



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”
Campus de São José dos Campos
Faculdade de Odontologia

SUSANA MARÍA SALAZAR MAROCHO

**COMPORTAMENTO DE FRATURA SOB CARGA ESTÁTICA
E CÍCLICA DAS CERÂMICAS ODONTOLÓGICAS QUANDO
UNIDAS A UM SUBSTRATO ANÁLOGO À DENTINA**



2012

SUSANA MARÍA SALAZAR MAROCHO

**COMPORTAMENTO DE FRATURA SOB CARGA ESTÁTICA E
CÍCLICA DAS CERÂMICAS ODONTOLÓGICAS QUANDO UNIDAS A
UM SUBSTRATO ANÁLOGO À DENTINA**

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia, Campus de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, como parte dos requisitos para a obtenção do título de DOUTOR, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Especialidade Prótese dentária.

Prof. Titular Marco Antonio Bottino

São José dos Campos

2012

BANCA EXAMINADORA

Prof. Tit. Marco Antonio Bottino Bottino (Orientador)
Faculdade de Odontologia de São José dos Campos
Universidade Estadual Paulista “Julio de Mesquita Filho” – UNESP

Prof. Adj. Luiz Felipe Valandro
Faculdade de Odontologia
Universidade Federal de Santa Maria – UFSM

Prof. Tit. Mario Alexandre Coelho Sinhoretti
Faculdade de Odontologia de Piracicaba
Universidade de Campinas – UNICAMP

Prof. Tit. Alvaro Della Bona
Faculdade de Odontologia
Universidade de Passo Fundo – UPF

Prof. Tit. Paulo Francisco Cesar
Faculdade de Odontologia
Universidade de São Paulo - USP

São José dos Campos, 02 de fevereiro de 2012.

DE DICAT ÓRIA

A Deus,

Pai querido, que me trouxe a esse cantinho de aprendizado e de amor. Com a T ua graça, hoje posso manifestar-me a todos meus seres queridos, familiares, professores, colegas e amigos.

Obrigada por cada lição de vida, e por me dar equilíbrio para resolver as dificuldades que me foram apresentadas no decorrer do tempo.

Obrigada por me tornar compreensiva para entender os tormentos e aflições, para administrá-los, me direcionando sempre a conquistar novas alegrias.

Obrigada por colocar pessoas tão especiais e essenciais no meu caminho, e que me motivaram a seguir adiante.

SE NHOR, MUITO OBRIGADA.

A os meus pais: Miriam e Fermín, que em todo momento apoiaram os meus sonhos e ideais. Desde criança, vocês foram meus pilares, me deram suporte e amor para aprender a caminhar, a correr e a subir cada degrau da vida. Sem se importar com cada momento de ausência dedicado ao estudo fora do Perú, nossa união se manteve intacta. O seu ensino continua forte em mim: "Sei que posso errar, mas posso corrigir os erros; que posso parar um pouco, mas nunca me deter". *LOS AMO MUCHO MAMI Y PAPI*.

A o meu querido irmão, **Jorge Andrés**. Nem nove anos de diferença na idade, nem a mais longa distância puderam nos afastar, pelo contrario, fizeram com que sejamos sempre muito unidos, cúmplices, e respeitemos muito um ao outro. Aquele mistura de seriedade e humor, carinho e espontaneidade conquistaram meu coração desde que você nasceu. Agradeço tua consideração, ter assumido o papel de irmão mais velho na minha ausência, e ter cuidado dos nossos pais na minha representação.

Hoje em dia, você é meu menino com idade de homem, e meu incentivo diante de todos os desafios da minha vida.

Aos meus avos, *mi mamaita e mi papaito materno e paterno (in memorian)*, parte essencial da família. Ser o fruto do fruto de vocês me faz eternamente agradecida. Ver suas fotos, ouvir suas anedotas e experiências de vida são um exemplo de luta e perseverança que quero seguir. Obrigada por partilhar cada momento desde o céu e a terra.

Ao meu *Ted*, porque sentimos como a distância permitiu a saudade, mas nunca o esquecimento e o desamor.

Hoje, estando mais perto um do outro, conseguimos tornar o ideal em real. Temos partilhado dia pós dia, compartilhando nossas vidas, nossos sonhos, nossos medos, nossos acertos e nossos erros.

Quero agradecer-te por tudo. Pelos momentos em que chorei, e você veio carinhosamente e me fez sorrir. Pelos momentos em que perdi a paciência, você veio com palavras amenas e certas e me acalmou. Pelos momentos em que, meu coração estava em pedaços, você veio cheio de amor e o curou. Pelos momentos de alegria, que fez questão de dividir comigo. Pelos momentos que, com muita esperança, pensou junto comigo em nosso futuro.

A vontade de enfrentar desafios e de crescer pessoal e profissionalmente nos trouxe a esse caminho. Fez com que interagamos cientificamente e planejemos novos e especiais projetos.

Obrigada pelo amor, paciência, e dedicação durante este processo tão árduo de estudo e de elaboração de uma tese.

T E A M O .

A toda minha família, tios, tias, primos, e primas, pelo suporte, alegria, e por cada reencontro familiar cada vez que eu voltava para casa. Agradeço muito a vocês.

Às minhas madrinhas, Luzmila e Cecilia, e padrinho Carlos Antonio, que sempre estiveram presentes na minha vida e muito me estimularam. Agradeço seus conselhos durante todos esses anos, confiança e encorajamento que sempre depositaram em mim.

AGRADECIMENTOS

ESPECIAIS

Ao meu orientador e primeira mão que me puxou para cima, nesta vida acadêmica: **Professor Marco Antonio Bottino**. Isso nunca se esquece.

A cada desafio, o senhor me ensinou que o futuro é feito a partir da constante dedicação e perseverança, e essa lição levarei eternamente em minha vida. Não houve circunstância que o senhor não me dera uma resposta e muito de seu tempo para algum tipo de questionamento, seja científico, clínico e inclusive, pessoal.

Apreendi muito de sua experiência clínica e acadêmica, apesar de que a rotina fosse dura, o senhor sempre persistiu e não desistiu de nós em momento algum.

Faltam palavras para agradecer tudo o que senhor tem feito por mim. Obrigada por aquilo que o senhor é, e por aquilo que o senhor faz.

Ao **Professor Álvaro Della Bona**, o meu orientador do Mestrado; e exemplo de profissionalismo, padrões éticos, e objetividade. Nesta fase, não poderia ser diferente a de meu mestrado, e não poderia deixar de agradecer todos os seus ensinamentos, que foram muito importantes na vida de doutoranda. Os coloquei em prática e acredito que os aprimorei.

Além de ter sido o meu orientador, e ser parte da dedicatória da minha tese, o senhor é uma das referências mais citadas nesta tese, e é um privilégio para mim que seja dessa forma.

Ao **Professor Fernando Eidi Takahashi**. Meu Professor de atividades clínicas que possui um coração educado, nobre, crítico e comprometido. Sempre esteve encharcado de vontade de ensinar, de educar, e de se doar. Tenho aprendido muito com o senhor, e em todo atendimento e relacionamento com o paciente ponho em prática seus ensinamentos.

AGRADECIMENTOS

À Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – UNESP, na pessoa de seu Diretor, Prof. Dr. **Carlos Augusto Pavanelli**.

Ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora, Especialidade Prótese Dentária, coordenado pela Prof.^a **Márcia Carneiro Valera**.

Ao **Laboratório de Pesquisa de Materiais Dentários**, pela confortável e rica infraestrutura oferecida para o desenvolvimento desta tese e a execução de diversas atividades de pesquisa.

Ao **Programa de Estudante Convênio de Pós-graduação (PEC-PG)** através da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (**CAPES**) por ser a “porta de entrada” dos estudantes estrangeiros, concedendo bolsas de mestrado e doutorado visando o aumento da qualificação de professores universitários, pesquisadores, profissionais e graduados do ensino superior dos países em desenvolvimento com os quais o Brasil mantém Acordo de Cooperação Cultural e/ou Educacional.

Aos **Professores do Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora**, pela contribuição na minha formação acadêmica e científica. Especialmente, aos docentes do Departamento de Materiais Dentários e Prótese, **Estevão Tomomitsu Kimpara, Márcia Valera, Rubens Nisie Tango, Tarcísio José Arruda Paes-Júnior, Alexandre Luiz Souto Borges, Fernando Eidi Takahashi, Lafayette Nogueira Júnior, José Roberto Rodrigues, Maria Amélia Maximo de Araujo, Renato Sussumo Nishioka, Nelson Macedo, Mutlu Özcan, Luiz Felipe Valandro, e Rodrigo Othávio** pelos ensinamentos, bons momentos e convívio durante esses anos no Brasil.

Obrigada por abrir as portas de suas disciplinas quando solicitei ser aluna ouvinte das suas aulas ou estagiária docente das suas disciplinas.

Os senhores se misturaram à educação que tinham seus novos alunos de outras culturas e escolas, respeitando as características individuais e sotaques de cada um. Coloco-me como prova disso. Obrigada pela dedicação, empenho, e paciência. Com certeza o conhecimento passado foi de grande valia, não só para mim, como para todos os que já foram seus alunos.

Ao Professor **Luis Geraldo Vaz** responsável do Laboratório de Ensaio Mecânicos da UNESP-Araraquara, quem mais uma vez, me deu um apoio imenso e assistência com a máquina de fadiga cíclica MTS nos dias de semana, finais de semana e inclusive feriados. Muito obrigada pela presteza e atenção.

Ao Engenheiro e amigo **André Studart**, quem participou diretamente da minha tese de Mestrado e me deu sua amizade e vasto conhecimento de assuntos de engenharia de materiais, pelos quais me apaixonei. Com esses ensinamentos, complementares aos já recebidos no Programa de Pós-graduação e que constituíram uma grande contribuição, fui progredindo e desenvolvendo outros estudos em minha linha de pesquisa.

Ao **Professor Felipe Valandro**. Obrigada pelo incentivo, pela confiança, pelos desafios propostos, e pelas dicas para resolver qualquer problema científico. Sem dúvida isso tudo produz bons frutos pelo aprendizado e pelo artigo publicado.

Ao **Prof. Ivan Balducci**, pela disposição, dedicação e paciência em transmitir o seu grande conhecimento em Estatística.

Aos funcionários da seção de pós-graduação **Rose, Erena, Cidinha e Bruno** da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos/UNESP, pelas informações e serviços prestados.

A meus amigos da graduação e da vida toda: **Jenny, Goretty, Alex, Juan Raúl, y Priscilla**, pela parceria e porque, apesar de

termos tomado caminhos diferentes, sempre achamos um instante para nos reunir e compartilhar bons momentos. Estarão sempre em meu coração.

Às minhas amigas, colegas e irmãs: **Vanessa, Sarina e Karlinha**, que tornaram meus primeiros dias longe de casa em dias felizes e em família, ao seu lado. Receberam-me de braços abertos e me deram a mão desde o primeiro dia que me conheceram. Construímos uma linda família que ainda mora em meu coração.

À minha família gaucha **Liliana Gressler, Paula Benetti, e Marina Amaral**, colegas muito competentes com quem eu tive o privilégio de ter uma convivência especial, de alegrias, loucuras inesquecíveis, almoços, jantares, baladinhas, e estudo. Ainda não estou longe de vocês, mas já estou com muitas saudades.

Aos meus amigos de turma de Doutorado, **Paulinha, Regina, Aleska e Luis Guilherme** e colegas do Programa da Pós-Graduação durante esse tempo todo no Brasil, **Lili Gressler, Luquitas Zogueib, Betito Lago de Castro, Rodrigo Othávio, Sheila Passos, Silvinha Massae, Anderson Castilho, Priscilla Cristoforides, Renata Faria, Renata Melo, Fernanda Pelógia, Graziela Galhano, Sandra Zamboni, Guilherme Saavedra, Marina Amaral, José Renato de Queiroz, Flavia Zardo, Mayra Cardoso, Vanessa Cruz Macedo, Lucas Hian, Alecsandro Moura, Ana Carol Souza, Anna Karina F Costa, Pedro Corazza, Sabrina Feitosa, Vivian Mayumi, Lilian Anami, Samia Môta, Julia Costa Lima, Gustavo Vasconcellos, Cesar Bergoli, Anelyse Arata, Elen Guerra, Fernanda Campos, Fernanda Papaiz, Carolina Martinelli, Caroline Cotes, e Gabriel Portela**, pela partilha e convívio, pelas lindas festas surpresas, pelos gestos de companheirismo, carinho e trabalho em equipe.

À **Mariana Amaral, Larissa de Souza, Sâmia e sua mãe, Eliane Silveira e Clélia** pelos cuidados e ajuda médica quando adoeci. Foi um gesto lindo e desinteressado. Vocês são pessoas muito especiais, e estarei eternamente agradecida.

À **Taís Moreira Leite e Erika Torres**, alunas de programa de Aperfeiçoamento em Prótese Fixa, que participaram no cotidiano desse

trabalho no laboratório, com dedicação e presteza. Agradeço a parceria, amizade e ajuda em todos os momentos, alegres e difíceis.

Um agradecimento especial a **Renata Melo**, por ser aquele ombro amigo ao qual corria em qualquer situação. Obrigada querida Re por me ouvir, me aconselhar, por orar comigo e orar por mim, tratar meus problemas como se fossem seus, enxugar minhas lágrimas, e muitas vezes nem deixar que elas caiam.

À **Fernanda Papaiz** pela presteza e apoio geral nessa fase final de entrega da tese. Obrigada Fezinha por tornar minhas preocupações nas tuas preocupações.

À **Eliane Silveira e Diana Capelli**, e cada membro da sua família, pelos cuidados e imenso carinho com o qual sempre me acolheram.

À **Nilza e Aparecido**, que me acolheram sempre como um membro da sua família, muitíssimo obrigada pelo carinho e apoio todo.

À família **Takahashi: Dr. Fernando, Betinha, Sabrina e Daniel**, e à família **REOCLIN**. Obrigada pelo carinho, atenção, ensinamentos, amizade, crescimento e aprendizado de vida.

À minhas amigas e amigos **Cristiane Fonseca, Laura Farsula, Larissa Souza, João Ferraz, Jimmy Mauricio Valencia, Matheus Cardoso Moraes, Lina Rada, Diego Castillo Franco, Erik Vertiggo, Karen Kai, Fernando Mitsuyama Cardoso e Priscilla Cardoso** pelos momentos partilhados descontraídos e alegres.

Às minhas amigas do grupo de oração: **Lia Alves, Renatinha Melo, Gleyce Silva, dentre outras**, por aquelas reuniões de entrega espiritual, e de leituras profundas que nos fizeram experimentar de uma maneira nova a graça de Deus.

“Por mais longa que seja a caminhada o mais importante é dar
o primeiro passo”.

Vinicius De Moraes

“Ninguém poderá jamais aperfeiçoar-se, se não tiver o mundo
como mestre. A experiência se adquire na prática”.

William Shakespeare

SUMÁRIO

RESUMO	17
ABSTRACT	18
1 INTRODUÇÃO	28
2 REVISÃO DA LITERATURA	33
2.1 Cerâmicas odontológicas	33
2.1.2 Microestrutura	34
2.2 Resistência e durabilidade estrutural dos materiais cerâmicos	36
2.3 Cimentos resinosos	47
2.3.1 Composição	47
2.3.2 Classificação dos cimentos resinosos	48
2.3.3 Degradação e solubilidade dos agentes cimentantes	50
2.4 Mecanismos de adesão para a união das cerâmicas aos cimentos resinosos	52
3 PROPOSIÇÃO	55
4 MATERIAL E MÉTODOS	57
4.1 Confecção dos corpos-de-prova (CP)	57
4.1.1 Disco monolítico cerâmico	59
4.1.2 Disco monolítico cerâmico recoberto por um agente cimentante	65
4.1.3 Disco monolítico cerâmico cimentado à base de resina epóxi reforçada com fibras de vidro	68

4.1.4 Disco de duas camadas cerâmico, composto do material cerâmico (YZ) recoberto por V9, cimentado a bases de NG10	74
4.2 Ensaio Mecânicos	77
4.2.1 Determinação da resistência à fratura (ensaio estático)	79
4.2.2 Determinação da resistência à fadiga cíclica	82
4.3 Análise da porosidade do cimento resinoso	83
4.4 Análise Fractográfica	87
4.5 Análises Complementares	88
4.5.1 Caracterização do substrato análogo à dentina NG10.....	88
5 RESULTADOS	93
5.1 Resistência à fratura (ensaio estático)	93
5.1.1 Dos discos monolíticos cerâmicos	93
5.1.2 Dos discos monolíticos cerâmicos recobertos por um agente cimentante	97
5.1.3 Dos discos monolíticos cerâmicos cimentados a NG10	100
5.1.4 Dos discos de duas camadas cerâmicas (V9/YZ) cimentados a bases de NG10.....	104
5.2 Análise do comportamento a fadiga e análise de Weibull	106
5.3 Análise da porosidade	108
5.4 Análise do modo de falha – Fractografia	110
5.4.1 Dos discos monolíticos cerâmicos	110
5.4.2 Dos discos monolíticos cerâmicos recobertos por um agente cimentante	114
5.4.3 Dos discos monolíticos cerâmicos cimentados a NG10	117
5.4.4 Dos discos de duas camadas cerâmicas (V9/YZ) cimentado a bases de NG10	118
5.5 Análises Complementares	118
5.5.1 Análise do NG10	118

6 DISCUSSÃO	123
7 CONCLUSÃO	141
8 REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	143
APÊNDICES	161

Salazar Marocho SM. Comportamento de fratura sob carga estática e cíclica das cerâmicas odontológicas quando unidas a um substrato análogo à dentina [Tese]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, UNESP – Univ Estadual Paulista; 2012.

RESUMO

Os objetivos desse estudo foram: 1) determinar a porosidade (%) dos agentes cimentantes (Panavia F (PF), Variolink II *low* (VL_L) e *high viscosity* (VL_H) e Rely X U100 (RU)) quando interpostos entre dois substratos, material cerâmico e resina com módulo de elasticidade semelhante à dentina (NG10); 2) Determinar o comportamento de fratura de uma porcelana odontológica (VM7), de uma cerâmica policristalina de infra-estrutura (YZ), e da YZ recoberta por uma porcelana odontológica (VM9) quando unidas (complexo cerâmica-cimento-NG10) e não unidas adesivamente ao substrato de NG10 quando submetidas a carga de fratura estática; 3) Determinar o comportamento de fratura do complexo cerâmica-cimento-NG10 quando submetidos ao teste de fadiga cíclica após armazenagem em meio úmido; e 4) determinar o modo e origem da falha das estruturas fraturadas, após o teste estático e fadiga cíclica. Espécimes como: 1) Discos monolíticos de VM7 (n= 40), 2) VM7+agente cimentante (n= 20), 3) VM7+agente cimentante+NG10 (n=320), e 4) V9/YZ+agente cimentante+NG10 (n= 320) foram confeccionados e testados em compressão após 24 h, 1 mês, 3 e 6 meses de armazenagem em meio úmido. O grupo 3) foi avaliado sob efeito de fadiga cíclica, aplicando-se o 60% do valor da carga de fratura do teste estático. A porosidade (%) presente na camada de cada agente cimentante quando interposto no conjunto cerâmica-NG10 foi semelhante foi semelhante após aplicação da carga de fratura estática e cíclica. A união adesiva das estruturas cerâmicas ao substrato análogo à dentina influenciou no comportamento à fratura dos conjuntos formados pela porcelana V7. Os valores de carga de fratura estática foram superiores para a cerâmica YZ independente da união adesiva ao NG10. A porcelana de recobrimento da YZ se mostrou susceptível a esse teste. O conjunto V7.VL_L.NG10 apresentou melhor comportamento de fratura sob fadiga dentre todos os conjuntos avaliados. A origem de falha encontrada após os testes mecânicos foi diferente para as porcelanas e estruturas de duas camadas cerâmicas. O defeito crítico na estrutura V9/YZ foi localizado na interface de ambos os materiais, e em V7 na superfície de cimentação e de aplicação de carga.

Palavras-chave: Cerâmicas. Cimentos resinosos. Comportamento de fratura. Durabilidade.

Salazar Marocho SM. *Static and cyclic fatigue behavior of bonded dental ceramics [doctorate thesis]. São José dos Campos: School of Dentistry of São José dos Campos, UNESP – Univ Estadual Paulista; 2012.*

ABSTRACT

The aim of this research was 1) to investigate the porosity (%) of resin cements (RC) when adhesively bonded to a ceramic material and a dentin analog material (NG10); 2) determine the fracture load of a porcelain (VM7), a polycrystalline framework ceramic (YZ), and a YZ veneered with a porcelain (VM9) bonded to NG10; 3) determine the fatigue lifetime of the ceramic-RC-NG10 assemblies; and 4) determine the mode of failure and the initial defect size of ceramic structures after compression and fatigue testing. 1) VM7 monolithic disks (V7) (n=40), 2) VM7+RC (V7.RC) (n=20), 3) VM7+RC+NG10 (V7.RC.NG10) (n=320), and 4) VM9/YZ+RC+NG10 (V9/YZ.RC.NG10) (n=320) were built up, wet aged for 24 h, 1 month, 3 and 6 months, and tested under compression test. The compressive force required to cause fracturing was recorded in Newtons (N). The following RC were used: Panavia F (PF), Variolink II low (VL_L) and high viscosity (VL_{HV}) and Rely X U100 (RU). V7 groups were subjected to compressive fatigue loading. At both tests, the crosshead movement was stopped when the first discontinuity appeared in the recording chart, indicating early crack formation. The porosity (%) of the RC layer in each assembly was similar among all groups, except for the ones cemented with VL_L. After the first 3 months, the characteristic fracture load of V7.RC.NG10 groups was similar, except for V7.VL_L.NG10. The former group showed the best mechanical behavior. The fracture compressive values were higher for YZ than for V7, even independently of dentin bonding. All the YZ assemblies' fractures occurred within the veneering layer during the fatigue test. There was a significant difference between the survival rates of the complexes during the fatigue test. The performance of YZ assemblies was superior to V7 in the compressive and fatigue test. The premature fractures and cracks of the YZ crowns were attributed to weakness in the V9/YZ bond.

Keywords: Dental Ceramics. Fracture. Lifetime. Resin Cement.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Micrografia de uma coroa DICOR fraturada obtida pelo microscópio eletrônica de varredura. As setas indicam que o lugar de início da fratura ocorreu na superfície de cimentação (Thompson et al., 1994)	29
Figura 2 – Representação esquemática clínica (lado esquerdo) e geométrica (lado direito) de uma restauração totalmente cerâmica cimentada à estrutura dentinária. Resultados do estado de estresse na interfase cimento-cerâmica, quando a carga é aplicada (Kelly, 1999)	30
Figura 3 – Estresse de tensão máximo calculado em função da espessura, para barras confeccionadas a partir de uma cerâmica feldspática aderidas à dentina ou testadas em σ_{3P} (Kelly, 1999)	43
Figura 4 – Seqüência de confecção dos discos cerâmicos de V7: (a) Manipulação do pó e líquido modelador da cerâmica V7; (b) aplicação da massa dentro da matriz metálica; (c, d, e) remoção do excesso de líquido modelador com papel absorvente; (f) aspecto final após secagem	60
Figura 5 – (a) Remoção da amostra da matriz; (b) amostra antes da sua sinterização; (c) forno para sinterização da amostra; e (d) amostra após a sinterização e paquímetro conferindo sua espessura após polimento	61

Figura 6 – (a) Aplicação do ácido fluorídrico 10%; (b) Espalhamento do ácido com auxílio de um microbrush; e (c) Aspecto opaco da superfície condicionada ($V_{7_{HF}}$) após lavagem e secagem	64
Figura 7 – (a) Dispositivo para padronização do jateamento, e (b) Jateamento da superfície de YZ	65
Figura 8 – (a) Disco cerâmico fixado através de uma fita dupla fase no platô esquerdo do micrômetro; (b) Adaptação de uma fita de poliéster na extremidade direita do micrômetro; (c) Aproximação da haste móvel até o encostamento do platô na superfície cerâmica – Etapa na qual o micrômetro é zerado; (d) Afastamento da haste móvel, e aplicação do agente cimentante no disco cerâmico; (e) Aproximação do platô até atingir 50 μm e; (f) Fotoativação do cimento	67
Figura 9 – (a) Discos bases obtidos a partir da vara de resina epóxi NG10; (b) Confeção dos cinco microcanais nos discos de NG10; (c) Discos de NG10 preparados, usados no estudo; e (d) Vedamento dos microcanais com cones de guta percha	70
Figura 10 - (a) Micrômetro no qual foi adaptado o dispositivo de cimentação; (b1) verso do dispositivo que se adapta no platô do micrômetro (c); (b2) frente do dispositivo no qual se encaixa o disco de NG10 (d); (e) Vista lateral do dispositivo em relação ao outro platô do micrômetro	71
Figura 11 - Condicionamento do disco de NG10: (a) Aplicação e (b) espalhamento do HF 10% com auxílio de um microbrush; (c) Lavagem e (d) secagem com jato de água e ar respectivamente; e (e) Aplicação do agente silano MS	72

Figura 12 - (a) Fixação do disco cerâmico e do disco de NG10 no platô direito e no dispositivo de encaixe adaptado no platô esquerdo, respectivamente, e aproximação da haste móvel do micrômetro – Micrômetro zerado; (b) Padronização da espessura do agente cimentante em 50 µm; (c) Fotoativação do agente cimentante. Nota-se que o dispositivo desenhado para fixação dos discos de NG10 apresenta marcações compatíveis com a largura da ponta do aparelho fotoativador	73
Figura 13 - Desenho esquemático das dimensões dos discos cerâmicos em duas camadas: disco cerâmico de YZ de 0,6 mm, recoberto por 1,4 mm de V9, respectivamente	74
Figura 14 - (a) Micrômetro zerado antes de iniciar o procedimento de cimentação; (b) Padronização da camada de cimento (50 µm); (c) Remoção dos excessos; (d) Fotoativação do agente cimentante; e (e) Aplicação do <i>oxyguard</i> ao redor da camada de cimento	76
Figura 15 - Distribuição dos CPs segundo os ensaios mecânicos e as condições experimentais propostas	78
Figura 16 - (a) Máquina de ensaio MTS 810; (b) Dispositivo acoplado na MTS para a execução do teste	80
Figura 17 - (a) Discos base de NG10 e disco monolítico de YZ; (b) O disco de YZ apoiado em cima do NG10; (c) Posição de ambas as estruturas durante o teste; e (d) Forma da aplicação de carga durante o teste de resistência à fratura por carga estática de compressão em meio úmido	81
Figura 18 - Diagrama dos máximos estresses de tensão interfacial na estrutura cerâmica em função da distância do eixo central de pistões de 1 mm, 2 mm e 3mm de diâmetro	84

Figura 19 - Diagrama de fluxo das etapas de processamento das imagens obtidas do microtomógrafo para a avaliação da porosidade .	86
Figura 20 - Esquema gráfico representativo do ângulo de contato (θ) formado pela superfície de um sólido e pela tangente da interface líquido/vapor. Baseado em Della Bona, 2005b, Della Bona, 2009	91
Figura 21 - Análise do θ . (a) Computador acoplado ao goniômetro. (b) Goniômetro, câmera digital e suporte de amostras para a mensuração do ângulo de contato pelo método de gota séssil	92
Figura 22 - Gráfico de barras da carga de fratura de cada grupo de discos monolíticos cerâmicos encima de diferentes substratos	95
Figura 23 - Gráfico de barras mostrando a diminuição da carga de fratura em porcentagem dos grupos de discos monolíticos cerâmicos VS. discos monolíticos cerâmicos recobertos por um agente cimentante, testados encima de NG10	98
Figura 24 - Gráfico de barras da carga de fratura de cada grupo de discos monolíticos cerâmicos cimentados adesivamente ao substrato análogo a dentina	102
Figura 25 - À esquerda, imagens obtidas usando o estéreomicroscópio. Fotomicrografias das superfícies fraturadas dos grupos: a) V7NG10, b) V7HF/NG10 testados em resistência a compressão. À direita, imagens de MEV do mesmo local. A flecha azul aponta a origem da fratura	112
Figura 26 - À esquerda, imagens obtidas usando o estéreomicroscópio. Fotomicrografias das superfícies fraturadas dos grupos: a) V7Alumínio, b) V7HF/Alumínio testados em resistência a compressão. À direita, imagens de MEV do mesmo local. A flecha azul aponta a origem da fratura	113

Figura 27 - CP representativos do grupo V7 _{HF} /NG10 testados em resistência a compressão	113
Figura 28 - À esquerda, imagens obtidas usando o estéreo microscópio. Fotomicrografias das superfícies fraturadas dos grupos: a) YZ, e b) YZ _{jat} testados em resistência à compressão. À direita, imagens de MEV da origem da fratura de cada grupo. A flecha azul aponta a origem de fratura	114
Figura 29 - Imagem representativa da superfície de fratura do CP do grupo V7/VL _L . Imagem do (a) estéreomicroscópio, e do (b) MEV	115
Figura 30 - a) Vista da trinca radial (flecha vermelha) na superfície da porcelana localizada na área de tensão evidenciada quando o CP é posicionado contra a luz emitida pela fibra ótica acoplada no estereomicroscópio. b) Vista do trincamento (flecha preta) do agente cimentante	116
Figura 31 - a) Discos de YZ recobertos pelo agente cimentante. b1-b3) Trincamento do agente cimentante (flechas pretas) após a execução do teste de compressão	116
Figura 32 - Imagens obtidas usando o estereomicroscópio. Fotomicrografia da superfície de fratura do grupo: a) V7.VL _L .NG10 após 3 meses de armazenagem, com flecha indicando a trinca radial, e b) V7.PF.NG10 após 1 mês de armazenagem, com flechas apontando a presença de <i>cone cracks</i> na camada de porcelana	117
Figura 33 - Imagem da trinca radial de três CP dos grupos a-b) V9/YZ.RU.NG10, e c) V9/YZ.VL _L após o teste de compressão	118
Figura 34 - Imagens representativas da rugosidade superficial (perfilometria óptica) dos grupos: a) NG ₁₂₀₀ ; b) NG ₆₀₀ ; e c) NG _{HF}	120
Figura 35 - Imagens representativas da rugosidade superficial (perfilometria óptica) dos grupos a) Dent _{AF} ; e b) NG _{HF+sil}	121

LISTA DE TABELAS

Quadro 1 – Descrição dos materiais utilizados	58
Quadro 2 - Instruções de uso e manipulação de cada agente cimentante usado neste estudo	66
Tabela 1 – Dados da ADA a respeito das falhas da interface cimento cerâmica em restaurações totalmente cerâmicas quando utilizados cimentos resinosos de dupla ativação	31
Tabela 2 – Valores médios de resistência a flexão para os métodos testados nas cerâmicas feldspáticas, e de zircônia estabilizada por ítrio	38
Tabela 3 – Valores médios de resistência à fadiga para os métodos testados nas cerâmicas feldspáticas, e de zircônia estabilizada por ítrio	40
Tabela 4 – Valores médios de resistência de união ao cisalhamento do cimento resinoso ao NG10 e à dentina	45
Tabela 5 – Ciclo de sinterização das cerâmicas de cobertura e IE	62
Tabela 6 – Valores médios (N), desvio padrão (DP), mediana e valores mínimos e máximos da carga de fratura dos grupos dos discos monolíticos cerâmicos	93
Tabela 7 – Valores dos parâmetros estatísticos de Weibull, carga de fratura característica (F_0), módulo de Weibull (m), e seus intervalos de confiança (IC) de 95%	96

Tabela 8 – Valores médios (N), desvio padrão (DP), mediana e valores máximo e mínimo da carga de fratura dos grupos de discos de V7 recobertos por um agente cimentante	97
Tabela 9 – Valores médios (N), desvio padrão (DP), mediana e valores máximo e mínimo da carga de fratura dos grupos de discos de YZ recobertos por um agente cimentante	97
Tabela 10 – Valores dos parâmetros estatísticos de Weibull, carga de fratura característica (F_0), módulo de Weibull (m), e seus intervalos de confiança (IC) de 95%	99
Tabela 11 – Valores médios (N), desvio padrão (DP), mediana e valores máximos e mínimos da carga de fratura para cada grupo cimentado a NG10	100
Tabela 12 – Valores dos parâmetros estatísticos de Weibull, carga de fratura (F_0) e módulo de Weibull (m), e seus intervalos de confiança (IC) de 95%	103
Tabela 13 – Valores médios (N), desvio padrão (DP), mediana e valores máximos e mínimos da carga de fratura para cada disco de duas camadas cerâmicas cimentado a NG10	104
Tabela 14 – Valores dos parâmetros estatísticos de Weibull, carga de fratura (F_0) e módulo de Weibull (m), e seus intervalos de confiança (IC) de 95%	106
Tabela 15 – Cargas aplicadas no ensaio de fadiga cíclica a partir da média dos valores de carga de fratura após teste de compressão para cada grupo	107
Tabela 16 – Parâmetros estatísticos $N_{t,0}$ e m^* , obtidos a partir da análise de Weibull - Tempo de vida	107

Tabela 17 – Porcentagem de porosidade antes da armazenagem (I - Inicial) e após da armazenagem (F – Final), e valores da mediana de carga de fratura de cada grupo	109
Tabela 18 – Porcentagem de porosidade I e F, e número de ciclos até a fratura (N_f) de cada grupo	109
Tabela 19 – Média do ângulo de contato e dos valores obtidos pelo teste de rugosidade dos diferentes grupos	119

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ADA	= American Dental Association
°C	= grau Celsius
CP	= corpo-de-prova
Cu	= cobre
FEA	= Finit Element Analysis
H	= hora
ISO	= <i>International Organization for Standardization</i>
K_I	= Modo I de intensidade de estresse
m	= módulo de Weibull
MEV	= microscópio eletrônico de varredura
Mpa	= Megapascal
μm	= micrometro
min	= minuto
mm	= milímetro
N	= Newton
O	= oxigênio
Ra	= Parâmetro de rugosidade média
s	= segundo
T°	= temperatura
YZ	= cerâmica policristalina de zircônia tetragonal parcialmente estabilizada com ítria
Zn	= zinco
Zr	= zircônia

1 INTRODUÇÃO

A utilização de cerâmicas em restaurações dentárias tem aumentado consideravelmente nos últimos anos. Elas têm sido usadas para a confecção de uma ampla variedade de restaurações como *inlays*, *onlays*, implantes, coroas e próteses parciais fixas de dois ou mais elementos. Este fato se deve principalmente a propriedades como biocompatibilidade, resistência ao desgaste e estética (Kelly, 1997; Hang Wang et al., 2007). No entanto, sabe-se que a principal falha clínica das restaurações cerâmicas continua sendo a fratura catastrófica (Haselton et al., 2000; Taskonak et al., 2006; Scherrer et al., 2007).

Atualmente, vários pesquisadores acreditam que a fratura catastrófica das coroas de porcelana inicia na superfície de cimentação, baseados nos resultados de análises fractográficas desse tipo de restaurações fraturadas na clínica (Kelly et al., 1989; Kelly et al., 1990; Thompson et al., 1994; Scherrer et al., 2006), de análise de elementos finitos (FEA – *Finit Element Analysis*) (Kelly, 1999; de Jager et al., 2006), e da coerência do estado de estresse previsto pelo FEA com o comportamento clínico (Kelly et al., 1989; Kelly et al., 1990; Thompson et al., 1994; Malament, Socransky, 2001) (Figura 1). Com a FEA foi evidenciado que as falhas ocorrem na superfície de tração da cerâmica, na interface com o cimento, devido a forças compressivas aplicadas nas facetas de desgaste oclusal (Kelly, 1999; de Jager et al., 2006) (Figura 2) que podem levar à formação de trincas e finalmente à falha (Anusavice, Hojjatie, 1992; Kelly 1999).

No entanto, quando se utiliza a zircônia como material de infra-estrutura, a falha mais prevalente foi a de união na interface de contato entre a cerâmica de cobertura e a de infra-estrutura, chamada de delaminação (Della Bona, Kelly, 2008; Liu et al., 2010). Os fatores que podem provocar esse tipo de falha são camadas espessas de porcelana de baixa difusão térmica, aplicadas na infra-estrutura de zircônia, que podem gerar altas tensões residuais na sub-superfície da porcelana (Swain, 2009); e o resfriamento rápido após a sinterização final da porcelana de cobertura sobre a cerâmica de infra-estrutura de zircônia (Tholey et al., 2011).

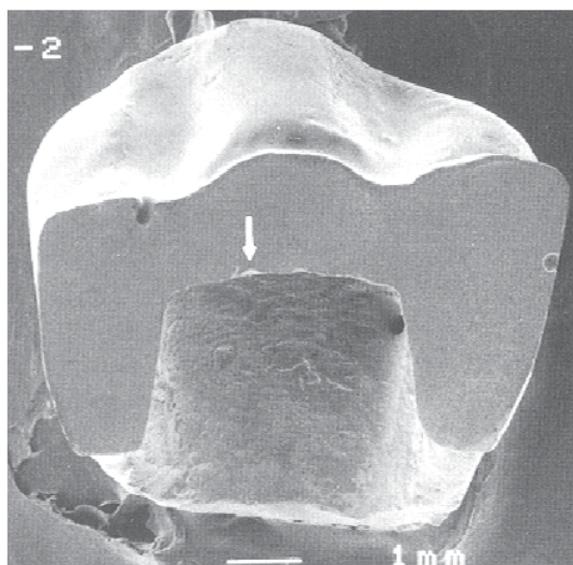


Figura 1 - Micrografia de uma coroa DICOR fraturada obtida pelo microscópio eletrônico de varredura. As setas indicam que o lugar de início da fratura ocorreu na superfície de cimentação (Thompson et al., 1994).

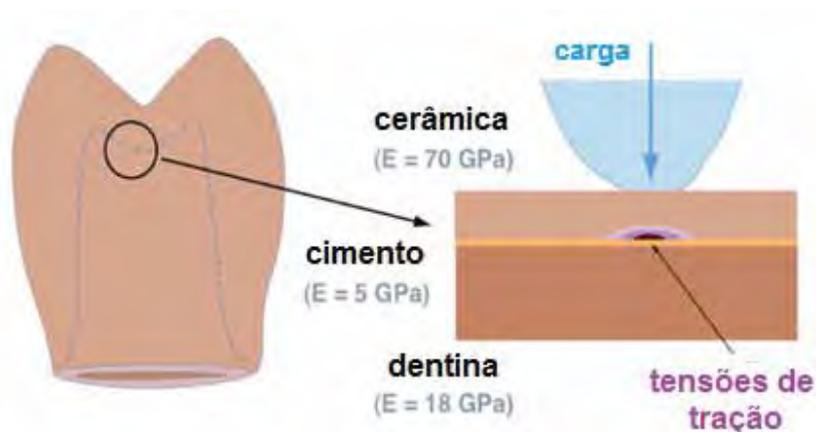


Figura 2 - Representação esquemática clínica (lado esquerdo) e geométrica (lado direito) de uma restauração totalmente cerâmica cimentada à estrutura dentinária. Resultados do estado de estresse na interfase cimento-cerâmica, quando a carga é aplicada (Kelly, 1999).

Dessa forma, principalmente a interface cimento-cerâmica é afetada pelas forças oclusais (Komine et al., 2004), embora as alterações térmicas e as conseqüências da presença de água poderiam também adversamente influenciar na distribuição de estresse nessa interface, resultando na desunião dos substratos inclusive sob baixas forças oclusais (Van Meerbeek et al., 2005).

Os poros (bolhas de ar) formados durante o espalhamento do agente cimentante podem agir como concentradores de estresse. O estresse de tração pode se tornar tão intenso que inicia uma separação da união adesiva adjacente aos poros (espaços vazios). A trinca poderá se propagar de um poro a outro, e a união pode se separar sob tensão (Della Bona, 2009). Portanto, a penetração de fluidos orais indesejáveis, bactérias e toxinas bacterianas nas interfaces cimento-cerâmica e cimento-dentina,

podem depender do tipo (poros abertos e fechados), distribuição e tamanho dos poros (microporos, mesoporos, e macroporos) presentes no cimento resinoso (Milutinović-Nikolić et al., 2006), provocando a absorção de água e fluidos de saliva que expandem a matriz polimérica (Oysaed; Ruyter, 1986).

Conforme aponta a pesquisa realizada pela *American Dental Association* (ADA) a respeito da quantidade de vezes que ocorreram falhas da interface de doze tipos de cimentos resinosos duais quando unidos a restaurações cerâmicas, pode-se evidenciar que ainda na atualidade o desempenho dos cimentos resinosos não é totalmente satisfatório clinicamente (Tabela 1), embora essa pesquisa não cite o tipo de falha ocorrida nessa interface.

Tabela 1 - Dados da ADA a respeito das falhas da interface cimento cerâmica em restaurações totalmente cerâmicas quando utilizados cimentos resinosos de dupla ativação.

Produto	Média	Desvio padrão	n	Não indicado
Calibra DENTSPLY Caulk	5,6	9,5	43	4
Cement 4t Pentron Clinical Technologies	3,1	4,9	14	4
DUO-LINK Bisco			0	1
Maxcem Kerr	4,5	12,8	57	10
PANAVIA F2.0 Kuraray	5,6	13,4	41	17
RelyX Unicem 3M ESPE	3	3,7	23	1
Ultra-Bond Plus DenMat	2,1	3	14	4
Variolink II Ivoclar Vivadent	2,4	3,4	79	7
Insure Cosmedent	5,9	9,6	19	2
Lute-It Pentron Clinical Technologies	3	8,8	153	31
Nexus Kerr	3,5	4,8	24	2
Rely X ARC 3M ESPE	6,8	17,9	32	5

n= número de questionários respondidos

Já que as restaurações totalmente cerâmicas são principalmente unidas adesivamente ao substrato dentinário (*bonded and fully supported ceramics*), alguns problemas resultantes na interação com o

agente cimentante e o substrato de suporte podem ocorrer e induzir trincas (Huang et al., 2008).

A interação da estrutura cerâmica com o agente cimentante cria praticamente uma camada sensível ao módulo de elasticidade do cimento interposto, que pode aumentar a resistência do conjunto (Addison et al., 2007). A resistência é beneficiada pela utilização de cimentos com maior módulo de elasticidade. Esse mecanismo de reforço assim como o selamento de trincas pelo cimento resinoso das restaurações cerâmicas (Marquis, 1992) tem sido proposto por diferentes estudos.

Vários estudos têm documentado os efeitos da água na degradação da resistência estática e a fadiga cíclica das cerâmicas odontológicas (Myers et al., 1994a; Myers et al., 1994b; Xu et al., 1995; Taskonak et al., 2008; Studart et al., 2007a; Studart et al., 2007b; Salazar Marocho et al., 2010). No entanto, a água também tem efeitos deletérios na integridade dos cimentos resinosos (Drummond, Savers, 1993): (a) plastificando o cimento, (b) dissolvendo as fases da sua matriz, e (c) hidrolisando as ligações do silano; o que poderia afetar as propriedades do agente cimentante.

As restaurações totalmente cerâmicas cimentadas adesivamente apresentam menor índice de fracasso (Malament, Socransky, 2001), no entanto explicações científicas para esse fato têm sido pouco estudadas (Thompson et al., 1998). Há pouca informação disponível da influência dos agentes cimentantes resinosos, usados como agente de união de uma restauração indireta ao substrato dentário (Miguel et al., 2001; Milutinović-Nikolić et al., 2007) no comportamento mecânico do complexo cerâmica-cimento. Assim, o papel do cimento no sucesso estrutural das restaurações cerâmicas é pouco entendido, apesar de ser amplamente utilizado na prática odontológica.

2 REVISÃO DA LITERATURA

Para facilitar o entendimento dos estudos relacionados a este tema de investigação, a revisão de literatura foi dividida nos seguintes tópicos:

2.1 Cerâmicas odontológicas

As cerâmicas odontológicas têm surgido como resultado da busca contínua da odontologia por novos recursos que aproximem o máximo possível o elemento protético às formas originais do órgão ou elemento dental perdido, tanto na parte estética quanto no seu conteúdo funcional e biológico.

Conforme relata a história, as cerâmicas foram utilizadas pela primeira vez, com finalidade odontológica, em 1774 pelo farmacêutico Frances Alexis Duchateau, quem se inspirou observando o uso da cerâmica como utensílio doméstico duradouro, resistente à abrasão e ao manchamento. Como portador de prótese total, insatisfeito com os dentes de marfim, Duchateau os substituiu usando cerâmicas (Kelly et al., 1996; Della Bona, 2009).

Já, desde seus inícios, a confecção de peças cerâmicas demandou técnica, habilidade e persistência. E aproximadamente em 1887, se introduziu e divulgou o sistema de porcelana fundida sobre metal para a

confecção de coroas. Desde esse período, a demanda pela cerâmica como material restaurador vem crescendo, e novos materiais surgem a cada dia no mercado, com o objetivo da excelência nos resultados finais, chegando-se cada vez mais próximo das condições ideais às que o meio bucal está sujeito (Kelly et al., 1996; Della Bona, 2009).

No ano 1990, estimativas indicam que 70% das coroas dentárias colocadas pelo cirurgião dentista possuem porcelana como um dos seus componentes (Roseblum, Schulman, 1997).

O uso e o desenvolvimento contínuo dos materiais cerâmicos na odontologia restauradora tem trazido à Odontologia Restauradora um leque de opções para a confecção de uma ampla variedade de restaurações como *inlays*, *onlays*, implantes, coroas e próteses parciais fixas de dois ou mais elementos, com propriedades como biocompatibilidade, resistência ao desgaste e estética (Kelly, 1997; Hang Wang et al., 2007).

A seguir serão descritas as principais características dos materiais investigados nesse estudo, ou seja, sobre cerâmicas feldspáticas e de zircônia estabilizada por ítrio.

2.1.2 Microestrutura

A análise microestrutural quantitativa e qualitativa fornece a associação entre a constituição, propriedades físicas e características estruturais dos materiais. A caracterização da microestrutura é necessária para calcular relevantes propriedades mecânicas e para sustentar

argumentos a respeito dos fenômenos de fratura e de adesão (Della Bona, 2005 a).

- a) A cerâmica feldspática é um material constituído por silício, potássio, cálcio, sódio e alumínio (Salazar-Marcho et al., 2011; Borba et al., 2011). Sua microestrutura tem sido caracterizada em uma fase só, em matriz vítrea;
- b) A cerâmica policristalina de zircônia tetragonal parcialmente estabilizada com ítria (YZ) é um material cerâmico com propriedades mecânicas superiores às demais cerâmicas odontológicas, apresenta resistência à fratura de mais de 1000 MPa e tenacidade de fratura entre $6 - 10 \text{MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$ (Chevalier et al., 1999; Guazzato et al., 2004a; Guazzato et al., 2004b; Rizkalla, Jones, 2004; Sato et al. 2008; Karakoca et al. 2009). Pittayachawn et al. (2007) através de análise de fractográfica, usando o microscópio eletrônico de varredura (MEV), relataram que nenhuma porosidade ou falha foi detectada nas superfícies de amostras formadas por este material, concluindo que possuía uma microestrutura densa e homogênea. Este fato pode explicar a alta resistência à flexão apresentada por estas cerâmicas, juntamente com a alteração estrutural que ela sofre sob aplicação de altas cargas (da fase tetragonal à fase monoclinica).

2.2 Resistência e durabilidade estrutural dos materiais cerâmicos

Podemos encontrar na literatura, diversos estudos das propriedades mecânicas, e durabilidade dos materiais cerâmicos investigados nesse estudo, ou seja, de cerâmicas feldspáticas, e de zircônia estabilizada por ítrio.

De forma geral, a previsão de falha dos materiais cerâmicos depende dos parâmetros experimentais que medem a distribuição de resistência e o tempo da resistência. Esses parâmetros podem ser determinados através da mensuração da resistência em função do estresse (testes de compressão, testes de resistência à flexão), e em testes que simulam o ambiente bucal. Dessa forma, projetos bem estruturados, em conjunto com uma análise de confiabilidade, podem otimizar as decisões no desenho do projeto e o sucesso estrutural de cerâmicas em aplicações mais exigentes (Ritter, 1995; Della Bona et al., 2005a).

Em termos de resistência (σ), os pesquisadores usualmente examinam as propriedades de resistência à flexão biaxial (σ_B), de 3 pontos (σ_{3P}), e de 4 pontos (σ_{4P}), preparando amostras de cerâmica de configuração geométrica de acordo com as instruções do fabricante e seguindo o padrão internacional apropriado, como a norma ISO 6872 (2008). A variabilidade desses valores médios de σ quando utilizados espécimes de formato geométrico (barras ou discos) estão apresentados na Tabela 2.

Esses testes evidenciam que os valores médios de σ encontrados podem variar segundo o teste utilizado e o ambiente onde for realizado. O mesmo tipo de cerâmica pode mostrar valores 30% mais altos

de resistência quando testados em σ_{3P} e a temperatura ambiente do que em σ_{4P} em água (Zeng et al., 1996; Della Bona et al., 2003; Höland et al., 2000).

Outro teste bastante utilizado para avaliar a resistência dos materiais cerâmicos, é o teste de resistência a fratura dos materiais cerâmicos quando submetidos a cargas cíclicas, em formato geométrico, e em coroas e pontes fixas (Tinschert et al., 2001; Attia, Kern, 2004; Lüthy, et al. 2005; Beuer, et al., 2009) (Tabela 3). Usando este teste foi avaliada a resistência mecânica do material ao longo do tempo, a qual é reduzida devido à fadiga, pela propagação de defeitos inicialmente presentes dentro da estrutura.

Inicialmente, a fadiga foi definida como o modo de fratura pelo qual determinada estrutura eventualmente falha após de haver sido submetida repetidamente a cargas que são tão baixas que apenas uma aplicação não tem nenhum efeito deletério na estrutura (Wiskott et al., 1995). Esse termo foi proposto pela primeira vez por Panalet em 1839, na época em que a revolução industrial tinha começado. O fenômeno de fadiga foi observado pela primeira vez por volta de 1800, quando os eixos de um vagão ferroviário começaram a falhar após um pequeno período em serviço. Nesse tempo, a causa da fratura por fadiga era explicada como um fenômeno de cristalização, o que tornava o material frágil às tensões (Hosford, 2004).

Tabela 2 - Valores médios de resistência a flexão para os métodos testados nas cerâmicas feldspáticas, e de zircônia estabilizada por ítrio

Cerâmica odontológica	Tipo de espécime (Produto)	Resistência à flexão (Mpa)		Autor	Ano
		Biaxial	3 Pontos		
Feldspática	Barra (VMK 68)	--	69,7 ± 5,4	Giordano et al.	1995
	Barra (VMK 68)	--	70,8 ± 6,9	Segur; Sorensen	1995
	Barra (Vita Mark II)	--	121,6 ± 3,3		
	Barra (Vita Mark II)	--	86,3 ± 4,3	Tinschert et al.	2000
	Barra (Vita Alpha dentin)	--	60,7 ± 6,8		
	Barra (VMK 68)	--	82,7 ± 10	Jin et al.	2004
	Barra (Vintage Hello)	--	116,0 ± 7,1		
	Barra (VMK 68)	--	63,5 ± 9,9	Bottino et al.	2009
	Barra (Vita Alpha dentin)	--	57,8 ± 12,7		
	Zircônia estabilizada por ítrio	Disco (VMK68)	104,0 ± 9,2	--	De Jager et al.
Disco (Vintage Hello)		105,6 ± 5,8	--	Jin et al.	2004
Disco (VMK 95)		73,16 ± 4,05	--	Sirmazışık e Öveçoğlu	2006
Disco (Vita Omega 900)		104,13 ± 4,97	--		
Disco (CERAMCO III)		66,02 ± 4,95	--	Tinschert et al.	2000
Barra (Zirconia-TZP)		--	913 ± 50,2		
Barra (DC Zirkon)		--	1095 ± 3,4	Guazzato et al.	2005
Barra (Ceroon Zirconia)		--	166,39 ± 192,;	Wang et al.	2008
Barra (Proocera Zirconia)		--	1200 ± 136	Aboushellib et al.	2010
Barra (IPS e.max ZirCAD B40 Blocks)		--	571,7 ± 79,2	Cebrawi et al.	2010
Disco (Ceroon Zirconia)	140,89 ± 121,3	--	Yilmaz et al.	2007	
Disco (Ceroon Zirconia)	1084,1 ± 105	--	Karakoca et al.	2009	
Disco (DentaCAD)	1330,3 ± 178,6	--			
Disco (Zirkonzahn)	924,4 ± 107,2	--	Borchers et al.	2010	
Disco (YZ)	1213 ± 93	--			
Disco (Lava.Frame)	985 ± 134	--			

-- Indica que não foi realizado o teste no estudo

Atualmente, a falha por fadiga é explicada como processo pelo qual os materiais perdem suas características iniciais, devido a esforços repetitivos e ao desenvolvimento de trincas microscópicas em áreas de concentração de tensões. Alguns fatores locais mais comuns que podem promover esse aumento de tensões são inclusões, extrusões, e mudanças na configuração geométrica da superfície.

Quando aplicadas cargas contínuas, as trincas podem se propagar e se fundir formando uma trinca crescente que insidiosamente fragilizará a estrutura alcançando um tamanho crítico. Quando essas cargas superam a capacidade mecânica da porção remanescente hígida da estrutura, ocorre a fratura catastrófica (Wiskott et al., 1995).

Restaurações totalmente cerâmicas apresentam alto risco de fratura catastrófica (Thompson et al., 1994; Peterson et al., 1998). Esse tipo de fratura ocorre quando defeitos existentes no material, sob tensão, crescem em proporções críticas. Nos primeiros momentos em que a carga é aplicada, o crescimento da trinca pode ocorrer de forma lenta até que o estresse em sua extremidade atinja um determinado valor crítico que leva à sua propagação instável, resultando na fratura repentina do material (Kelly et al., 1990). Sendo assim, quanto maior a área ou volume do material, maior é a probabilidade do mesmo apresentar um defeito capaz de iniciar a fratura sob menor tensão. Os defeitos presentes nas cerâmicas estão normalmente ligados ao seu processamento e são representados por poros, inclusões, aglomerados de partículas e micro-trincas superficiais, devido ao processo de usinagem. Usualmente, a falha da cerâmica se origina no defeito mais severo.

Tabela 3 - Valores médios de resistência à fadiga para os métodos testados nas cerâmicas feldspáticas, e de zircônia estabilizada por ítrio

Cerâmica odontológica	Tipo de espécime	Término cervical	Resistência à compressão (N)		Resistência à compressão (N) após fadiga		Fadiga	Pistão	Agente cimentante	Substrato	Autor	Ano
			Seco	Úmido	Seco	Úmido						
Feldspática	Coroa (Vitablock Vita Mark II)	Ombro	929,1 ± 148,5	---	752,7 ± 99,6	---	---	Steatite ceramic balls	RelyX ARC	Dente humano (pré-molar)	Atia et al.	2006
			923,6 ± 153,5	---	721,1 ± 141,5	---	---	4 mm de diâmetro	GC Fuji CEM			
			772,3 ± 134,7	---	571,5 ± 117,9	---	50 - 600N		Fosfato de zinco			
Feldspática	Coroa (Vitablock Vita Mark II)	Ombro	1272 ± 109	---	---	---	500.000 ciclos 20 Hz	Esfera de aço 3mm de diâmetro	Panavia-F-2.0	Resina epóxi	Zahran et al.	2008
			---	---	---	---	As corcas sobreviveram sem alguma formação de trincas					
Zircônia estabilizada por ítrio	Coroa (In-Ceram VZ)	Ombro	---	---	???	???	???	???	Panavia-F-2.0	???	Kassem et al.	2011
			---	---	???	???	???	???	Rely X Unicem			
			1459 ± 402	---	---	---	50 - 600N	Esfera de aço 3mm de diâmetro	Panavia-F-2.0	Resina epóxi	Zahran et al.	2008
Zircônia estabilizada por ítrio	Infra-estrutura para coroa (Everest ZH16)	Sem ombro	2041 ± 355	---	---	---	500.000 ciclos 20 Hz	Esfera de aço 3mm de diâmetro	Ionômero de vidro	Troqueis de Cr-Co	Beuer et al.	2009
			1624 ± 150	---	---	---	Fratura da cerâmica de cobertura	Semiesfera metálica 10mm de diâmetro				
			1752 ± 261	---	---	---	---	---				
			2286 ± 536	---	---	---	---	---				
Zircônia estabilizada por ítrio	Abutment (incisivo sup.) (Proceera Zirconia + IPS e.max Press)	Ombro biselado	1722 ± 262	---	---	---	---	Semiesfera de aço	Aparafusada	Implante de Titânio	Kim et al.	2009
			---	---	480,01 ± 174,46	---	---	???, mm de diâmetro				
Zircônia estabilizada por ítrio	Coroa (IPS-e.max ZrCAD + IPS e.max)	Ombro com ângulo interno arredondado	---	---	---	---	1076 - 30-300 N em meio úmido	Esfera de aço 6,35 mm de diâmetro	RelyX ARC	Resina composta	Lorenzoni et al.	2010
			---	---	---	---	Lascamento da cerâmica de cobertura das corcas					

???

Indica que os autores não relataram essa informação

Indica que não foi realizado o teste

A primeira comprovação efetiva do efeito da fadiga cíclica em cerâmicas foi reportada por Dauskardt et al. (1987). A partir dessa constatação, outros estudos, como o de Liu e Chen (1991), continuaram indicando que todas as cerâmicas exibiam degradação mecânica sob carga cíclica. Por muitos anos a propagação de trincas por fadiga cíclica em cerâmicas foi atribuída ao mecanismo de corrosão sob estresse. A cerâmica apresenta principalmente no meio úmido, um crescimento lento (estável) de trincas quando submetida a níveis de Modo I de intensidade de estresse (K_I) mais baixo que o valor crítico, o que resulta na degradação da sua resistência com o tempo de uso. Esse fenômeno é conhecido como crescimento subcrítico de trincas - CST (*slow crack growth*) (Barsoum, 1997). Ou seja, quando o material encontra-se sob influência de uma tensão aplicada, abaixo da tensão de fratura, trincas ou outros defeitos podem crescer de maneira estável e lenta até atingirem um tamanho crítico, resultando na fratura frágil da peça. Assim, o tempo decorrido até o momento da falha é associado ao tempo necessário para que a trinca cresça de um tamanho subcrítico até um tamanho crítico para aquela determinada tensão (Guin, Wiederhorn, 2003).

Embora o mais rápido CST ocorreu na presença de umidade. Isso pode ser atribuído à concentração mais alta de moléculas corrosivas de vapor de água ao redor da trinca, uma vez que foi reportado que uma alta concentração de moléculas de água no ambiente aumenta a taxa de crescimento de trincas, favorecendo a clivagem das ligações Zr-O-Zr na ponta da trinca, do material cerâmico IZ (Munz, Fett, 1999; Chevalier et al., 1999).

No que concerne ao comportamento à fadiga das cerâmicas de zircônia, deve-se levar em consideração a natureza das solicitações

mecânicas, isto é, se é estática ou cíclica. Na fadiga estática, a falha do material ocorrerá pela propagação lenta de trincas, com um nível de tensão inferior ao K_{IC} . Na fadiga cíclica, a causa da falha prematura está relacionada ao ciclo de aplicação da tensão. A resposta desse fenômeno pode estar relacionada ao início da propagação de trincas, devido a defeitos na peça oriundos da etapa de processamento (Denry, Kelly, 2008; Kelly, 2008).

Della Bona et al. em 2007 relatou que o CST em materiais policristalinos submetidos a cargas cíclicas pode ser resultado da ruptura das ligações cerâmicas na presença de água, na ponta da trinca ou por degradação do mecanismo de resistência envolvendo a formação de ponte entre cristais ou a transformação das fases.

O comportamento à fadiga pode ser determinado submetendo o material cerâmico à aplicação cíclica de carga de um valor máximo conhecido, e determinando o número de ciclos requeridos para produzir fratura. Estudos demonstram que quando usado o teste de fadiga aplicando uma carga máxima equivalente a 60% da resistência inicial do material, tem sido registrado o número de ciclos até fratura, e calculado o tempo de vida (Studart et al., 2007a; Salazar Marocho et al., 2010)

Contudo, é importante ter em consideração que as restaurações totalmente cerâmicas consistem em uma camada homogênea de cerâmica de infra-estrutura recoberta por uma cerâmica de cobertura, e localizada em cima de uma camada de cimento (de aproximadamente 30-120 μm de espessura), suportada por um substrato dentinário. Este tipo de estrutura não é bem representado quando testados espécimes com formato de barra ou disco, como os utilizados nos testes de σ_B , σ_{3P} e σ_{4P} , já que neles os estresses de tensão que induzem a fratura do material dependem da

distância dos cilindros de suporte, da ponta aplicadora da carga, e da espessura do material.

Por conseguinte, em comparação com o modelo simples usado para o ensaio de flexão, as cerâmicas odontológicas utilizadas com finalidade clínica (em restaurações dentárias) são uniformemente apoiadas sobre uma base relativamente elástica, e na maioria de vezes são cimentadas nela (Kelly, 1999).

Kelly (1999) mostra claramente um exemplo dessa diferença na Figura 3, onde pode se observar o estresse de tensão máximo atingidos pelas cerâmicas adesivamente unidas à dentina em comparação às barras cerâmicas submetidas ao teste de σ_{3P} . As cerâmicas unidas adesivamente são muito pouco sensíveis às variações da sua espessura (0,5 mm – 2,5 mm), sendo que as de 0,5 mm (35,6 MPa) suportam menos estresse que as de 1,5 mm (44,6 MPa) e 2,5 mm (39,5 MPa).

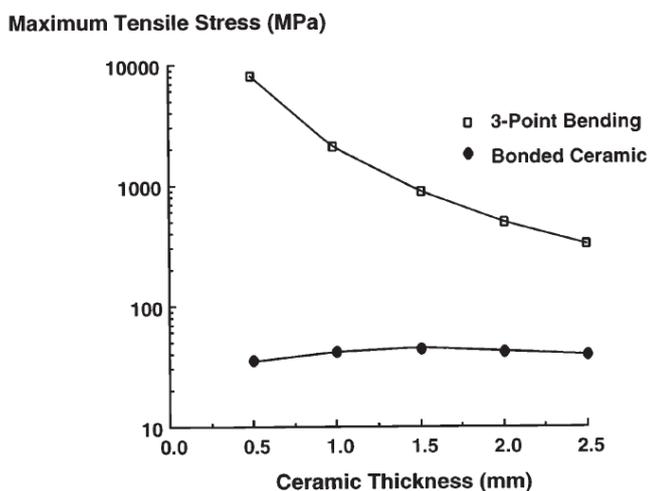


Figura 3 – Estresse de tensão máximo calculado em função da espessura, para barras confeccionadas a partir de uma cerâmica feldspática aderidas à dentina ou testadas em σ_{3P} (Kelly, 1999).

Quando a estrutura cerâmica é uniformemente apoiada e aderida a um material menos rígido, são gerados estresses de tensão na interface cerâmica-cimento, do lado oposto onde foi aplicada a carga (Harvey; Kelly, 1996; Kelly 1999) (Figura 2), e quando isso não ocorre, a estrutura resiste a cargas maiores antes de se fraturar, devido ao menor estresse de tensão na sua superfície interna (a qualquer carga dada).

Em um estudo recente, Kelly (2010) verificou que os valores médios de carga de fratura em discos cerâmicos adesivamente unidos ao níquel-cromo ($2151 \text{ N} \pm 569 \text{ N}$) foram significativamente maiores do que quando unidos à resina composta ($963 \text{ N} \pm 85 \text{ N}$). Outros estudos que podemos encontrar na literatura que avaliam a resistência de um material cerâmico unido a substratos com módulo de elasticidade maior do que a dentina, tais como liga Cu-Zn (Sobrinho et al., 1998; Webber et al., 2003) e liga de Co-Cr (Beuer et al., 2009; Ohlmann et al., 2009), estão mencionados na Tabela 3.

Dessa forma, como evidenciado, a incompatibilidade entre o módulo de elasticidade (E) do material cerâmico e do seu substrato de suporte, parece ser uma variável que induz a falha, e por esse motivo, esse aspecto deve ser controlado nos testes laboratoriais.

Idealmente, o substrato de suporte utilizado quando realizados testes *in vitro*, deve ter E semelhante à dentina humana hidratada (Sano et al., 1994), e essa característica do material permitirá simular as falhas que ocorrem intra-oralmente, e realizar o teste *in vitro* com validade, representando um ponto de referência na análise laboratorial.

Kelly (2010) testou um material análogo à dentina em termos de adesão e propriedades elásticas com o intuito de validar seu uso quando escolhido como substrato de estruturas cerâmicas. Esse material consiste em uma resina epóxi reforçada com fibras de vidro (NG10 - NEMA grade G10, International Paper, Hampton, EUA).

Foi avaliada a relação entre tensão e deformação da dentina humana e do NG10 quando indentadas para determinar suas propriedades elásticas, obtendo uma curva de deformação altamente linear para ambos os substratos, o que indica que o seu comportamento é puramente elástico. O E do NG10 ($4,2 \pm 0,25$ GPa) e da dentina ($3,3 \pm 0,50$ GPa) foi idêntico (t-test; $p > 0,1$).

Para avaliar as características adesivas do NG10, o material foi imerso em água por 2 semanas, e unido adesivamente a um cimento resinoso dual (Lute-It, Jenric/Pentron Clinical Technologies LLC, Wallingford, EUA). Posteriormente, foi testada sua resistência de união ao cisalhamento com o agente cimentante, e os resultados mostraram que o NG10 com e sem prévia hidratação tiveram valores de resistência adesiva semelhantes, e levemente menor que a dentina hidratada (Tabela 4).

Tabela 4 – Valores médios de resistência de união ao cisalhamento do cimento resinoso ao NG10 e à dentina

Condição	Resistência de união ao cisalhamento (desvio padrão) em MPa
Dentina (hidratada)	6,5 (1,6)
NG10 (hidratada)	9,85 (0,5)*
NG10 (não hidratada)	9,1 (2,8)*

* Indica diferença não estatisticamente significativa, ANOVA, 95% Duncan

Outra característica do NG10 verificada foi sua capacidade de evitar a formação de trincas em forma de cone (*cone cracks*) quando usado como material para confecção de pistão aplicador de carga, e comparado com pistões de aço inoxidável e alumínio (Kelly, 2010).

Sabe-se por meio de análise fractográfica que a origem de fratura verificada em restaurações totalmente cerâmicas na clínica, exceto naquelas que tiveram como cerâmica de infra-estrutura a zircônia, ocorreu na superfície de cimentação (Kelly et al., 1989; Kelly et al., 1990; Thompson et al., 1994; Scherrer et al., 2006). Esse fato foi reproduzido de forma semelhante tanto por análise de elementos finitos (FEA – *Finit Element Analysis*) (Kelly, 1999; de Jager et al., 2006), quanto através da coerência do estado de estresse previsto pelo FEA com o comportamento clínico (Kelly et al., 1989; Kelly et al., 1990; Thompson et al., 1994; Malament, Socransky, 2001).

Também há estudos *in vitro* e *in vivo* demonstrando que na análise microscópica de superfícies cerâmicas unidas adesivamente, o tipo de falha identificado foi falha coesiva do cimento resinoso (Zidan et al., 1982; Wood et al., 1996; Meiers et al., 1985). Esses resultados sugerem que essas falhas podem estar estreitamente associadas à dissociação do material sob condições clínicas. O fundamento que pode explicar esse fenômeno é que quando o cimento resinoso é submetido à função fisiológica, a degradação do polímero pode ocorrer como resultado dos mecanismos intra-orais de sorção, expansão, hidrólise e fadiga dinâmica (Söderholm et al., 1984; Yamashita et al., 1998).

Com essa evidência científica, é possível inferir que apenas os dados de resistência não podem ser diretamente extrapolados para prever o desempenho estrutural do material. Portanto, para que esses

dados reflitam a variabilidade e dependência do tempo de um componente cerâmico em função, o ambiente dos testes deve ser semelhante àqueles do meio de trabalho, e a população de falhas que controlam a resistência deve ser a mesma daquela responsável pela falha durante função.

Os fatores do ambiente bucal são criticamente importantes para o sucesso clínico das restaurações cerâmicas e a extrapolação de informação *in vitro* para a situação *in vivo*, deve ser aplicada com cautela.

Como mencionado anteriormente, as cerâmicas odontológicas utilizadas para a confecção de restaurações dentárias são uniformemente apoiadas sobre uma base relativamente elástica. No entanto, também pode estar composta por apenas um tipo de cerâmica (restauração monolítica) e por camadas, sendo formada por uma cerâmica de infraestrutura (IE) opaca de alto conteúdo cristalino e de alta resistência mecânica, que é recoberta por cerâmicas de dentina e de esmalte com maior qualidade estética (Kelly et al., 1996; Della Bona, 2009). O recobrimento da IE por cerâmicas feldspáticas principalmente melhora as propriedades óticas responsáveis pela estética das restaurações de cerâmica pura.

2.3 Cimentos resinosos

2.3.1 Composição

Os cimentos resinosos são resinas compostas que contêm Bis-GMA e outros metacrilatos. A base composicional dos cimentos

resinosos é um sistema monomérico Bis-GMA (Bisfenol-A metacrilato de glicidila) ou UEDMA (Uretano dimetacrilato) em combinação a monômeros de baixa viscosidade (TEGDMA, UDMA), além de cargas inorgânicas (lítio, alumínio e óxido de silício) tratadas com o agente de união (silano) (Diaz-Arnold et al., 1999).

A adoção de grupamento funcional hidrófilos modificou a composição orgânica dos sistemas resinosos de cimentação em relação às resinas compostas e ainda, propiciou a possibilidade de adesão com a superfície dentinária. Para completar a composição, a resina aglutinante foi combinada com partículas cerâmicas e sílica coloidal. As partículas inorgânicas se apresentam nas formas angulares, esféricas ou arredondadas, com conteúdo de peso variando entre 36 a 77% e diâmetro variável entre 10 a 15 μm , dependendo do produto (Diaz-Arnold et al., 1999; Inokoshi et al., 1993).

Estes cimentos apresentam menor percentual volumétrico de partículas incorporadas à matriz orgânica com o objetivo de adequar sua viscosidade as condições específicas e desejáveis de cimentação, sendo esta a principal diferença das resinas composta para restauração (De Goes, 1998).

2.3.2 Classificação dos cimentos resinosos

De acordo com a normatização da ISO 4049 (2009), os cimentos resinosos, pertencem ao Tipo 2 de materiais restauradores à base de polímeros, e são classificados de acordo com seu tipo de ativação:

- a) Classe 1 - cimentos ativados por reação química, pela mistura de um iniciador e um ativador;
- b) Classe 2 – cimento ativado a partir de uma energia que é fornecida de uma fonte fotoativadora, de uso intra-oral; e
- c) Classe 3 - cimentos de dupla ativação, química e foto.

Os cimentos quimicamente ativados têm como desvantagem o tempo de trabalho limitado pela presa inicial e ao mesmo tempo prolongado pela presa final; entretanto são os mais indicados para cimentação de pinos de fibra de vidro, coroas e próteses totalmente cerâmicas.

Os cimentos fotoativados são de fácil manuseio e usados para cimentação de facetas e *inlays* em cerâmica ou em cerômero, porém, o seu grau de conversão é comprometido quando da presença de preparos profundos ou em regiões interproximais (El-Mowafy et al., 1999), onde a restauração indireta terá espessura maior, fazendo com que a dispersão e a absorção da luz aumentem, reduzindo dessa maneira a penetração da luz na camada de cimento (El-Badrawy, El-Mowafy, 1995)

O cimento resinoso de dupla ativação é o que mais atende a maioria das indicações clínicas, e resulta sendo comumente o de eleição para as restaurações totalmente cerâmicas (*inlays*, *onlays*, coroas, e próteses parciais fixas de 2 ou mais elementos), devido a que alcança grau de conversão polimérica maior que o sistema químico (Caughman, et al., 2001), sendo a fotoativação necessária para maximizar a resistência e a rigidez (Attar et al., 2003), melhorar as propriedades mecânicas (El-Mowafy et al., 1999; Hofmann et al, 2001), a biocompatibilidade, e a estabilidade de

cor (Stansbury, 2000). Pelo fato de também ser quimicamente ativado, sua ativação ocorrerá mesmo em áreas da restauração onde a exposição da luz (dispositivo de fotoativação) seja crítica (Hasegawa et al., 1991).

Já em casos onde a ativação luminosa não tem como ser realizada, devido principalmente à opacidade dos materiais restauradores, o sistema químico tem sua principal indicação (Diaz-Arnold, 1999; Prakki, Carvalho, 2001).

Apesar da extensa gama de cimentos disponíveis atualmente, não há cimento ideal para todas as situações clínicas. Assim, a escolha do agente de cimentação deve se basear nas suas propriedades físicas, biológicas e de manipulação, somadas às características do remanescente dentário preparado e da peça protética (Rosenstiel et al., 1998; Federlin et al., 2004; Federlin et al., 2005).

2.3.3 Degradação e solubilidade dos agentes cimentantes

Nas condições orais, os materiais utilizados para a confecção de restaurações dentárias e para a cimentação entram em contato com fluidos salivares, que contêm uma grande variedade de substâncias orgânicas e inorgânicas, em conjunto com uma flora bacteriana numerosa e complexa (Mortier et al., 2004).

Os cimentos resinosos podem absorver líquidos provenientes da saliva e da dentina, que provavelmente chegaram à superfície interna da restauração cerâmica durante a função. Na presença de água, ocorre uma difusão de moléculas de água para o interior das matrizes poliméricas, que

provocam sua expansão, diminuindo seu módulo de elasticidade e resistência à fratura (Hirasawa et al., 1983; Oysaed, Ruyter, 1986; Tay et al., 2003; Yiu et al., 2004).

Os padrões de absorção de água são governados por duas teorias que ocorrem simultaneamente: (a) a teoria do “volume livre”, na qual moléculas de água se difundem através de porosidades nanométricas ou defeitos morfológicos do material sem relação mútua com os grupos polares do material, e (b) a teoria “da interação”, na qual moléculas se difundem através do material, ligando-se sucessivamente aos grupamentos hidrófilos (Bellenger et al., 1989).

Os polímeros absorvem a umidade, e existem diversos fatores envolvidos na sorção de água e na degradação dos polímeros, como: pH do meio de armazenagem (Örtengren et al., 2001; Prakki et al., 2005), grau de conversão (Pearson et al., 1989); polaridade da estrutura molecular e presença de grupos hidroxila capazes de formar pontes de hidrogênio com a água; quantidade de ligações cruzadas (Beatty et al., 1993); presença de água residual; quantidade e tipo de partículas de carga (Mortier et al., 2004); da adesão a matriz e carga; do volume de resina; e da acessibilidade da água (Feilzer et al., 1989).

Após penetrar na matriz polimérica, a água desencadeia o processo de degradação química, resultando na formação de oligômeros e monômeros. A composição das resinas adesivas utilizadas nos procedimentos restauradores é inerentemente susceptível à hidrólise (Göpferich, 1996).

Sabe-se que a umidade presente no meio oral ou de armazenagem tem um papel importante no processo de degradação química

dos polímeros, a alterações que sofrem os polímeros nesse meio podem aumentar as tensões dos substratos adjacentes durante a função, apresentando dessa forma um efeito deletério para a interface dentina-agente cimentante e agente cimentante-cerâmica (Göpferich, 1996; Sindel et al., 1999).

Mesmo se não houver água presente no interior da interface durante a polimerização, a água pode se difundir para o interior do polímero (Mohsen et al., 2001), desencadeando a degradação hidrolítica da cadeia polimérica (Göpferich, 1996). Em alguns estudos, verificou-se que, se não há água para desafiar as interfaces ou os sistemas de união, a ocorrência da degradação é praticamente inexistente (Yiu et al., 2004). Trabalhos demonstram uma degradação da interface de união na presença de água. Em contrapartida, na ausência de água, as propriedades das interfaces ou dos espécimes de resina permanecem inalteradas ou aumentam após armazenagem (Yiu et al., 2004).

2.4 Mecanismos de adesão para a união das cerâmicas aos cimentos resinosos

A adesão pode ser definida como uma atração molecular (ou atômica) entre duas superfícies em contato (substratos), promovida pela força de atração interfacial de diferentes moléculas (ou átomos) (Della Bona, 2009).

Nos agentes cimentantes, essa atração molecular ou atômica deve ser o suficientemente forte para suportar tensões geradas na sua polimerização e contração (Pospiech, 2002).

A adesão dos cimentos resinosos às cerâmicas odontológicas depende fundamentalmente da composição química e da microestrutura da cerâmica.

A descoberta de que a maioria das cerâmicas odontológicas poderia ser condicionada por ácido para formar uma união micromecânica à resina, levou ao desenvolvimento do condicionamento ácido e restaurações cerâmicas cimentadas de forma adesiva.

Dessa forma, considerando a reatividade química com ácidos ou o grau de degradação superficial que esses ácidos produzem, as cerâmicas podem ser classificadas como ácido-resistentes ou ácido-sensíveis (Bottino et al., 2004). As cerâmicas ácido-sensíveis (ex., cerâmicas a base de feldspato, leucita e dissilicato de lítio) são rapidamente condicionadas originando superfícies micromecanicamente retentivas. As cerâmicas ácido-resistentes (ex., os sistemas cerâmicos de alumina e zircônia infiltrados por vidro, cerâmicas de alumina densamente sinterizadas, e cerâmicas a base de zircônia parcialmente estabilizada por ítrio) mostram pouca ou nenhuma degradação superficial pelo condicionamento, impedindo uma união micromecânica confiável à resina.

Para modificar a superfície das cerâmicas ácido-sensíveis e remover seletivamente a matriz vítrea, o condicionamento ácido pode ser realizado com ácido hidrofúorídrico nas concentrações de 2,5 a 10% (Blatz et al., 2003).

As cerâmicas ácido-resistentes possuem um alto conteúdo cristalino, não sendo suficientemente condicionadas por nenhum tipo de ácido. As modificações de superfície resultantes não são adequadas para união aos cimentos resinosos. Para superar essa dificuldade foram

desenvolvidos diferentes sistemas de tratamento superficial; assim destaca-se o jateamento com partículas de óxido de alumínio e de óxido de alumínio revestido com sílica (silicatização). Os sistemas Rocatec e Cojet da 3M-ESPE são usados para a silicatização. Esses sistemas formam uma camada de sílica sobre a superfície de metais e cerâmicas, devido ao impacto superficial em alta velocidade das partículas de alumina modificadas por sílica. Um dos benefícios desse processo é a promoção da união química entre a superfície cerâmica coberta por sílica e o material a base de resina, por meio do agente de união silano.

O silano tem sido utilizado para melhorar a união entre adesivos orgânicos e as cerâmicas ou metais, ele une ao Si-OH nas superfícies cerâmicas por reações de condensação e as duplas ligações de metilmetacrilato oferecem união ao adesivo. Enquanto existirem locais adequados de Si-OH na superfície cerâmica, uma união satisfatória deverá ser alcançada (Della Bona, 2009).

3 PROPOSIÇÃO

A presente pesquisa tem o objetivo de avaliar o comportamento de fratura sob carga estática e cíclica da porcelana odontológica (VM7) e a cerâmica odontológica de infra-estrutura (YZ – zircônia tetragonal parcialmente estabilizada por óxido de ítrio) recoberta por uma porcelana odontológica (VM9), quando unidas a um substrato resinoso (de fibras de vidro) análogo á dentina (NG10), após armazenagem em meio úmido.

Os objetivos específicos são:

- a) Determinar a porosidade presente na camada do agente cimentante quando interposto entre a estrutura cerâmica e o NG10 após armazenagem em meio úmido e aplicação de carga de fratura estática e cíclica;
- b) Determinar o comportamento de fratura das estruturas cerâmicas quando unidas (complexo cerâmica-cimento-NG10) e não unidas adesivamente ao substrato de NG10 quando submetidas a carga de fratura estática;
- c) Determinar a o comportamento de fratura do complexo cerâmica-cimento-NG10 quando

- submetidos ao teste de fadiga cíclica, após armazenagem em meio úmido;
- d) Determinar o modo e origem da falha das estruturas fraturadas, após o teste estático e fadiga cíclica.

Esse estudo testa as hipóteses de que:

- a) A porosidade presente em cada agente cimentante antes e após da aplicação de carga de fratura estática e carga cíclica e após armazenagem em meio úmido;
- b) A união adesiva ao substrato de suporte análogo à dentina durante a execução do teste estático aumenta a resistência à fratura das estruturas cerâmicas avaliadas;
- c) O teste de fadiga cíclica após o maior tempo de envelhecimento reduz o tempo de vida do complexo cerâmica-cimento-NG10; e
- d) O tipo de falha que se produz é semelhante tanto no teste estático quanto de fadiga, iniciando a falha na superfície de cimentação das estruturas cerâmicas.

4 MATERIAL E MÉTODOS

Para este estudo foram utilizados os materiais descritos no Quadro 1.

4.1 Confeção dos corpos-de-prova (CP)

CP na forma de discos foram confeccionados utilizando as cerâmicas odontológicas mencionadas no Quadro 1, e construídos quatro tipos de estruturas:

4.1.1 Disco monolítico cerâmico.

4.1.2 Disco monolítico cerâmico recoberto por um agente cimentante.

4.1.3 Disco monolítico cerâmico cimentado à base de resina epóxi reforçada com fibras de vidro (NG 10 - NEMA G10, International Paper, Hampton, EUA).

4.1.4 Disco de duas camadas cerâmicas, composto do material cerâmico (YZ) recoberto por V9, cimentado a bases de NG 10.

Quadro 1 - Descrição dos materiais utilizados

Materiais		Nome Comercial (Fabricante)	Siglas	Indicação*	Lote
Cerâmica odontológica	Cobertura (C)	Base Dentina Vita VM7 cor 2M1 (VITA – Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha)	V7	Recobrimento de IEs cerâmicas com coeficiente de expansão térmica de aprox. 7,2-7,9 (ex., In-Ceram Spinell, Alumina)	Pó: 12350 Líquido Modelador: 11040
		Esmalte Vita VM9 (VITA – Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha)	V9	Recobrimento de IEs cerâmicas com coeficiente de expansão térmica de aprox. 8,8-9,2 (ex., In-Ceram Zirconia, Y-TZP)	Pó: 27140 Líquido Modelador: 11040
	Infra-estrutura (IE)	Vita In-Ceram 2000 YZ CUBES 40 x 15 (VITA – Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha)	YZ	IEs para coroas unitárias anteriores e posteriores, inlays, onlays, prótese fixa anterior e posterior de 3 e 4 elementos.	26230
Agente Cimentante	Resinoso de ativação dual	Variolink II <i>high</i> (UH) <i>viscosity</i> (Ivoclar Vivadent, Schaan)	VL _H	Cimentações de facetas, inlays, onlays, coroas, prótese adesivas, próteses fixas livres metal de cerâmica ou compósitos.	Catalizador L22395 Base M69484
		Variolink II <i>low</i> (L) <i>viscosity</i> (Ivoclar Vivadent, Schaan)	VL _L		Catalizador M59920 Base M69484
	Resinoso auto-adesivo	RelyX™ U100 (3M ESPE AG, Dental Products, Seefeld, Germany)	RU	Cimentações de inlays, onlays, coroas, próteses fixas de cerâmica, e pinos endodônticos.	393184
	Resinoso de ativação dual com monômero fosfato MDP**	Panavia F (Kuraray Medical Inc., Okayama, Japão)	PF	Cimentações de inlay/ onlay, facetas, coroas metálicas, em resina ou porcelana, próteses adesivas, próteses fixas metalo-plásticas, metalo-cerâmicas, pinos, Procera e In-Ceram	Pasta A: 00250B Pasta B: 00027B

* Informação fornecida pelo fabricante

4.1.1 Disco monolítico cerâmico

Os discos de V7 foram confeccionados seguindo as orientações do fabricante (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha) e da norma ISO 6872:2008.

As amostras foram confeccionadas em uma matriz metálica com dimensões aumentadas em aproximadamente 12%, a fim de compensar a contração de sinterização da cerâmica. A matriz foi isolada internamente com óleo mineral antes da preparação da cerâmica. O pó (Vita VM7 Dentina, Vita Zahnfabrik, Alemanha) e o líquido modelador (Vita Modeling Liquid, Vita Zahnfabrik, Alemanha) da cerâmica foram misturados sobre uma placa de vidro, e aplicados nos espaços da matriz com auxílio de espátulas próprias. Pequenas porções dessa massa foram inseridas no interior da matriz e vibradas para melhor escoamento e assentamento da mesma, até completar dois terços da matriz.

Após essa condensação da massa, uma tira de papel absorvente foi introduzida pelo orifício superior da matriz, contatando a massa cerâmica, com a finalidade de remover o excesso de líquido e de compactar o pó cerâmico (Figura 4). As amostras foram então dispostas sobre uma base refratária e sinterizadas no forno Vacumat 40 (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha) seguindo as recomendações do fabricante (Figura 5 e Tabela 5).

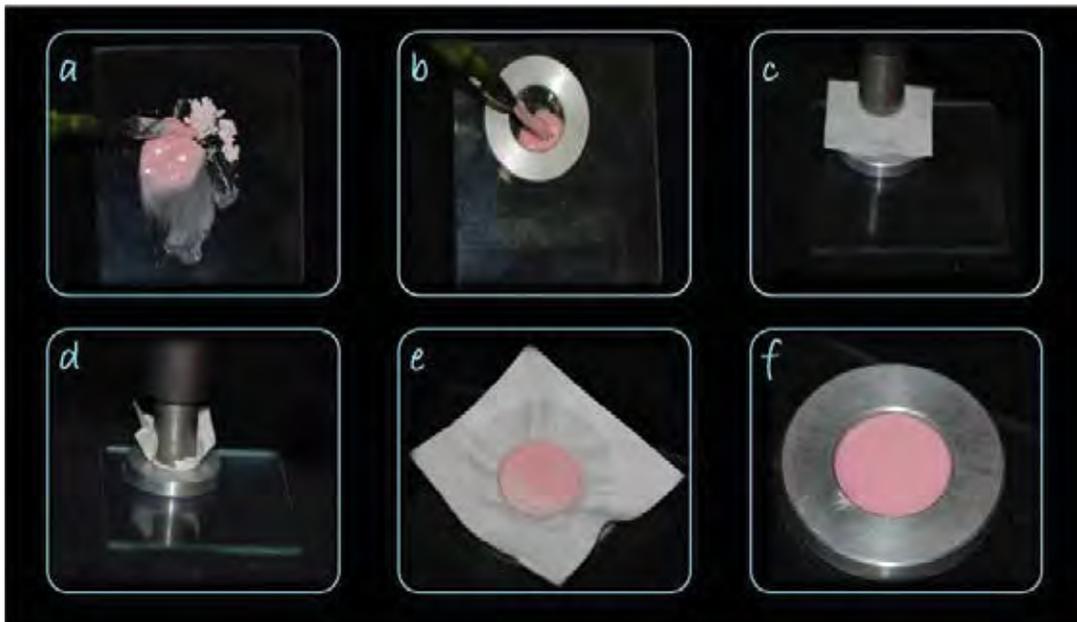


Figura 4 - Seqüência de confecção dos discos cerâmicos de V7: (a) Manipulação do pó e líquido modelador da cerâmica V7; (b) aplicação da massa dentro da matriz metálica; (c, d, e) remoção do excesso de líquido modelador com papel absorvente; (f) aspecto final após secagem.



Figura 5 – (a) Remoção da amostra da matriz; (b) amostra antes da sua sinterização; (c) forno para sinterização da amostra; e (d) amostra após a sinterização e paquímetro conferindo sua espessura após polimento.

Cada bloco de cerâmica de YZ foi arredondado usando lixas d'água, usinado e fatiado em uma máquina de corte (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, EUA) para obter discos de 15 mm x 0,8 mm de espessura para compensar sua contração volumétrica de aproximadamente 22% durante a sinterização. Os discos obtidos foram sinterizados no forno específico, Zyrcomat (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha).

Para polimento e acabamento, todos os discos foram polidos em ambos os lados até obter as dimensões requisitadas, em uma Lixadeira/Politriz semi-automática (modelo ECOMET/AUTOMET 250,

Buehler, Lake Buff, EUA), usando lixas de SiC (# 120, 280, 400, 600, 800, 1200) que foram fixadas, uma por vez, no disco base da politriz que gira em sentido horário e anti-horário, sob frequência de 300 rpm e abundante refrigeração. Em seguida, todos os discos foram submetidos à limpeza em banho ultra-sônico com álcool isopropílico por 1 minuto, a secados com jato de ar.

Tabela 5 - Ciclo de sinterização das cerâmicas de cobertura e IE

Ciclo de sinterização	V7/V9	YZ
Temperatura inicial (°C)	500	500
Tempo de pré-secagem (min)	6	-
Taxa de elevação da temperatura (°C/min)	55	100
Tempo de elevação de temperatura (min)	7,27	5
Temperatura Final (°C)	910	1000
Tempo de temperatura final (min)	1	15
Tempo de manutenção do vácuo (min)	7,27	-
Temperatura de resfriamento (°C)	600	500

Fonte: Vita-Zahnfabrik (2007)

Vinte discos de V7 e YZ receberam tratamento de superfície resultando nos seguintes grupos (n=20):

- a) VM7 sem condicionamento ácido (V7);
- b) VM7 com condicionamento ácido (V7_{HF});
- c) YZ sem jateamento (YZ);
- d) YZ com jateamento (YZ_{jat})

O tratamento de superfície dos discos cerâmicos foi realizado da seguinte forma:

- Nos discos de V7 aplicaram-se ácido hidrófluorídrico a 10% (Porcelain Conditioning, Angelus, Londrina, Brasil, Lote 11616) por 1 min, seguidamente os discos cerâmicos foram submetidos à limpeza com água destilada em ultrassom durante 10 min, e secagem com jato de ar. (Figura 6).
- Na superfície de cimentação dos discos de YZ, o tratamento de superfície realizou-se usando o sistema Cojet (Cojet system, 3M ESPE AG, Seefeld, Alemanha, Lote 370113), que consiste no jateamento de partículas de óxido de alumínio de 30 μm modificadas por óxido de sílica perpendicular à superfície cerâmica, a uma distância de aproximadamente 10 mm durante 15 s com pressão de 2,8 bars (Amaral et al., 2008) (Figura 7).

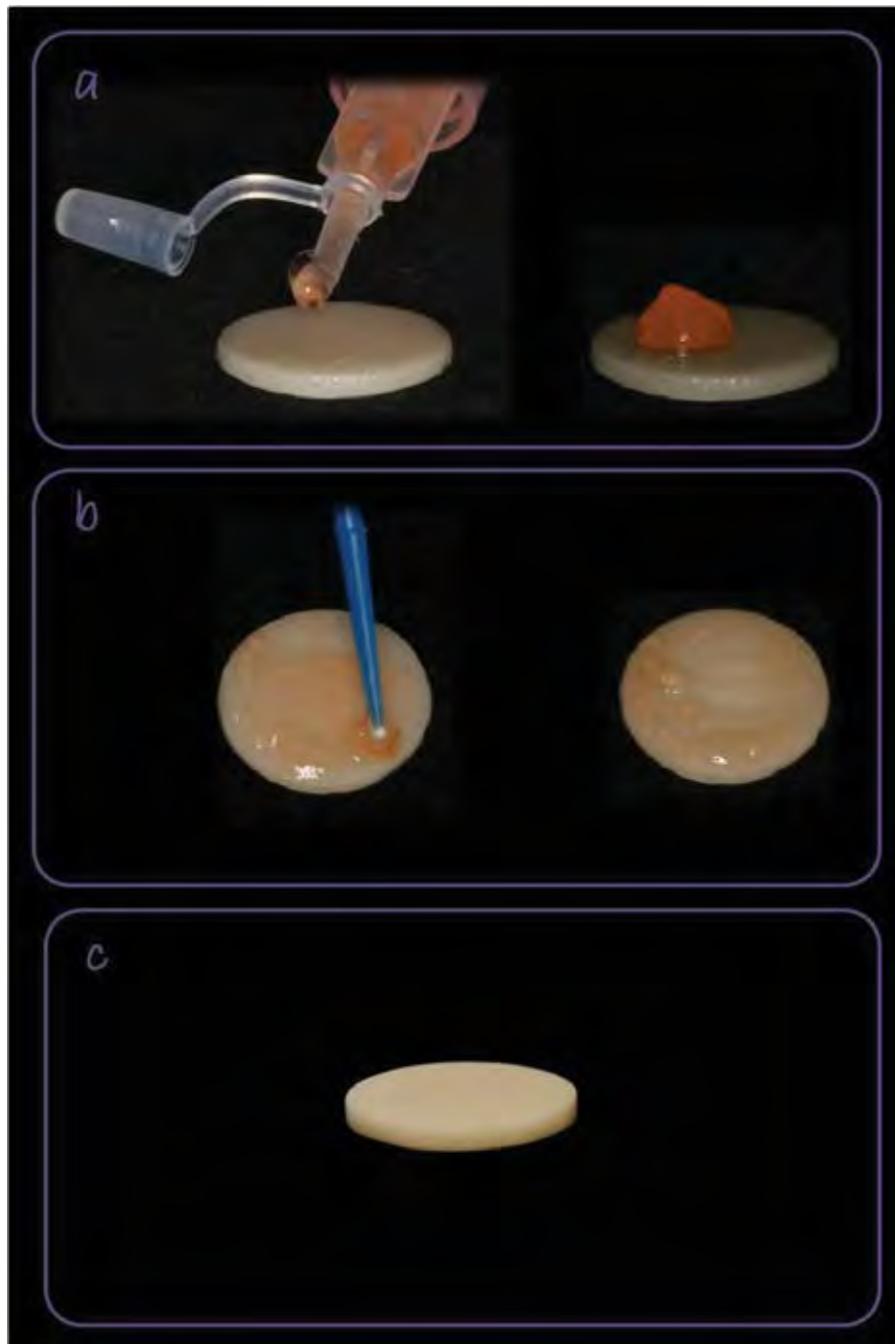


Figura 6 – (a) Aplicação do ácido fluorídrico 10%; (b) Espalhamento do ácido com auxílio de um microbrush; e (c) Aspecto opaco da superfície condicionada ($V7_{HF}$) após lavagem e secagem.

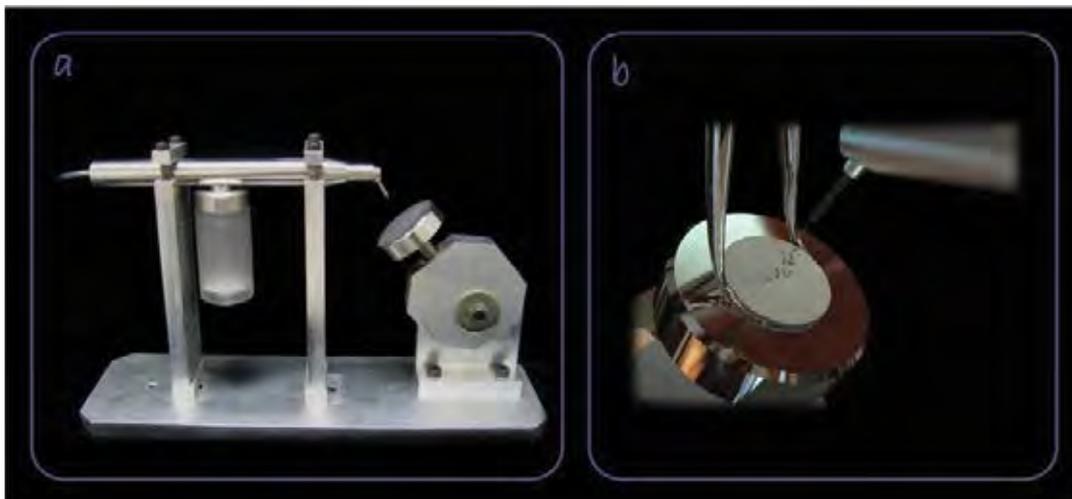


Figura 7 – (a) Dispositivo para padronização do jateamento, e (b) Jateamento da superfície de YZ.

4.1.2 Disco monolítico cerâmico recoberto por um agente cimentante

Os discos de V7 e YZ foram recobertos com os agentes cimentantes resinosos de ativação dual de alta e baixa viscosidade (V_{LUH} , V_{LL}), autoadesivo (RU), e com MDP (PF), formando os seguintes grupos (n=20):

- a) V7/ V_{LUH} ;
- b) V7/ V_{LL} ;
- c) V7/PF;
- d) V7/RU;
- e) YZ/ V_{LUH} ;
- f) YZ/ V_{LL} ;
- g) YZ/PF;
- h) YZ/RU.

Cada agente cimentante foi utilizado segundo as recomendações do fabricante e manipulado pelo mesmo operador (Quadro 2).

Quadro 2 - Instruções de uso e manipulação de cada agente cimentante usado neste estudo

Agente Cimentante	Instruções de uso e Manipulação
VL	<ol style="list-style-type: none"> 1) Dispensar quantidades iguais da pasta base e do catalizador (1:1), 2) Misturar as pastas no bloco para mistura por 20 s; 3) Aplicar na superfície cerâmica; 4) Remover o excesso do cimento, e 5) Fotoativar cada fase.
RU	<ol style="list-style-type: none"> 1) Na primeira dosagem remover a tampa do dispensador clicker. Pressionar para baixo a alavanca do clicker, retirar uma pequena dose de pasta em um bloco e eliminá-la. 2) Na utilização, remover a tampa, dispensar a dose de pasta no bloco para mistura, pressionar a alavanca do clicker para baixo e manter pressionada. Quando o fluxo de pasta parar de sair, raspar a abertura de saída sobre o bloco. 3) Aplicar na superfície interna cerâmica; remover o excesso e fotoativar cada fase.
PF	<ol style="list-style-type: none"> 1) Alinhar as marcas do êmbolo e girar a seringa até dispensar a quantidade necessária da pasta A e a pasta B (1:1). 2) Misturar as pastas no bloco para mistura durante 20 s; 3) Aplicar na superfície cerâmica; 4) Remover o excesso do cimento, e 5) Fotoativar cada fase, aplicar o <i>oxyguard</i>.

Para padronizar e controlar a espessura da camada de cimento (50 μm) em todos os grupos foi utilizado um micrômetro digital (série 369, Mitutoyo, Tóquio, Japão), o qual apresenta duas extremidades metálicas planas (platôs) que servem como apoios para os discos cerâmicos e de NG10, e resulta de grande utilidade na etapa de cimentação (Figura 8).

O micrômetro consta de uma haste fixa e uma haste móvel. A haste móvel era ajustada e aproximada ao outro platô até a espessura desejada do agente cimentante.

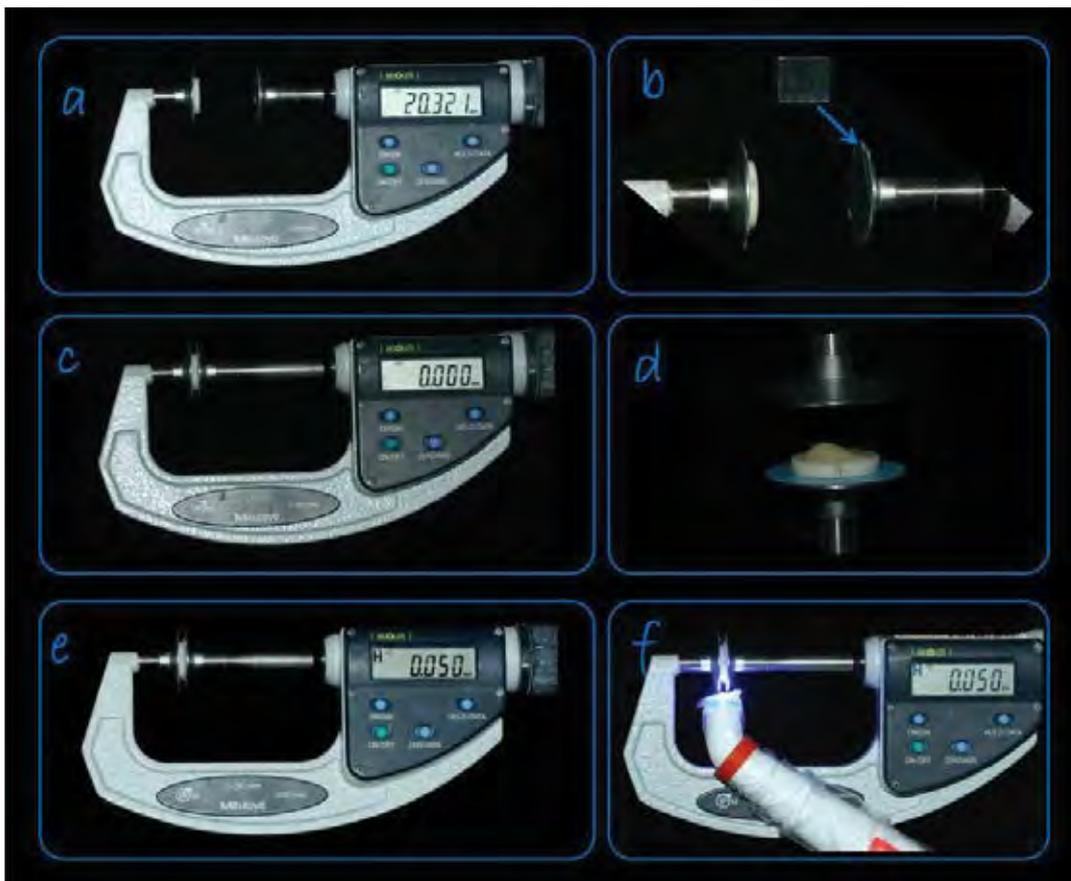


Figura 8 - (a) Disco cerâmico fixado através de uma fita dupla fase no platô esquerdo do micrômetro; (b) Adaptação de uma fita de poliéster na extremidade direita do micrômetro; (c) Aproximação da haste móvel até o encostamento do platô na superfície cerâmica – Etapa na qual o micrômetro é zerado; (d) Afastamento da haste móvel, e aplicação do agente cimentante no disco cerâmico; (e) Aproximação do platô até atingir 50 μm e; (f) Fotoativação do cimento.

Após o tratamento de superfície dos discos cerâmicos de V7 e YZ, como mencionado na seção 4.1, aplicou-se o agente silano Monobond-S (MS - Ivoclar Vivadent, Schaan, Leichtenstein, Lote M63563). Aguardou-se

cerca de 20 s até a secagem do silano para então aplicar-se uma segunda camada, e posteriormente o cimento.

A cada 5 conjuntos foi aferida a análise de potência de luz da lâmpada halógena (Radii-cal LED curing light, SDI Limited Bayswater, Victoria, Austrália) usando um radiômetro com o intuito de garantir $500 \text{ mW/cm}^2 \pm 10 \text{ mW/cm}^2$.

4.1.3 Disco monolítico cerâmico cimentado à base de resina epóxi reforçada com fibras de vidro

Após o tratamento de superfície, cada disco cerâmico de V7 foi cimentado a uma base de resina epóxi reforçada com fibras de vidro (NG10).

4.1.3.1 Obtenção das bases de resina epóxi

Foram usados discos (12 mm x 5 mm de espessura) de um material com comportamento análogo à dentina hidratada, resina epóxi reforçada com fibras de vidro NG10 (Yi; Kelly, 2008; Kelly, 2010), como substrato base de cimentação dos discos cerâmicos durante os testes mecânicos que foram realizados e estão descritos na seção 4.3 e 4.4. Os discos foram obtidos a partir de bastões de NG10 (Figura 9).

Realizaram-se 5 microcanais com o intuito de criar um ambiente úmido por meio da infiltração da água na face de cimentação, e

simular dessa forma as condições estabelecidas pelos túbulos dentinários (Kelly, 2010).

Os 5 microcanais foram distribuídos eqüidistantes do centro da superfície, onde se realizou a primeira perfuração. Os 4 restantes foram realizados a 5 mm distantes da borda da superfície.

Antes da cimentação, estes microcanais foram vedados com cones de guta percha para evitar sua obliteração com o agente cimentante durante a etapa de cimentação. Posteriormente, foram armazenados em água deionizada por 1 semana com a finalidade de permitir sua absorção de água (Figura 9).

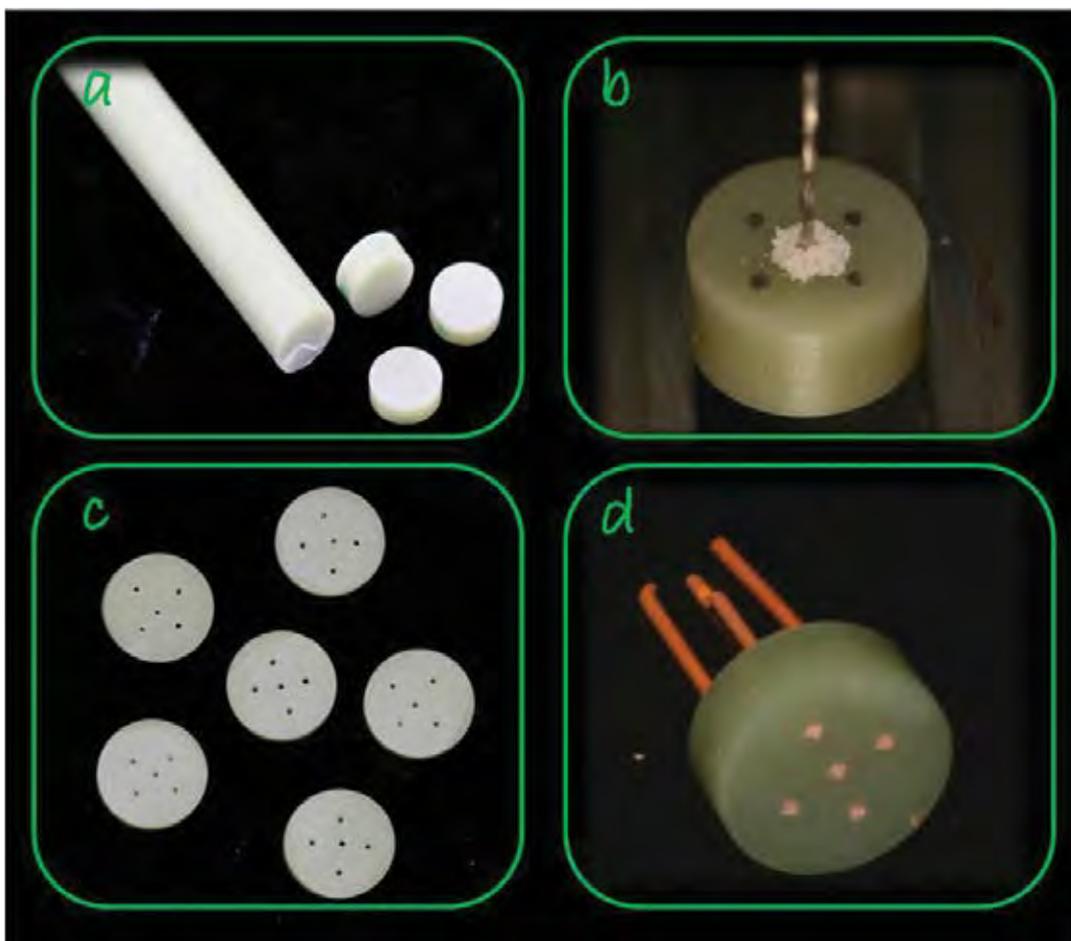


Figura 9 - (a) Discos bases obtidos a partir da vara de resina epóxi NG10; (b) Confeção dos cinco microcanais nos discos de NG10; (c) Discos de NG10 preparados, usados no estudo; e (d) Vedamento dos microcanais com cones de guta percha.

Para realizar a cimentação dos discos de NG10 com os discos cerâmicos, foi desenhado um dispositivo que permitisse a fixação do disco de NG10 no platô do micrômetro (Figura 10).

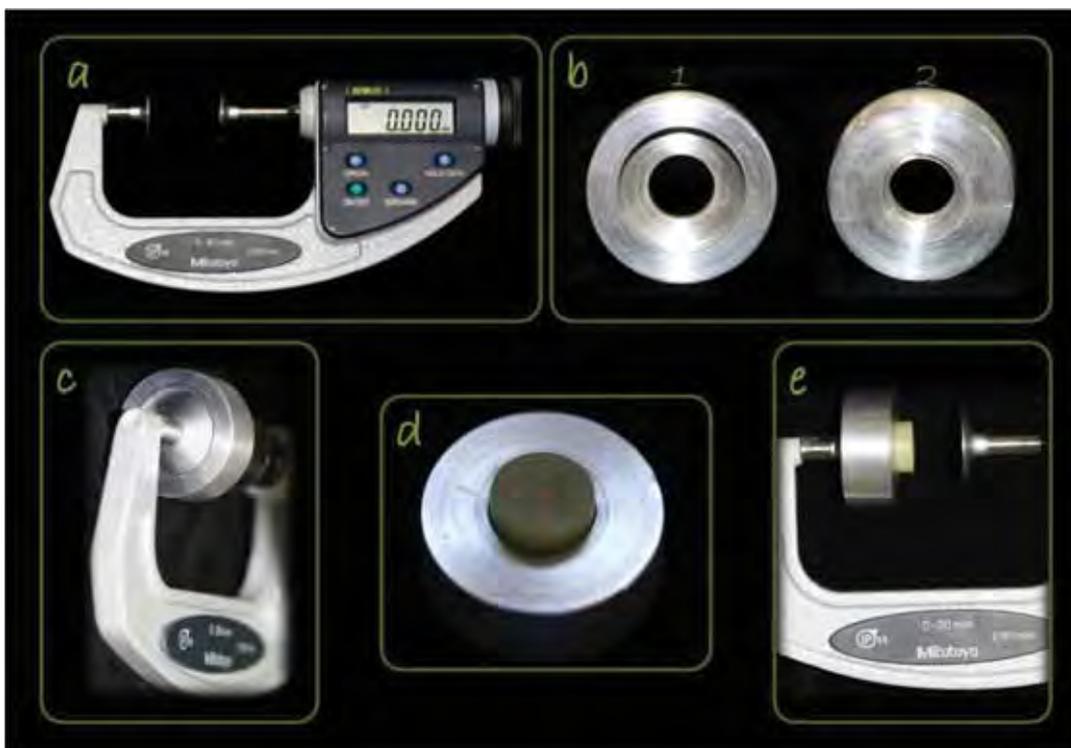


Figura 10 - (a) Micrômetro no qual foi adaptado o dispositivo de cimentação; (b1) verso do dispositivo que se adapta no platô do micrômetro (c); (b2) frente do dispositivo no qual se encaixa o disco de NG10 (d); (e) Vista lateral do dispositivo em relação ao outro platô do micrômetro.

Posteriormente, a superfície de cimentação dos discos de NG10 foi condicionada com HF 10% por 1 min, e limpa com jatos de ar e água (Figura 11).

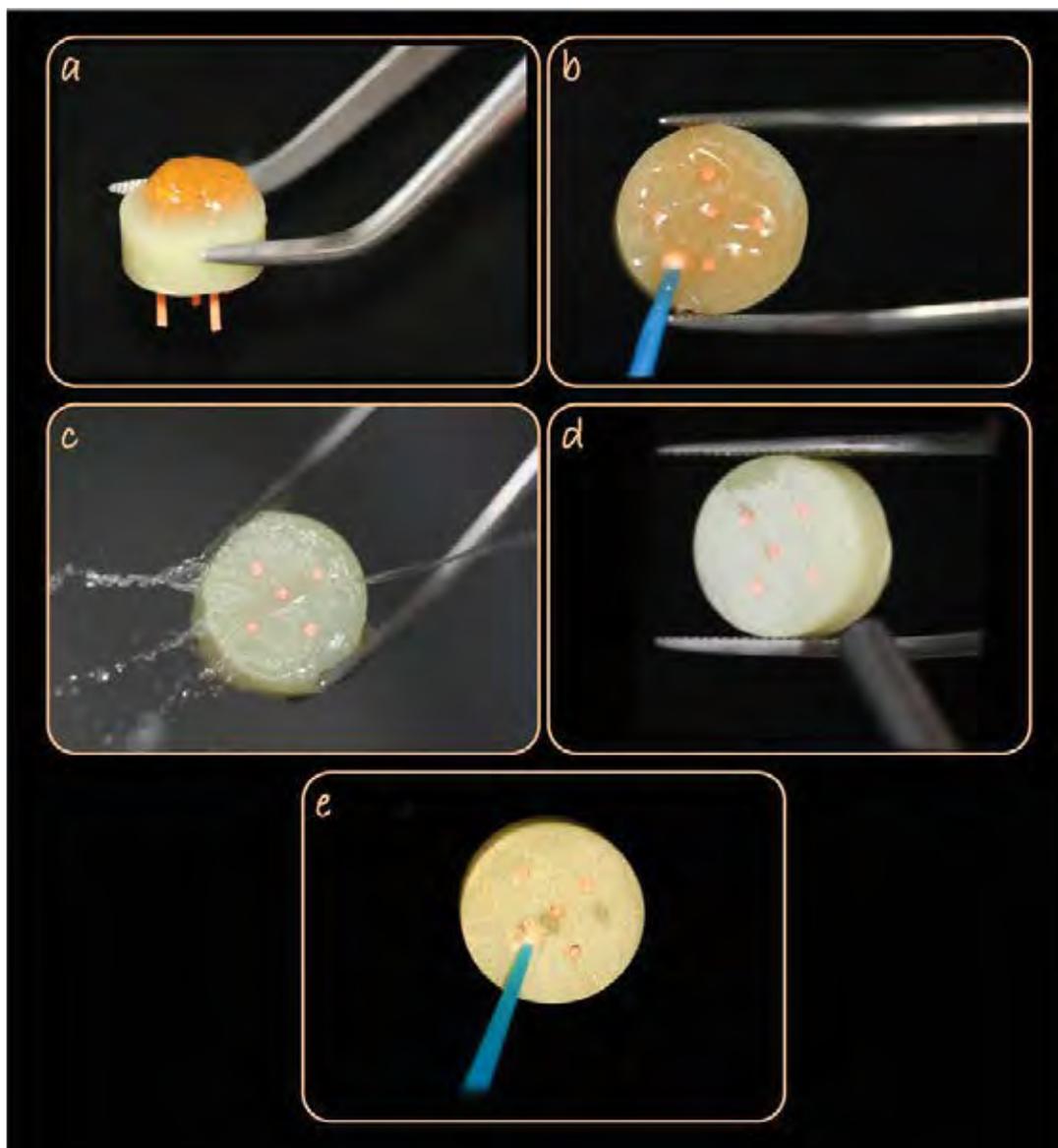


Figura 11 - Condicionamento do disco de NG10: (a) Aplicação e (b) espalhamento do HF 10% com auxílio de um microbrush; (c) Lavagem e (d) secagem com jato de água e ar respectivamente; e (e) Aplicação do agente silano MS.

Seguidamente, cada disco cerâmico e base de NG10 foram posicionados em cada platô do micrômetro, e a espessura de ambas as estruturas foi medida. Logo, o micrômetro foi zerado, e as extremidades

foram afastadas. O disco cerâmico foi removido e sobre a face condicionada se aplicou o agente cimentante. Seguidamente o conjunto foi reposicionado no micrômetro, e haste móvel foi ajustada até atingir-se a distância de 50 μm (Figura 12). Neste instante, o conjunto foi mantido em posição por 5 min e o cimento excedente removido com auxílio de um pincel.

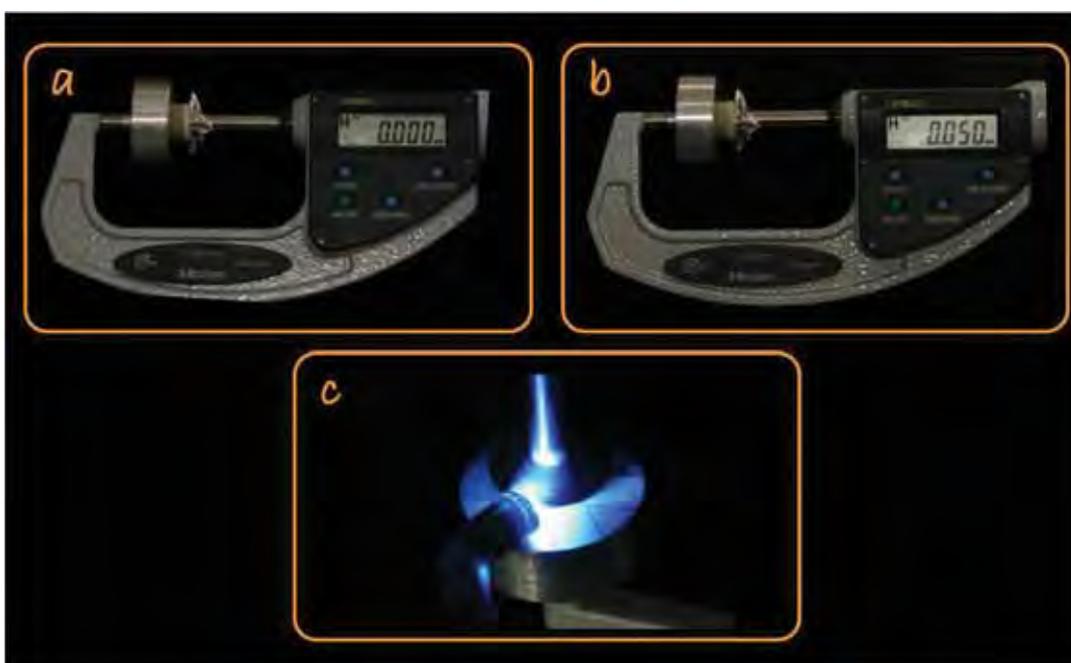


Figura 12 - (a) Fixação do disco cerâmico e do disco de NG10 no platô direito e no dispositivo de encaixe adaptado no platô esquerdo, respectivamente, e aproximação da haste móvel do micrômetro – Micrômetro zerado; (b) Padronização da espessura do agente cimentante em 50 μm ; (c) Fotoativação do agente cimentante. Nota-se que o dispositivo desenhado para fixação dos discos de NG10 apresenta marcações compatíveis com a largura da ponta do aparelho fotoativador.

4.1.4 Disco de duas camadas cerâmicas, composto do material cerâmico (YZ) recoberto por V9, cimentado à base de NG 10.

Uma mistura do pó e líquido da cerâmica de cobertura V9 foi aplicada sobre cada disco de YZ, seguindo as recomendações do fabricante (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha). Para garantir a apropriada espessura da cerâmica de cobertura, foi utilizada uma matriz metálica na forma de anel com 2,2 mm de profundidade, onde foi posicionado cada disco de YZ (0,6 mm), e sobre ele se realizou a aplicação da cerâmica de cobertura (1,4 mm) (Figura 13) até o nível mais superior do anel.

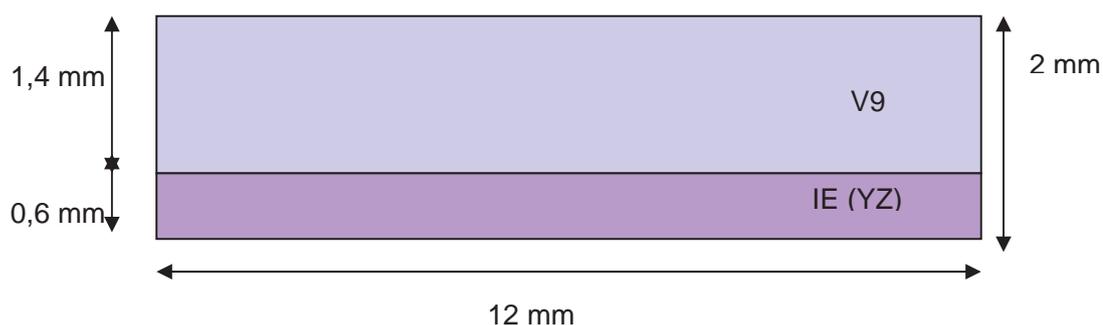


Figura 13 - Desenho esquemático das dimensões dos discos cerâmicos em duas camadas: disco cerâmico de YZ de 0,6 mm, recoberto por 1,4 mm de V9, respectivamente.

Seguidamente, com ajuda de um êmbolo, cuidadosamente os discos de duas camadas de V9/YZ foram removidos, posicionados sobre um substrato refratário, e sinterizados no forno Vacumat 40 (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha), seguindo as recomendações do fabricante, conforme a Tabela 5.

Considerando-se a contração de 12% que ocorre durante o processo de sinterização dessas cerâmicas de cobertura, foi necessária uma segunda aplicação da cerâmica de cobertura para compensar essa

contração. Ao término do ciclo de sinterização, os discos de duas camadas foram removidos do forno e a cerâmica de cobertura foi polida até uma espessura final de 2 mm do conjunto todo. Posteriormente, se realizou a limpeza com álcool isopropílico em banho de ultrassom por 1 min e secagem com jato de ar.

Foi realizado o tratamento de superfície dos discos de YZ e dos discos de NG10 como relatado anteriormente, e cimentados conforme mostra a Figura 14.

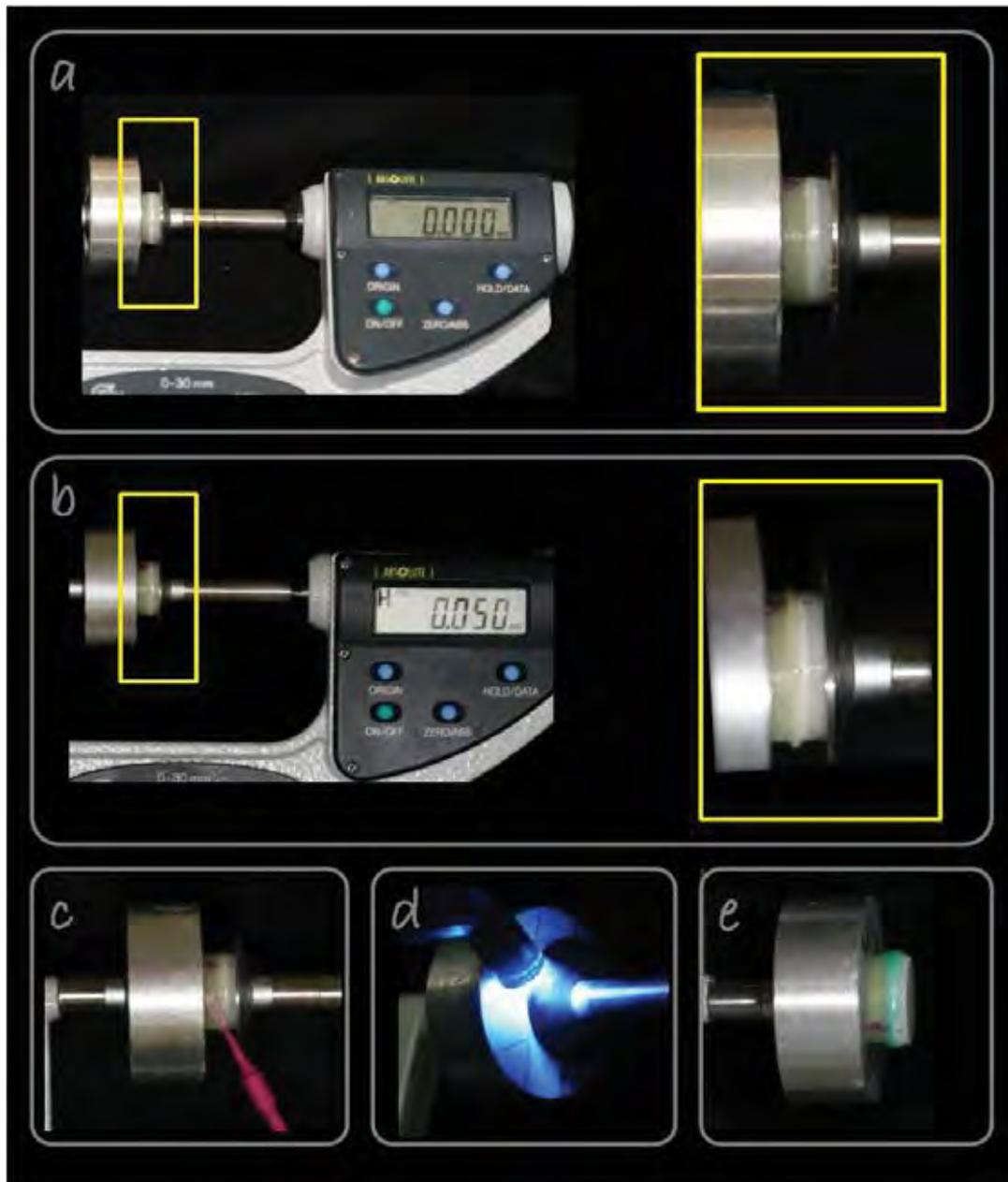


Figura 14 - (a) Micrômetro zerado antes de iniciar o procedimento de cimentação; (b) Padronização da camada de cimento (50 μm); (c) Remoção dos excessos; (d) Fotoativação do agente cimentante; e (e) Aplicação do *oxyguard* ao redor da camada de cimento.

4.2 Ensaio mecânico

Os CP descritos na seção 4.1 (discos monolíticos cerâmicos; discos monolíticos cerâmicos recobertos por um determinado agente cimentante; discos monolíticos cerâmicos e discos de duas camadas cerâmicos [YZ/V9] cimentados à base de NG10) foram divididos aleatoriamente em subgrupos (n=20) e submetidos aos ensaios mecânicos apresentados na Figura 15.

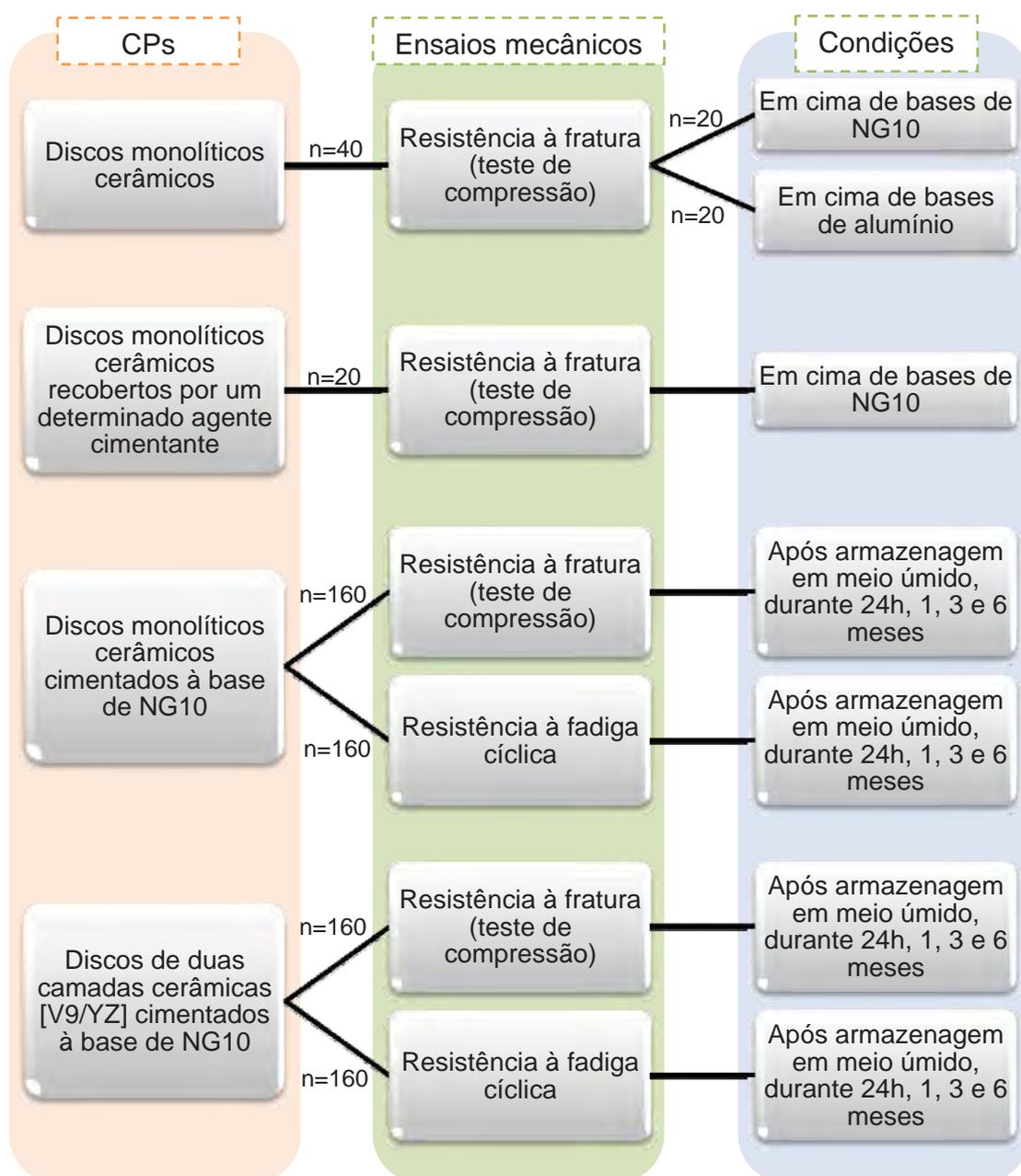


Figura 15 – Distribuição dos CPs para cada material cerâmico e cimento resinoso, segundo os ensaios mecânicos e as condições experimentais propostas.

4.2.1 Comportamento de fratura após carga de fratura estática

Vinte CP de cada grupo foram submetidos ao teste de resistência à fratura por carga estática de compressão em meio úmido. A carga de fratura dos CP foi a carga registrada até a detecção da formação da primeira trinca.

O ensaio foi realizado em uma máquina de ensaio mecânico MTS 810 (Material Testing System/MTS Systems Corp., Minneapolis, MN, USA) (Figura 16), equipada com o sistema de computador Test Works, responsável pelo acionamento da máquina.

A cruzeta móvel hidráulica superior da MTS foi detida quando o gráfico de gravação da aplicação de carga mostrava a primeira descontinuidade, indicando a formação de trincas.

Para a realização do teste, a carga foi aplicada de forma uniaxial, no centro de cada CP (Figura 16). A velocidade de aplicação da carga foi de 0,5 mm/min até a ocorrência da primeira trinca, usando um pistão de ponta plana de 3 mm de diâmetro, interpondo uma película de poliéster de 125 µm entre o pistão e a superfície cerâmica (Yi, Kelly, 2008; Kelly, 2010).

Os valores de carga para fratura foram usados para calcular o valor médio da carga de fratura (N) dos CP (Studart et al., 2007a; Studart et al., 2007b; Salazar Marocho, 2010).

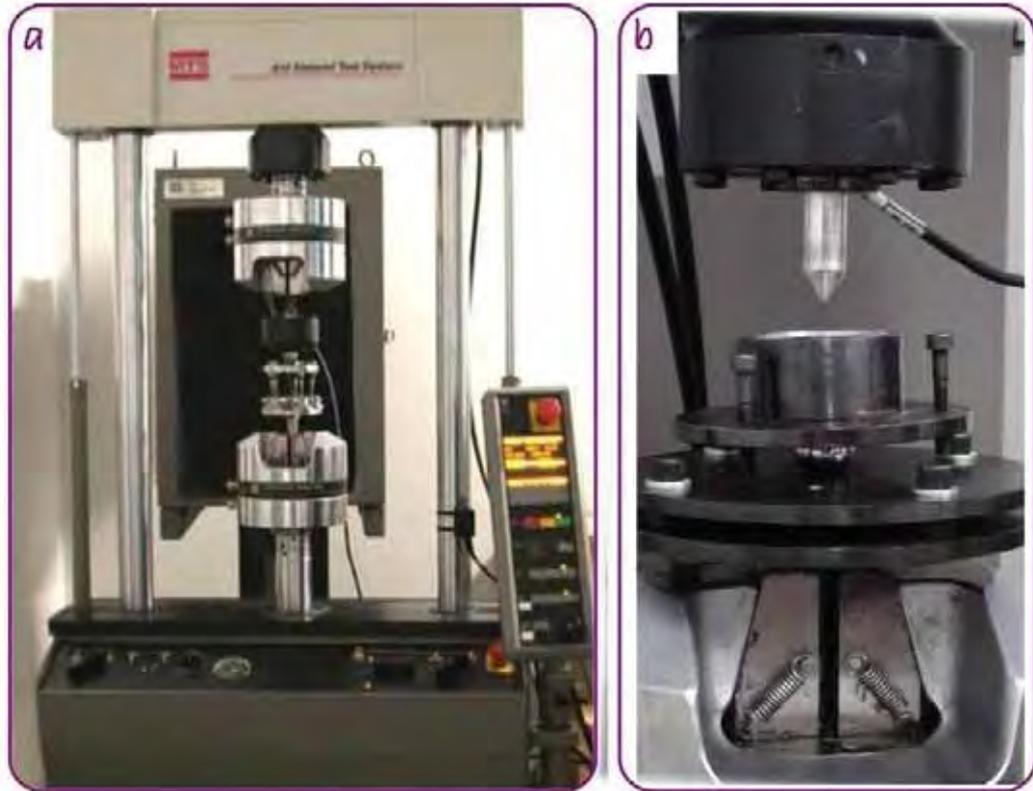


Figura 16 – (a) Máquina de ensaio MTS 810; (b) Dispositivo acoplado na MTS para a execução do teste.

Os discos monolíticos cerâmicos e os discos monolíticos cerâmicos recobertos por um agente cimentante foram testados apoiados em cima de bases de NG10 com o intuito de também conhecer a resistência dos materiais cerâmicos de forma isolada e quando unidas adesivamente ao agente cimentante, respectivamente (Figura 17).

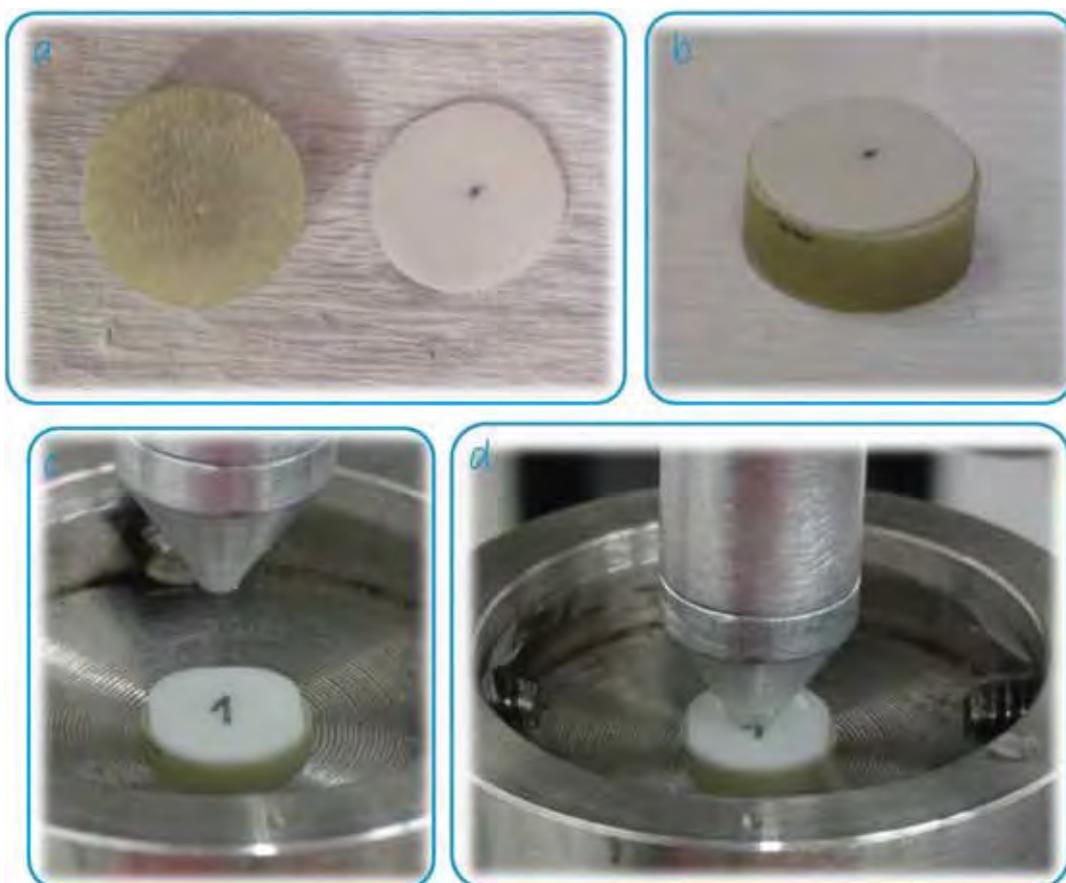


Figura 17 - (a) Discos base de NG10 e disco monolítico de YZ; (b) O disco de YZ apoiado em cima do NG10; (c) Posição de ambas as estruturas durante o teste; e (d) Forma da aplicação de carga durante o teste de resistência à fratura por carga estática de compressão em meio úmido.

Para testar os discos monolíticos cerâmicos recobertos por um agente cimentante, o disco cerâmico foi posicionado para o lado de tração.

Após a detecção da primeira trinca nos CP, a carga de fratura foi registrada. Conhecendo a espessura real de cada CP, os valores da carga de fratura (N) foram normalizados para uma espessura de 2,0 mm (Equação 1), com base no princípio de que a carga para fratura é proporcional ao quadrado da espessura da porcelana sob a carga (Yi, Kelly, 2008):

$$L_{\text{fratura}} = L_{\text{experiment}} \left(\frac{2,0}{T_{\text{real}}} \right)^2 \quad (1)$$

onde, L é a carga de fratura (em N), e T é a espessura da cerâmica (mm).

Seguindo a metodologia proposta por Beuer et al. (2008), os CP foram avaliados em termos de carga de fratura (F_c), pelo método estatístico de Weibull, usando a seguinte equação nº2:

$$\ln \ln \left(\frac{1}{1-F} \right) = m \ln F_c - m \ln F_0 \quad (2)$$

onde,

F é a probabilidade de falha, que foi calculada com a seguinte relação: $F_x = (x - 0,5)/n$, sendo que F_x é a probabilidade de falha do CP "x" (os CP são organizados em ordem crescente de valores de σ_c) e n é o número de CP testados.

F_c = resistência mecânica inicial ou resistência inerte.

F_0 = carga de fratura característica ou parâmetro de escala, ou o valor de carga em que 63,21% dos CP sobrevivem.

m = Módulo de Weibull ou parâmetro de forma da curva de carga de fratura.

Os parâmetros de Weibull, σ_0 e m , indicam a magnitude e dispersão, respectivamente, dos dados de resistência (Stuart et al., 2007a), e foram estimados pelo método de probabilidade máxima (*maximum likelihood*).

4.2.2 Comportamento de fratura após carga de fratura cíclica

Vinte conjuntos de cada grupo foram testados nesta condição após armazenagem em meio úmido. O teste foi também realizado

na máquina de ensaio mecânico MTS 810. Com base em análise de fadiga cíclica descritos na literatura (Studart et al., 2007a; Studart et al., 2007b; Salazar-Marcho et al., 2010) aplicou-se durante os testes cíclicos uma carga aproximadamente 60% do valor médio da carga de fratura (N) dos CP.

Foi usado um pistão com as características descritas na seção 4.3.1.

Somente os grupos de discos monolíticos cerâmicos e discos de duas camadas cerâmicos [YZ/V9] cimentados a bases de NG10 foram submetidos a esse teste após sua armazenagem no interior de uma câmara com água deionizada à temperatura constante de 37 °C durante 24 h, 1 mês, 3 e 6 meses.

O número de ciclos (N_f) nos quais cada CP fraturou foi registrado e analisado através da estatística de Weibull, usando a seguinte equação:

$$\ln \ln \left(\frac{1}{1 - F_x} \right) = m^* \ln N_f - m^* \ln N_{f,0} \quad (3)$$

onde, m^* é a variabilidade do número de ciclos, N_f é o número de ciclos até a fratura e $N_{f,0}$ é o número de ciclos característicos para uma probabilidade de falha de 63,21%.

4.3 Análise da porosidade do cimento resinoso

O aparelho utilizado foi o microtomógrafo SkyScan 1172 (SkyScan, Kontich, Belgium) no Laboratório de Instrumentação da Embrapa em São Carlos, São Paulo.

Para iniciar o processamento da imagem, a região a ser analisada foi delimitada, considerando o local de maior estresse de tensão durante a aplicação de carga sobre o complexo cerâmica-cimento-NG10, no teste de resistência à fratura por compressão (Apêndice A). Segundo Yi e Kelly (2008), quando aplicada uma carga com um pistão de 3 mm de diâmetro em uma cerâmica de 1 mm de espessura, as maiores tensões são exercidas na interface cerâmica-cimento, exatamente no lado oposto da ponta aplicadora de carga, a 1,5 mm de ambos os lados do seu eixo central quando projetado na superfície oposta (Figura 18).

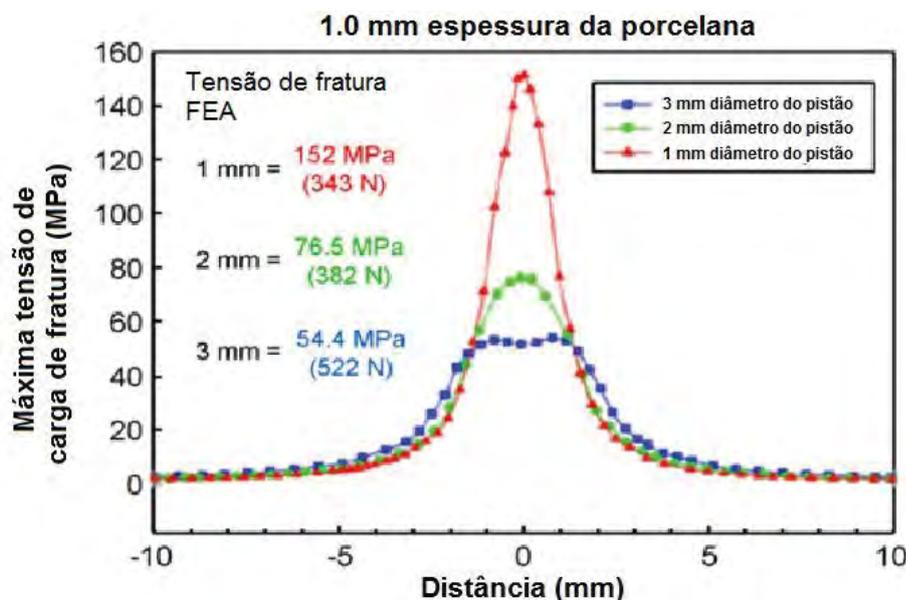


Figura 18 - Diagrama dos máximos estresses de tensão interfacial na estrutura cerâmica em função da distância do eixo central de pistões de 1 mm, 2 mm e 3mm de diâmetro.

A análise foi realizada obtendo projeções do conjunto cerâmica-cimento-NG10 a partir de várias direções (eixo x, y e z). Cada projeção foi adquirida rotando o objeto de modo que, se obtém uma projeção para cada ângulo dele, até completar uma volta de 360°.

Seguidamente, foi realizada a delimitação da área a ser analisada em cada corte tomográfico onde está localizada a camada do

agente cimentante, usando o software Microsoft Picture Manager, conforme descrito no Apêndice A.

Cada imagem obtida foi avaliada em relação a alguns parâmetros relevantes antes da sua sequência de processamento com o uso dos softwares Eclipse-Java e Image J. Alguns dos principais parâmetros são: a resolução (por exemplo, ser de 8 bits em tons de cinza), formato, e tamanho da imagem (em pixels).

Uma vez cumpridos os requisitos anteriormente mencionados, a imagem seguiu a sequência de passos do processamento de imagem propriamente dito utilizando o software Eclipse-Java versão 1.6.0, no qual foram executados algoritmos na forma de “*plug-in*” no software de domínio público Image J, aproveitando as inúmeras vantagens que tem este programa no processamento de imagens (Apêndice B).

Seguidamente, as imagens foram processadas no Image J, conferindo sua extensão (8 bits), reconstruindo a camada de cimento usando a função *3D Project*, e gerando um mapa de histograma pelo qual se determinou o limiar adequado entre a faixa de 0 - 255, para diferenciar e delimitar a área de estudo a ser analisada (área ocupada pelo agente cimentante), em relação às outras áreas usando a função *Threshold* (Apêndice C). Posteriormente, se executou a segmentação, responsável de quantificar os poros usando o *plug-in Voxel Counter* (Apêndice D).

Como resultado deste processo, o algoritmo teve a capacidade de emitir um listado de resultados através do qual se obteve a quantidade em porcentagem dos poros encontrados na camada de cimento selecionada.

A análise foi realizada após 24 h da cimentação, antes dos ensaios mecânicos de cada complexo (cerâmica-cimento-NG10), conforme cada condição experimental, para evidenciar se as características estruturais

iniciais observadas na porosidade do agente cimentante mudam na presença de um ambiente úmido ao longo do tempo.

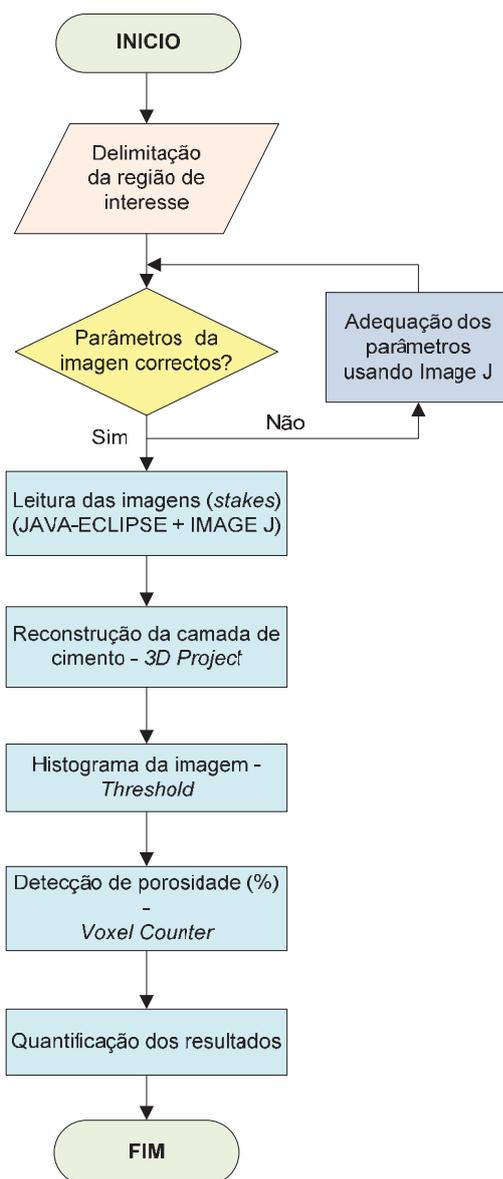


Figura 19 – Diagrama de fluxo das etapas de processamento das imagens obtidas do microtomógrafo para a avaliação da porosidade.

4.4 Análise Fractográfica

Apesar que esse estudo visou avaliar o comportamento da estrutura cerâmica em termos de carga de fratura até a ocorrência da primeira trinca, mesmo após deter a cruzeta, em alguns CP testados tanto em compressão quanto em fadiga, a trinca se propagou fraturando-os e criando duas ou mais novas superfícies na mesma estrutura. Dessa forma houve a possibilidade de avaliar a superfície de fratura de alguns CP de cada grupo.

Especificamente, os discos monolíticos cerâmicos e discos de duas camadas cerâmicos [YZ/V9] cimentados a bases de NG10, não mostraram fratura total do substrato cerâmico. Para evidenciar a trinca desses CP que não fraturaram totalmente, CP representativos foram embutidos em resina acrílica transparente e seccionados perpendicularmente à direção da trinca.

Para evidenciar a origem de fratura ou as marcas fractográficas nos CP, foi realizada uma análise inicial usando o estereomicroscópio binocular da 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 propiciou uma melhor iluminação dos espécimes e facilitou a obtenção de um contraste na superfície fraturada.

Seguidamente, a análise das superfícies de fratura de espécimes representativos de cada grupo foi realizada usando o microscópio eletrônico de varredura (MEV, Inspect S50, FEI WORLDWIDE CORPORATED HEADQUARTERS, Oregon, Estados Unidos). Os CP receberam deposição de ouro sobre suas superfícies (Sputter Coater Bal-tec, SCD050, Luxemburgo).

Previamente os CP foram limpos em ultra-som por 10 minutos em água destilada.

Uma das marcas características mais comuns da superfície fraturada, resultante da aplicação de uma carga, que auxilia na determinação da origem da fratura é a curva de compressão (*compression curl*). Quando a trinca se propaga da região de tração em direção a região onde foi aplicada a carga (região de compressão), sua energia se reduz, e a trinca muda de direção. A origem de fratura é oposta à curva de compressão criada na queda de energia da trinca (Quinn, 2007).

Outra característica reveladora que aponta o local do início de fratura é a *wake hackle*, formada quando a trinca em propagação encontra uma singularidade elástica, que pode ser uma bolha ou algum tipo de descontinuidade, dentro do material, separa-se e contorna a singularidade. Quando as extremidades da trinca se juntam novamente, comumente criam um rasto de diferente plano, que tem o aspecto de um prolongamento, e indica a direção da propagação da trinca (Quinn, 2007).

A *arrest line* é uma linha aguda que define o limite da frente da trinca, onde ela se detém ou pára de propagar. A origem da fratura está localizada no lado côncavo da primeira *arrest line* desta marca (Quinn, 2007).

4.5 Análises Complementares

4.5.1 Caracterização do substrato análogo à dentina - NG10

Com a finalidade de analisar em outros termos o substrato proposto como material análogo à dentina (NG10) pelas suas propriedades

adesivas, a rugosidade e ângulo de contato desse substrato foi avaliada em relação à dentina humana quando condicionada com ácido fosfórico a 37% durante 15 s (Dent_{AF}). As condições avaliadas para o NG10 foram:

- a) polimento com uma sequência de lixas de SiC (# 120, 280, 400, 600, 1200) - NG₁₂₀₀;
- b) polimento com uma sequência de lixas de SiC (# 120, 280, 400, 600) - NG₆₀₀;
- c) (b) + condicionamento com HF 10% por 1 min - NG_{HF}; e
- d) (b) + (c) + agente silano / NG_{HF+sil}.

4.5.1.1 Rugosidade

Para análise qualitativa da geometria tridimensional (3D) da superfície dentinária e do NG10 condicionados, três amostras de cada estrutura foram observadas por microscopia de interferência no perfilômetro ótico digital Wyko NT 1100 (Veeco, Estados Unidos), o qual é conectado a uma unidade computadorizada para analisar os dados pelo software Vision 32 (Veeco, Estados Unidos). As medições dos parâmetros em 3D foram realizadas com um aumento de 20x, em uma área de 301,3 x 229,2 μm utilizando uma luz branca no modo VSI (*Vertical Scanning Interferometry*) incidida sobre a amostra.

Durante a medição, a lente do interferômetro percorre verticalmente uma distância definida pelo operador, de forma que todos os pontos de medição na superfície da amostra passem na posição OPD (*Optical Path Difference*) zero do interferômetro, que é quando se obtém o melhor contraste, e ao mesmo tempo é a melhor posição de foco do sistema.

Esses sinais de intensidade de interferência vindos da superfície da amostra são captados por uma câmera quadro a quadro.

Os dados de intensidade a partir de um determinado pixel destes quadros formam um interferograma para os pontos da superfície, no qual as franjas de interferência são formadas por picos Gaussianos na posição OPD zero com resolução vertical de 3 nm.

Foi avaliado o parâmetro de rugosidade Ra (nm), que é a média aritmética dos valores absolutos de picos e vales a partir de um plano médio.

Para realizar a mensuração da rugosidade da estrutura dentinária, sua porção de esmalte foi cortada no sentido mesio-distal com auxílio de disco diamantado dupla face até expor dentina. Seguidamente, essa superfície foi desgastada em lixa d'água seguindo-se uma sequência decrescente de granulação: inicialmente lixa de 120, 400, e 600. O dente foi mantido em água deionizada em recipientes individualizados até o momento da análise de rugosidade e ângulo de contato.

4.5.1.2 Análise de ângulo de contato (θ)

Para essa análise foram avaliados 5 discos (12 mm x 1,2 mm) de NG10. Foi utilizada a técnica da gota séssil (*sessile drop technique*), na qual uma gota de um líquido é colocada (deixada cair de certa distância) sobre uma superfície sólida. Quando o líquido entrar em repouso (tornou-se séssil) a gota manterá sua tensão superficial (γ). A figura 20 mostra os vetores de energia e θ , onde γ_{SV} é a energia de superfície do sólido (na interface sólido/vapor), γ_{LV} é a tensão superficial do líquido (na interface

líquido/vapor) e γ_{SL} é a energia de superfície entre o sólido e o líquido. A relação entre os parâmetros γ pode ser utilizada para determinar γ_{SL} de acordo com a equação de Young ($\gamma_{SL} = \gamma_{SV} - \gamma_{LV} \cos\theta$).

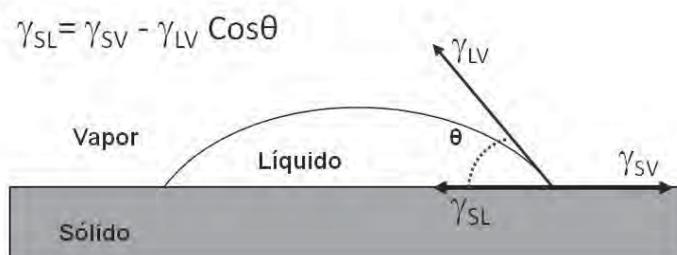


Figura 20 - Esquema gráfico representativo do ângulo de contato (θ) formado pela superfície de um sólido e pela tangente da interface líquido/vapor. Baseado em Della Bona, 2005b, Della Bona, 2009.

A análise foi realizada no Laboratório da Divisão de Química do IAE, no equipamento *Standard Digital Automated Goniometer* modelo 25 da Ramé-Hart Instrument Co. (New Jersey, EUA). Esse equipamento consiste em uma câmara CCD alinhada com o suporte de amostras, conforme ilustrado na Figura 21. Dessa forma é possível que o equipamento registre o perfil da gota do líquido pré-selecionado (água deionizada), que é adicionado à superfície estudada, e determine o ângulo de contato após 5 segundos (Jardel et al., 1999).

A determinação dos valores de ângulo de contato para a água deionizada foi realizada através do software *Drop Image Advanced*, em todas as condições analisadas.

Foram obtidas as medidas dos ângulos direito e esquerdo e, depois, foi calculada uma média para cada CP.

a



b

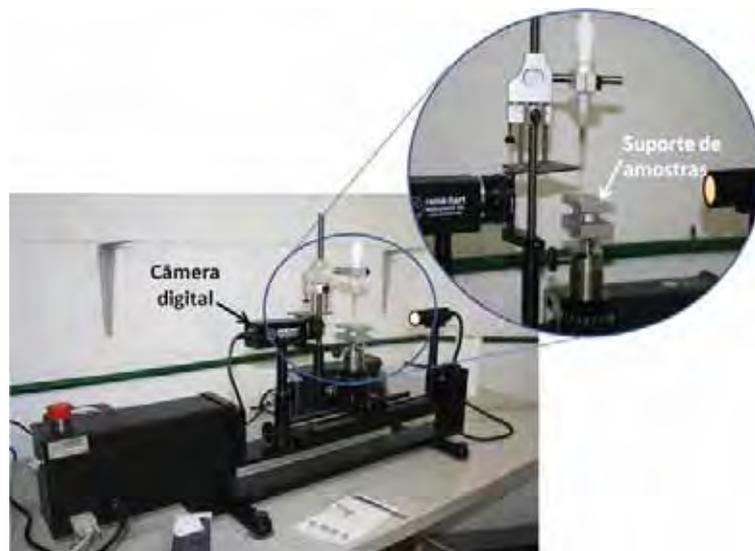


Figura 21 - Análise do θ . (a) Computador acoplado ao goniômetro. (b) Goniômetro, câmera digital e suporte de amostras para a mensuração do ângulo de contato pelo método de gota sésil.

5 RESULTADOS

5.1 Resistência à fratura (ensaio estático)

5.1.1 Dos discos monolíticos cerâmicos

Os valores médios da carga de fratura (N), desvio padrão (DP), mediana e valores mínimos e máximos da carga de fratura dos discos monolíticos cerâmicos de V7 e YZ, sob diferentes condições experimentais, estão apresentados na Tabela 6.

Tabela 6 - Valores médios (N), desvio padrão (DP), mediana e valores mínimos e máximos da carga de fratura dos grupos dos discos monolíticos cerâmicos

Grupos	Substrato	Média (N)	DP	Mediana*	Mínimo	Máximo
V7	NG10	394,6	29,6	398,6 ^b	385,6	412,2
V7	Alumínio	248,4	54,6	251,5 ^a	227,7	277,9
V7 _{HF}	NG10	379,6	39,7	384,5 ^b	367,1	402,8
V7 _{HF}	Alumínio	260,4	30,4	263,9 ^a	250,0	278,6
YZ	NG10	1061,0	317,0	1065,2 ^c	927,0	1224,0
YZ _{jat}	NG10	1331,2	399,6	1336,1 ^d	1162,2	1536,1

* Valores com letras iguais sobrescritas correspondem às semelhanças estatisticamente significantes ($p \geq 0,05$)

Como descrito na seção 4.3.1, tanto os discos monolíticos cerâmicos quanto os discos monolíticos cerâmicos recobertos por um agente

cimentante foram testados apoiados encima de bases de NG10 com a finalidade de conhecer a resistência dos materiais cerâmicos de forma isolada e quando unidos adesivamente ao agente cimentante, respectivamente. Assim também, com o intuito de confirmar a influencia desse tipo de substrato, excepcionalmente o grupo V7 e V7_{HF} que não mostraram diferença estatisticamente significante nos seus valores de mediana quando foram ou não condicionados pelo ácido hidrófluorídrico a 10%, foram também submetidos ao teste de compressão encima de um substrato de alumínio. Para esse teste, o dispositivo de ensaio usado foi adequado de tal forma que permita o apoio total dos discos cerâmicos nele.

Quando testados em resistência à compressão encima de um substrato de NG10 ou alumínio, os discos cerâmicos dos grupos V7 e V7_{HF} não diferiram significativamente entre si (Tabela 6). No entanto, os grupos V7_{NG10} e V7_{Alumínio}; e V7_{HF/NG10} e V7_{HF/Alumínio} foram estatisticamente diferentes ($p=0,00$).

Quando comparados os valores de mediana da carga de fratura necessária para fraturar os discos do grupo V7 e V7_{HF} testados encima do NG10 com os testados encima de um substrato de alumínio foi calculado que diminuiriam em 37% e 31%, respectivamente (Figura 22).

Houve diferença significante entre os grupos YZ e YZ_{jat} ($p=0,027$), e a mediana da carga de fratura para o grupo YZ_{jat} foi maior que para o grupo YZ (Figura 22).

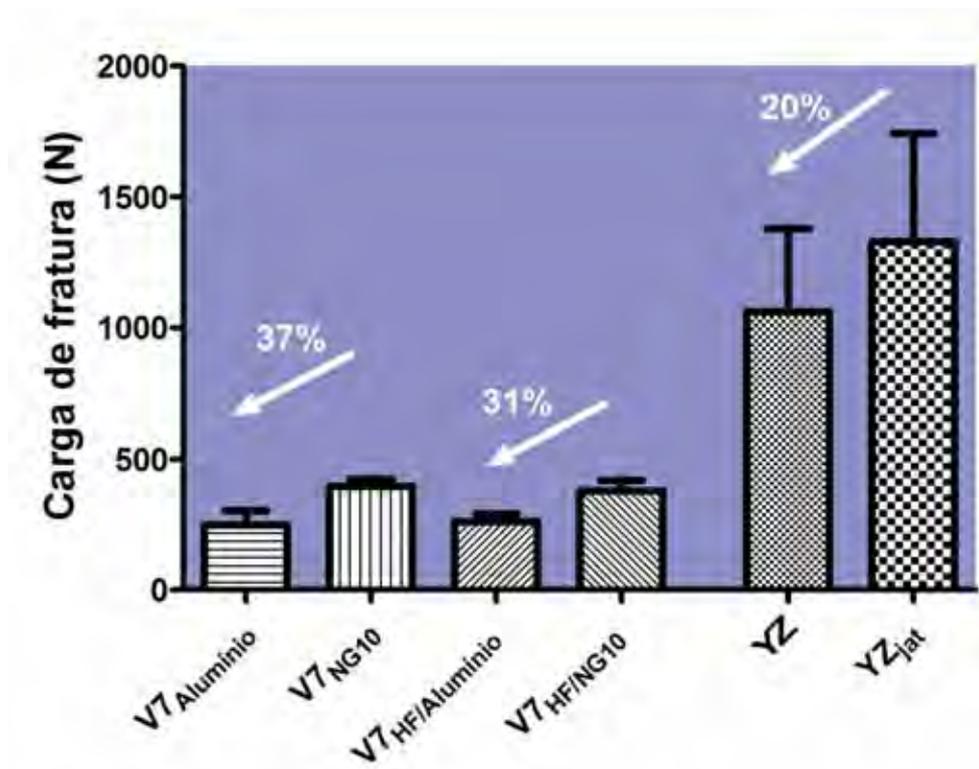


Figura 22 – Gráfico de barras da carga de fratura de cada grupo de discos monolíticos cerâmicos encimados por diferentes substratos.

Os parâmetros estatísticos obtidos a partir da análise de Weibull para os valores de carga de fratura (N) em compressão dos discos monolíticos cerâmicos (V7 e YZ), módulo de Weibull (m) e a carga de fratura característica (F_0) estão apresentados na Tabela 7.

Tabela 7 – Valores dos parâmetros estatísticos de Weibull, carga de fratura característica (F_0), módulo de Weibull (m), e seus intervalos de confiança (IC) de 95%

Parâmetros de Weibull	Grupos*					
	V7 _{NG10}	V7 _{Alumínio}	V7 _{HF/NG10}	V7 _{HF/Alumínio}	YZ	YZ _{jat}
F_0	408,2 ^a	269,9 ^b	397,3 ^a	274,2 ^b	1175,2 ^c	1474,8 ^d
(IC)	(396,2– 420,5)	(246,9– 295,1)	(381,2– 414,1)	(261,2– 287,9)	(1037,7– 1330,9)	(1302,0– 1670,5)
m	15,5 ^a	5,2 ^{bc}	11,2 ^a	9,6 ^{ab}	3,7 ^c	3,7 ^c
(IC)	(11,1 - 21,8)	(3,7-7,3)	(7,9-15,9)	(6,9-13,3)	(2,7-5,2)	(2,6-5,3)

* Valores com letras iguais sobscritas na mesma linha são estatisticamente semelhantes ($p \geq 0,05$)

$V7_{NG10}$, $V7_{HF/NG10}$ e $V7_{HF/Alumínio}$ apresentaram valores de m sem diferença estatisticamente significativa, indicando que a confiabilidade do material cerâmico sob as diferentes condições experimentais avaliadas é similar. Contudo, os valores da carga de fratura característica F_0 foram maiores para os discos cerâmicos monolíticos quando apoiados em um substrato análogo a dentina, do que em um substrato mais rígido, mostrando que o substrato influencia na resistência à fratura da estrutura cerâmica.

Para esse grupo, a hipótese de que o tipo de substrato de suporte do material cerâmico, embora não sejam unidos adesivamente, influencia no comportamento mecânico quanto à resistência estrutura a compressão foi aceita.

YZ e YZ_{jat} apresentaram valores de m iguais, não diferentes estatisticamente, indicando que a confiabilidade do material cerâmico sob as diferentes condições experimentais avaliados é idêntico. A carga de fratura característica F_0 foi estatisticamente diferente para ambos os grupos.

5.1.2 Dos discos monolíticos cerâmicos recobertos por um agente cimentante

Os valores médios da carga de fratura (N) e desvio-padrão (DP), mediana e valores máximos e mínimos da carga de fratura destes discos estão representados nas Tabelas 8 e 9.

Tabela 8 - Valores médios (N), desvio padrão (DP), mediana e valores máximo e mínimo da carga de fratura dos grupos de discos de V7 recobertos por um agente cimentante

Grupos	Média (N)	DP	Mediana*	Máximo	Mínimo
V7.VL _{UH}	255,6	68,2	257,8 ^a	228,2	291,2
V7.VL _L	250,4	47,5	254,0 ^a	233,4	276,4
V7.PF	240,8	60,6	243,2 ^a	217,0	272,6
V7.RU	248,2	66,8	250,2 ^a	221,4	282,6

* Valores com letras iguais sobrescritas correspondem às semelhanças estatisticamente significantes entre si ($p \geq 0,05$).

Tabela 9 - Valores médios (N), desvio padrão (DP), mediana e valores máximo e mínimo da carga de fratura dos grupos de discos de YZ recobertos por um agente cimentante

Grupos	Média (N)	DP	Mediana*	Máximo	Mínimo
YZ.VL _{UH}	312,8	157,7	296,1 ^a	231,0	379,6
YZ.VL _L	209,4	34,5	212,4 ^b	197,6	228,4
YZ.PF	252,0	43,5	255,6 ^a	236,9	275,8
YZ.RU	547,5	44,9	553,3 ^c	534,5	572,8

* Valores com letras iguais sobrescritas correspondem às semelhanças estatisticamente significantes entre si ($p \geq 0,05$).

Houve diferença significativa entre o grupo controle $V7_{HF}$ quando testado sobre o NG10 e os grupos experimentais que foram recobertos pelo agente cimentante. Quando analisados os valores de mediana dos grupos cimentados e de $V7_{HF}$, houve um efeito significativo do agente cimentante ($p=0,00$).

Os valores de mediana da carga de fratura para os discos sem recobrimento com um agente cimentante foi 35% menor que para os que tiveram recobrimento (Figura 23).

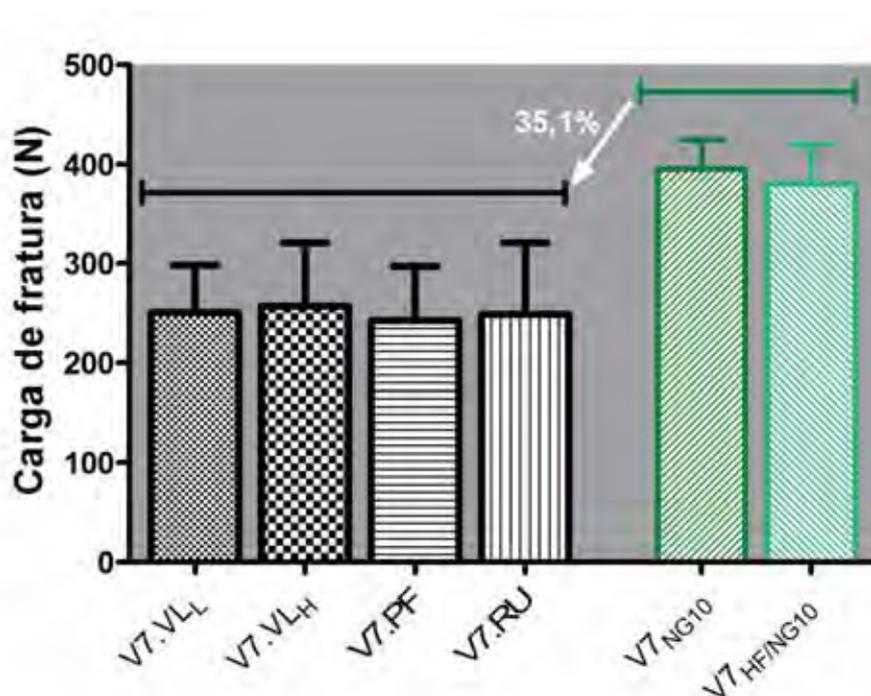


Figura 23 – Gráfico de barras mostrando a diminuição da carga de fratura em porcentagem dos grupos de discos monolíticos cerâmicos VS. discos monolíticos cerâmicos recobertos por um agente cimentante, testados encima de NG10.

A tabela 9 mostra que o grupo YZ.RU apresentou valores de carga de fratura estatisticamente superiores aos demais grupos ($p=0,00$), e que os grupos restantes tiveram valores de cargas de fratura mais próximos

entre si. No entanto, após a análise fractográfica dos corpos-de-prova de YZ recobertos por algum agente cimentante, não foi evidenciada a presença de nenhuma trinca na superfície cerâmica. Dessa forma, os valores de carga de fratura não correspondem ao material cerâmico e sim à carga de fratura capaz de produzir o trincamento do cimento resinoso. A análise fractográfica está descrita na seção 5.4.2 dos resultados. Por esse motivo, e por diferir do objetivo deste estudo, não foi realizada a análise estatística não paramétrica desses grupos.

Após a análise fractográfica, quando analisados os valores de mediana da carga de fratura dos discos de YZ recobertos por um agente cimentante (Tabela 9), o VL_{UH} e o PF que recobriam a superfície de cimentação de YZ não mostraram diferenças estatísticas significantes. O VL_L mostrou os mais baixos valores de mediana de carga de fratura.

Os parâmetros estatísticos obtidos a partir da análise de Weibull para os valores de carga de fratura (N) em compressão dos discos de V7 recobertos por um agente cimentante, módulo de Weibull (m) e a carga de fratura característica (F_0) estão apresentados na Tabela 10.

Tabela 10 – Valores dos parâmetros estatísticos de Weibull, carga de fratura característica (F_0), módulo de Weibull (m), e seus intervalos de confiança (IC) de 95%

Parâmetros de Weibull	Grupos			
	V7.VL _{UH}	V7.VL _L	V7.PF	V7.RU
F_0 (IC)	281,1 ^a (251,8-313,9)	269,6 ^a (250,0-290,7)	263,8 ^a (238,0-292,5)	273,1 ^a (244,8-304,6)
m (IC)	4,2 ^a (3,1-5,8)	6,1 ^b (4,3-8,7)	4,5 ^{ab} (3,3-6,1)	4,2 ^a (2,9-6)

* Valores com letras iguais sobrescritas na mesma linha são estatisticamente semelhantes ($p \geq 0,05$)

Os valores de F_0 foram estatisticamente semelhantes para todos os discos de V7 recobertos por um agente cimentante diferente. Todos os grupos apresentaram valores de m sem diferença estatisticamente significativa, exceto V7.VL_L, indicando que a confiabilidade desses grupos avaliados é similar.

5.1.3 Dos discos monolíticos cerâmicos cimentados a NG10

Os valores médios da carga de fratura (N), desvio-padrão, mediana e valores máximos e mínimos da carga de fratura deste grupo estão representados na Tabela 11.

Tabela 11 – Valores médios (N), desvio padrão (DP), mediana e valores máximos e mínimos da carga de fratura para cada grupo cimentado a NG10

Teste	Grupos							
	V7.RU.NG10		V7.PF.NG10		V7.VL _{UH} .NG10		V7.VL _L .NG10	
	Média (DP)	Mediana* (Máx-Mín)	Média (DP)	Mediana* (Máx-Mín)	Média (DP)	Mediana* (Máx-Mín)	Média (DP)	Mediana* (Máx-Mín)
Após 24 h	1217,5 (163,8)	1234,5 ^a (1131,5- 1346,8)	1545,6 (227,0)	1567,7 ^c (1424,8- 1724,9)	1484,3 (430,6)	1492,2 ^{ce} (1232,9- 1805,9)	2064,7 (604,2)	2074,9 ^b (1712,6- 2513,8)
Após 1 mês	1185,2 (176,3)	1202,2 ^a (1127,1- 1282,2)	1573,4 (235,7)	1596,0 ^c (1495,4- 1703,4)	1727,4 (246,9)	1751,9 ^c (1646,2- 1864,4)	1155,5 (387,8)	1152,3 ^e (921,9- 1440,3)
Após 3 meses	1219,0 (350,7)	1225,8 ^{ae} (1016,2- 1478,7)	1622,3 (367,7)	1642,3 ^c (1483,1- 1818,6)	1666,8 (237,8)	1690,4 ^c (1588,8- 1798,5)	1425,3 (494,9)	1417,8 ^e (1096,9- 1832,5)
Após 6 meses	2175,0 (645,6)	2184,4 ^{bd} (1799,0- 2652,2)	1988,2 (397,5)	2015,6 ^{bd} (1776,4- 2287,2)	1785,5 (314,2)	1811,2 ^d (1676,1- 1957,3)	2120,6 (415,3)	2150,2 ^b (1902,0- 2430,7)

* Valores com letras iguais sobrescritas são estatisticamente semelhantes ($p \geq 0,05$)

Após 24 h, 1 mês e 3 meses de armazenagem, todos os grupos, exceto V7.VL_L.NG10, apresentaram valores de mediana de carga de fratura estatisticamente semelhante.

Após 1 mês de armazenagem, o grupo V7.VL_L.NG10 sofreu uma queda no valor da mediana de carga de fratura.

Ao longo do tempo, após 6 meses de armazenagem, o valor da mediana da carga de fratura do grupo V7.RU.NG10 aumentou em 44%. Para o grupo V7.PF.NG10, o valor da mediana da carga de fratura aumentou em 22%, quase a metade em porcentagem do que aumentou o grupo V7.RU.NG10 (22%), e 9% a menos do valor da mediana da carga de fratura do V7.PF.NG10. O valor da mediana da carga de fratura do grupo V7.VL_{UH}.NG10 aumentou em 17%, e o cimentado com VL_L em apenas 3% (Figura 24). No entanto sua carga de fratura não teve diferença estatisticamente significativa com o valor de mediana da carga de fratura do grupo cimentado com RU.

Durante todos os tempos de armazenagem, o grupo que mostrou uma carga de fratura constante foi o cimentado com PF.

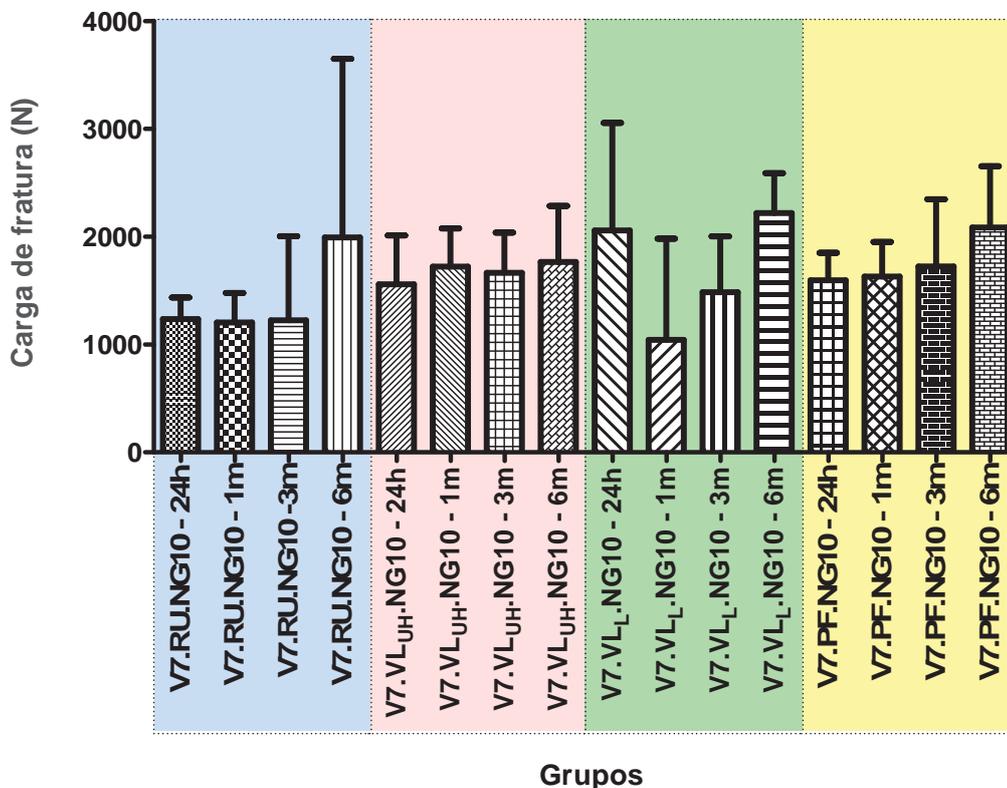


Figura 24 – Gráfico de barras da carga de fratura de cada grupo de discos monolíticos cerâmicos cimentados adesivamente ao substrato análogo a dentina.

Os parâmetros estatísticos obtidos a partir da análise de Weibull para os valores de carga de fratura (N) em compressão dos discos monolíticos cerâmicos cimentados a NG10, módulo de Weibull (m) e a carga de fratura característica (F_0) estão apresentados na Tabela 12.

Para todos os grupos, o valor de carga de fratura característica manteve-se bem próximo durante os três primeiros meses, exceto no grupo V7.VL_L.NG10.

O valor de carga de fratura característica aumentou conforme o decorrer do tempo para todos os grupos. No entanto, a confiabilidade dos grupos variou conforme aumentava o tempo de armazenagem.

Tabela 12 – Valores dos parâmetros estatísticos de Weibull, carga de fratura (F_0) e módulo de Weibull (m), e seus intervalos de confiança (IC) de 95%

Grupos	Teste	Parâmetros de Weibull	
		F_0 (IC)	m (IC)
V7.RU.NG10	Após 24 h	1286,5 ^a (1190 - 1390)	8,9 ^a (5,2 - 15,1)
	Após 1 mês	1258,7 ^a (1188,1 - 1333,5)	8 ^a (5,6 - 11,3)
	Após 3 meses	1349,9 ^b (1136,8 - 1595,9)	3,9 ^b (2,5 - 6)
	Após 6 meses	2407,9 ^c (2020 - 2870,1)	3,8 ^b (2,5 - 5,8)
V7.PF.NG10	Após 24 h	1640,4 ^a (1506,7 - 1786,0)	8,1 ^{ab} (4,7 - 13,9)
	Após 1 mês	1671,6 ^a (1577,2 - 1771,2)	7,9 ^a (5,5 - 11,3)
	Após 3 meses	1765,7 ^a (1611,6 - 1934,5)	5,1 ^b (3,6 - 7,1)
	Após 6 meses	2147,1 ^b (1917,4 - 2404,5)	5,8 ^{ab} (3,6 - 9,4)
V7.VL _{UH} .NG10	Após 24 h	1641,0 ^a (1385,2 - 1944,1)	3,9 ^a (2,3 - 6,5)
	Após 1 mês	1830,8 ^a (1732,1 - 1935,1)	8,3 ^b (5,8 - 11,9)
	Após 3 meses	1766,3 ^a (1671,2 - 1866,9)	8,3 ^b (5,9 - 11,8)
	Após 6 meses	1913,7 ^b (1785,4 - 2051,2)	6,7 ^b (4,71 - 9,42)
V7.VL _L .NG10	Após 24 h	2283,9 ^a (1924,2 - 2711,0)	3,8 ^{ab} (2,3 - 6,2)
	Após 1 mês	1288,7 ^b (1053,2 - 1575,5)	3,3 ^a (2,1 - 5,1)
	Após 3 meses	1592,3 ^c (1267 - 2001,3)	3,2 ^a (1,7 - 5,7)
	Após 6 meses	2287,3 ^d (2051 - 2550,8)	5,9 ^b (3,5 - 10,1)

* Valores seguidos de letras iguais sobrescritas na coluna de cada grupo são estatisticamente semelhantes ($p \geq 0,05$)

5.1.4 Dos discos de duas camadas cerâmicas, composto do material cerâmico (YZ) recoberto por V9, cimentado a bases de NG10

Devido aos resultados encontrados quando analisados os discos de YZ recobertos por um agente cimentante, foram avaliados discos de duas camadas cerâmicas (V9/YZ) cimentados a bases de NG10, usando os agentes cimentantes que mostraram o menor e o maior valor de mediana de carga de fratura.

Os valores médios da carga de fratura (N), desvios-padrões, mediana e valores máximos e mínimos da carga de fratura deste grupo estão representados na Tabela 13.

Tabela 13 - Valores médios (N), desvio padrão (DP), mediana e valores máximos e mínimos da carga de fratura para cada disco de duas camadas cerâmicas cimentado a NG10

Teste	Grupos			
	V9/YZ.RU.NG10		V9/YZ.VL _L .NG10	
	Média (DP)	Mediana* (Máx-Mín)	Média (DP)	Mediana* (Máx-Mín)
Após 24 h	1280,9 (126,7)	1296,3 ^a (1217,4-1380,2)	1063,8 (113,3)	1077,1 ^a (1006,8-1152,3)
Após 1 mês	1309,1 (86,10)	1320,8 ^a (1267,8-1376,1)	1698,1 (142,5)	1716,3 ^b (1628,4-1809,0)
Após 3 meses	2116,5 (141,5)	2135,8 ^b (2048,4-2226,8)	1664,2 (190,8)	1685,8 ^b (1566,4-1814,4)
Após 6 meses	1867,4 (351,5)	1894,0 ^c (1661,2-1977,4)	2358,3 (518,4)	2388,5 ^c (2060,3-2768,9)

* Valores com letras iguais sobrescritas na coluna de cada grupo são estatisticamente semelhantes ($p \geq 0,05$)

Não houve diferença estatisticamente significativa entre os valores de mediana de carga de fratura do grupo V9/YZ.RU.NG10 durante o primeiro mês após armazenagem. Após 3 meses, a carga de fratura foi maior do que após 6 meses.

Para o grupo V9/YZ.VL_L.NG10, a carga de fratura aumentou conforme o tempo de armazenagem.

Houve diferença estatisticamente significativa no valor de mediana de carga de fratura dos discos monolíticos de YZ não unidos e dos discos de duas camadas cerâmicas (V9/YZ) unidos ao substrato análogo à dentina ($p=0,00$). Devido a isso, a hipótese que o substrato influencia no comportamento de fratura das estruturas cerâmicas, diminuindo sua carga de fratura.

Os parâmetros estatísticos obtidos a partir da análise de Weibull para os valores de carga de fratura (N) em compressão dos discos de V9/YZ cimentados a NG10, módulo de Weibull (m) e a carga de fratura característica (F_0) estão apresentados na Tabela 14.

Para o grupo V9/YZ.RU.NG10, os valores de F_0 mantiveram-se constantes após 24 h e 1 mês de armazenagem e foram estatisticamente diferentes dos valores de F_0 após 3 e 6 meses.

No entanto, para o grupo V9/YZ.RU.NG10, os valores de F_0 mantiveram-se constantes durante os 3 primeiros meses, e após 6 meses aumentaram significativamente.

A respeito da confiabilidade, nenhum dos grupos mostrou diferença estatisticamente significativa no valor de m durante os 3 primeiros meses. E houve uma queda do valor de m , após 6 meses.

Tabela 14 - Valores dos parâmetros estatísticos de Weibull, carga de fratura (F_0) e módulo de Weibull (m), e seus intervalos de confiança (IC) de 95%

Teste	Grupos			
	V9/YZ.RU.NG10		V9/YZ.VL _L .NG10	
	F_0^* (IC)	m^* (IC)	F_0^* (IC)	m^* (IC)
Após 24 h	1335,5 ^a (1262,8-1412,4)	12,3 ^a (7,3-20,8)	1112,4 ^a (1047,6-1181,2)	11,4 ^a (6,5-19,9)
Após 1 mês	1346,8 ^a (1298,1-1397,4)	18,8 ^a (11,6-30,5)	1760,0 ^b (1678,9-1844,9)	14,6 ^a (8,8-24,3)
Após 3 meses	2178,5 ^b (2097,9-2262,3)	18,5 ^a (11,7-29,2)	1745,6 ^b (1634,8-1863,8)	10,5 ^a (6,2-17,8)
Após 6 meses	2009,5 ^b (1786,9-2259,7)	6,2 ^b (3,5-10,8)	2561,9 ^c (2244,7-2923,8)	5,2 ^b (3,1-8,7)

* Valores com letras iguais sobrescritas na coluna de cada grupo são estatisticamente semelhantes ($p \geq 0,05$)

5.2 Análise do comportamento a fadiga e análise de Weibull

A fadiga cíclica foi examinada em condições úmida, aplicando-se cargas constantes de aproximadamente 60% do valor médio da carga de fratura (N), a 10 Hz até a ocorrência da primeira trinca de cada CP de cada grupo, conforme mencionado na Tabela 15.

Tabela 15 – Cargas aplicadas no ensaio de fadiga cíclica a partir da média dos valores de carga de fratura após teste de compressão para cada grupo

Grupos	Fadiga cíclica			
	Imediato	Após 1 mês	Após 3 meses	Apos 6 meses
	60% do valor médio da carga de fratura (N)	60% do valor médio da carga de fratura (N)	60% do valor médio da carga de fratura (N)	60% do valor médio da carga de fratura (N)
V7.RU.NG10	730,5	711,1	731,4	1305
V7.PF.NG10	927,4	944,0	973,4	1129,9
V7.VL_{UH}.NG10	890,6	1036,4	1000,1	1071,3
V7.VL_L.NG10	1238,8	693,3	855,2	1272,4

Seguindo o procedimento descrito nas seções anteriores, para a carga de fratura, calculou-se os parâmetros de Weibull m^* e $N_{f,0}$ (Equação 3) para o tempo de vida (N_f) dos discos cerâmicos cimentados a NG10 (Tabela 16).

Tabela 16 - Parâmetros estatísticos $N_{f,0}$ e m^* , obtidos a partir da análise de Weibull - Tempo de vida

Grupos	Fadiga cíclica							
	Após 24 h		Após 1 mês		Após 3 meses		Apos 6 meses	
	$N_{f,0}$ (ciclos)	m^*	$N_{f,0}$ (ciclos)	m^*	$N_{f,0}$ (ciclos)	m^*	$N_{f,0}$ (ciclos)	m^*
V7.RU.NG10	14833,3	0,8	88786,1	0,8	7356,5	1,0	9066,1	1,0
V7.PF.NG10	3210,5	1,3	3663,3	1,4	3656,5	1,5	4142,1	1,7
V7.VL_{UH}.NG10	1686,3	2,5	1731,3	2,5	1817,3	3,4	2612,9	4,8
V7.VL_L.NG10	174613,5	0,4	95542,2	0,4	95990,6	0,4	173159,2	0,4

Considerando o $N_{f,0}$ obtido, a *performance* do grupo V7.VL_L.NG10 foi superior que a dos outros grupos avaliados.

Devido à nula susceptibilidade dos CP de V9/YZ ao tipo de substrato, como evidenciado no teste de compressão anteriormente mencionado, não foi avaliada a resistência à fadiga desse conjunto.

Para os grupos que no teste a compressão suportaram maior carga de fratura foi necessário maior número de ciclos até a fratura.

5.3 Análise da porosidade

Para a análise da porosidade presente na camada do agente cimentante foi utilizada a técnica não destrutiva de microtomografia computadorizada (μ TC).

Essa análise foi realizada antes e após cada de tempo de armazenagem, chamando-se de porosidade inicial (I) à porosidade encontrada na camada selecionada do agente cimentante antes da armazenagem, e de porosidade final (F) à porosidade presente após determinado tempo de armazenagem, a qual também foi medida imediatamente depois de realizar o teste de compressão (Tabela 17), e de fadiga cíclica (Tabela 18).

Tabela 17 - Porcentagem de porosidade antes da armazenagem (I - Inicial) e após da armazenagem (F – Final), e valores da mediana de carga de fratura de cada grupo

	Grupos											
	V7.RU.NG10			V7.PF.NG10			V7.VL _{UH} .NG10			V7.VL _L .NG10		
	Porosidade (%)		Carga de fratura (N)	Porosidade (%)		Carga de fratura (N)	Porosidade (%)		Carga de fratura (N)	Porosidade (%)		Carga de fratura (N)
	I	F		I	F		I	F		I	F	
Após 24 h	18,2	17,3	1234,5 ^a	20,1	18,5	1567,7 ^c	18,1	19,7	1492,2 ^{ce}	22,4	23,0	2074,9 ^b
Após 1 mês	17,6	17,9	1202,2 ^a	21,4	19,1	1596,0 ^c	19,9	20,6	1751,9 ^c	23,1	26,2	1152,3 ^e
Após 3 meses	17,4	18,2	1225,8 ^{ae}	20,9	18,3	1642,3 ^c	17,8	20,9	1690,4 ^c	23,3	25,7	1417,8 ^e
Após 6 meses	16,8	20,8	2184,4 ^{bd}	20,6	23,9	2015,6 ^{bd}	18,7	22,4	1811,2 ^d	19,2	22,1	2150,2 ^b

Tabela 18 – Porcentagem de porosidade I e F, e número de ciclos até a fratura (N_f) de cada grupo

	Grupos											
	V7.RU.NG10			V7.PF.NG10			V7.VL _{UH} .NG10			V7.VL _L .NG10		
	Porosidade (%)		N _f (ciclos)	Porosidade (%)		N _f (ciclos)	Porosidade (%)		N _f (ciclos)	Porosidade (%)		N _f (ciclos)
	I	F		I	F		I	F		I	F	
Após 24 h	19,1	27,8	14833,3	21,7	22,2	3210,5	17,3	23,9	1686,3	23,2	25,5	174613,5
Após 1 mês	18,3	24,6	88786,1	22,8	24,9	3663,3	18,9	24,4	1731,3	22,5	27,9	95542,2
Após 3 meses	21,5	26,9	7356,5	22,9	24,6	3656,5	19,1	24,5	1817,3	24,1	29,4	95990,6
Após 6 meses	20,8	27,3	9066,1	19,1	25,9	4142,1	17,4	22,1	2612,9	22,7	25,3	173159,2

A seleção de amostras representativas de cada grupo (n=2) fez com que não seja possível realizar uma correlação entre os dados de porosidade e de carga de fratura e ciclos até a fratura, no entanto confrontando os resultados de porosidade (%) e valores médios de carga de

fratura e N_f , foi possível evidenciar que há uma relação entre a porcentagem de porosidade presente e a carga de fratura que o CP pode resistir.

A porosidade presente na camada de cada agente cimentante em cada conjunto foi semelhante, exceto para o cimento resinoso VL_L que apresentou maior porcentagem de porosidade inicial e após armazenagem.

5.4 Análise do modo de falha - Fractografia

As superfícies de fratura de todos os CP foram inicialmente analisadas sob (1) microscopia óptica usando o estereomicroscópio com diferentes intensidades de luz para facilitar a localização de início de fratura, com a finalidade de determinar a localização do início da fratura, seguindo os princípios da fractografia (Della Bona, 2005; Quinn, 2007), e (2) microscopia eletrônica de varredura (MEV).

5.4.1 Dos discos monolíticos cerâmicos

As características de fratura evidenciadas nas figuras obtidas usando o estereomicroscópio (Figura 25: a1-b1; Figura 26: a1-b1) podem ser observadas nas figuras obtidas pelo MEV (Figuras 25: a2-b2; Figura 26: a2-b2). No entanto, apesar de que o estereomicroscópio e o MEV são microscópios, também são equipamentos com aplicações e características construtivas bem diferentes. O MEV possui características mais versáteis devido à interação de um feixe de elétrons focalizado sobre determinada

área do CP, que podem ser utilizados para caracterizar propriedades da amostra, como sua composição, superfície, topografia, etc; permitindo a definição qualitativa ou quantitativa de dita área

A análise de modo de falha dos CP deste grupo mostrou que a origem de falha começou na superfície oposta (superfície de tensão) à superfície onde foi aplicada a carga de compressão (Figuras 25 e 26).

Apesar da carga de fratura ter sido aplicada até a ocorrência da primeira trinca, e não até a ocorrência da fratura do volume todo do CP, mesmo após detido o ensaio de compressão, a propagação da trinca no meio úmido continuou, e criou duas ou mais novas superfícies (Figura 27).

Para os grupos ensaiados em cima de um substrato rígido (de alumínio) foi evidenciado um padrão de fratura diferente ao observado no ensaio dos CP tendo como substrato de suporte o NG10. Observou-se a presença de lascamento na proximidade da origem de fratura (Figura 25 - a2 e b2).

Vários *wake hackles* originados a partir de poros localizados dentro do CP de V7 testado são visíveis. Nas Figuras 25-b2 e 26-b2, as flechas brancas apontam a direção de propagação da trinca, de baixo (área de tensão) para cima (área de compressão), e as flechas laranjas (Figura 26-a2) apontam os *arrest lines* visíveis ao redor do ponto de origem da fratura .

Para os discos de YZ e YZ_{jat} também foi possível localizar a origem de fratura na superfície de tensão (Figura 28). Em comparação com os discos de V7, os de YZ apresentaram baixa porosidade e na análise de superfície de fratura não foi possível evidenciar marcas fractográficas como *wake hackles*, que são marcas importantes que podem ser geradas a partir de poros localizados dentro do espécime cerâmico, e

forneem informações importantes sobre a origem e direção de propagação da trinca.

Para os dois materiais cerâmicos, a origem de fratura foi localizada na área central da superfície de tensão do disco, correspondente à área oposta onde à carga compressiva foi aplicada.

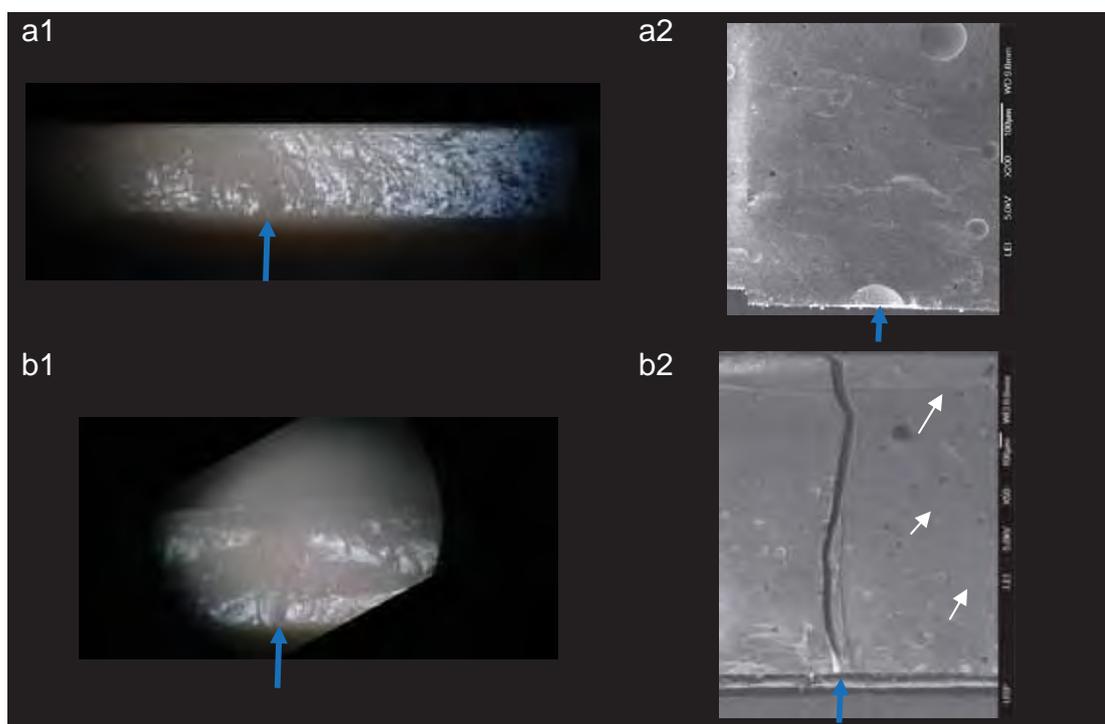


Figura 25 - À esquerda, imagens obtidas usando o estereomicroscópio. Fotomicrografias das superfícies fraturadas dos grupos: a) V7_{NG10}, b) V7_{HF/NG10} testados em resistência a compressão. À direita, imagens de MEV do mesmo local. A flecha azul aponta a origem da fratura.

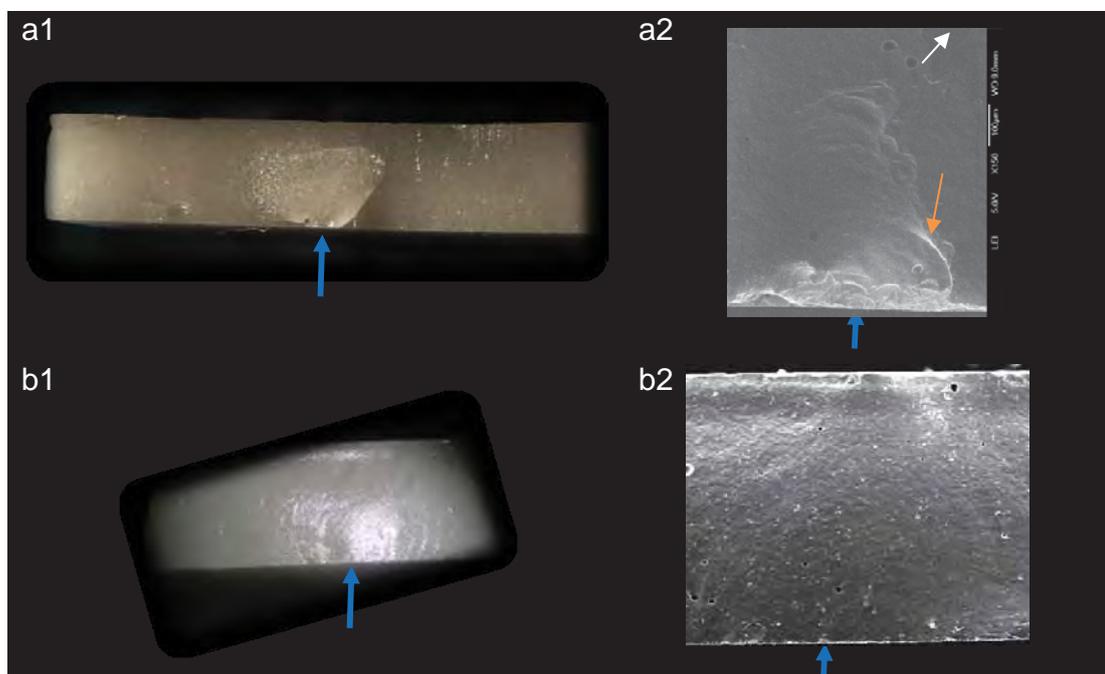


Figura 26 - À esquerda, imagens obtidas usando o estereomicroscópio. Fotomicrografias das superfícies fraturadas dos grupos: a) $V7_{\text{Alumínio}}$, b) $V7_{\text{HF/Alumínio}}$ testados em resistência a compressão. À direita, imagens de MEV do mesmo local. A flecha azul aponta a origem da fratura.



Figura 27 – CP representativos do grupo $V7_{\text{HF/NG10}}$ testados em resistência à compressão.

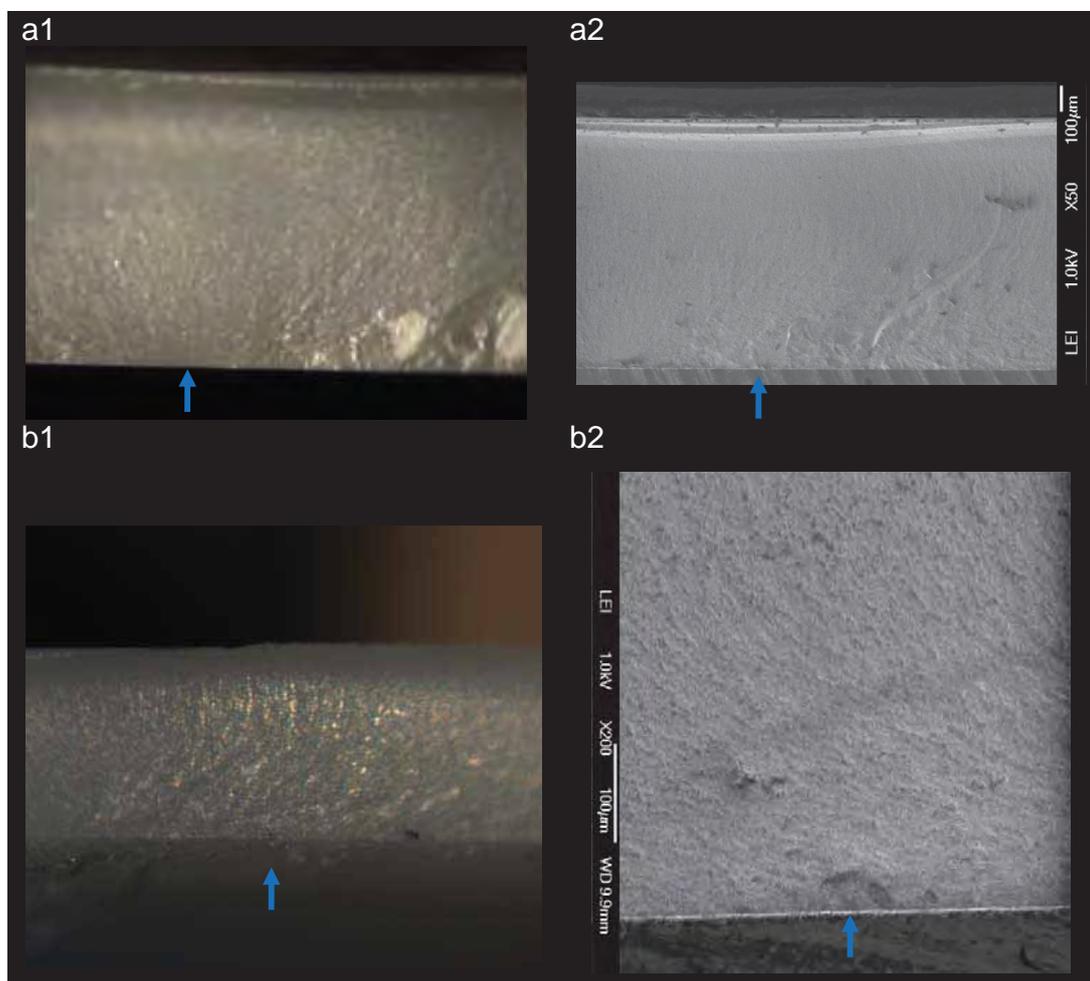


Figura 28 - À esquerda, imagens obtidas usando o estéreo microscópio. Fotomicrografias das superfícies fraturadas dos grupos: a) YZ, e b) YZ_{jat} testados em resistência à compressão. À direita, imagens de MEV da origem da fratura de cada grupo. A flecha azul aponta a origem de fratura.

5.4.2 Dos discos monolíticos cerâmicos recobertos por um agente cimentante

O padrão de fratura dos discos de V7 recobertos por algum agente cimentante foi semelhante (Figura 29).

Devido a ao fato de que um dos objetivos deste estudo foi determinar se o tipo de substrato afeta a carga de fratura das estruturas de porcelana, o teste de compressão foi realizado posicionando a camada do agente cimentante que recobria a estrutura de porcelana no lado da aplicação de carga, e o lado da porcelana na tensão.

Nos CP de V7 recobertos por algum agente cimentante se observou um modo de fratura mista formada pela presença de uma trinca radial na superfície da porcelana localizada na área de tensão (Figura 30a) e trincas sob compressão na camada do agente cimentante (Figura 30b).

O comportamento de fratura destes CP foi diferente ao observado nos de YZ. Na análise fractográfica dos CP de YZ recobertos por algum agente cimentante, não foi evidenciada a presença de nenhuma trinca na superfície cerâmica. Observou-se o trincamento e/ou desprendimento total ou parcial do agente cimentante (Figura 31).

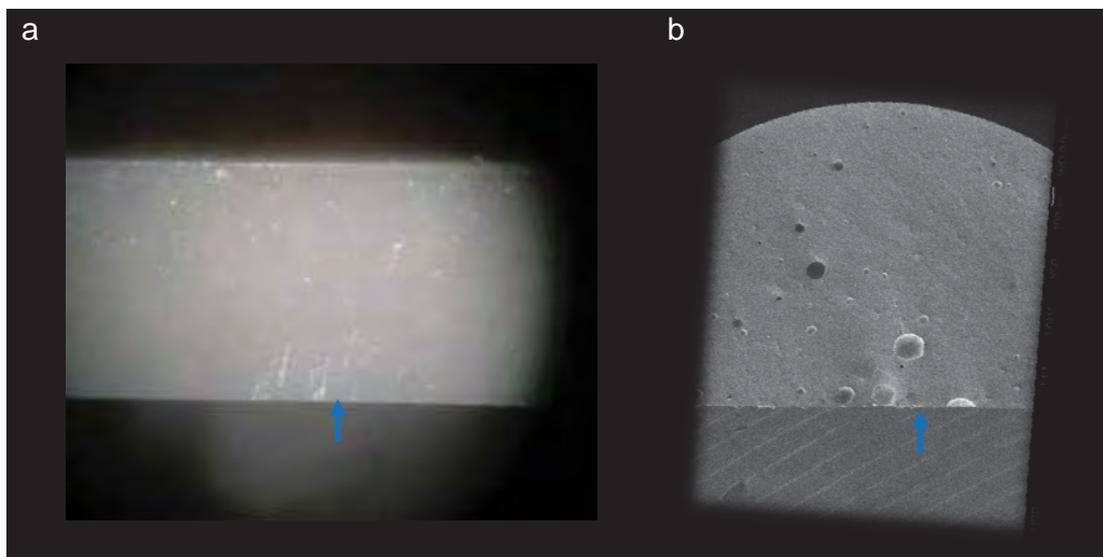


Figura 29 - Imagem representativa da superfície de fratura do CP do grupo V7/VL. Imagem do (a) estéreo microscópio, e do (b) MEV.

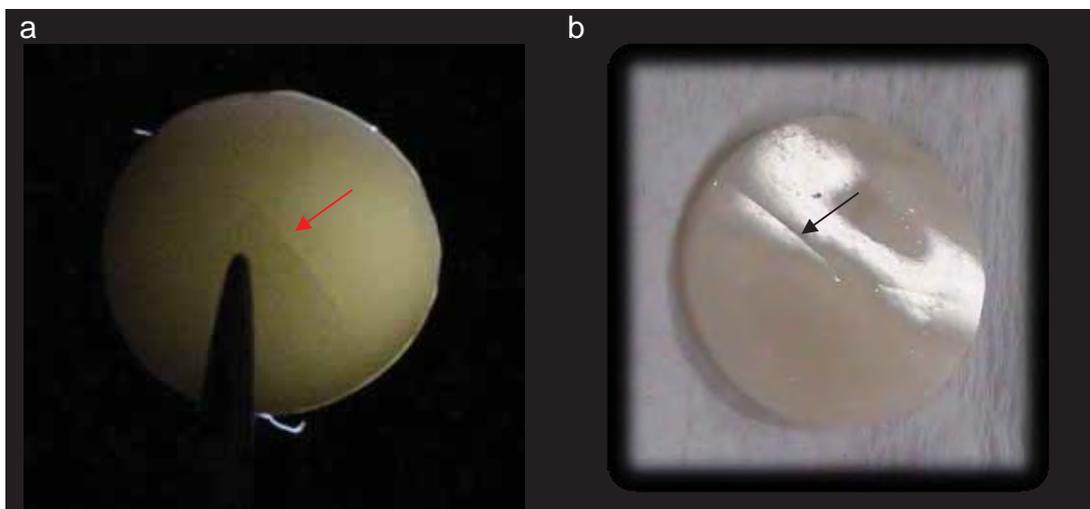


Figura 30– a) Vista da trinca radial (flecha vermelha) na superfície da porcelana localizada na área de tensão evidenciada quando o CP é posicionado contra a luz emitida pela fibra ótica acoplada no estereomicroscópio. b) Vista do trincamento (flecha preta) do agente cimentante.

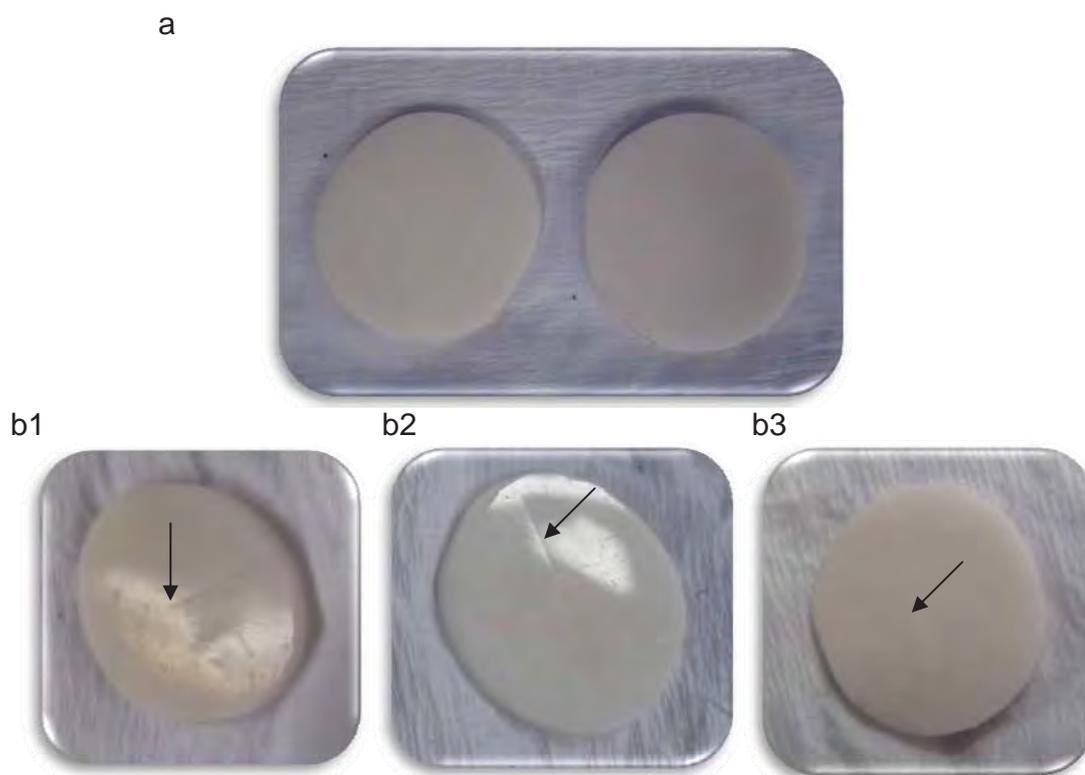


Figura 31 - a) Discos de YZ recobertos pelo agente cimentante. b1-b3) Trincamento do agente cimentante (flechas pretas) após a execução do teste de compressão.

5.4.3 Dos discos monolíticos cerâmicos cimentados a NG10

Na análise fractográfica, houve dois tipos de padrão de fratura encontrados nos discos de V7 cimentados a NG10 com qualquer agente cimentante usado: a) trinca radial que se estendeu da interface V9/YZ até a superfície onde foi aplicada a carga compressiva, em cima da V9 (Figura 32a); e, b) defeitos em formato de cone (*cone cracks*) na superfície da porcelana em contato com a ponta aplicadora de carga (Figura 32b).

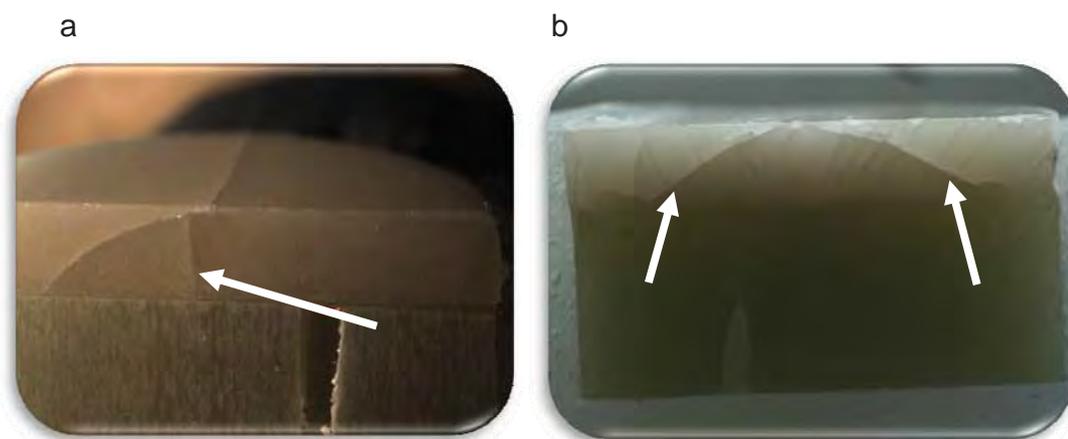


Figura 32 - Imagens obtidas usando o estereomicroscópio. Fotomicrografia da superfície de fratura do grupo: a) V7.VL.NG10 após 3 meses de armazenagem, com flecha indicando a trinca radial, e b) V7.PF.NG10 após 1 mês de armazenagem, com flechas apontando a presença de *cone cracks* na camada de porcelana.

5.4.4 Dos discos de duas camadas cerâmicas, composto do material cerâmico (YZ) recoberto por V9, cimentado a bases de NG10

Quando o disco monolítico de YZ formou parte de uma estrutura de duas camadas cerâmicas unido a um substrato análogo à dentina e foi submetido a cargas compressivas, a porcelana V9 fraturou antes que a cerâmica de IE YZ. A trinca radial iniciou-se na interface YZ/V9 e estendeu-se até a superfície externa da porcelana (Figura 33). Em nenhum dos casos houve delaminação ou lascamento da porcelana.

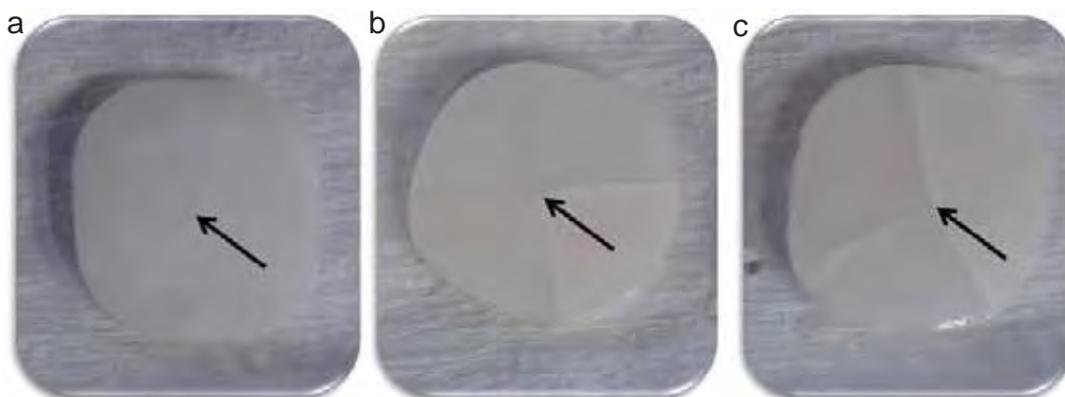


Figura 33 – Imagem da trinca radial de três CP dos grupos a-b) V9/YZ.RU.NG10, e c) V9/YZ.VL_L após o teste de compressão.

5.5 Análises Complementares

5.5.1 Análise do NG10

5.5.1.1 Rugosidade

Os valores médios e desvio padrão do parâmetro de rugosidade Ra da superfície dentinária e de NG10 estão apresentados na Tabela 19.

A análise de Variância (One-way ANOVA) não mostrou diferenças significantes estatisticamente entre os valores de Ra dos grupos NG₁₂₀₀, NG₆₀₀ e NG_{HF} demonstrando padronização da topografia dessas estruturas.

Tabela 19 – Média do ângulo de contato e dos valores obtidos pelo teste de rugosidade dos diferentes grupos

Grupos	$(\theta)^\circ$ *	Parâmetro de Rugosidade
		Ra (nm)*
NG ₁₂₀₀	77,5 ± 4,3 ^a	270,5 ± 19,1 ^a
NG ₆₀₀	79,4 ± 2,3 ^a	275,8 ± 7,2 ^a
NG _{HF}	88,2 ± 9,7 ^a	283,4 ± 21,4 ^a
NG _{HF+sil}	86,1 ± 3,1 ^b	409,2 ± 20,5 ^b
Dent _{AF}	70,2 ± 6,3 ^c	596,0 ± 39,2 ^c

* Letras iguais sobrescritas na mesma coluna correspondem às semelhanças estatisticamente significantes

O perfil de rugosidade representativo do CP de cada grupo, mostrado nas Figuras 34 e 35, demonstra um padrão de superfície altamente retentivo para o grupo NG_{HF+sil}. Essa observação é compatível com o valor médio de rugosidade medido para esse grupo (Tabela 19).

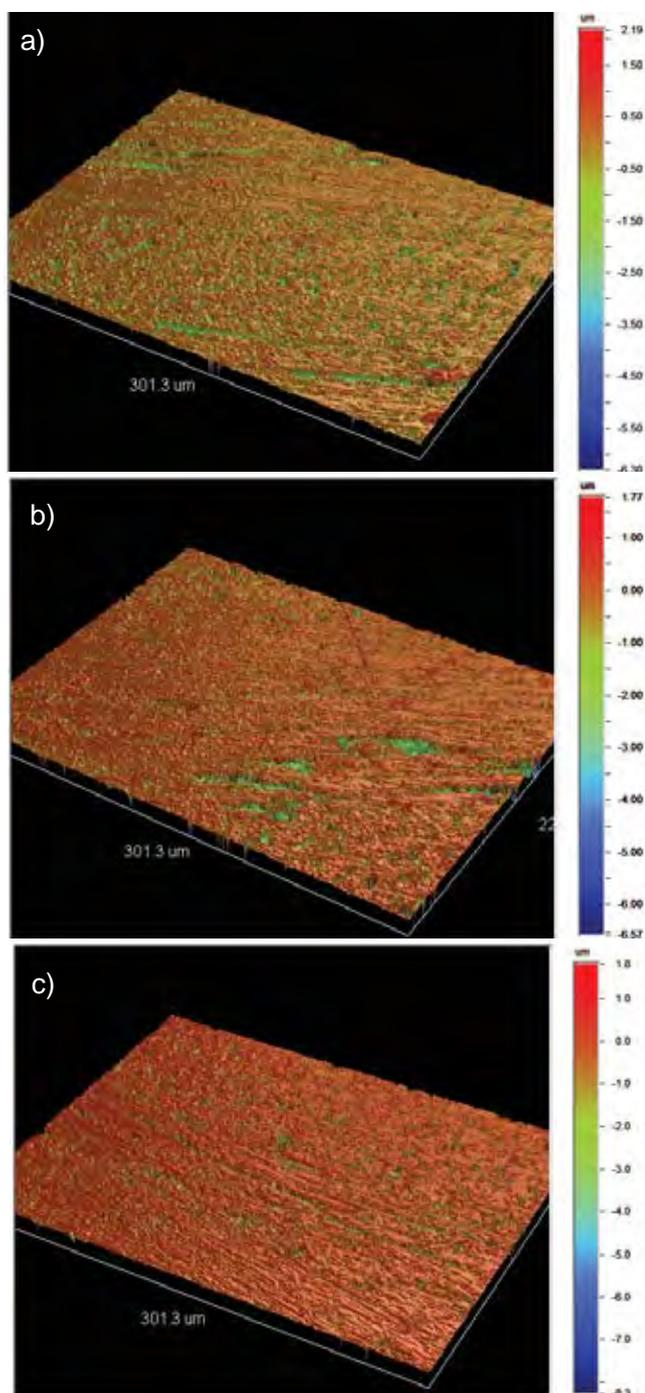


Figura 34 - Imagens representativas da rugosidade superficial (perfilometria óptica) dos grupos: a) NG₁₂₀₀; b) NG₆₀₀; e c) NG_{Hf}.

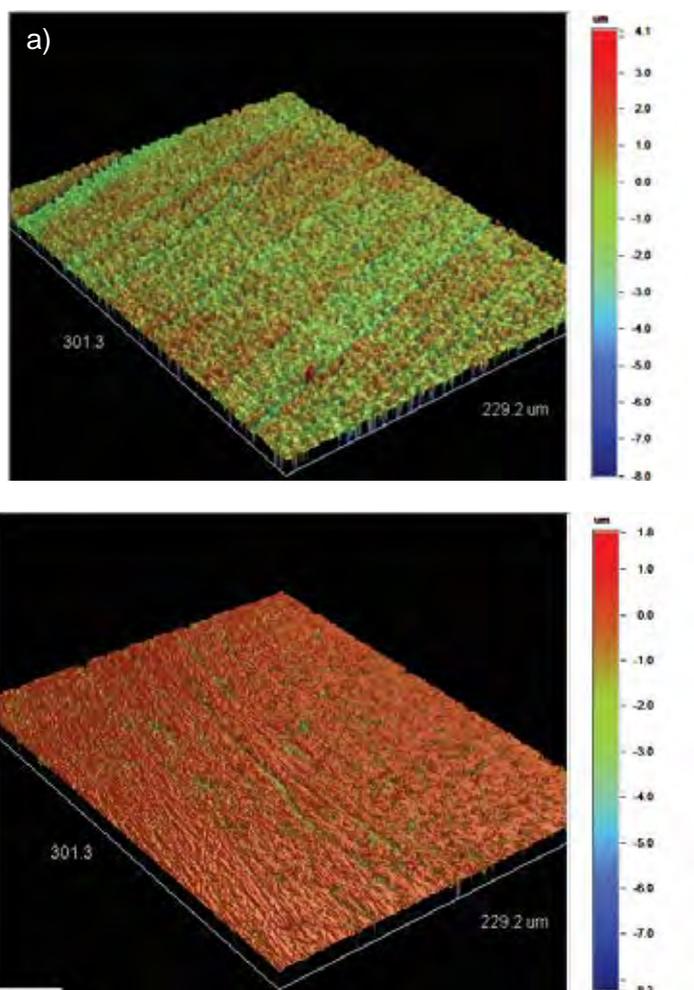


Figura 35 - Imagens representativas da rugosidade superficial (perfilometria óptica) dos grupos a) Dent_{AF}; e b) NG_{HF+sil}

5.5.2.2 Ângulo de contato do NG10

A variação da molhabilidade das estruturas foi estudada a partir do ângulo de contato medido pelo método da gota séssil, e a comparação dos valores de ângulo de contato encontrados para os materiais

cerâmicos e o NG10 foi realizada pela análise de variância (ANOVA one-way).

O teste one-way ANOVA não mostrou diferenças significantes entre as médias dos valores do ângulo de contato (θ) dos grupos NG₁₂₀₀, NG₆₀₀, e NG_{HF} ($p=0,153$).

Para os grupos NG_{HF+sil} e Dent_{AF} foram encontradas diferenças significantes, segundo o teste two-way ANOVA.

6 DISCUSSÃO

6.1 Justificativa do estudo

Embora exista evidência científica (Kelly et al., 1989; Kelly et al., 1990; Thompson et al., 1994; Kelly, 1999; Malament; Socransky, 2001; Scherrer et al., 2006; de Jager et al., 2006) que a origem de fratura em restaurações totalmente cerâmicas, exceto em restaurações que possuam como infra-estrutura a zircônia, ocorre na superfície de cimentação, explicações científicas para esse fato têm sido pouco estudadas (Kelly et al., 1989; Kelly et al., 1990; Thompson et al., 1998, Scherrer et al., 2006).

O papel do cimento no sucesso estrutural das restaurações cerâmicas é pouco entendido, apesar de ser amplamente utilizado na prática odontológica. Da mesma forma, a maioria de estudos tem investigado a carga de fratura até a fratura total da estrutura cerâmica, e poucos têm estudado a carga de fratura até a ocorrência da primeira trinca, quando a estrutura cerâmica integrada a um complexo formado pelo agente cimentante e o substrato de suporte.

6.2 Dos materiais cerâmicos

A seleção dos materiais cerâmicos está baseada na combinação de requerimentos clínicos e de propriedades do material. Os materiais selecionados são diferentes entre si, em termos de microestrutura e composição. No entanto, têm grande aplicabilidade na confecção de restaurações totalmente cerâmicas.

Cerâmicas feldspáticas como a VITA VM7 foram desenvolvidas para cobrir IEs de cerâmicas dos sistemas In-Ceram Alumina, In-Ceram Spinell e a In-Ceram Zirconia (Vita-Zahnfabrik, 2007), em função de que ambas as cerâmicas possuem um coeficiente de expansão térmica muito similar. Essa cerâmica feldspática também tem sido utilizada para a confecção de restaurações inlays totalmente cerâmicas (Friedl et al., 1996).

As cerâmicas baseadas em zircônia têm sido utilizadas para um grande número de aplicações no campo da bioengenharia, incluindo a odontologia, por causa das suas propriedades mecânicas superiores. Denry e Kelly (2008), e Kelly (2008) em revisões sobre cerâmicas à base de zircônia na odontologia, relataram que essas cerâmicas possuem uma série de vantagens sobre as outras cerâmicas, devido principalmente ao seu mecanismo de aumento de tenacidade por transformação de fase, o qual pode fornecer às restaurações cerâmicas propriedades mecânicas bastante interessantes, como elevada resistência mecânica e tenacidade. Podem ser utilizadas com sucesso em próteses parciais fixas posteriores unitárias, de dois e três elementos (Giordano et al., 1995; Suarez et al., 2004).

6.3 Do substrato base (NG10)

Devido à incompatibilidade entre o módulo de elasticidade (E) do material cerâmico e o seu substrato de suporte, parece ser uma variável que induz à falha. Esse aspecto deve ser controlado nos testes laboratoriais. Idealmente, o substrato de suporte deve ter E semelhante à dentina humana. Se a rigidez do substrato de suporte do material cerâmico diminui, os estresses de tensão aumentam na superfície de cimentação (a uma carga constante) (Harvey, Kelly, 1996; Kelly 1999).

Por essa razão, o material selecionado como estrutura de suporte foi a resina epóxi reforçada com fibras de vidro NG10 (Yi, Kelly, 2008; Kelly et al., 2010), considerada um material com comportamento à tensão e deformação semelhante à dentina hidratada (Kelly, 2010), que permite simular as falhas que ocorrem intra-oralmente, e realizar o ensaio *in vitro* com validade, representando um ponto de referência na análise laboratorial (Kelly et al., 2010; Yi, Kelly, 2011).

6.4 Dos agentes cimentantes

Já que o objetivo deste trabalho foi avaliar o comportamento de fratura e durabilidade estrutural das cerâmicas odontológicas quando unidas a um substrato análogo à dentina após armazenagem, não nos limitamos a apenas avaliar o efeito de um agente cimentante, mas de 4 tipos deles. Foram selecionados cimentos resinosos levando em consideração que as propriedades mecânicas desse tipo de agentes cimentantes foram

determinadas pelas características favoráveis de trabalho e adesão entre a restauração e a estrutura dentária (Addison et al., 2007).

Foi importante definir a espessura da camada do agente cimentante devido ao seu potencial de influenciar no desempenho da restauração totalmente cerâmica sob cargas estáticas ou cíclicas. Camadas muito finas do agente cimentante provocam aparentemente um aumento do módulo de elasticidade (Sabbagh et al., 2002; De Jager et al., 2004).

Recomenda-se que o espaço do agente cimentante seja mínimo para aprimorar o ajuste da restauração sobre a estrutura de suporte, e para expor a menor quantidade do agente aos fluidos orais e reduzir qualquer tipo de contração de polimerização. Apesar de não existir uma espessura mínima recomendável, a faixa de 50 - 100 μm parece ser conveniente e aceitável (Kramer et al., 2000; Molin et al., 1996).

Rekow et al. (2006) encontraram pouca influência da variação da espessura da camada de cimento entre 80 a 100 μm no aumento de tensões máximas nas restaurações cerâmicas (coroas). No entanto, há pouca evidência na literatura se a espessura poderia influenciar na união adesiva conforme maior seja essa camada de cimento, provocando a diminuição da resistência à fratura da estrutura cerâmica. Por essa razão, escolheu-se uma camada de cimento fina (50 μm), e foi padronizada para todos os grupos.

6.5 Da análise de porosidade do agente cimentante

Estruturalmente o agente cimentante é importante, ele constitui um importante elo entre a restauração dentária indireta e a estrutura dental.

Devido ao fato de que a camada de cimento resinoso teve dimensões micrométricas uma vez interposto entre os substratos de cerâmica e NG10, e cada conjunto no qual foi avaliada a porosidade inicial e final do cimento, foi também utilizado para os testes de resistência e durabilidade, se faz necessário o uso de uma análise não destrutiva para a detecção dos defeitos ou porosidades dele. Para tanto, neste estudo se utilizou a microtomografia computadorizada (μ TC) que é uma técnica não-destrutiva e não-invasiva, utilizada para investigação (Pinheiro et al., 2008) e constitui um avanço considerável no contexto de aplicações médicas, pois a partir de suas imagens podem ser obtidas relevantes informações, permitindo avanços recentes em imagens de, por exemplo, tecidos biológicos. No entanto, esse método tem sido recentemente aplicado na área de engenharia de estruturas, e é considerado muito vantajoso e eficaz, porque permite a visualização 3D que auxilia no entendimento da morfologia das amostras, uma vez que nela tem-se a noção espacial de como as conexões internas estão dispostas e interligadas. Dessa forma, quantificando as imagens tomográficas, é possível estudar características internas de materiais porosos com resoluções da ordem de microns de uma forma não-invasiva.

Por causa dessa resolução micrométrica, não foi aplicada a classificação estabelecida pela IUPAC quanto ao diâmetro dos poros: Microporos ($D < 2$ nm), Mesoporos ($2 \text{ nm} < D < 50$ nm), e macroporos ($D > 50$ nm). No entanto, essa classificação tem sido aplicada quando usados testes destrutivos nos materiais, tais como: porosimetria por injeção de mercúrio (Milutinović-Nikolić et al., 2007).

Outra forma de avaliar a porosidade encontrada na literatura foi utilizando princípios de estereologia, como Geirsson et al. (2004) fizeram. Esses autores utilizaram o método conhecido como *Point counting*, para medir a porosidade de uma cerâmica a nível superficial, usando para isso uma grade plástica transparente com um número de pontos

sistematicamente espaçados. Essa grade era colocada sobre uma fotomicrografia e o número de pontos que se sobrepõem aos poros ($P\alpha$) era contado e dividido pelo número total dos pontos da grade (P_T). Este método era repetido em diversos campos, a partir de diferentes cortes selecionados sem viés. No entanto, dependendo da região de análise, para aplicar esse método é necessário o seccionamento do corpo-de-prova, tornando-o um método destrutivo.

Dessa forma, a microtomografia pode ser considerada como uma tecnologia que tempos atrás era de difícil acesso, e hoje pode ser um método alternativo capaz de fornecer as informações volumétricas necessárias para a execução da quantificação proposta neste estudo, através de um processo não destrutivo do CP. Contudo, essa metodologia está sendo recentemente usada na área odontológica, e se está conhecendo a cada dia mais suas aplicações.

6.6 Da rugosidade e do ângulo de contato

Com a finalidade de confirmar o potencial adesivo do substrato análogo à dentina, foi realizada a mensuração do ângulo de contato dessa superfície e da dentina após o tratamento das suas superfícies.

A molhabilidade do adesivo no aderente (material cerâmico), a sua viscosidade e a morfologia do aderente influem na capacidade de estabelecer o mínimo contato com o aderente (Oh et al., 2002; Della Bona et al., 2004; Della Bona, 2009). Bolhas de ar (poros) podem ser formadas durante o espalhamento do adesivo, evitando o completo molhamento da

superfície pelo aderente e, portanto, representam um empecilho em potencial para obtenção de uma união eficaz (While et al., 1994; Oh et al., 2002).

Assim, a extensão pela qual um adesivo molha a superfície de um aderente pode ser determinada pela medida do θ entre o adesivo e o aderente. Quanto menor θ , melhor a molhabilidade, e melhor o potencial adesivo (Oh et al., 2002; Della Bona et al., 2004; Della Bona, 2005b).

A rugosidade superficial (R_a) de uma estrutura pode influenciar seu θ . Uma superfície com valores altos de rugosidade aumenta a área de contato entre os materiais e facilita o embrincamento mecânico entre dois materiais acarretando maior resistência de união (Della Bona, Van Noort, 1995; Madani et al., 2000; Aboushelib et al., 2005). Da mesma forma, alterações provocadas na topografia superficial do sólido resultam em modificações na sua energia de superfície e, portanto, na capacidade de molhamento indicada pelo ângulo de contato (Della Bona et al., 2000; Oh et al., 2002; Della Bona et al., 2004; Fleming et al., 2004; Della Bona, 2005b). Assim, neste estudo foram analisados parâmetros de rugosidade do NG10 vs. superfície dentinária.

Esse estudo não encontrou diferença estatisticamente significativa para os valores de R_a e o θ dos CP de NG₁₂₀₀, NG₆₀₀, e NG_{HF}, o que indica a padronização da topografia da superfície do NG10.

Houve apenas um pequeno aumento da rugosidade superfície do NG_{HF}, que apesar de não ter sido significativo, pode ter sido provocado pelo condicionamento ácido realizado na superfície, o qual remove seletivamente a matriz vítrea contida na estrutura. Esse perfil rugoso produz um aumento da união com o agente cimentante resinoso a traves de retenções micromecânicas.

Nenhum tratamento de superfície realizado no NG10 produziu o padrão rugoso semelhante ao obtido na estrutura dentinária após condicionamento ácido. A estrutura dentinária apresentou uma superfície

com maior rugosidade e maior área de contato, viabilizando o molhamento do aderente (Della Bona, Van Noort, 1995; Madani et al., 2000; Aboushelib et al., 2005), como mencionado anteriormente.

Considerando os resultados obtidos de rugosidade e do θ , poderia ser recomendável indicar qualquer das condições avaliadas para o NG10 como tratamento de superfície.

6.7 Dos testes mecânicos

6.7.1 Da resistência a compressão

Testar um material que é usado como fixação de outros materiais, como é o caso das cerâmicas de infraestrutura, prova que o tipo de teste usado para sua avaliação e o formato do CP não é um assunto trivial. Apesar da existência de diversas abordagens para determinar o comportamento de fratura das estruturas cerâmicas, o critério de seleção do teste deve estar baseado no objetivo do estudo.

Para o nosso estudo foi selecionado o método conhecido como monotônico, proposto por Yi e Kelly (2011), que é definido como o método clinicamente mais relevante para investigar a interação cerâmica-substrato de suporte. Esse fato foi justificado pelo baseamento científico de que esse teste replica de uma forma mais semelhante a influência das tensões de tração ocorridas durante a mastigação, o coeficiente de fricção que ocorre entre a cerâmica e agente cimentante com aplicação de uma carga estática ou dinâmica e as tensões tridimensionais

que ocorrem no agente cimentante durante sua contração em um espaço micrométrico.

Recentes estudos (Kelly et al., 2010; Yi, Kelly, 2011) têm escolhido esse tipo de teste para simular a resistência à fratura das restaurações totalmente cerâmicas, considerando sua interação com o substrato de suporte e validando o seu uso como um teste clinicamente relevante. Assim, neste estudo optou-se por essa condição experimental, que consiste em unir adesivamente uma estrutura cerâmica no formato de disco, *tab* ou coroa usando agentes cimentantes resinosos a um substrato análogo à dentina. Esse substrato análogo à dentina constava de microcanais, que permitiam o acesso da água à superfície de cimentação com o intuito de simular a umidade presente nos túbulos dentinários.

A relevância clínica, também se deve ao fato de simular o complexo unido que forma a restauração com a estrutura dentária. Em condições clínicas, a restauração é parte de um complexo formado pelo agente cimentante e o substrato de suporte. Cada um deles apresenta comportamentos e propriedades diferentes. Assim, sob vários pontos de vista, o teste monotônico parece ser uma abordagem razoável e adequada.

As cargas estáticas e cíclicas, e o ambiente úmido são condições presentes na cavidade bucal durante a mastigação. Como as restaurações cerâmicas são obviamente expostas a essas condições, sendo susceptíveis à corrosão química e mecanismos de fadiga, a sua resistência e durabilidade ao longo do tempo nesse pior cenário foram reproduzidas neste estudo.

Antes da realização dos ensaios mecânicos, os espécimes cimentados foram armazenados em água destilada, a uma temperatura de 37°C, por 24 h com o intuito de esperar a polimerização final do cimento. O teste foi realizado com um pistão de ponta plana de 3 mm de diâmetro, interpondo uma película de poliéster de 125 µm entre o pistão e a superfície

cerâmica para evitar a formação de defeitos cônicos (*cone cracks*) (Yi; Kelly, 2008; Kelly et al., 2010) por concentração de tensões nas arestas do pistão.

Segundo os resultados obtidos neste estudo, o grupo V7.VL_L.NG10 ao longo do tempo, no período de 24h a 3 meses, apresentou comportamento de fratura diferente estatisticamente, quando comparado com os grupos restantes. Após 1 mês de armazenagem, o grupo V7.VL_L.NG10 sofreu uma queda no valor da mediana de carga de fratura. Enquanto que, durante todos os tempos de armazenagem, o grupo que mostrou uma carga de fratura constante foi o cimentado com PF.

Os cimentos resinosos, tanto como as resinas compostas, se contraem durante sua polimerização, o que provoca tensões na fina camada adesiva e pode exceder sua resistência coesiva e adesiva, podendo por em risco a longevidade da restauração (Magne et al., 1999). O tempo de polimerização final do cimento resinoso é um processo tempo-dependente complexo, através do qual as propriedades do material sofrem mudanças em um período curto. Além disso, sua geometria complexa clinicamente é difícil de simular em estudos laboratoriais. Devido a esse fato, os resultados encontrados em estudos laboratoriais, podem não mimetizar completamente a complexidade dos diversos casos clínicos, sendo possível que esse comportamento complexo do cimento resinoso tenha influencia no comportamento da estrutura toda.

A variabilidade na resistência à compressão do conjunto V7.VL_L.NG10 ao longo do tempo, também pode estar relacionado com a diferença de porcentagem de porosidade presente no VL_L quando comparado com os outros agentes cimentantes. No entanto, quando relacionados os valores de porosidade com o número de ciclos até a fratura, após o teste de fadiga, é evidenciado que apesar de que esse conjunto possuía maior porcentagem de porosidade em VL_L, foi o grupo que precisou maior número de ciclos para ocorrer a primeira trinca na estrutura cerâmica.

Esse fato pode ser explicado pela propriedade do agente cimentante, sobretudo de baixa viscosidade, após as primeiras 24 horas de armazenagem em água, de reforço da estrutura cerâmica. De acordo com Addison et al. (2007), o reforço que pode oferecer o agente cimentante à estrutura cerâmica depende do seu módulo de elasticidade, assim como do sua interpenetração com a estrutura cerâmica e coeficiente de Poisson.

Segundo Li e White, a armazenagem em meio úmido afeta o módulo de elasticidade de diversos materiais em diferentes formas. Por exemplo, o módulo de elasticidade dos cimentos de policarboxilato e de ionômero de vidro aumenta ao longo do tempo, enquanto outros tipos de agentes mudam progressivamente imediatamente após o primeiro dia de sua ativação. Essa situação pode justificar a diminuição drástica de carga de fratura após 1 a 3 meses de armazenagem em água, nos grupos de V7 cimentados a NG10, exceto quando usado o VL_L.

Diferentes tipos de agentes cimentantes se comportam de diferentes formas, e suas indicações são sugeridas de acordo com esse comportamento. Alguns deles possuem matrizes visco-elásticas, no entanto devido também ao seu conteúdo vítreo o de cargas cerâmicas, podem demonstrar um comportamento visco-elástico e friável.

Vários cimentos resinosos duais mostram que seu mecanismo de polimerização é de certa forma limitado, quando são imediatamente fotoativados na forma dual. E essa limitação pode comprometer as propriedades mecânicas finais esperadas nesses cimentos (Pereira et al., 2010). Dessa forma é recomendável retardar a fotoativação o máximo tempo clínico possível até que essa fotoativação não interfira com a cinética de polimerização (Pegoraro et al., 2007).

Das duas pastas misturadas para obter o efeito dual dos cimentos duais, pelo menos uma delas contem um composto sensível a luz (canforoquinona) que é responsável pela iniciação do mecanismo de

fotoativação. Até o momento em que as duas pastas são misturadas, e a fonte de luz é aplicada, o tempo de trabalho é controlado pela proporção entre os inibidores da reação de polimerização e a quantidade de peróxido e aminas aromáticas terciária. Ambos os componentes são compostos químicos susceptíveis à degradação após armazenagem. Assim, esses cimentos apresentam tempo de vida limitado pela instabilidade dos seus componentes, e seu tempo de polimerização pode mudar durante esse tempo, dependendo das condições e temperatura (>18-22°C) de armazenagem que pode alterar o potencial reativo desses componentes.

Pode ter ocorrido a absorção de água do cimento resinoso ocorrida após o longo período de armazenagem dos conjuntos cerâmica-cimento resinoso-NG10 (Fan et al., 1985; Örtengren et al., 2000), o que pode ter influenciado nas suas propriedades mecânicas (a) plastificando o cimento, (b) dissolvendo as fases da sua matriz, e (c) hidrolisando as ligações do silano (Drummond, Savers, 1993), criando áreas sem suporte embaixo da estrutura cerâmica e conseqüentemente aumentando as possibilidades de fratura da restauração quando submetidas às forças de mastigação (Oysaed et al., 1986).

Assim, após 6 meses de armazenagem pode ter ocorrido uma perda de união entre o cimentos resinoso e a estrutura cerâmica, de tal forma que a carga de fratura registrada após esse tempo pode refletir a resistência de outro tipo de substrato de suporte.

Os efeitos deletérios observados são mais comuns em camadas de cimento resinoso maiores de 50µm. Em 1994, Scherrer et al., constataram que quando o cimento resinoso tinha 300mm ou mais, ocorria uma diminuição gradual da resistência à fratura, e que uma fina camada de cimento resinoso promove uma configuração favorável para a prevenção de trincas da estrutura cerâmica. Além disso, camadas espessas apresentam menor confiabilidade após armazenagem em água (Silva et al., 2008) e tem

sido associadas a baixos valores de resistência adesiva (Cekic-Nagas et al., 2010).

No entanto, é importante mencionar que apesar de os cimentos resinosos apresentarem mecanismos de polimerização semelhantes, eles interatuam de forma diferente com a água (Vrochari et al., 2010).

No teste mecânico de compressão, o comportamento de fratura dos CP V9.YZ.cimento resinoso.NG10 foi superior ao de V7.cimento resinoso.NG10. A fratura prematura da cerâmica de cobertura na infraestrutura de YZ tem sido atribuída a estresses de tração desenvolvidos pela diferença no coeficiente de expansão térmica, resfriamento rápido (Swain et al., 2010), ou inclusive pela difusão de líquidos absorvido pelo cimento, que provocam o crescimento subcrítico de trincas, até que ocorra seu lascamento (Huang et al., 2008).

6.7.2 Da resistência à fadiga

A utilização única dos testes mecânicos estáticos para testar os materiais pode levar a projetos sem segurança quando as solicitações são dinâmicas.

As falhas dos materiais podem ocorrer devido a cargas que variam no tempo, e tipicamente ocorrem em níveis de tensão significativamente inferiores aos valores da resistência do material.

Segundo Wiskott et al. (1995), o teste de fadiga é um modo de fratura pelo qual uma estrutura eventualmente falha após ter sido repetidamente sujeita a cargas que são de baixa intensidade de tal forma que aparentemente apenas uma aplicação dessa carga não tem nenhum efeito deletério na estrutura.

Assim, com base na análise de fadiga cíclica descritos na literatura (Studart et al., 2007a; Studart et al., 2007b; Borba et al., 2011) e principalmente segundo a ASTM C 1368:2001, quando aplicada uma pré-carga de até 80% a carga de fratura não tem muita influência nos resultados no ensaio de fadiga cíclica, devido a que o crescimento de trincas só ocorre quando aplicadas cargas próximas à da fratura. Por isso, aplicou-se durante os testes cíclicos uma carga aproximadamente 60% do valor médio da carga de fratura (N) dos CP (Tabela 16).

Tanto a resistência à compressão quanto a resistência a fadiga cíclica, quando avaliados CP cimentados a NG10, foi analisada após armazenagem em meio úmido, devido ao fato que a degradação hidrolítica ou algum tipo de acumulação de danos durante a aplicação de cargas cíclicas serem os únicos mecanismos que poderiam afetar a durabilidade. O tempo de armazenagem dos CP, foi selecionado segundo os resultados obtidos por Silva et al., (2007), que foram o ponto de partida para saber quando começa a ocorrer a degradação hidrolítica. Esses autores demonstraram que após 60 dias de armazenagem em água, o conjunto cerâmica-cimento-resina que possuíam uma camada espessa de cimento, apresentaram baixos valores de confiabilidade quando testados sob efeitos de fadiga, enquanto sob as mesmas condições, o conjunto com uma fina camada de cimento apresentava uma constante e alta confiabilidade. Tais resultados sugerem que testes de fadiga de restaurações o estruturas cerâmicas unidas adesivamente ao substrato dentinário devem ser realizados por um tempo maior a 48 h e em meio úmido.

Assim, neste estudo foram avaliados CP monolíticos e de duas camadas cerâmicos unidos adesivamente a um substrato análogo a dentina.

No entanto, no decorrer desta pesquisa, nos ensaios iniciais onde foram testados CP sem união adesiva ao substrato de suporte, apenas

apoiados em cima dele, foi constatado que já nos CP de duas camadas cerâmicas, o trincamento da cerâmica de cobertura ocorria antes da ruptura da cerâmica de infra-estrutura. Esse fato foi comprovado a través da análise fractográfica dos CP. Além disso, conforme mostra a Tabela 9 e 10, foram encontrados valores de carga de fratura característica e módulo de Weibull semelhantes aos valores calculados para os CP V7. Dessa forma, apenas se continuaram os testes em os grupos que apresentaram o maior e o menor valor de mediana de carga de fratura.

6.8 Da análise de fractografia

A análise fractográfica assume-se cada vez mais como vertente fundamental no estudo dos materiais e seu comportamento, tanto em nível de investigação como no campo industrial (produção, manutenção e controle de qualidade), para a determinação qualitativa e quantitativa dos defeitos, e como meio fundamental de determinação das causas e de prevenção de fratura dos materiais e estruturas cerâmicas (Della Bona, 2009).

Como a distribuição da resistência é uma medida da distribuição dos tamanhos dos defeitos, os princípios da fractografia devem ser aplicados para as análises qualitativas e quantitativas das superfícies fraturadas, melhorando a compreensão do fenômeno de fratura, o qual é, ao final, a causa mais comum de falha das restaurações cerâmicas.

Devido ao fato que o comportamento de fratura das interfaces depende do nível de estresse, a distribuição dos defeitos, as propriedades do material, e os efeitos do meio, a caracterização da superfície fraturada, associada à análise dos parâmetros de fratura são de

grande importância para entender e diagnosticar a confiabilidade das estruturas, e também para reduzir o risco de mal interpretação da informação.

Nos discos monolíticos de V7 ensaiados encima de um substrato rígido foi observado um padrão de fratura característico no qual na proximidade da origem da origem de fratura havia lascamento do material. Esse padrão de fratura pode estar relacionado ao atrito entre o CP e a base de apoio durante o teste, onde ocorrem tensões provenientes da carga compressiva sobre a estrutura cerâmica, que excedem o limite de elasticidade do substrato rígido.

Uma vez que os materiais cerâmicos apresentam uma fase elástica muito pequena ou nula, a mínima deformação que possa ocorrer na estrutura cerâmica é barrada pelo atrito entre a superfície do CP e a base, provocando o tipo de padrão de fratura mostrado na Figura 25c e 25d.

Nos discos monolíticos de V7 recobertos por algum agente cimentante, foram observados padrões de fraturas denominados como “MISTAS”, definidos assim pela presença de uma trinca radial na superfície de cimentação da porcelana, e trincas localizadas no agente cimentante na superfície de aplicação de cargas compressivas (Figura 29a e b).

Em um estudo recente de Zhou et al. (2011) foi estudado esse tipo de padrão de fratura, ao qual chamaram de “*MIXED MODE FRACTURE INITIATION*”, que é suportado pelo critério de plasticidade.

De acordo com a análise fractográfica, quando o disco monolítico de YZ recoberto pela V9 e unido a um substrato análogo à dentina era submetido a cargas compressivas, a porcelana V9 fraturou antes que a cerâmica de IE YZ. A trinca radial iniciou-se na interface YZ/V9 e estendeu-se até a superfície externa da porcelana. Essas observações estão em conformidade com trabalhos laboratoriais e clínicos onde a porcelana de cobertura de uma cerâmica de IE apresenta maior frequência de fratura,

inclusive antes que a IE (Sailer et al., 2006; Beuer et al., 2009, Liu et al., 2010). Comumente em sistemas totalmente cerâmicos, o material mais rígido confere suporte à porcelana, como é o caso de restaurações com IE de zircônia recobertos porcelana, assim as tensões de tração são transferidas para a superfície adjacente da IE.

Outro fator responsável da resistência da estrutura cerâmica é a manipulação da cerâmica de cobertura, em sua forma pó e líquido pelo operador. A consistência da mistura de ambos os elementos é de suma importância na sua aplicação já que deve ser considerada a contração do material e devido a isso se deve aplicar mais que as dimensões finais necessárias. Neste procedimento, a falta de homogeneidade e impurezas na massa misturada de porcelana poderia resultar no início e propagação da fratura, em aplicações clínicas.

Estudos de resistência adesiva entre a cerâmica de IE de zircônia e a porcelana de cobertura correspondente têm reportado que o tipo de falha mais prevalente é a coesiva na porcelana, inclusive em superfícies de zircônia polidas (Aboushelib et al., 2005; Fischer et al., 2008). Essa falha tem sido relacionada à falta de homogeneidade da massa de porcelana durante sua aplicação para a confecção da peça protética.

Durante o a aplicação das cargas compressivas, ocorre a propagação da trinca de forma lenta na estrutura até que a tensão na sua extremidade atinja um determinado valor crítico, resultando na fratura da estrutura (Kelly et al., 1990). Quando em CP de duas camadas de módulo de elasticidade diferente, é submetido a compressão em cima da sua região plástica (agente cimentante), ao mesmo tempo de exercer tensões na superfície oposta (estrutura cerâmica), as forças compressivas também são exercidas e podem atingir a energia necessária para fratura do agente cimentante. O ângulo de propagação dessa trinca sob as cargas compressivas determinará a fratura do volume total ou parcial do material.

Já nos discos de YZ, o comportamento de fratura foi diferente. Observou-se o trincamento e/ou desprendimento total ou parcial do agente cimentante (Figura 30), não tendo sido evidenciada a presença de nenhuma trinca radial e *cone cracks* na superfície cerâmica. A ausência dessas marcas na YZ reafirma a alta confiabilidade desse material, validando suas excelentes propriedades mecânicas que permitem que possa ser considerado o *standard* para o desenvolvimento de novos materiais restauradores.

7 CONCLUSÕES

Baseado nos resultados obtidos neste trabalho pode-se afirmar que:

- a) A porosidade presente na camada de cada agente cimentante quando interposto no conjunto cerâmica-NG10 foi semelhante após aplicação da carga de fratura estática e cíclica;
- b) A união adesiva das estruturas cerâmicas ao substrato análogo a dentina influenciou no comportamento à fratura dos conjuntos formados pela porcelana V7. Os valores de carga de fratura estática foram superiores para a cerâmica de infraestrutura YZ independente da união adesiva ao NG10. A porcelana de recobrimento da YZ se mostrou susceptível a esse teste;
- c) O conjunto V7.VL.L.NG10 apresentou melhor comportamento de fratura sob fadiga dentre todos os conjuntos avaliados;
- d) A origem de falha encontrada após os testes mecânicos é diferente para as porcelanas e estruturas de duas camadas cerâmicas. Sendo que, o defeito crítico na estrutura V9/YZ foi localizado na

interface de ambos os materiais, e na V7 na superfície de cimentação e de aplicação de carga.

8 REFERÊNCIAS*

Aboushelib MN, Jager N, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. *Dent Mater.* 2005;21(10):984-91.

Aboushelib MN, Wang H. Effect of surface treatment on flexural strength of zirconia bars. *J Prosthet Dent.* 2010;104(2):98-104.

ADA Professional Product Review 1 Dual Cure Resin-based Cements: Clinical Survey Results 2006;1(2) (Online) www.ada.org/goto/ppr

Addison O, Marquis PM, Fleming GJP. Resin elasticity and the strengthening of all-ceramic restorations. *J Dent Res* 2007;86:519-23.

Amaral R, Ozcan M, Valandro L, Valducci I, Bottino MA. Effect of conditioning methods on the microtensile bond strength of phosphate monomer-based cement on zirconia ceramic in dry and aged conditions. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2008 Abr;85(1):1-9.

Anusavice KJ, Hojjatie B. Tensile stress in glass-ceramic crowns: effect of flaws and cement voids. *Int J Prosthodont.* 1992 Jul-Aug;5(4):351-8.

Attar N, Tam LE, McComb D. Mechanical and physical properties of contemporary dental luting agents. *J Prosthet Dent.* 2003 Fev;89(2):127-34.

* Baseado em:

International Committee of Medical Journal Editors Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical journals: Sample References [homepage na Internet]. Bethesda: US NLM; c2003 [disponibilidade em 2008 ago; citado em 25 ago.] Disponível em: http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

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

Barsoum MW. *Fundamental of ceramics.* Singapore: McGraw Hill, 1997. p.26.

Beatty MW, Swartz ML, Moore BK, Phillips RW, Roberts TA. Effect of crosslinking agent content, monomer functionality, and repeat unit chemistry on properties of unfilled resins. *J Biomed Mater Res.* 1993 Mar;27(3):403-13.

Bellenger V, Verdu J, Morel E. Structure-properties relationships for densely cross-linked epoxy-amine systems based on epoxide or amine mixtures. *J Mater Sci.* 1989;23(12):4244-50.

Beuer F, Schweiger J, Eichberger M, Kappert HF, Gernet W, Edelhoff D. High-strength CAD/CAM-fabricated veneering material sintered to zirconia copings - A new fabrication mode for all-ceramic restorations. *Dent Mater.* 2009 Jan;25(1):121-8.

Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *J Prosthetic Dent.* 2003;89(3):268-74.

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

Borchers L, Stiesch M, Bach FW, Buhl JC, Hübsch C, Kellner T, et al. Influence of hydrothermal and mechanical conditions on the strength of zirconia. *Acta Biomater.* 2010 Dec;6(12):4547-52.

Bottino MA, Valandro LF, Buso L. Prótese metal free: tratamento da superfície cerâmica pré-cimentação. In: _____. *Atualização na Clínica Odontológica.* São Paulo: Artes Médicas, 2004. p. 369-411.

Bottino MA, Salazar-Marcho SM, Leite FP, Vásquez VC, Valandro LF. Flexural strength of glass-infiltrated zirconia/alumina-based ceramics and feldspathic veneering porcelains. *J Prosthodont*. 2009 Jul;18(5):417-20.

Caughman WF, Chan DCN, Rueggeberg FA. Curing potential of dual polymerizable resin cements in simulated clinical situations. *J Prosthet Dent*. 2001 May;85(5):479-84.

Cekic-Nagas I, Canay S, Sahin E. Bonding of resin core materials to lithium disilicate ceramics: the effect of resin cement film thickness. *Int J Prosthodont* 2010;23(5):469–71.

Chevalier J, Olganon C, Fantozzi G. Subcritical crack propagation in 3Y-TZP ceramics: static and cyclic fatigue. *J Am Ceram Soc*. 1999;82(11):3129–38.

Dauskardt RH, Yu W, Ritchie RO. Fatigue crack-propagation in transformation-toughened zirconia ceramic. *J Am Ceram Soc*. 1987;70(10):248–52.

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

De Jager N, de Kler M, van der Zel JM. The influence of different core material on the FEA-determined stress distribution in dental crowns. *Dent Mater*. 2006 Mar;22(3):234-42. Epub 2005 Aug 11.

De Jager N, Feilzer AJ, Davidson CL. The influence of surface roughness on porcelain strength. *Dent Mater*. 2000 Nov;16(6):381-8.

De Jager N, Pallav P, Feilzer AJ. The apparent increase of the Young's modulus in thin cement layers. *Dent Mater*. 2004 Jun;20(5):457–62.

De Jager N, Pallav P, Feilzer AJ. Finite element analysis model to simulate the behavior of luting cements during setting. *Dent Mater.* 2005 Nov;21(11):1025-32.

Della Bona A, Anusavice KJ, DeHoff PH. Weibull analysis and flexural strength of hot-pressed core and veneered ceramic structures. *Dent Mater.* 2003 Nov;19(7):663-9.

Della Bona A, Anusavice KJ, Shen C. Microtensile strength of composite bonded to hot-pressed ceramics. *J Adhes Dent.* 2000;2(4):305-13.

Della Bona A, Donassollo TA, Demarco FF, Barrett AA, Mecholsky JJ Jr. Characterization and surface treatment effects on topography of a glass-infiltrated alumina/zirconia-reinforced ceramic. *Dent Mater.* 2007;23(6):769-75.

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

Della Bona A, Shen C, Anusavice KJ. Work of adhesion of resin on treated lithia disilicate-based ceramic. *Dent Mater.* 2004 Mai;20(4):338-44.

Della Bona A, van Noort R. Shear VS. Tensile Bond Strength of Resin Composite bonded to Ceramic. *J Dent Res.* 1995;74(9):1591-6.

Della Bona A. Principles of adhesion applied to dental ceramics. In: _____. *Bonding to ceramics: scientific evidences for clinical dentistry.* São Paulo: Artes Médicas, 2009. p. 109.

Della Bona A. Characterizing ceramics and interfacial adhesion to resin: I- The relationship of microstructure, composition, properties and fractography. *J Appl Oral Sci.* 2005a;13(1):1-9.

Della Bona A. Characterizing ceramics and interfacial adhesion to resin: II- The relationship of surface treatment, bond strength, interfacial toughness and fractography. *J Appl Oral Sci.* 2005b;13(2):101-9.

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

Diaz-Arnold AM, Vargas MA, Haselton DR. Current status of luting agents for fixed prosthodontics. *J Prosthet Dent.* 1999 Feb;81(2):131-41.

Drummond JL, Savers EE. *In vitro* aging of a heat/pressure-cured composite. *Dent Mater.* 1993 May;9(3):214-6.

EI-Badrawy WAG, EI-Mowafy OM. Chemical versus dual-cure resin-based inlay cements. *J Prost Dent.* 1995 Jun;73(6):515-24

EI-Mowafy OM, Rubo MH, el-Badrawy WA. Hardening of new resin cements cured through a ceramic inlay. *Oper Dent.* 1999 Jan-Feb;24(1):38-44.

Fan PL, Edahl A, Leung RL, et al. Alternative interpretations of water sorption values of composite resins. *J Dent Res.* 1985;64(1):78-80.

Federlin M, Schmidt S, Hiller KA, Thonemann B, Schmalz G. Partial ceramic crowns: influence of preparation design and luting material on internal adaptation. *Oper Dent.* 2004 Sep-Oct;29(5):560-70.

Federlin M, Sipos C, Hiller KA, Thonemann B, Schmalz G. Partial ceramic crowns. Influence of preparation design and luting material on margin integrity--a scanning electron microscopic study. *Clin Oral Investig.* 2005 Mar;9(1):8-17.

Feilzer AJ, De Gee AJ, Davidson CL. Increased wall-to-wall curing contraction in thin bonded resin layers. *J Dent Res.* 1989 Jan;68(1):48-50.

Fischer J, Grohmann P, Stawarczyk B. Effect of zirconia surface treatments on the shear strength of zirconia/veneering ceramic composites. *Dent Mater J*. 2008 May;27(3):448-54.

Fleming GJ, EL-Lakwah SFA, Harris JJ, Marquins PM. The influence of interfacial surface roughness on bilayered dental ceramic specimen performance. *Dent Mater*. 2004;20(2):142-49.

Geirsson J, Thompson, Bayne SC. Porosity evaluation and pore size distribution of a novel directly placed ceramic restorative material. *Dent Mater*. 2004;20(10):987-995.

Giordano R, Pelletier L, Campbell S, Pober R. Flexural strength of an infused ceramic, glass ceramic, and feldspathic porcelain. *J Prosthet Dent*. 1995 May;73(5):411-8.

Göpferich A. Mechanisms of polymer degradation and erosion. *Biomaterials*. 1996 Jan;17(2):103-14.

Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part I. Pressable and alumina glass-infiltrated ceramics. *Dent Mater*. 2004a Jun;20(5):441-8.

Guazzato M, Proos K, Quach L, Swain MV. Strength, reliability and mode of fracture of bilayered porcelain/zirconia (Y-TZP) dental ceramics. *Biomaterials*. 2004b Set;25(20):5045-52.

Guazzato M, Quach L, Albakry M, Swain MV. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of Y-TZP dental ceramic. *J Dent*. 2005 Jan;33(1):9-18.

Guin JP, Wiederhorn SM. Crack growth threshold in soda lime silicate glass: role of hold-time. *J Non-Cryst Solids*. 2003; 316(1):12-20.

Hang Wang, Prem Pallav, Giuseppe Isgrò, Albert J. Feilzer. Fracture toughness comparison of three test methods with four dental porcelains. *Dent Mater.* 2007 Jul;23(7):905-10.

Hasegawa EA, Boyer DB, Chan DC. Hardening of dual-cured cements under composite resin inlays. *J Prosthet Dent.* 1991 Ago;66(2):187-92.

Haselton DR, Diaz-Arnold AM, Hillis SL. Clinical assessment of high-strength all-ceramic crowns. *J Prosthet Dent.* 2000 Abr;83(4):396-401.

Harvey CK, Kelly JR. Contact damage as a failure mode during in vitro testing. *J Prosthodont.* 1996 Jun;5(2):95-100.

Hirasawa T, Hirano S, Hirabayashi S, Harashima I, Aizawa M. Initial dimensional change of composites in dry and wet conditions. *J Dent Res.* 1983 Jan;62(1):28-31.

Hofmann N, Papsthart G, Hugo B, Klaiber B. Comparison of photo-activation versus chemical or dual-curing of resin-based luting cements regarding flexural strength, modulus and surface hardness. *J Oral Rehabil.* 2001 Nov;28(11):1022-8.

Höland W, Schweiger M, Frank M, Rheinberger V. A comparison of the microstructure and properties of the IPS Empress 2 and the IPS Empress glass-ceramics. *J Biomed Mater Res.* 2000;53(4):297-303.

Hosford WF. *Mechanical Behavior of Materials.* Cambridge: Cambridge University Press, 2004. p.279-80, cap. 17.

Huang M, Thompson VP, Rekow ED, Soboyejo WO. Modeling of water absorption induced cracks in resin-based composite supported ceramic layer structures. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2008 Jan;84(1):124-30.

Inokoshi S, Willems G, Van Meerbeek B, Lambrechts P, Braem M, Vanherle G. Dual cure luting composites. Part I: Filler particle distribution. *J Oral Rehab.* 1993 Mar;20(2):133-46.

International Organization for Standardization. ISO 4049. Polymer-based restorative materials. Local: ISO;2009.

International Organization for Standardization. ISO 6872. Dental Ceramic. Local: ISO;2008.

Jardel V, Degrange M, Picard B, Derrien G. Surface energy of etched ceramic. *Int J Prosth, Odont.* 1999 Set-Out;12(5):415-8.

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

Karakoca S, Yilmaz H. Influence of surface treatments on surface roughness, phase transformation, and biaxial flexural strength of Y-TZP ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2009 Nov;91(2):930-7.

Kassem AS, Atta O, El-Mowafy O. Fatigue Resistance and Microleakage of CAD/CAM Ceramic and Composite Molar Crowns. *J Prosthodont.* 2012 Jan;21(1):28-32.

Kelly JR, Campbell SD, Bowen HK. Fracture-surface analysis of dental ceramics. *J Prosthet Dent.* 1989 Nov;62(5):536-41.

Kelly JR, Giordano R, Pober R, Bowen HK: Fracture Surface Analysis of Dental Ceramics: Clinically Failed Restorations. *Int J Prosthodont.* 1990 Sep-Oct;3(5):430-40.

Kelly JR, Nishimura I, Campbell SD. Ceramics in dentistry: historical roots and current perspectives. *J Prosthet Dent.* 1996 Jan;75(1):18-32.

Kelly JR. Ceramics in restorative and prosthetic dentistry. *Annu Rev Mater Sci.* 1997 Ago;27:443-68.

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

Kelly JR. Stabilized zirconia as structural ceramic: an overview. *Dent Mater.* 2008;24(3):289-98.

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

Kim S, Kim HI, Brewer JD, Monaco EA Jr. Comparison of fracture resistance of pressable metal ceramic custom implant abutments with CAD/CAM commercially fabricated zirconia implant abutments. *J Prosthet Dent.* 2009 Apr;101(4):226-30.

Komine F, Tomic M, Gerds T, Strub JR. Influence of different adhesive resin cements on the fracture strength of aluminum oxide ceramic posterior crowns. *J Prosthet Dent.* 2004 Out;92(4):359-64.

Kramer N, Lobhauer U, Frankenberger R. Adhesive luting of indirect restorations. *Am J Dent.* 2000 Nov;13 (Spec No):60D–76D.

Liu SY, Chen IW. Fatigue of yttria-stabilized zirconia: II, Crack-propagation, fatigue striations, and short-crack behaviour. *J Am Ceram Soc.* 1991;74(6):1197-205.

Liu YH, Feng HL, Liu GH, Shen ZJ. Fatigue damage analysis of porcelain in all-ceramic crowns. *Beijing Da Xue Xue Bao.* 2010 Feb;18;42(1):46-9.

Lorenzoni FC, Martins LM, Silva NR, Coelho PG, Guess PC, Bonfante EA, et al. Fatigue life and failure modes of crowns systems with a modified framework design. *J Dent*. 2010 Aug;38(8):626-34.

Lüthy H, Filser F, Loeffel O, Schumacher M, Gauckler LJ, Hammerle CH. Strength and reliability of four-unit all-ceramic posterior bridges. *Dent Mater*. 2005 Oct;21(10):930-7.

Madani M, Chu FC, McDonald AV, Smales RJ. Effects of surface treatments on shear bond strengths between a resin cement and an alumina core. *J Prosthet Dent*. 2000 Jun;83(6):644-7.

Magne P, Versluis A, Douglas WH. Effect of luting composite shrinkage and thermal loads on the stress distribution in porcelain laminate veneers. *J Prosthet Dent*. 1999 Mar;81(3):335-44.

Malament KA, Socransky SS. Survival of Dicor glass-ceramic dental restorations over 16 years. Part III: effect of luting agent and tooth or tooth-substitute core structure. *J Prosthet Dent*. 2001 Nov;86(5):511-9.

Marquis PM. The influence of cements on the mechanical performance of dental ceramics. *Bioceram*. 1992;5:317-24.

Meiers JC, Jensen ME, Mayclin T. Effect of surface treatments on the bond strength of etched-metal resin-bonded retainers. *J Prosthet Dent*. 1985 Feb;53(2):185-90.

Milutinović-Nikolić AD, Medić VB, Vuković ZM. Porosity of different dental luting cements. *Dent Mater*. 2007 Jun;23(6):674-8. Epub 2006 Jul 24.

Mohsen NM, Craig RG, Filisko FE. The effects of moisture on the dielectric relaxation of urethane dimethacrylate polymer and composites. *J Oral Rehabil*. 2001 Apr;28(4):376-92.

Molin MK, Karlsson SL, Kristiansen MS. Influence of film thickness on joint bend strength of a ceramic/resin composite joint. *Dent Mater.* 1996 Jul;12(4):245–9.

Mortier E, Gerdolle DA, Jacquot B, Panighi MM. Importance of water sorption and solubility studies for couple bonding agent/resin-based filling material. *Oper Dent.* 2004 Nov-Dez; 29(6):669-76.

Munz D, Fett T. *Ceramics: mechanical properties, failure behaviour, materials selection.* Berlin: Springer-Verlag. 1999.

Myers ML, Ergle JW, Fairhurst CW, Ringle RD. Fatigue characteristics of a high strength porcelain. *Int J Prosthodont.* 1994a;7(3):253-57.

Myers ML, Ergle JW, Fairhurst CW, Ringle RD. Fatigue failure parameters of IPS-Empress porcelain. *Int J Prosthodont.* 1994b;7(6):549-53.

Oh W, Shen C, Alegre B, Anusavice K. Wetting characteristic of ceramic to water and adhesive resin. *J Prosthet Dent.* 2002 Dez;88(6):616-21.

Ohlmann B, Marienburg K, Gabbert O, Hassel A, Gilde H, Rammelsberg P. Fracture-load values of all-ceramic cantilevered FPDs with different framework designs. *Int J Prosthodont.* 2009 Jan-Feb;22(1):49-52.

Örtengren U, Andersson F, Elgh U, Terselius B, Karlsson S. Influence of pH and storage time on the sorption and solubility behaviour of three composite resin materials. *J Dent.* 2001;29(1):35-41.

Örtengren U, Elgh U, Spasenoska V, et al. Water sorption and flexural properties of a composite resin cement. *Int J Prosthodont.* 2000;13(2):141–7.

Oysaed H, Ruyter IE. Composites for use in posterior teeth: Mechanical properties tested under dry and wet conditions. *J Biomed Mater Res.* 1986;20(2):261-71.

Pearson GJ, Longman CM. Water sorption and solubility of resin-based materials following inadequate polymerization by a visible-light curing system. *J Oral Rehabil.* 1989;16(1):57-61.

Pegoraro TA, da Silva NR, Carvalho RM. Cements for use in esthetic dentistry. *Dent Clin North Am.* 2007;51(2):453–71.

Pereira SG, Fulgencio R, Nunes TG, et al. Effect of curing protocol on the polymerization of dual-cured resin cements. *Dent Mater.* 2010;26(7):710-8.

Peterson IM, Pajares AR, Lawn LB, Thompson VP, Rekow ED. Mechanical characterization of dental ceramics by hertzian contacts. *J Dent Res.* 1998;77(4):589-602.

Pinheiro CJG, Barroso RC, Braz D, Tromba G, Dreossi D. 3D Histomorphometric quantification of cortical bone architecture using MicroCT with a Synchrotron Radiation. Technical Report. The Abdus Salam International Centre for Theoretical Physics; 2008.

Pittayachawan P, McDonald A, Petrie A, Knowles JC. The biaxial flexural strength and fatigue property of Lava Y-TZP dental ceramic. *Dent Mater.* 2007 Aug;23(8):1018-29. Epub 2006 Oct 31.

Pospiech P. All-ceramic crowns: bonding or cementing? *Clin Oral Investig.* 2002;6(4):189-197. Epub 2002 Nov 21. Review.

Prakki A, Cilli R, Mondelli RF, Kalachandra S, Pereira JC. Influence of pH environment on polymer based dental material properties. *J Dent.* 2005 Feb;33(2):91-8.

Prakki A, Carvalho RM. Dual cure resin cements: characteristics and clinical considerations. *Pós-Grad Rev Fac Odontol São José dos Campos*. 2001;4(1):22-7.

Qeblawi DM, Muñoz CA, Brewer JD, Monaco EA Jr. The effect of zirconia surface treatment on flexural strength and shear bond strength to a resin cement. *J Prosthet Dent*. 2010;103(4):210-20.

Quinn G. NIST recommended practice guide: Fractography of ceramics and glasses. Special Publication 960-16 [Livro em internet]. Washington, DC: National Institute of Standards and Technology; 2007. <http://www.ceramics.nist.gov/pubs/practice.htm>.

Rekow ED, Harsono M, Janal M, Thompson VP, Zhang G. Factorial analysis of variables influencing stress in all-ceramic crowns. *Dent Mater*. 2006 Feb;22(2):125-32.

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

Ritter JE. Critique of test method on failure stress of brittle dental materials. *Dent Mater*. 1995 Mar;11(2):147-51b.

Rosenblum MA, Schulman A. A review of all-ceramic restorations. *J Am Dent Assoc*. 1997 Mar;128(3):297-307.

Rosenstiel SF, Land MF, Crispin BJ. Dental luting agents: a review of the current literature. *J Prosthet Dent*. 1998;80(3):280-301.

Sabbagh J, Vreven J, Leloup G. Dynamic and static moduli of elasticity of resin based materials. *Dent Mater*. 2002 Jan;18(1):64-71.

Sailer I, Fehér A, Filser F, Lüthy H, Gauckler LJ, Schärer P, Franz Hämmerle CH. Prospective clinical study of zirconia posterior fixed partial dentures: 3-year follow-up. *Quintessence Int.* 2006 Oct;37(9):685-93.

Salazar Marocho SM, Studart AR, Bottino MA, Della Bona A. Mechanical strength and subcritical crack growth under wet cyclic loading of glass-infiltrated dental ceramics. *Dent Mater.* 2010 May;26(5):483-90.

Salazar Marocho SM, de Melo RM, Macedo LG, Valandro LF, Bottino MA. Strength of a feldspar ceramic according to the thickness and polymerization mode of the resin cement coating. *Dent Mater J.* 2011;30(3):323-9. Epub 2011 May 20.

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

Sato H, Yamada K, Pezzotti G, Nawa M, Ban S. Mechanical properties of dental zirconia ceramics changed with sandblasting and heat treatment. *Dent Mater J.* 2008 May;27(3):408-14.

Scherrer SS, de Rijk WG, Belser UC, et al. Effect of cement film thickness on the fracture resistance of a machinable glass-ceramic. *Dent Mater.* 1994;10(3):172-7.

Scherrer SS, Quinn JB, Quinn GD, Kelly JR. Failure analysis of ceramic clinical cases using qualitative fractography. *Int J Prosthodont.* 2006;19(2):185-92.

Scherrer SS, Quinn JB, Quinn GD, Wiskott HW. Fractographic ceramic failure analysis using the replica technique. *Dent Mater.* 2007 Nov;23(11):1397-404. Epub 2007 Jan 31.

Segui RR, Sorensen KA. Relative flexural strength of six new ceramic materials. *Int J Prosthodont.* 1995;8(3):239-46.

Silva NR, de Souza GM, Coelho PG, Stappert CF, Clark EA, Rekow ED, Thompson VP. Effect of water storage time and composite cement thickness on fatigue of a glass-ceramic trilayer system. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2008 Jan;84(1):117-23.

Sinmazişik G, Oveçoğlu ML. Physical properties and microstructural characterization of dental porcelains mixed with distilled water and modeling liquid. *Dent Mater*. 2006 Aug;22(8):735-45.

Sindel J, Frankenberger R, Kramer N, Petschelt A. Crack formation of all-ceramic crowns dependent on different core build-up and luting materials. *J Dent*. 1999 Mar;27(3):175-81.

Sobrinho LC, Cattell MJ, Glover RH, Knowles JC. Investigation of the dry and wet fatigue properties of three all-ceramic crown systems. *Int J Prosthodont*. 1998 May-Jun;11(3):255-62.

Söderholm KJ, Zigan M, Ragan M, Fischlschweiger W, Bergman M. Hydrolytic degradation of dental composites. *J Dent Res*. 1984 Oct;63(10):1248-54.

Stansbury JW. Curing dental resins and composites by photopolymerization. *J Esthet Dent*. 2000;12(6):300-8.

Studart AR, Filser F, Kocher P, Gauckler LJ. Fatigue of zirconia under cycling loading in water and its implications for the design of dental bridges. *Dent Mater*. 2007a;23(1):106-14.

Studart AR, Filser F, Kocher P, Gauckler LJ. In vitro lifetime of dental ceramics under cyclic loading in water. *Biomaterials*. 2007b;28(17):2695-705.

Suarez MJ, Lozano JF, Paz Salido M, Martínez F. Three-year clinical evaluation of In-Ceram Zirconia posterior FPDs. *Int J Prosthodont.* 2004;17(1):35-8.

Swain MV. Unstable cracking (chipping) of veneering porcelain on all-ceramic dental crowns and fixed partial dentures. *Acta Biomater.* 2009 Jun;5(5):1668-77.

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

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

Tay FR, Hashimoto M, Pashley DH, Peters MC, Lai SC, Yiu CK, et al. Aging affects two modes of nanoleakage expression in bonded dentin. *J Dent Res.* 2003 Jul;82(7):537-41.

Tholey MJ, Swain MV, Thiel N. Thermal gradients and residual stresses in veneered Y-TZP frameworks. *Dent Mater.* 2011 Nov;27(11):1102-10.

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

Tinschert J, Zvez D, Marx R, Anusavice KJ. Structural reliability of alumina-, feldspar-, leucite-, mica- and zirconia-based ceramics. *J Dent.* 2000 Sep;28(7):529-35.

Tinschert J, Natt G, Maustsch W, Augthun M, Spiekermann H. Fracture resistance of lithium disilicate-, alumina-, and zirconia-based three-unit fixed partial dentures: a laboratory study. *Int J Prosthodont.* 2001;14(3):231-8.

Van Meerbeek B, Van Landuyt K, De Munck J, Hashimoto M, Peumans M, Lambrechts P, et al. Technique-sensitive of contemporary adhesives. *Dent Mater.* 2005;24(1):1-13.

Vrochari AD, Eliades G, Hellwig E, et al. Water sorption and solubility of four self-etching, self-adhesive resin luting agents. *J Adhes Dent.* 2010;12(1):39-43.

Wang H, Aboushelib MN, Feilzer AJ. Strength influencing variables on CAD/CAM zirconia frameworks. *Dent Mater.* 2008;24(5):633-8.

Webber B, McDonald A, Knowles J. An in vitro study of the compressive load at fracture of Procera All Ceram crowns with varying thickness of veneer porcelain. *J Prosthet Den.* 2003 Feb;89(2): 154-60.

While SN, Caputo AA, Vidjak FM, Seghi RR. Module of rupture of layered dental ceramics. *Dent Mater.* 1994 Jan;10(1):52-8.

Wiskott HW, Nicholls JI, Belser UC. Stress fatigue: Basic principles and prosthodontic implications. *Int J Prosthodont.* 1995 Mar-Apr;8(2):105-116.

Wood M, Kern M, Thompson VP, Romberg E. Ten-year clinical and microscopic evaluation of resin-bonded restorations. *Quintessence Int.* 1996 Dez;27(12):803-7.

Xu HHK, Wei L, Padture NP, Lawn BR, Yeckley RL. Effect of microstructural coarsening on Hertzian contact damage in silicon nitride. *J Mater Sci.* 1995;30(4):869-78.

Yamashita J, Shiozawa I, Takakuda K, Miyairi H. Deformation of restoration and fracture of luting cement film. *J Dent.* 1998 Jul-Ago;26(5/6):459-66.

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.

Yilmaz H, Aydin C, Gul BE. Flexural strength and fracture toughness of dental core ceramics. *J Prosthet Dent*. 2007 Ago;98(2):120-8.

Yiu CK, King NM, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Carrilho MR, et al. Effect of resin hydr philicity and water storage on resin strength. *Biomaterials*. 2004 Nov; 25(26):5789-96.

Zahran M, El-Mowafy O, Tam L, Watson PA, Finer Y. Fracture strength and fatigue resistance of all-ceramic molar crowns manufactured with CAD/CAM technology. *J Prosthodont*. 2008 Jul;17(5):370-7.

Zeng K, Odén A, Rowcliffe D. Flexure tests on dental ceramics. *Int J Prosthodont*. 1996 Set-Out;9(5):434-39

Zidan O, Asmussen E, Jorgensen KD. Microscopical analysis of fractured restorative resin/etched enamel bonds. *Scand J Dent Res*. 1982 Ago;90(4):286–91.

Zhou JW, Yang XG, Li HT, Zhou HW. A plasticity criterion for mixed mode fracture initiation with surface frictional characteristics under compression. *Op Mech J*. 2011;5(1):1-6.

APÊNDICE A – Delimitação da área a ser analisada no corte tomográfico onde está localizada a camada do agente cimentante

1. Selecionar as fatias correspondentes à camada do agente cimentante do total de fatias produzidas do CP durante a leitura do microtomógrafo.
2. Abrir com Microsoft Picture Manager as imagens selecionadas (Figura 36).

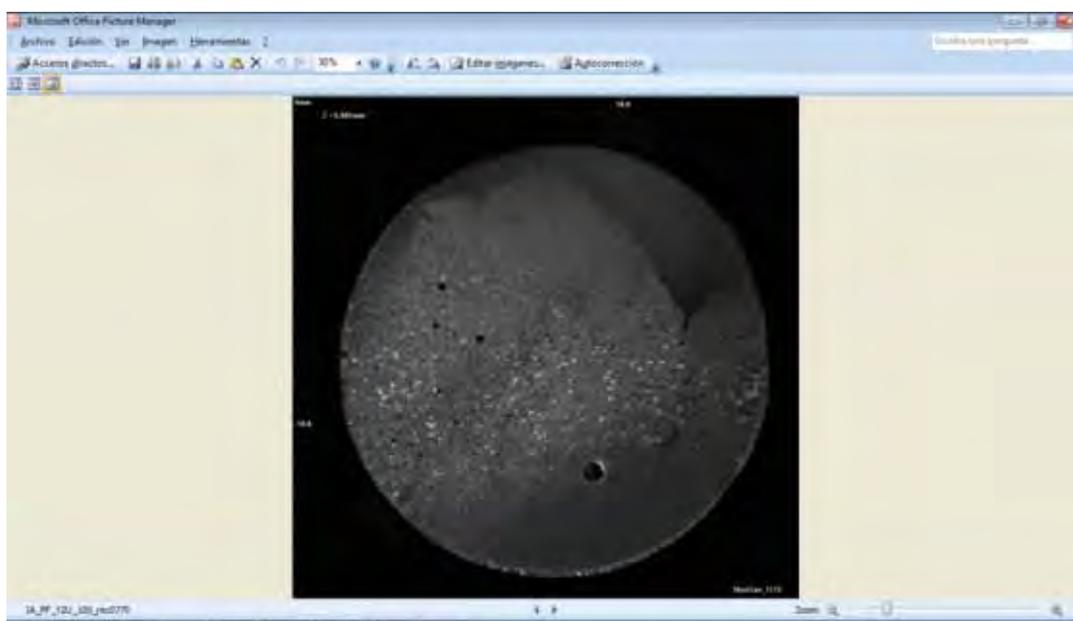


Figura 36 – Imagem selecionada correspondente à fatia da camada do agente cimentante aberta pelo Microsoft Picture Manager.

3. Editar Imagens (conjunto) → Recortar a área desejada → Aceitar (Figura 37a-b).

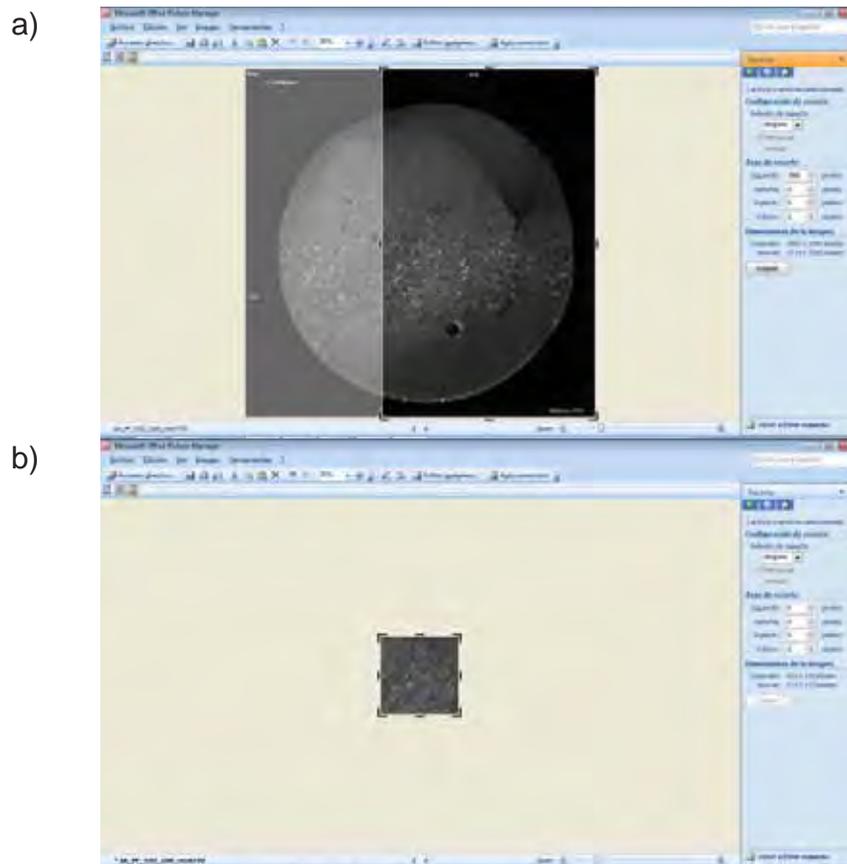


Figura 37 – Edição e recorte da imagem selecionada para análise.

4. Arquivo – Salvar como: Dê nome na imagem e mantenha a extensão dela:
Mapa de bits (Ex. Salvar como: V7.PF.G10)

Apêndice B - Configurando Eclipse para criar o *plug-in* do ImageJ

1. File → New → Java Project
→ Project name: Dê nome ao projeto (TESE DOUTORADO)
- Outras opções: default
→ Seleccione: Finish (Figura 38)

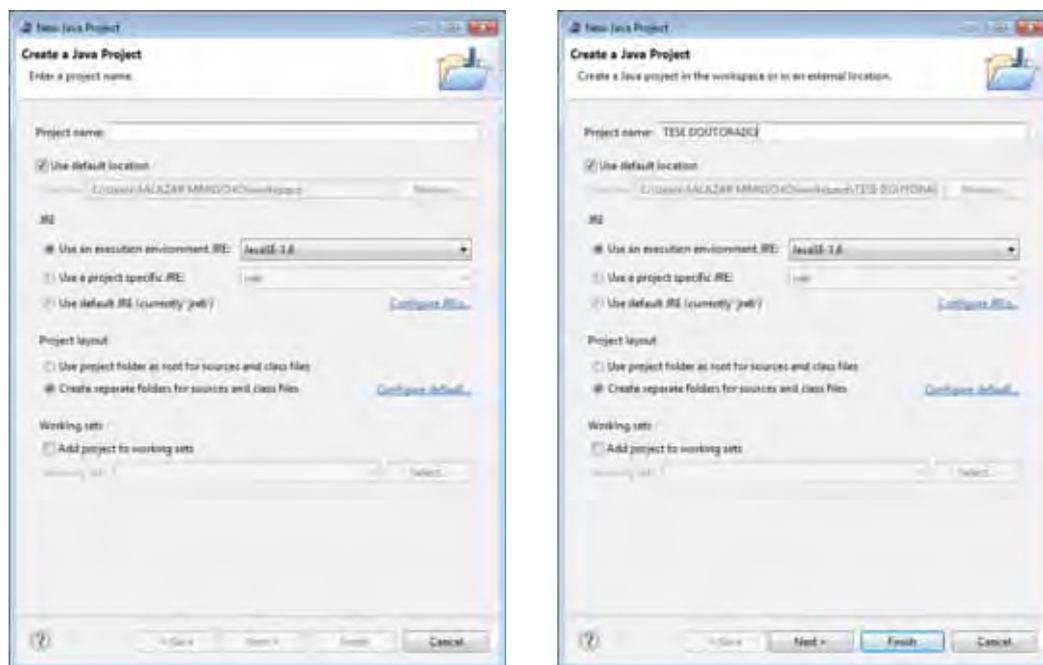


Figura 38 – Criação e nomeação do projeto que será usado.

2. Configurações extras

- Clique com o botão direito no nome do projeto e selecione Properties
- Mude o nome da pasta de saída de bin para plugins.
- Configure as bibliotecas
- Acrescente a biblioteca do ImageJ
- Selecione: Add External JARs

3. No local onde o ImageJ está instalado, selecione a biblioteca ij.jar

- Configurar o Javadoc location

4. Run Image J (Figura 39)

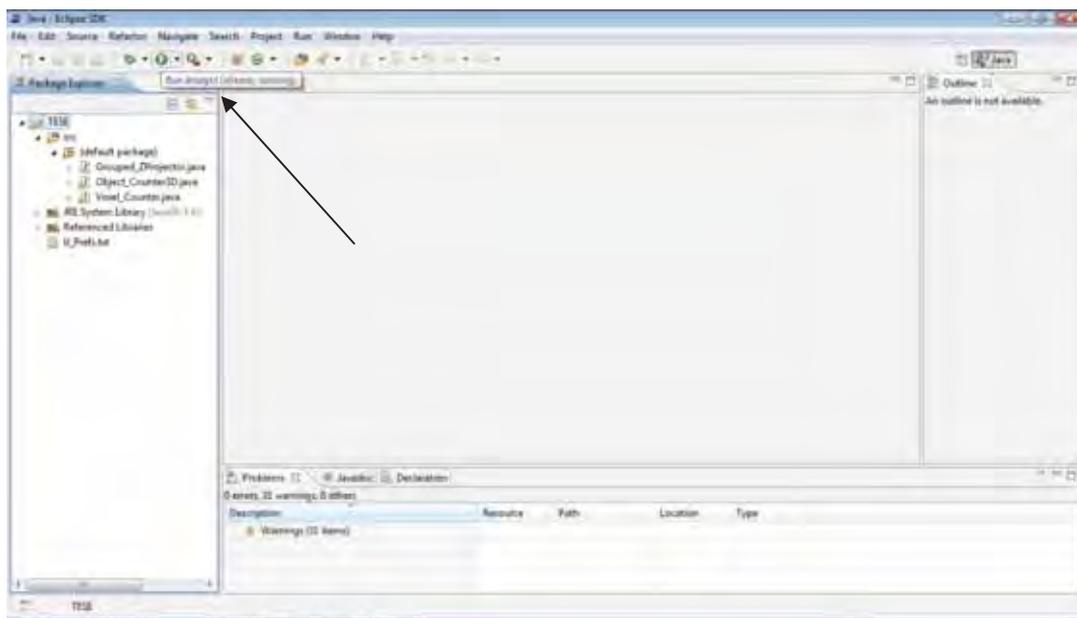


Figura 39 – Seleção do botão que permite iniciar a aplicação que será executada desde Image J.

Apêndice C – Processamento das imagens com Algoritmos de Java Eclipse desde o Image J

1. Desde Image J (Figura 40)

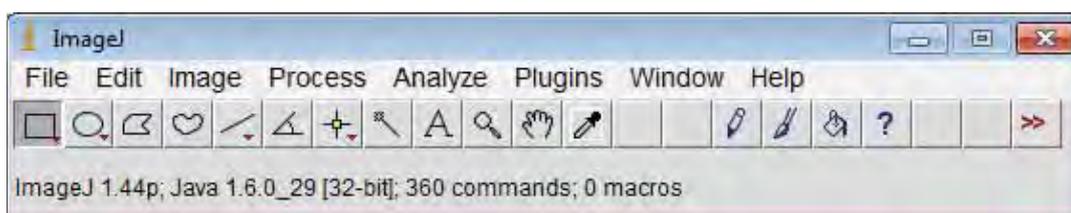


Figura 40 – Menu principal do Image J

2. File → Import → Image Sequence (Figura 41)

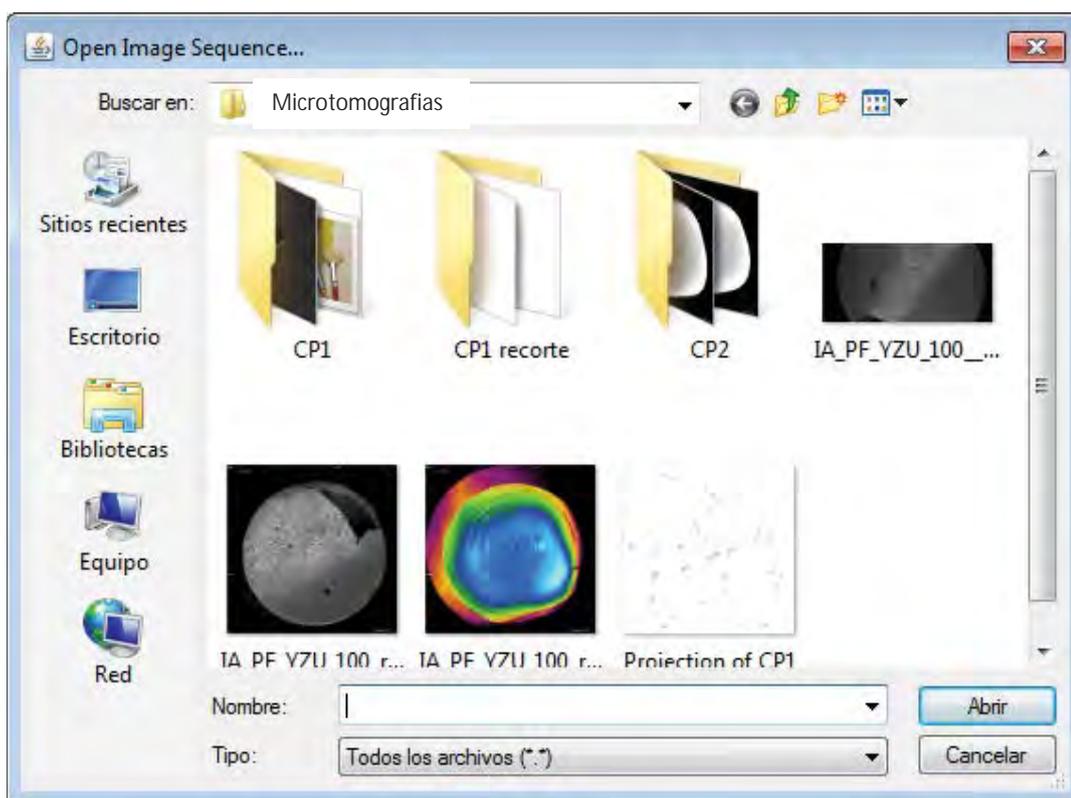


Figura 41 – Seleção da pasta que contém a seqüência de imagens a serem analisadas.

3. Selecionar a pasta → Abrir (selecionar a primeira imagem da pasta) (Figura 42).

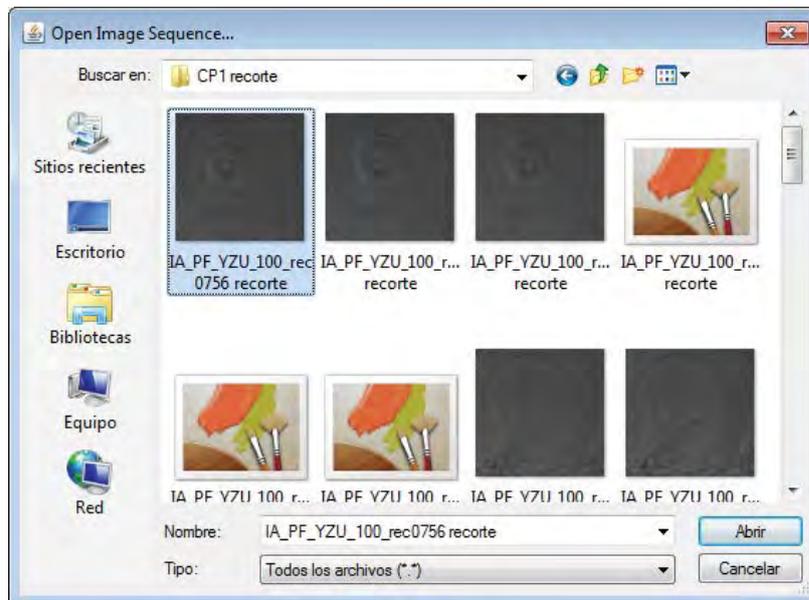


Figura 42 – Seleção e abertura da primeira imagem da pasta previamente selecionada.

4. Clicar em OK na janela de *Sequence Options* → se abrirá a sequência toda de imagens contidas na pasta (Figura 43).



Figura 43 – Janela de *Sequence Options* que mostra a quantidade de imagens que serão abertas.

5. Se as imagens estiverem em formato RGB ou outro formato, convertê-las a 8-bits: Image → Type → 8-bit (Figura 44a-b).

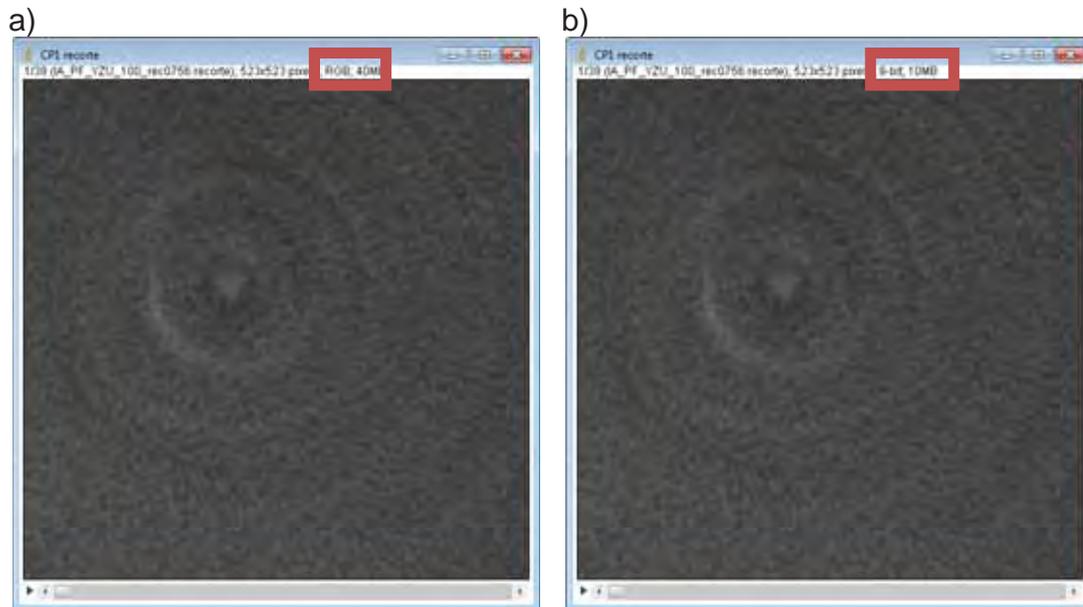


Figura 44 – Conversão do formato das imagens de a) RGB para b) 8-bits.

6. Image → Adjust → Threshold (Figura 45)

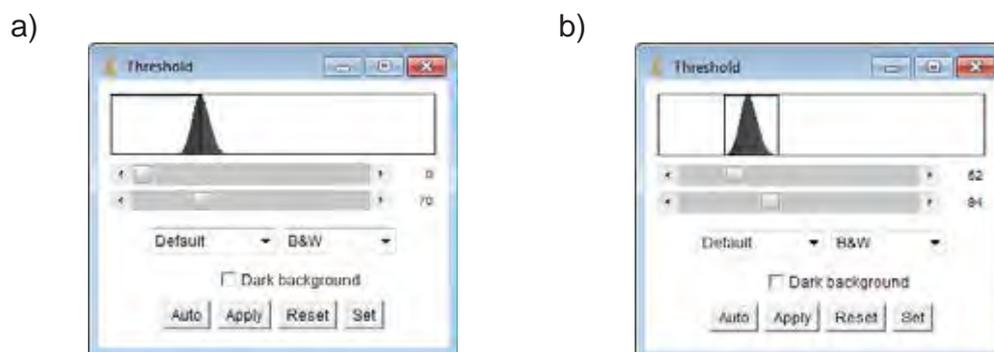


Figura 45 – a) Representação da imagem através do histograma, e b) Ajuste pela ferramenta *Threshold* para discriminar elementos relevantes da imagem. Selecionando um valor de limiar pelo qual as intensidades inferiores ao valor selecionado, serão desconsideradas, obtendo-se uma imagem apenas com os detalhes a serem analisados.

7. Image → Stacks → 3D Project (Figura 46).

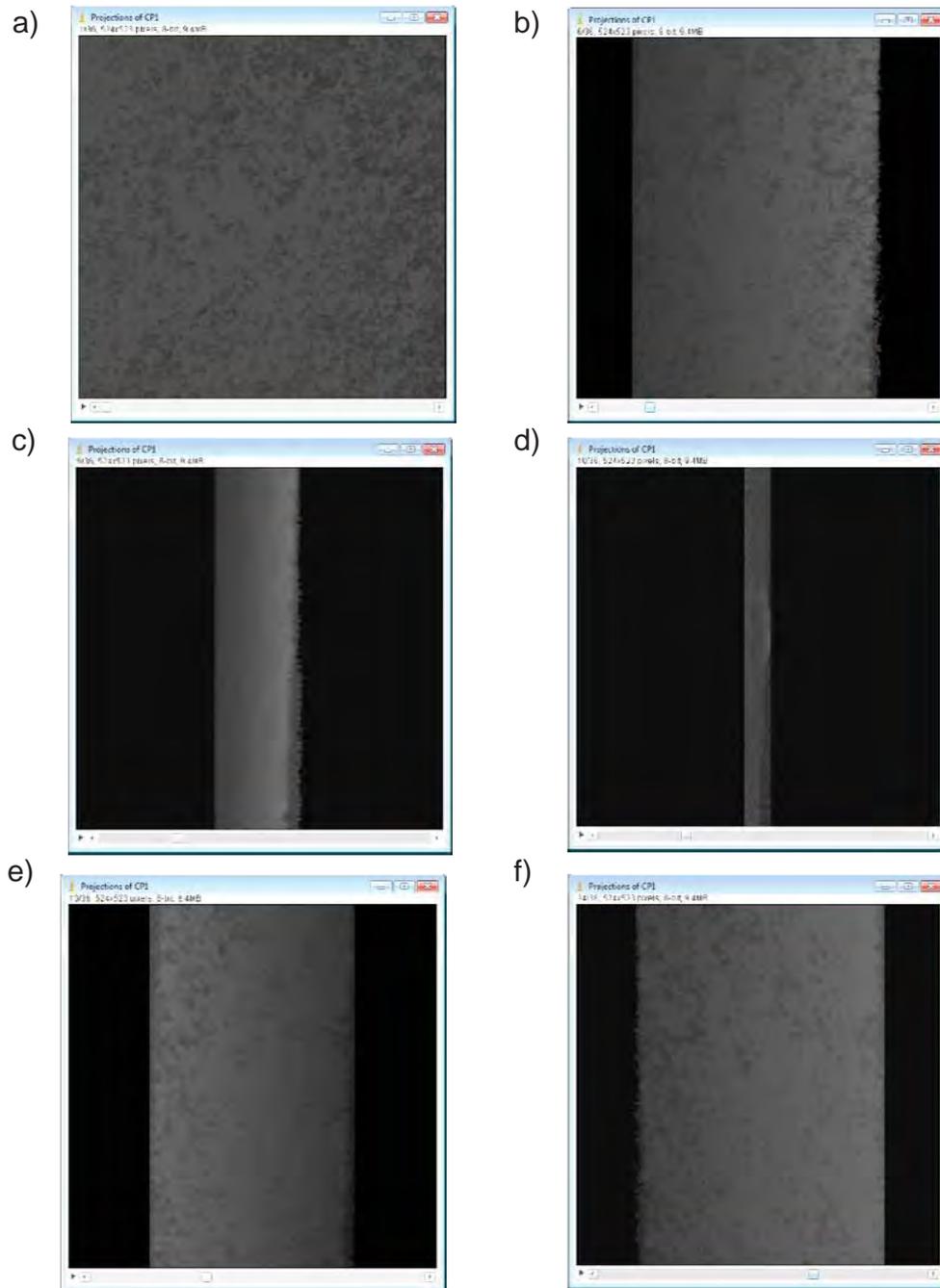


Figura 46 – (a-f) Reconstrução 3D das fatias selecionadas, conforme no Apêndice A.

8. Executando o Algoritmo de Análise:

Image → Stacks → Plugins – Voxel Counter (Figura 47).

File	Edit	Font	Results
			Area
1			273079
2			272971
3			272830
4			272529
5			271789
6			270377
7			268140
8			264879
9			260524
10			255655
11			250141
12			244204
13			238498
14			233491
15			229515
16			226508
17			225294
18			225909
19			227887
20			230236
21			232354
22			233660

File	Edit	Font	Results
			Area
23			233873
24			232723
25			229415
26			224948
27			220252
28			213741
29			206155
30			197792
31			188547
32			178711
33			168742
34			158332
35			147990
36			138016
37			128510
38			119161

Thresholded voxels: 8467378
Average voxels per slice: 222825.74
Total ROI Voxels: 10394102
Volume fraction: 81.46%
Voxels in stack: 10394102

Figura 47 – Execução do algoritmo de análise da porosidade presente na camada do agente cimentante.