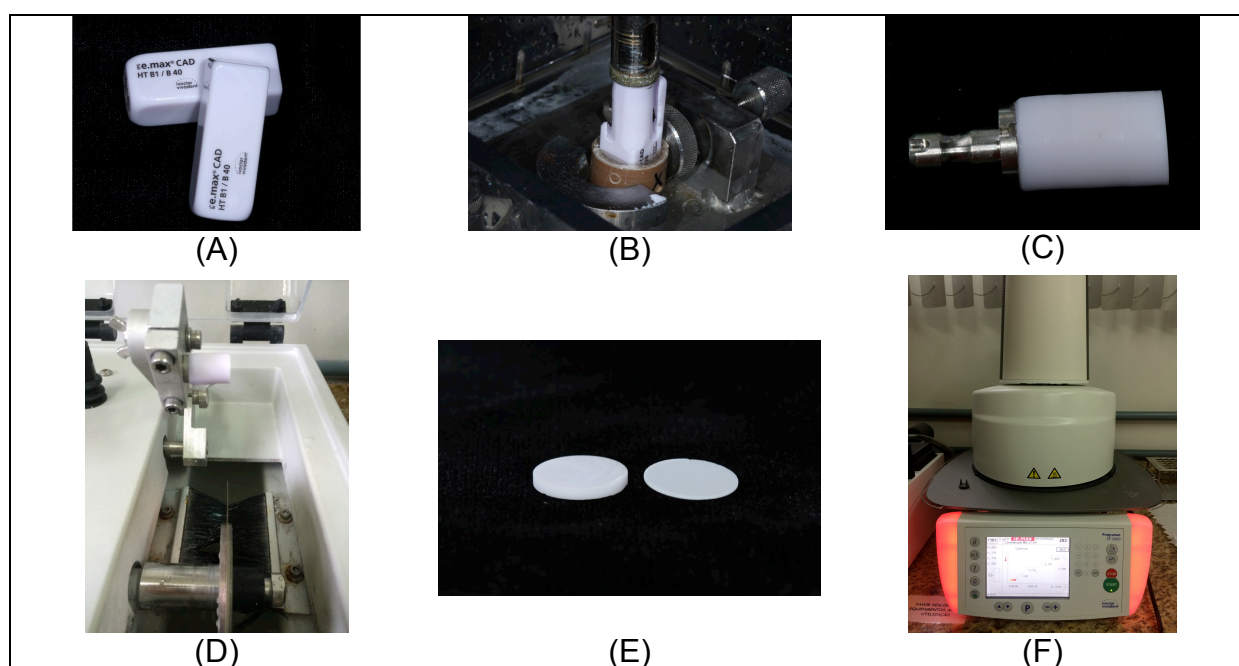
Fonte: Elaborada pelo autor.

1.2.2 Confeção dos discos em dissilicato de lítio

Blocos CAD/CAM de Dissilicato de lítio HT (e.max Cad, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) de dimensões 38 mm x 15,2 mm x 15,2 mm, foram usinados em cortadora de amostra circular, utilizando ponta diamantada tipo trefina com 13,3 mm de diâmetro interno para se obter uma forma cilíndrica (figura 2). Os cilindros foram fixados numa base metálica através de adesivo cianoacrilato (SuperBonder, Loctite, Henkel, Brasil), para serem seccionados de forma perpendicular utilizando uma cortadora de precisão (Isomet 1000, Buehler, Illinois, EUA), sob irrigação constante. Em seguida, os discos foram polidos em politriz utilizando lixas de carbetto de silício de granulação P400, P800 e P1200, irrigados com água. Foram

obtidos discos de espessura de $0,3 \text{ mm} \pm 0,05 \text{ mm}$ ($n=140$) e discos de $15 \text{ mm} \pm 0,05$ ($n=20$), medidos com paquímetro digital de precisão $10 \text{ }\mu\text{m}$ (Mitutoyo Corporation, Tokyo, Japão). Os discos foram sinterizados em forno Programat P500 (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), seguindo o ciclo de cristalização: temperatura inicial de $403 \text{ }^\circ\text{C}$, temperatura de subida de $90 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$, T1 de $820 \text{ }^\circ\text{C}$ mantidos por 10 minutos; nova temperatura de subida de $30 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ até T2 de $840 \text{ }^\circ\text{C}$ mantidos por 7 minutos (figura 2). Em seguida, os discos foram lavados em cuba ultrassônica com álcool isopropílico durante 380 segundos e armazenados em ambiente seco.

Figura 2 – Confeccção dos discos em dissilicato de lítio



Legenda: A) blocos cerâmicos; B). arredondamento dos blocos em cortadora de amostras circular; C) bloco em forma cilíndrica; D) secção do cilindro em discos; E) discos obtidos (1,5mm e 0,3mm); F) sinterização dos discos.

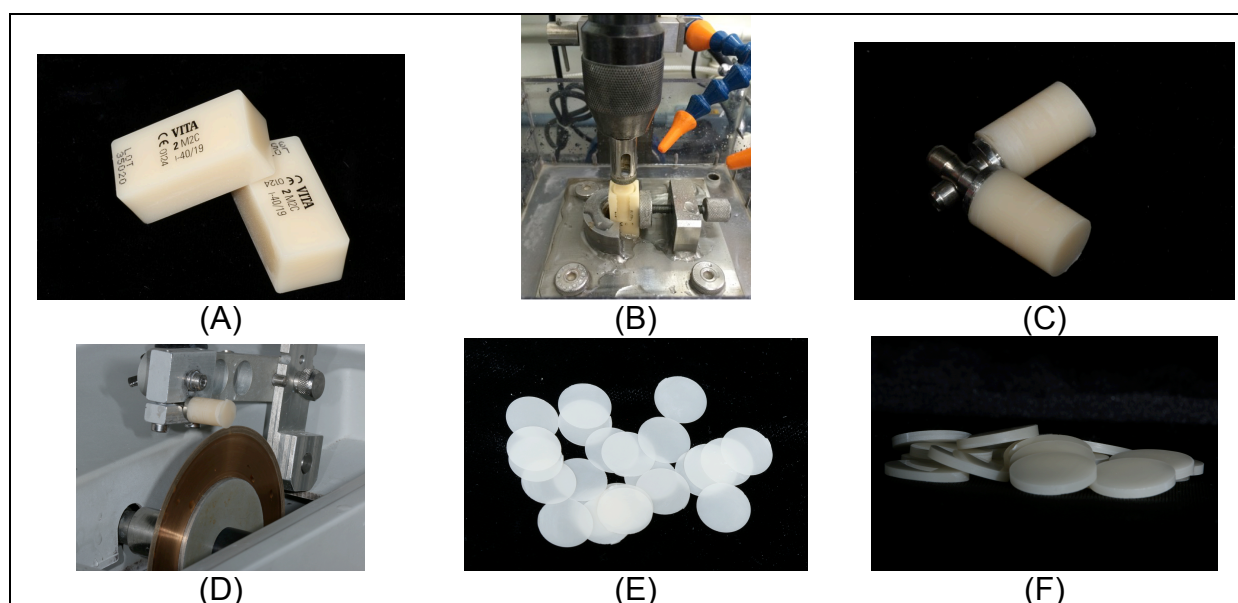
Fonte: Elaborada pelo autor.

1.2.3 Confeccção dos discos em cerâmica feldspática

Blocos de cerâmica feldspática Vitablocs Mark II (Vita Zahnfabrik, Bad

Säckingen, Alemanha), de dimensões 39 mm x 19 mm x 15,5 mm foram usinados em cortadora de amostra circular, utilizando ponta diamantada tipo trefina com 13.3 mm de diâmetro interno para se obter uma forma cilíndrica (figura 3). Os cilindros foram fixados numa base metálica através de adesivo cianoacrilato (SuperBonder, Loctite, Henkel, Brasil), para serem seccionados de forma perpendicular utilizando uma cortadora de precisão (Isomet 1000, Buehler, Illinois, EUA), sob irrigação constante. Em seguida os discos foram polidos em politriz nas duas superfícies utilizando lixas de carbeto de silício de granulação P800, P1000 e P1200, irrigados com água, para se obter discos de espessura final de 0,3 mm \pm 0,05 mm (n=180) e 15 mm (n=20), medidos com paquímetro digital de precisão 10 μ m (Mitutoyo Corporation, Tokyo, Japão) (figura 3). Os discos foram lavados em cuba ultrassônica com álcool isopropílico durante 380 segundos e armazenados em ambiente seco.

Figura 3 – Confeção dos discos em cerâmica feldspática



Legenda: A) blocos cerâmicos; B) arredondamento dos blocos em cortadora de amostras circular; C) blocos em forma cilíndrica; D) secção do cilindro em discos; E) discos obtidos (0,3 mm de espessura); F) discos obtidos (1,5 mm de espessura).

Fonte: Elaborada pelo autor.

1.2.4 Cimentação e disposição dos grupos

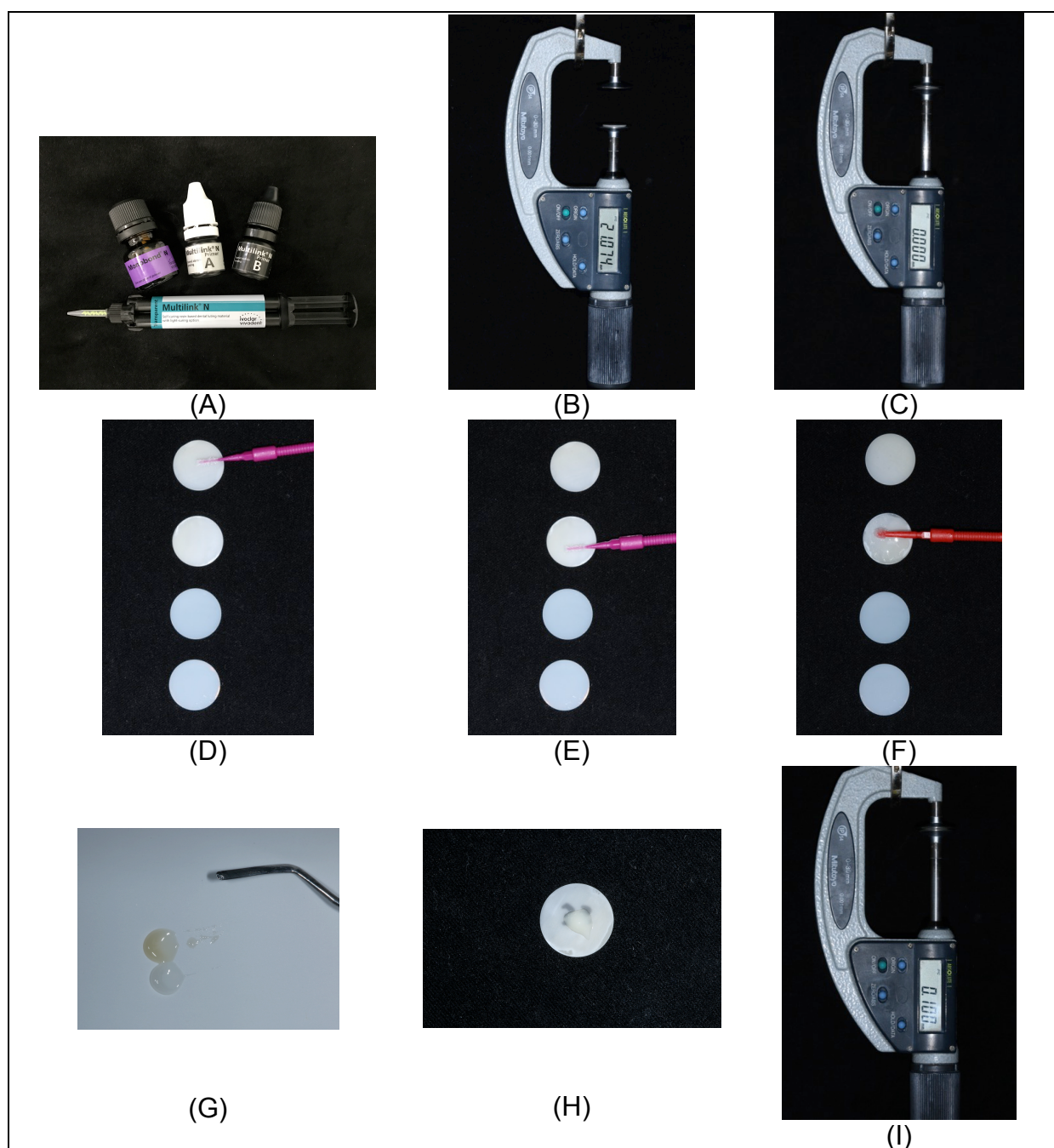
Vinte discos da cerâmica feldspática e 20 discos da cerâmica de dissilicato de lítio de 1,5 mm de espessura não receberam tratamento de superfície e foram alocados nos grupos M e LS, respectivamente.

As superfícies dos discos de cerâmica feldspática e dissilicato de lítio que receberam camada de cimento, foram previamente condicionadas com ácido fluorídrico 10% (Condicionador de Porcelana, Dentsply) durante 60 segundos e 20 segundos, respectivamente, lavadas com jato de água durante 20 segundos, lavadas em cuba ultrassônica por 60 segundos, e secas. Em seguida foi aplicado o agente de união silano (monobond N, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) deixado agir durante 60 segundos, e seco com jato de ar. Os discos de zircônia não receberam tratamento adicional. Todos os discos de 0,3 mm de espessura foram distribuídos aleatoriamente nos grupos de multicamadas.

Para a cimentação dos grupos, a padronização e controle da espessura da camada de cimento (0,1 mm) foi realizada através da utilização de um micrômetro digital (série 369, Mitutoyo, Tóquio, Japão), o qual apresenta duas extremidades metálicas planas (platôs) que servem como apoios para os discos cerâmicos. O micrômetro é composto por uma haste móvel e outra fixa. Na cimentação dos dois primeiros discos (correspondentes às camadas um e dois), os mesmos foram colocados justapostos no platô inferior do micrômetro (haste móvel), de modo que a camada um ficasse acima da camada dois, e a haste móvel foi aproximada e encostada na haste fixa, de modo a fixar os espécimes entre os platôs. Neste momento o micrômetro foi zerado. A haste móvel foi então afastada e os discos removidos. O disco inferior, correspondente à segunda camada do espécime recebeu na sua face superior a aplicação do primer A+B (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), através de fricção com microbrush durante 30 segundos, e o cimento resinoso de cura química (Multilink N, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foi dispensado na região central da superfície inferior do disco 1. Os mesmos foram centralizados na região central do micrômetro, o primeiro disco sobre o segundo, e novamente a haste foi aproximada até atingir o valor de 100 μm , de modo a permitir o escoamento do cimento, permanecendo desta forma durante 8 minutos. Os discos

seguintes foram cimentados seguindo a mesma metodologia até que um espécime com quatro camadas cerâmicas interpostas por cimento fosse obtido. Os excessos de cimento foram removidos após a cimentação através de discos de lixa abrasivos de granulação grossa (Diamond pro, FGM, Santa Catarina, Brasil), montados em contra ângulo operando em baixa rotação (30.000 rpm). Para a cimentação dos grupos em multicamadas, foi adotada a metodologia considerando a sequência da disposição das cerâmicas, acrescentando uma camada por vez (figura 4). Cada grupo foi composto por 20 espécimes, segundo a disposição apresentada na figura 5.

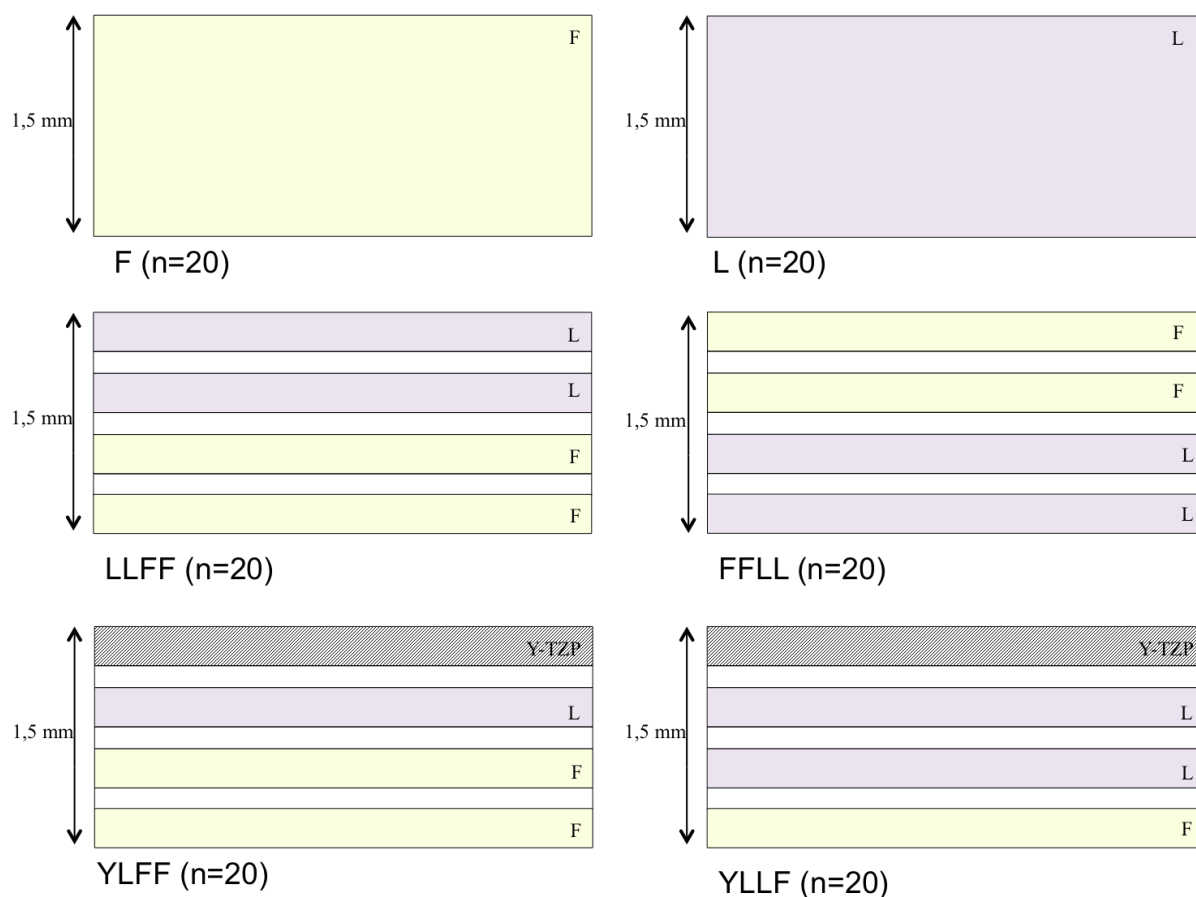
Figura 4 – Sequência ilustrativa da cimentação dos espécimes



Legenda: A) agente de união (silano), primer A e primer B; cimento resinoso Multilink N; B) micrômetro com os 2 discos superiores (camada 1 e camada 2) de um espécime, interpostos no platô inferior; C) micrômetro com os 2 discos superiores de um espécime posicionados com os platôs superiores e inferiores justapostos, com a espessura final mensurada em zero; D) Sequência dos discos de um espécime, com aplicação do agente de união na face inferior do disco referente à camada 1; E) aplicação do agente de união na face superior do disco referente à camada 2; F) aplicação do primer na face superior do disco da camada 2 do espécime; G) proporcionamento e manipulação do cimento; H) disposição do cimento na região central da face inferior do disco referente à camada 1; I) discos referentes às camadas 1 e 2 justapostos entre os platôs do micrômetro, e equipamento manipulado até a mensuração de 0.100 mm de espessura. Demais camadas (3 e 4) cimentadas seguindo a mesma sequência.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 5 – Disposição dos 6 grupos formados



Legenda: grupos monocamadas: F (n=20), cerâmica feldspática; L (n=20), cerâmica de dissilicato de lítio; com espessura de 1,5 mm. Grupos de multicamadas (LLFF, FFLL, YLFF e YLLF) com cada camada cerâmica de espessura de 0,3 mm, interpostas por camada de cimento resinoso de 0,1 mm de espessura, apresentando espessura final de 1,5 mm.

Fonte: Elaborada pelo autor.

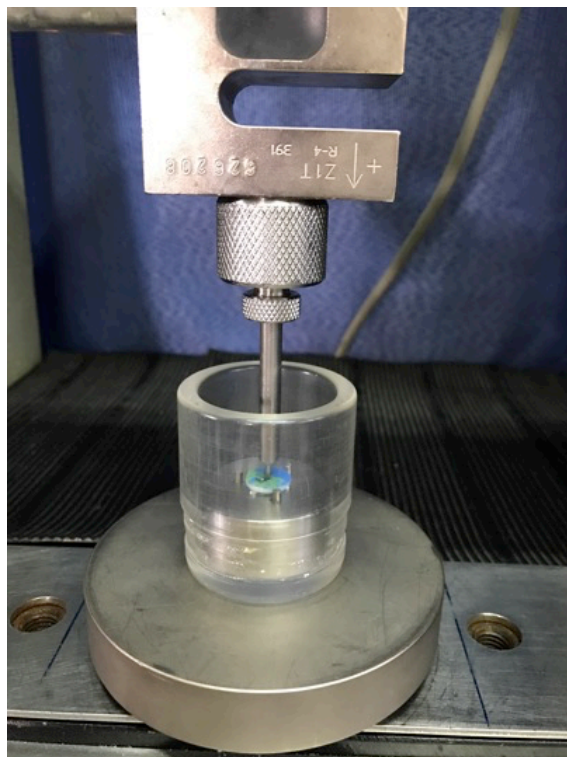
1.2.5 Teste de flexão biaxial

O teste de flexão biaxial, utilizado para medir a tensão requerida para iniciar a fratura, foi realizado em máquina de ensaio universal (Emic, DL1000, EMIC Equipamentos e Sistemas de Ensaio Ltda, São José dos Pinhais, Brasil). Os espécimes (n=10) foram centralizados com a parte inferior voltada para uma base circular metálica com três esferas de 3,2 mm de diâmetro cada, equidistantes 10 mm entre seus centros, formando um plano (ISO 6872-2008), de modo que a região

inferior do espécime ficasse sob influência da força de tração. Uma ponta aplicadora de carga plana de 1,6 mm de diâmetro foi acoplada na máquina e centralizada na região superior do espécime para aplicação de carga. Foi utilizada célula de carga de 10 kN e velocidade de 1 mm/min em temperatura ambiente de 23 ± 1 °C, até a ocorrência da fratura. Para a aplicação de carga, os espécimes foram recobertos com uma película de fita adesiva (Scotch blue, 3M, Brasil) no lado de compressão para evitar a dispersão de fragmentos (Quinn, 2007) e para promover melhor contato entre o pistão e o espécime, com distribuição mais uniforme das tensões (figura 6). A carga para a fratura e o número de fragmentos gerados foram mensurados.

Os valores gerados foram analisados estatisticamente por ANOVA 1 fator e comparações múltiplas de Tukey, com nível de significância de 95%.

Figura 6 – Teste de Flexão Biaxial



Legenda: espécime posicionado no dispositivo para flexão biaxial, com ponta aplicadora de carga na região central do disco.

Fonte: Elaborada pelo autor.

1.2.6 Análise de fratura

Após o teste de flexão biaxial, foi quantificado o número de fragmentos gerados e o número de trincas para cada grupo. A correlação entre o número de fragmentos e a carga aplicada foi realizada através da correlação de Pearson.

Com o objetivo de evidenciar a origem da fratura ou as marcas fractográficas nos fragmentos gerados durante o teste de flexão biaxial, foi realizada uma análise inicial utilizando o maior fragmento gerado em cada espécime. Para os espécimes onde ocorreram trincas, sem que houvesse fratura total, foi realizada a secção perpendicular à origem da fratura através de disco de diamante acoplado em cortadora de precisão (Isomet 1000, Buehler, Illinois, EUA), de modo a dividir o espécime em duas metades para serem avaliadas (figura 7). Os espécimes foram observados em estereomicroscópio binocular Zeiss (STEMI2000-C, Carl Zeiss do Brasil Ltda., Rio de Janeiro, Brasil) equipado com uma câmera digital colorida, com resolução de 4.1 megapixels, e fibra ótica que propicia melhor iluminação dos espécimes e facilita a obtenção de contraste na superfície fraturada.

Espécimes representativos de cada grupo foram selecionados e os fragmentos foram recobertos com ouro e analisados em microscópio eletrônico de varredura (MEV) (Inspect S50, Fei, Oregon, EUA) em alto vácuo operado em voltagem entre 5 e 20 kV. A superfície das fraturas foi analisada qualitativamente sob diferentes magnificações com o objetivo de localizar a região inicial da fratura e sua sequência.

Figura 7 – Secção dos espécimes não fraturados



Legenda: imagem representativa do seccionamento dos espécimes com disco de diamante acoplado em cortadora de precisão.

Fonte: Elaborada pelo autor.

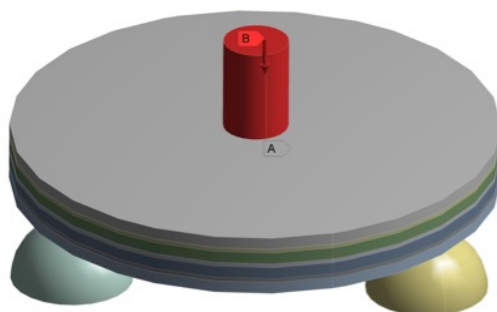
1.2.7 Análise pelo método dos elementos finitos

A análise através da metodologia de elementos finitos é capaz de simular a distribuição de tensão e prever os locais de concentração de tensão, os quais se caracterizam como os locais de maior probabilidade de falha numa estrutura ou material.

Nesse sentido, o ensaio de flexão biaxial foi simulado através de um modelo tridimensional gerado pelo programa Rinoceros 5.0 (McNeel North America, Seattle, WA, EUA) copiando o set up experimental para teste de flexão biaxial do tipo pistão com 3 apoios (*Piston-on-three-ball*) com dimensões seguindo a norma ISO 6872-2008 (figura 8). Um modelo de cada grupo foi exportado em formato STEP para o software CAE ANSYS (v. 17.2, Houston, TX, USA), para a realização de uma análise estática estrutural mecânica. Os materiais foram considerados como isotrópicos, lineares e homogêneos. As interfaces entre as camadas foram consideradas ideais com união perfeita, e a malha foi formada por elementos quadrangulares tetraédricos (figura 9). A tensão máxima principal foi calculada para cada camada do experimento.

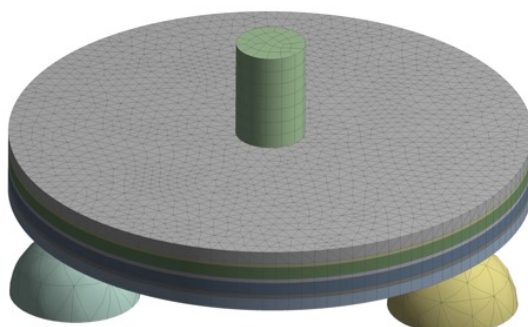
A análise que representa o ensaio de fratura foi realizada considerando-se duas propriedades do material: módulo de elasticidade (E) e coeficiente de Poisson (ν). Para a determinação destas propriedades, foram utilizados os dados da literatura, de acordo com o quadro 2.

Figura 8 – Carregamentos e fixações do modelo experimental em disco



Legenda: Carregamentos e fixações do modelo gerado.
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 9 – Geração de malhas nos modelos de discos



Legenda: Malha gerada.
Fonte: Elaborada pelo autor.

Quadro 2 – Módulo elástico e coeficiente de Poisson dos materiais utilizados na análise de elementos finitos

Material	Módulo de elasticidade (E) (GPa)	Coeficiente de Poisson (ν)	Referência
Vita In-Ceram YZ	209,3	0,32	Borba et al. (2011)
IPS e.max CAD	102,7	0,215	Belli et al. (2017)
Vitablocs Mark II	64	0,25	Costa et al. (2014)
Multilink N	18,6	0,28	Schmitter et al. (2014)

Fonte: Elaborada pelo autor.

1.2.8 Teste de resistência à fadiga pelo método da escada (*Staircase Method*)

O teste de resistência à fadiga é utilizado com o objetivo de se estimar a resistência média à fadiga do material a ser avaliado. Os espécimes foram submetidos ao teste de fadiga em uma máquina eletrodinâmica (Instron ElectroPuls E3000, Instron Corporation, Norwood, MA, EUA) seguindo a configuração da metodologia para o teste de flexão biaxial, de acordo com a norma ISO:6872-2008, e através do Método Staircase descrito por Collins (1993).

Previamente ao teste, uma fita adesiva foi fixada no lado de compressão dos espécimes para distribuir melhor a tensão aplicada pelo pistão, proporcionar melhor contato entre o pistão e o espécime (Wachtman et al., 1972), e evitar o espalhamento dos fragmentos da fratura (Quinn, 2007). Um fino filme de um material não rígido (celofane, 2.50 μm) foi colocado entre as esferas de suporte do teste e o espécime (superfície de tração) para melhor distribuição das tensões de contato (ISO 6872-2008).

A carga máxima inicial e o tamanho do incremento (step-size) para o teste de fadiga foram determinados com base na média dos valores de carga de três amostras testadas por grupo através do ensaio monotônico em uma máquina de ensaio universal (EMIC DL 1000, São José dos Pinhais, Brasil - velocidade de ensaio de 1 mm/min) até a ocorrência da fratura completa do espécime.

Foram aplicados 100 mil ciclos por espécime, a carga cíclica foi aplicada de forma senoidal, com uma frequência de 20 Hz, e variação da amplitude entre 10 N (para manter o pistão em contato íntimo com o espécime) até a carga máxima aplicada para cada ciclo. O primeiro espécime de cada grupo foi testado com uma carga inicial próxima à carga estimada de falha por fadiga (60% da carga média do ensaio monotônico), até a sua sobrevivência ou falha após o número total de ciclos pré-determinados (100 mil ciclos). Então, o próximo espécime foi testado com um nível de carga de aproximadamente 5% superior ou inferior em relação ao nível de carga inicial, de acordo com a sobrevivência ou falha (fratura/trinca) do espécime anterior, respectivamente. Este procedimento foi repetido até que pelo menos 15 espécimes por grupo fossem testados após o início do teste, sendo que, de acordo com Collins (1993), o teste só inicia após a primeira inversão de desfecho ser observada, e 15 espécimes são considerados como a quantidade mínima necessária para a precisão do ensaio.

A média do limite de fadiga de flexão biaxial (σ_f), o desvio padrão (DV) e o intervalo de confiança (IC – 95%, 0.05) foram calculados com base nos dados do evento menos frequente (sobrevivência ou falha) utilizando as equações 1 e 2 (Collins, 1993):

$$(1): \sigma_f = \sigma_{f0} + d[\sum in_i / \sum n_i \pm 1/2]$$

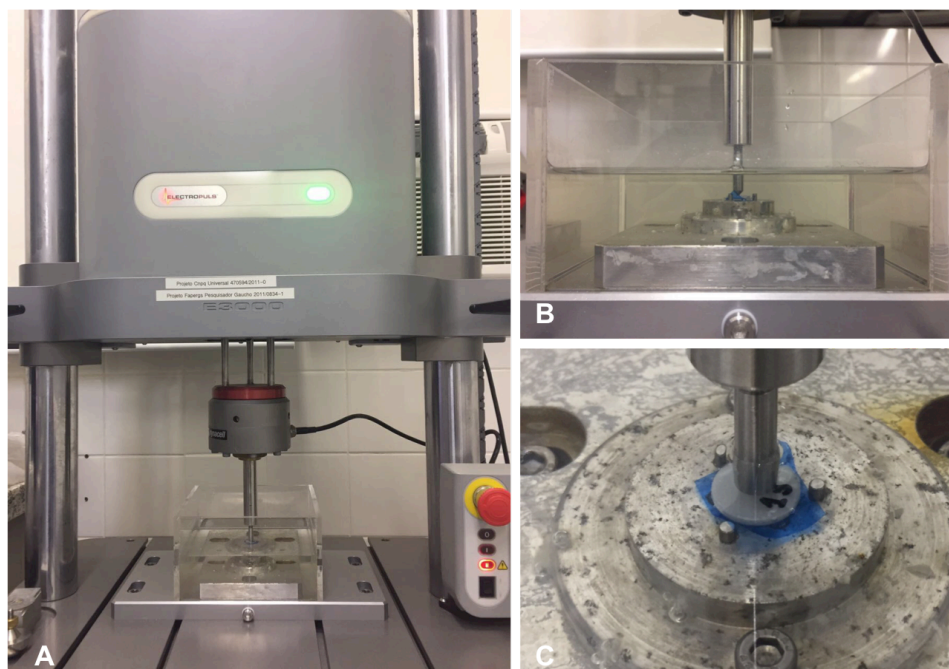
$$(2): s = 1,62d\{[(\sum n_i \sum i^2 n_i - (\sum in_i)^2) / (\sum n_i)^2] + 0,029\}$$

$$\text{if: } [(\sum n_i \sum i^2 n_i - (\sum in_i)^2) / (\sum n_i)^2] \geq 0,3$$

na qual σ_{f0} representa o nível de tensão mais baixa na análise e d é o incremento. Na equação 1 é utilizado o sinal negativo se o evento menos frequente for a falha, caso contrário, utiliza-se o sinal positivo. O nível de tensão mais baixo considerado é designado como $i = 0$, o próximo nível como $i = 1$, e assim sucessivamente; n_i é o número de falhas ou sobrevivências num dado nível de tensão.

O teste foi conduzido até que ocorresse a falha do espécime, e a carga para a fratura e o número de fragmentos gerados foi registrado.

Figura 10 – Sequência ilustrativa do teste de resistência à fadiga pelo método da escada.



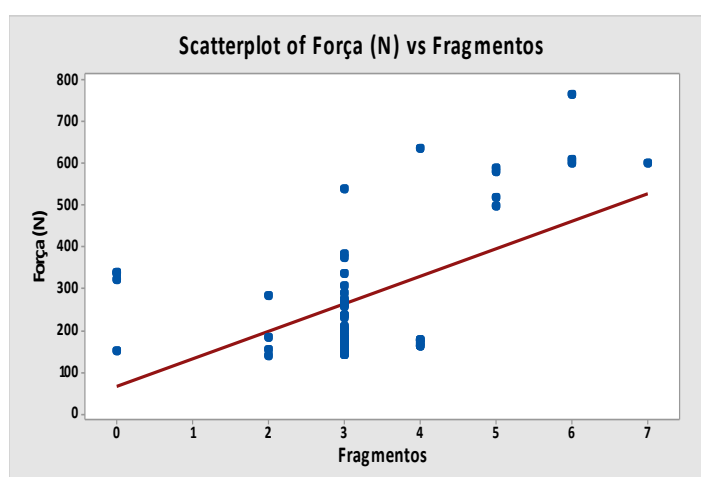
Legenda: a) Espécime posicionado na máquina eletrodinâmica (Instron ElectroPuls E3000, Instron Corporation, Norwood, MA, EUA); b) vista frontal do espécime imerso em água; c) espécime posicionado no dispositivo, com ponta aplicadora de carga na região central do disco.

Fonte: Elaborada pelo autor.

APÊNDICE C – Imagens complementares do artigo: Resistência, confiabilidade e vida útil de restaurações cerâmicas multicamadas / *Strength, reliability and useful life of multilayer ceramic restorations*

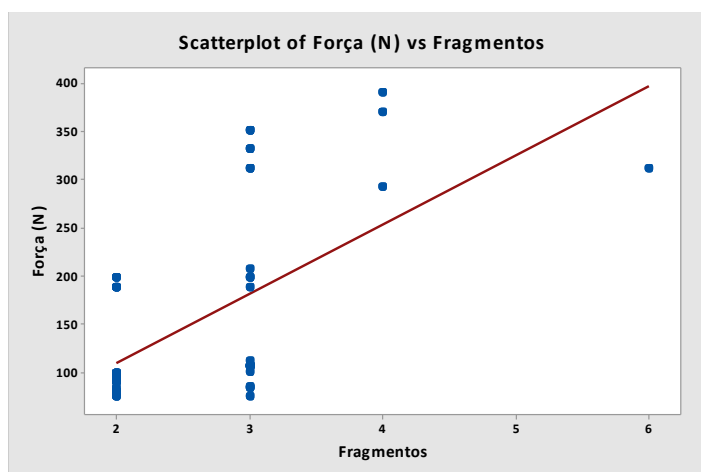
1 ANÁLISE DE FRATURA

Figura 1 – Gráfico da correlação de Pearson: carga para a fratura VS. número de fragmentos após ensaio de flexão biaxial



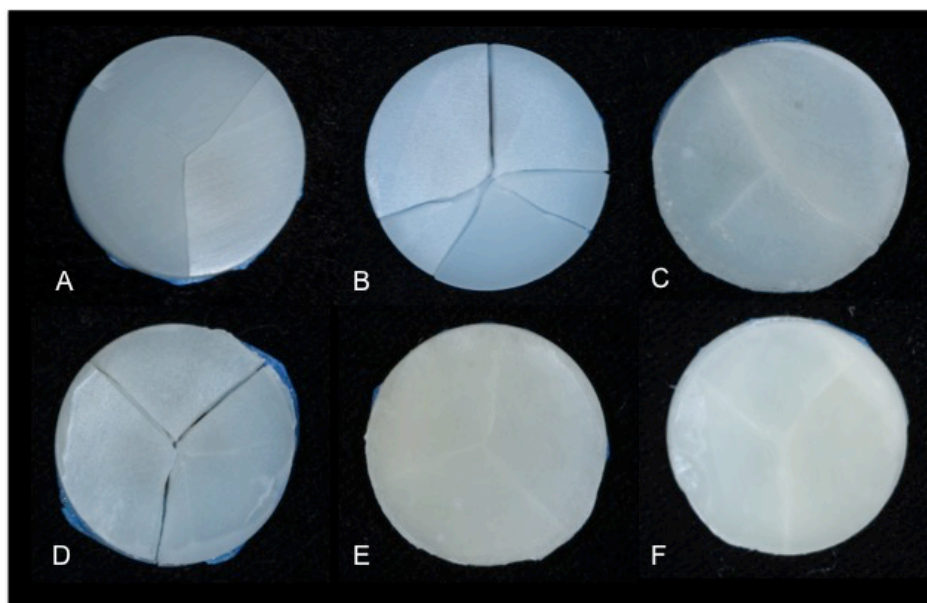
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 2 - Gráfico da correlação de Pearson: carga para a fratura VS. número de fragmentos após ensaio de fadiga.



Fonte: Elaborada pelo autor.

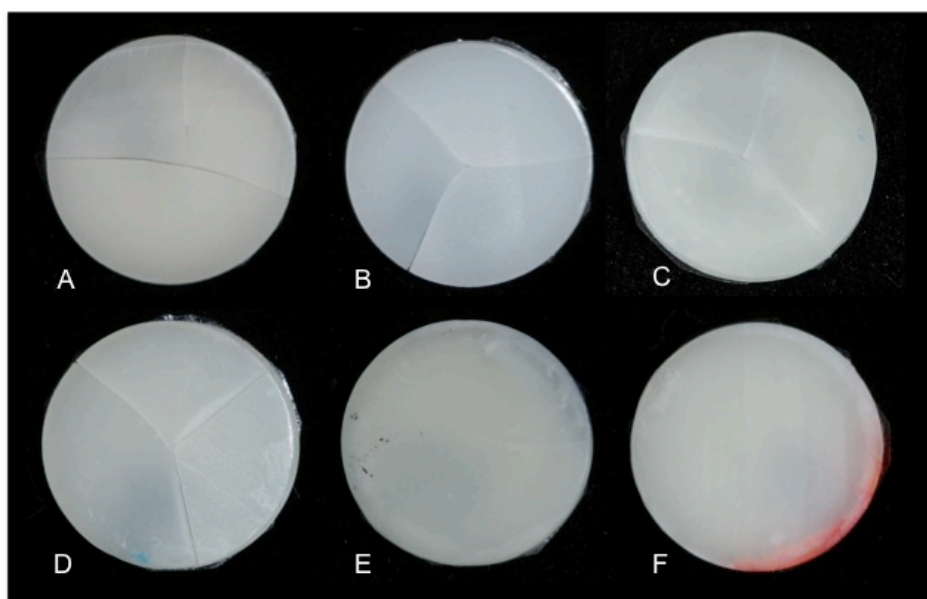
Figura 3 – Padrão de fratura gerado após ensaio de flexão biaxial



Legenda: Amostras representando o tipo de fratura apresentado pelos discos durante ensaio de flexão biaxial. A) grupo F (3 fragmentos); B) Grupo L (5 fragmentos); C) Grupo LLFF (trinca nas camadas internas); D) Grupo FFLL (3 fragmentos); E) YLFF (trinca nas camadas internas); F) Grupo YLLF (trinca nas camadas internas).

Fonte: Elaborada pelo autor.

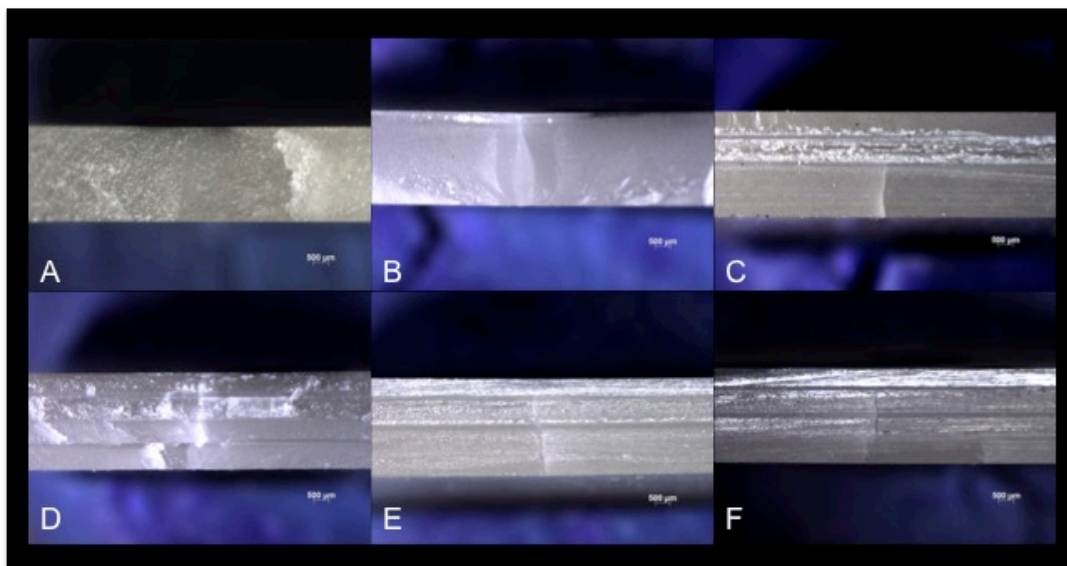
Figura 4 – Padrão de fratura gerado após o ensaio de fadiga



Legenda: Amostras representando o tipo de fratura apresentado pelos discos após ensaio de fadiga. A) grupo F (3 fragmentos); B) Grupo L (3 fragmentos); C) Grupo LLFF (3 fragmentos); D) Grupo FFLL (3 fragmentos); E) YLFF (trinca nas camadas internas); F) Grupo YLLF (trinca nas camadas internas).

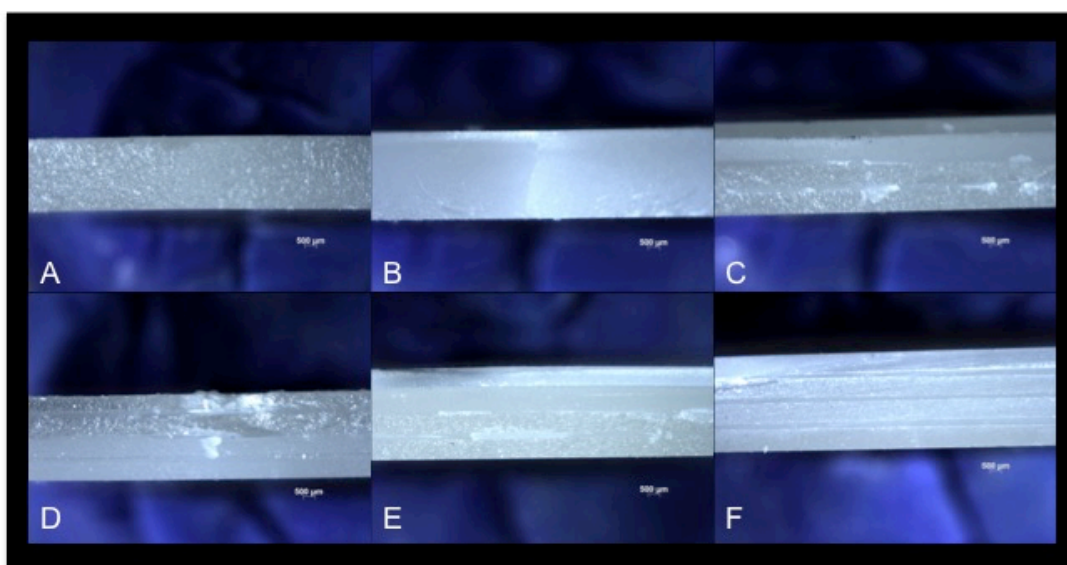
Fonte: Elaborada pelo autor

Figura 5 – Imagens em estereomicroscópio da origem da fratura e caminho da trinca após o ensaio de flexão biaxial



Legenda: Origem da fratura na região de tração dos espécimes (região inferior): A) grupo F; B) Grupo L; C) Grupo LLFF; D) Grupo FFLL; E) YLFF; F) Grupo YLLF. Magnificação: 20x.
Fonte: Elaborada pelo autor

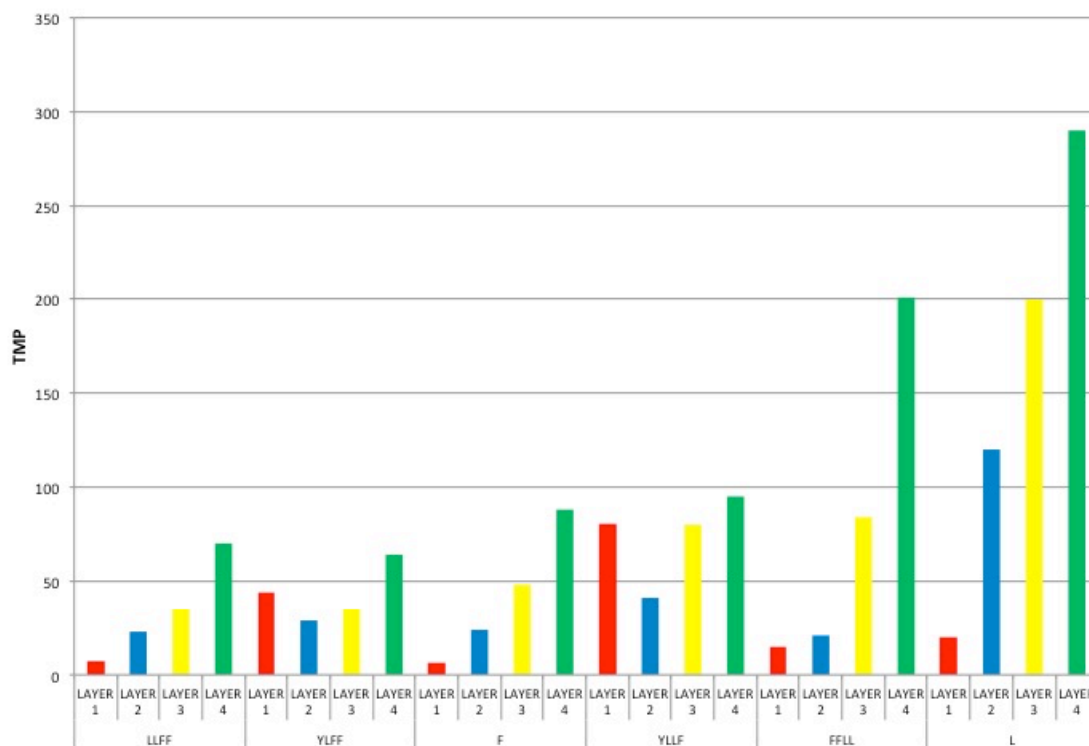
Figura 6 – Imagens em estereomicroscópio da origem da fratura e caminho da trinca após o ensaio de fadiga.



Legenda: Origem da fratura na região de tração dos espécimes (região inferior): A) grupo F; B) Grupo L; C) Grupo LLFF; D) Grupo FFLL; E) YLFF; F) Grupo YLLF. Magnificação: 20x.
Fonte: Elaborada pelo autor.

2 ANÁLISE PELO MÉTODO DE ELEMENTOS FINITOS

Figura 7 – Gráfico da distribuição da tensão máxima principal por camadas em cada grupo testado



Legenda: Tensão máxima principal (TMP) em cada camada. Vermelho: camada 1; azul: camada 2; amarelo: camada 3; verde: camada 4.
 Fonte: Elaborada pelo autor.

ANEXO – Comprovante de submissão de artigo

Assunto:	Your recent submission to JMBBM
De:	JMBBM (eesserver@eesmail.elsevier.com)
Para:	karenarchangelo@yahoo.com.br;
Data:	Quarta-feira, 25 de Outubro de 2017 15:39

Dear Dr. Karen Archangelo,

You have been listed as a Co-Author of the following submission:

Journal: Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials

Corresponding Author: Alexandre Borges

Co-Authors: Karen C Archangelo, PhD student; João P Tribst, PhD student; Amanda O Dal Piva, PHD student; Marcela M Penteadó, PhD student;

Title: Mechanical behavior of bioinspired multilayer restorations

If you did not co-author this submission, please contact the Corresponding Author of this submission at aleborges@ict.unesp.br; do not follow the link below.

An Open Researcher and Contributor ID (ORCID) is a unique digital identifier to which you can link your published articles and other professional activities, providing a single record of all your research.

We would like to invite you to link your ORCID ID to this submission. If the submission is accepted, your ORCID ID will be linked to the final published article and transferred to CrossRef. Your ORCID account will also be updated.

To do this, visit our dedicated page in EES. There you can link to an existing ORCID ID or register for one and link the submission to it:

<https://ees.elsevier.com/jmbbm/1.asp?i=150726&l=X4J25O14>

More information on ORCID can be found on the ORCID website, <http://www.ORCID.org>, or on our help page: http://help.elsevier.com/app/answers/detail/a_id/2210/p/7923

Like other Publishers, Elsevier supports ORCID - an open, non-profit, community based effort - and has adapted its submission system to enable authors and co-authors to connect their submissions to their unique ORCID IDs.

Thank you,

Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials