ERICK DE LIMA

Resistência ao lascamento e tensões residuais superficiais de barras de Y-TZP/cerâmica de recobrimento em função do método de processamento dos materiais cerâmicos

São Paulo

2017

ERICK DE LIMA

Resistência ao lascamento e tensões residuais superficiais de barras de Y-TZP/cerâmica de recobrimento em função do método de processamento dos materiais cerâmicos

Versão Corrigida

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, pelo Programa de Pós-Graduação em Odontologia (Biomateriais e Biologia Oral) para obter o título de Doutor em Ciências.

Orientador: Prof. Dr. Paulo Francisco Cesar

Co-orientador: Prof. Dr. Estevam Augusto Bonfante

São Paulo

2017

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Catálogo-na-Publicação
Serviço de Documentação Odontológica
Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo

Lima, Erick de.

Resistência ao lascamento e tensões residuais superficiais de barras de Y-TZP/cerâmica de recobrimento em função do método de processamento dos materiais cerâmicos / Erick de Lima ; orientador Paulo Francisco Cesar; coorientador Estevam Augusto Bonfante. -- São Paulo, 2017.

80 p. : fig., tab., graf.; 30 cm.

Tese (Doutorado) -- Programa de Pós-Graduação em Odontologia (Biomateriais e Biologia Oral). -- Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo.

Versão corrigida

1. Porcelana dentária. 2. Feldspato - odontologia. 3. CAD/CAM – odontologia. 4. Cerâmica - odontologia. I. Cesar, Francisco Paulo. II. Bonfante, Estevam Augusto. III. Título.

Lima E. Resistência ao lascamento e tensões residuais superficiais de barras de Y-TZP/cerâmica de recobrimento em função do método de processamento dos materiais cerâmicos. Tese apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Doutor em Ciências.

Aprovado em: / /2017

Banca Examinadora

Prof(a). Dr(a). _____

Instituição: _____ Julgamento: _____

Prof(a). Dr(a). _____

Instituição: _____ Julgamento: _____

Prof(a). Dr(a). _____

Instituição: _____ Julgamento: _____

Prof(a). Dr(a). _____

Instituição: _____ Julgamento: _____

Prof(a). Dr(a). _____

Instituição: _____ Julgamento: _____

DEDICATÓRIA

Aos meus pais, **Francisco Edson de Lima** e **Maria Soely Bortoli de Lima**, por me ensinarem que o conhecimento é o maior patrimônio que alguém pode ter, algo que pode ser levado e transmitido ao longo de uma vida. Tudo que eu consegui foi graças ao carinho, apoio e dedicação que vocês sempre tiveram por mim. Muitíssimo obrigado. Essa conquista é nossa.

Ao meu irmão **Thiago de Lima**, pela amizade, carinho, apoio e incentivo. É impossível mensurar o quanto te admiro. Obrigado.

AGRADECIMENTOS

Ao **Prof. Dr. Paulo Francisco Cesar**, pela sua orientação e por acreditar em meu potencial desde a minha primeira iniciação científica. Sua paixão e dedicação pela pesquisa são contagiantes e inspiradoras. Obrigado por me aceitar em seu grupo de pesquisa permitindo que eu pudesse vivenciar experiências com as quais eu jamais sonhei. Nunca esquecerei de toda preocupação que teve comigo durante o tempo que morei em São Paulo e, como eu já disse em outros momentos, espero poder contar sempre com seus conselhos.

Ao meu co-orientador, Prof. Dr. **Estevam Augusto Bonfante**. Obrigado pelo apoio e disposição em sempre me ajudar de uma forma tão gentil.

À **Dra. Carina Baptiston Tanaka** por todo o auxílio com o teste de resistência ao lascamento de aresta. Obrigado por ser tão prestativa e paciente me ensinando cada detalhe do ensaio.

Às alunas **Lidia Luri Arashiro** e **Karina Felix Santos** por todo empenho e dedicação como alunas de iniciação científica. Obrigado por terem se dedicado até o último segundo. Também gostaria de agradecer à aluna **Maria Carlota Huet de Castro de Arruda Villaça** por toda dedicação numa série de trabalhos paralelos com os quais estive envolvido ao longo do curso de doutorado.

Às queridas **Stéphanie Soares Favero** e **Kelli Nunes Monteiro** por toda ajuda durante o desenvolvimento desse trabalho e por fazerem minhas tardes serem ainda mais alegres. Fico muito feliz quando vocês estão por perto.

À Profa. Dra. **Josete Barbosa Cruz Meira** por permitir minha presença nas reuniões de seu grupo de estudo, por toda ajuda e esclarecimentos sobre vários assuntos que foram abordados nesse trabalho.

À querida amiga **Alice Natsuko Jikihara**. Obrigado por todo apoio e ajuda. Será uma honra poder contribuir com seu projeto de doutorado.

Ao querido amigo **Pedro Paulo Albuquerque Cavalcanti de Albuquerque**, pela ótima convivência e por tornar essa fase tão divertida. Também agradeço todas as caronas e lembretes!

Aos Professores do Departamento de Biomateriais e Biologia Oral da FOU SP, **Alyne Simões Gonçalves, Carlos Eduardo Francci, Fernando Neves Nogueira, Igor Studart Medeiros, Leonardo Elloy Rodrigues Filho, Paulo Eduardo Capel Cardoso, Rafael Yagüe Ballester, Roberto Ruggiero Braga, Walter Gomes Miranda Jr. e Victor Elias Arana-Chavez**, por tudo que acrescentaram para meu desenvolvimento profissional.

A todos os amigos da pós graduação, pela ótima convivência durante o curso. Muito obrigado **Alexander, Amanda, Ana Freitas, Ana Romero, Bruno Lopes, Cintia, Cláudia, Dani, Diego, Ezequias, Fernando Maeda, Flávio, Juliana Castro, Juliana Aguiar, Livia, Luana, Lucas Pabis, Marcela (Tchela), Marininha, Mariana, Mariel, Pavel, Priscilla, Ranulfo, Ricardo, Sandra e Yvette**.

Aos funcionários do Departamento de Biomateriais e Biologia Oral, **Rosa Cristina Nogueira (Rosinha), Antônio Carlos Lascala e Elidamar Bastos (Eli)**, por todo auxílio durante o desenvolvimento desse trabalho.

À minha família paulistana **Gabriela Pereira de Almeida Barbosa e Karina Yanase Fujimoto**. Muito obrigado pela amizade e carinho incondicionais. Vocês são presentes que a FOU SP me deu pra vida toda e é impossível descrever o quanto amo vocês.

Aos meus grandes amigos **Felipe Brando Gomes e Vivian Bradaschia Corrêa**, por toda amizade, pelas conversas, pelos sorrisos e pelo apoio em todos os momentos. Estar com vocês é algo indescritível. Amo muito vocês.

À minha adorável amiga **Karen Akemi Fukushima** por estar ao meu lado desde os tempos de iniciação científica me ajudando e dividindo experiências.

Aos meus grandes amigos **Vinícius Izídio de Almeida, Eduardo Donizete Pastrelo e Livia Bueno Lima**, por dividirem tantos momentos inesquecíveis comigo desde os tempos que moramos juntos.

À bibliotecária **Glauci Elaine Damasio Fidelis** do SDO/FOUSP, por toda gentileza e ajuda na correção dessa tese.

À agência de fomento **CAPES** pelo suporte financeiro que permitiu a realização desta pesquisa.

RESUMO

Lima E. Resistência ao lascamento e tensões residuais superficiais de barras de Y-TZP/cerâmica de recobrimento em função do método de processamento dos materiais cerâmicos [tese]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2017. Versão Corrigida.

Objetivos: avaliar espécimes com as seguintes combinações de materiais/processamentos: a) porcelana feldspática aplicada por meio de técnica tradicional sobre infraestrutura de zircônia; b) porcelana feldspática injetada sobre infraestrutura de zircônia, c) porcelana feldspática usinada em sistema CAD-CAM e cimentada (*Rapid Layer Technique*) sobre infraestrutura de zircônia; d) vitro-cerâmica à base de dissilicato de lítio processada por meio de sistema CAD-CAM e unida à infraestrutura de zircônia por meio da sinterização de um vidro na interface (técnica *CAD-on*) com relação a: (1) resistência ao lascamento de aresta do material de recobrimento (a influência do tipo de resfriamento foi analisada para os processamentos a e b) e; (2) níveis de tensão residual superficial mensurados nos materiais de recobrimento, por meio de ensaio de fratura por endentação (a influência do tipo de resfriamento foi analisada para os processamentos a e b). Material e métodos: Barras de duas camadas com dimensões de 25 mm de comprimento por 4 mm de largura e com espessuras de porcelana e infraestrutura combinadas de modo a oferecer a razão de 1 mm de cada material foram confeccionadas seguindo as orientações dos fabricantes. O teste de lascamento de aresta foi realizado em uma máquina universal de ensaios, utilizando um endentador Vickers acoplado a essa máquina. A tensão térmica residual superficial foi calculada a partir de endentações feitas na camada de porcelana. Resultados: A resistência ao lascamento (R_{eA}) foi significativamente maior para os espécimes processados pelo sistema *CAD-on* ($R_{eA} = 612,8 \pm 271,8$ N/mm). *Bilayers* confeccionadas pelo sistema *Rapid Layer Technique* apresentaram valor de R_{eA} intermediário de ($417,9 \pm 187,2$ N/mm) e os grupos nos quais foi utilizada porcelana processada pela técnica de sinterização tradicional ou por injeção foram os que apresentaram os menores valores de resistência ao lascamento, com médias de $349,7 \pm 116,8$ N/mm (tradicional/resfriamento lento) $285,6 \pm 117,5$ N/mm (tradicional/resfriamento rápido),

298,4±119,9 N/mm (injetado/resfriamento lento) e 263,5±107,9 N/mm (injetado/resfriamento rápido). Para os grupos com porcelana aplicada sobre a infraestrutura pela técnica tradicional e injetada o teste t de Student mostrou que houve um efeito significativo do protocolo de resfriamento, sendo que os espécimes que passaram por resfriamento lento atingiram maiores valores de R_{eA} . Apenas o grupo *Rapid Layer Technique* apresentou média de tensão superficial correspondente a tensões de tração. Todos os outros grupos apresentaram tensões de compressão na superfície. Conclusões: há um efeito significativo da associação material/processamento na resistência ao lascamento de aresta das *bilayers* testadas e com relação ao efeito da velocidade de resfriamento (lento e rápido). Os espécimes que passaram por resfriamento lento atingiram maiores valores de resistência ao lascamento, independentemente do método de processamento (tradicional ou injeção). A combinação material/processamento afetou significativamente as tensões residuais superficiais das *bilayers* testadas, porém, não houve efeito da velocidade de resfriamento no nível de tensões térmicas residuais superficiais para os espécimes processados tanto pela técnica tradicional como pela técnica de injeção.

Palavras-chave: Resistência ao lascamento. Tensões residuais. Porcelana. Cerâmicas odontológicas

ABSTRACT

Lima E. Edge chipping resistance and surface residual stresses of Y-TZP/veneering ceramics as a function of the ceramic materials processing methods [thesis]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2017. Versão Corrigida.

Objectives: to evaluate specimens with the following materials/processing combinations: a) feldspathic porcelain applied on zirconia through traditional technique; b) feldspathic porcelain applied on zirconia through press-on technique, c) feldspathic porcelain milled in CAD-CAM system and cemented (Rapid Layer Technique) on zirconia infrastructure; D) lithium disilicate glass-ceramic milled in CAD-CAM system and bonded to the zirconia infrastructure by means of a fusion glass-ceramic applied at the interface (CAD-on technique) relating to: (1) edge chipping resistance of the veneering materials (influence of the cooling rate was analyzed for the processing methods a and b) and; (2) surface residual stress levels measured in the veneering materials through indentation fracture method (influence of the cooling rate was analyzed for the processing methods a and b). Materials and methods: Bilayer bars with 25 mm length, 4 mm width and thicknesses of porcelain and infrastructure combined to provide 1 mm ratio of each material were made following manufacturers' instructions. The edge chipping test was performed in an universal testing machine, using a Vickers indenter coupled to it. The surface residual thermal stress was calculated from indentations made on the porcelain layer. Results: The chipping resistance (R_{eA}) was significantly higher for the specimens processed by the CAD-on system ($R_{eA} = 612.8 \pm 271.8$ N/mm). Bilayers made by the Rapid Layer Technique system presented an intermediate R_{eA} mean value of 417.9 ± 187.2 N/mm and the groups in which the porcelain layer was processed by traditional or press-on technique presented the lowest values of chipping resistance, with mean values of 349.7 ± 116.8 N/mm (traditional/slow cooling) 285.6 ± 117.5 N/mm (traditional/fast cooling), 298.4 ± 119.9 N/mm (press-on/slow cooling) and 263.5 ± 107.9 N/mm (press-on/fast cooling). For the groups with porcelain applied on the infrastructure by the traditional and press-on technique, Student's t test showed that there was a significant effect of the cooling rate, and the specimens that went

through slow cooling rate reached higher R_{eA} values. Only the Rapid Layer Technique group presented mean of surface stresses corresponding to tensile stresses. All other groups exhibited surface compression stresses. Conclusions: there is a significant effect of the material/processing association on the edge chipping resistance of the tested bilayers and regarding the cooling rate effect (slow and fast), the specimens that went through slow cooling rate reached higher values of edge chipping resistance, regardless of the processing method (traditional or press-on). The material/processing combination significantly affected the surface residual stresses of the tested bilayers, however, there was no effect of the cooling rate on the superficial residual thermal stresses levels for the specimens processed by both the traditional technique and the press-on technique.

Keywords: Dye. Edge chipping resistance. Residual stresses. Porcelains. Dental ceramics

LISTA DE SÍMBOLOS

$^{\circ}\text{C}$	graus Celsius
α	coeficiente de expansão térmico linear
μ	micron
R_{eA}	resistência ao lascamento de aresta
S_E	resistência de aresta
F_c	força crítica
d_a	distância da aresta
K_{Ic}	tenacidade à fratura
σ_r	tensão residual

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	19
2	REVISÃO DA LITERATURA	23
2.1	RESTAURAÇÕES TOTALMENTE CERÂMICAS DE DUAS CAMADAS (<i>BILAYERS</i>)	23
2.2	FATORES ASSOCIADOS AO LASCAMENTO E SOLUÇÕES PROPOSTAS	25
2.3	ENSAIO MECÂNICO DE RESISTÊNCIA AO LASCAMENTO DE ARESTA (<i>EDGE CHIPPING TEST</i>)	30
3	PROPOSIÇÃO	33
4	MATERIAL E MÉTODOS	35
4.1	MATERIAIS	35
4.2	MÉTODOS	35
4.2.1	PREPARAÇÃO DOS ESPÉCIMES	35
4.2.1.1	Porcelana feldspática aplicada por meio de técnica tradicional sobre infraestrutura de zircônia	36
4.2.1.2	Porcelana feldspática injetada sobre infraestrutura de zircônia	39
4.2.1.3	Porcelana feldspática cimentada (<i>Rapid layer technique</i>) sobre infraestrutura de zircônia	43
4.2.1.4	Vitro-cerâmica à base de dissilicato de lítio unida à infraestrutura de zircônia por meio da sinterização de um vidro na interface (técnica <i>CAD-on</i>)	45
4.2.2	ENSAIOS MECÂNICOS	47
4.2.2.1	Determinação da resistência ao lascamento de aresta (" <i>edge chipping</i> ")	47
4.2.2.2	Determinação da tenacidade à fratura e tensão térmica residual superficial utilizando método da fratura por endentação	52
4.2.3	ANÁLISE DOS RESULTADOS	54
5	RESULTADOS	55
6	DISCUSSÃO	65
7	CONCLUSÕES	71
	REFERÊNCIAS	73

1 INTRODUÇÃO

A zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP) se estabeleceu nos últimos dez anos como o principal material cerâmico usado para substituir o metal na construção de próteses parciais fixas dentárias (1). O sucesso dessa cerâmica tem sido associado ao mecanismo de tenacificação por transformação de fase, que a torna um material inteligente e capaz de gerar tensões de compressão ao redor de defeitos microestruturais que estão submetidos à tensões de tração (2, 3).

Os relatos iniciais de falhas de próteses de quadril produzidas com Y-TZP no início dos anos 2000 (4, 5) não impediram que pesquisadores e clínicos da área da Odontologia explorassem a utilização dessa cerâmica para a construção de próteses dentárias. Com o avanço das pesquisas clínicas e laboratoriais, a comunidade Odontológica foi ficando cada vez mais segura de que o problema da degradação a baixas temperaturas causador das falhas das próteses de quadril não resultava em alto índice de falha clínico de coroas dentárias protéticas com infraestrutura de Y-TZP. Possivelmente, as condições ambientais encontradas em uma prótese de quadril são muito diferentes daquelas a que estão submetidas as próteses dentárias. Até recentemente, a Y-TZP somente era utilizada na cavidade bucal com uma camada de recobrimento de porcelana dentária e, portanto, havia pouco material exposto diretamente às condições de umidade da saliva.

Apesar dos acompanhamentos clínicos terem mostrado índice de falha de infraestruturas de coroas unitárias de Y-TZP relativamente baixo, uma alta probabilidade de fratura da porcelana de recobrimento passou a ser reportada nesses estudos. Estudos clínicos mostraram que, após acompanhamentos de 3 a 5 anos, embora as infraestruturas (*"copings"*) de Y-TZP permanecessem intactas, a porcelana de recobrimento apresentava-se frequentemente lascada (6-9). De acordo com uma recente revisão de literatura (10), de 31 estudos clínicos avaliando coroas de Y-TZP recobertas com porcelana, 15 mostraram índice de lascamento da porcelana de recobrimento maior do que 10% em períodos que variaram de 2 a 8 anos. Apenas recentemente alguns poucos estudos (sendo um deles um resumo publicado na reunião anual do IADR) mostraram um desempenho desse tipo de restauração mais parecido com aquele visto para as próteses metalo-cerâmicas.

Esse melhor desempenho tem sido associado a um resfriamento mais lento da peça após sinterização da camada de porcelana, entretanto ainda não há na literatura uma confirmação mais consistente do sucesso das restaurações de Y-TZP recobertas com porcelana (11).

Uma revisão sistemática (12) categorizou os tipos de lascamento da camada de porcelana aplicada sobre infraestruturas de Y-TZP. Segundo esses autores, o lascamento de grau 1 é aquele muito pequeno que não necessita ser reparado e portanto somente um polimento da área lascada resolve o problema clinicamente. Já o lascamento de grau 2 é aquele considerado moderado, ou seja, necessita de reparo geralmente realizado diretamente na cavidade bucal com resina composta foto-ativada. O lascamento de grau 3 tem tamanho grande e leva à necessidade de se refazer o trabalho protético inteiro. Felizmente, a maior parte dos estudos clínicos mostraram que os lascamentos de graus 1 e 2 são mais frequentes que os de grau 3 em se tratando de coroas de Y-TZP recobertas com porcelana. Mesmo assim, o problema do lascamento da porcelana ainda é considerado uma intercorrência muito inconveniente na clínica odontológica, sendo portanto uma característica dessas restaurações que ainda precisa ser melhorada.

A partir da constatação de que a porcelana de recobrimento aplicada sobre a infraestrutura de Y-TZP apresenta um índice de falha indesejável, os pesquisadores das áreas de Engenharia de Materiais e da Odontologia começaram a estudar esse problema para entendê-lo e propor soluções que aumentassem o tempo de vida clínico desse tipo de peça protética. O problema do lascamento da porcelana sobre a Y-TZP é afetado por diferentes fatores como as suas propriedades mecânicas, propriedades térmicas (que resultam em tensões residuais de tração indesejáveis), desenho da infraestrutura de Y-TZP e fenômenos que se desenvolvem na interface entre a Y-TZP e porcelana.

Além dos fatores supracitados, novas alternativas de processamento também tem sido propostas para diminuir o risco de lascamento da camada de porcelana aplicada sobre a Y-TZP. Essas novas técnicas buscam a confecção de uma camada de porcelana mais resistente e com menos defeitos microestruturais em relação à técnica tradicional ou estratificada de aplicação da camada de recobrimento (na qual uma suspensão de porcelana é aplicada sobre a Y-TZP com o uso de um pincel). Entretanto há pouca informação sobre o sucesso *in vivo* ou *in vitro* dessas novas soluções.

Um teste tradicionalmente utilizado na área da engenharia, conhecido como teste de lascamento de aresta (*edge chipping test*), tem se mostrado um bom preditor do comportamento de materiais odontológicos frente ao lascamento, já que produz falhas semelhantes às encontradas clinicamente. Esse ensaio é realizado em uma máquina universal de ensaios adaptada a uma mesa do tipo XY, utilizando-se um endentador diamantado (Knoop, Vickers ou Rockwell). Em um espécime com bordas bem definidas, vários ensaios são realizados, alterando-se a distância entre a aresta e a ponta do endentador (medida d_a). O tamanho da porção de material lascado muda à medida que a ponta do endentador se distancia da aresta, de modo que, para uma distância pequena, a lasca gerada é menor e para uma distância grande, a lasca é maior.

Há que se considerar ainda a utilização de restaurações monolíticas de zircônia como uma alternativa para contornar o problema do lascamento da camada de porcelana. Porém, essas restaurações monolíticas não permitem que sejam atingidos resultados estéticos tão satisfatórios quanto aqueles apresentados pelas restaurações que contêm uma camada mais estética de porcelana. Além disso, ainda existe um número reduzido de estudos clínicos que avaliaram o desempenho dessas restaurações monolíticas.

Considerando-se o lascamento como um tipo de falha de PPFs totalmente cerâmicas muito relatado na clínica odontológica e a falta de informação sobre a resistência ao lascamento dessas novas alternativas de recobrimento de porcelana sobre infraestruturas de Y-TZP, a proposta desse projeto foi comparar a resistência ao lascamento e o nível de tensão residual superficial em espécimes no formato de barras em função do tipo de processamento (tradicional ou estratificada, injetada, *Rapid Layer Technique* e *Cad-on*). O efeito do protocolo de resfriamento (rápido e lento) na resistência ao lascamento e no nível de tensão superficial da camada de recobrimento também foi avaliado em espécimes confeccionados pelos processamentos tradicional e injetado de aplicação da camada de recobrimento.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 RESTAURAÇÕES TOTALMENTE CERÂMICAS DE DUAS CAMADAS (*BILAYERS*)

Embora as próteses parciais fixas (PPFs) com infraestrutura metálica e recobrimento cerâmico apresentem um desempenho clínico que as coloca em destaque (uma taxa de falha anual de cerca de 1.15% para PPFs com infraestrutura em metal e uma taxa de sobrevivência de 94.4%) (13), a incessante busca pela excelência em resultados estéticos na Odontologia juntamente com características como a baixa biocompatibilidade e a menor translucidez dos metais em relação aos materiais cerâmicos impulsiona a utilização de sistemas totalmente cerâmicos.

Entretanto, a natureza frágil das cerâmicas quando comparadas aos metais, pode acarretar em um menor tempo de vida da prótese. Dessa forma, muitos sistemas estão disponíveis no mercado atualmente, como resultado de uma busca por melhorias nas propriedades mecânicas.

Na década de 90, materiais classificados como compósitos cerâmicos, como por exemplo materiais do sistema *In-Ceram* (Vita), foram introduzidos no mercado para uso em PPFs de até três elementos na região anterior. Nesse sistema, estruturas parcialmente sinterizadas formavam arcabouços com alto grau de porosidade que têm propriedades mecânicas otimizadas por meio da infiltração de um vidro à base de óxido de lantânio (14).

Outra classe de materiais introduzida no mercado odontológico envolve as cerâmicas policristalinas, da qual faz parte a Y-TZP (Yttrium Stabilized Tetragonal Zircônia Polycrystal), um material que, por apresentar excelente comportamento mecânico, ocupa um lugar de destaque entre as cerâmicas para uso odontológico na atualidade. O excelente desempenho mecânico da Y-TZP deve-se principalmente ao mecanismo de tenacificação presente nesses materiais que é chamado de transformação martensítica. Por meio desse mecanismo, quando o material é submetido a tensões (por ex., de mastigação, desgaste e polimento), estas induzem a transformação dos grãos (de tetragonais para monoclinicos), gerando uma expansão volumétrica que pode variar de 3 a 5% nos grãos e produzindo tensões de

compressão ao redor de defeitos pré-existent no material que dificultam a sua propagação, o que resulta em um aumento significativo da tenacidade à fratura (15, 16).

Mesmo apresentando características estéticas mais favoráveis em relação aos metais, materiais policristalinos como a Y-TZP ainda necessitam que uma camada de porcelana de recobrimento seja aplicada sobre esses materiais para que seja possível a reprodução estética do elemento dentário.

As baixas propriedades mecânicas das porcelanas em relação a outras cerâmicas influenciam o índice de lascamento desses materiais. A tenacidade à fratura das porcelanas é de $1,0 \text{ MPa.m}^{1/2}$ enquanto que a da Y-TZP pode chegar a $10 \text{ MPa.m}^{1/2}$ (17). Porcelanas dentárias são materiais cerâmicos compostos essencialmente por uma fase amorfa (vítrea) e uma pequena quantidade de cristais de leucita (variando de 5% a 30%) heterogeneamente dispersos nessa matriz vítrea (18). A literatura mostrou que os vidros que compõem a matriz da porcelana são muito susceptíveis ao fenômeno de fadiga por crescimento subcrítico de trincas (19-21). Esse fenômeno consiste do crescimento lento e contínuo de defeitos do material por meio da ação corrosiva da água em associação com tensões que se concentram na ponta de trinca (figura 2.1) (22, 23). Como na boca a superfície da porcelana está em contato direto com a saliva e a mastigação gera constantemente tensões no material, o material fica sujeito a este fenômeno. Como consequência, um defeito pequeno pode crescer até atingir um tamanho crítico, propagando assim um lascamento indesejável.

Figura 2.1 - Imagem esquemática da interação entre as moléculas de água e as moléculas de óxido (24).

Um fator importante que deve ser levado em conta neste caso é que as porcelanas apresentam muitos defeitos microestruturais de processamento. Porcelanas processadas por aplicação de suspensão do pó de porcelana com pincel seguida de sinterização (técnica da estratificação) são materiais muito porosos e esses poros de processamento tem sido identificados como a origem de fraturas em coroas de Y-TZP recobertas com porcelana que foram recuperadas da clínica após lascamento (25). Outra origem de fratura comumente identificada nessas peças são facetas de desgaste geradas após o uso clínico da peça por longos períodos (~2 anos) (25). Aparentemente, a porcelana é muito susceptível ao acúmulo de danos superficiais microscópicos gerados pelo contato com a dentição antagonista (26).

2.2 FATORES ASSOCIADOS AO LASCAMENTO E SOLUÇÕES PROPOSTAS

Além das propriedades mecânicas da porcelana, outros fatores são associados ao lascamento da camada de recobrimento em PPFs totalmente cerâmicas. Um fator que tem grande influência na ocorrência do lascamento da camada de porcelana sobre a Y-TZP são as tensões térmicas geradas durante o resfriamento da peça no

forno para sinterização de porcelana. Neste caso, o último ciclo realizado na peça é o mais importante, pois é ele que determina o perfil final das tensões dentro da coroa. Duas causas principais tem sido responsabilizadas pelo surgimento das tensões residuais térmicas nesse tipo de restauração: a discrepância (*mismatch*) no coeficiente de expansão térmica linear (CETL) entre a porcelana e zircônia (27-30) e o gradiente de temperatura (31-33). O primeiro fator está relacionado ao fato de que durante o resfriamento da coroa, a diferença entre o coeficiente de expansão térmica linear (CETL) da infraestrutura de Y-TZP ($\alpha_{\text{infraestrutura}}$) e da porcelana de recobrimento ($\alpha_{\text{porcelana}}$) faz com que estas estruturas não contraiam na mesma proporção, gerando dessa forma tensões residuais ao longo da peça

Numa situação em que a porcelana apresenta um CETL maior em relação à infraestrutura ($\alpha_{\text{infraestrutura}} < \alpha_{\text{porcelana}}$), ocorrerá o acúmulo de tensões residuais de tração na porcelana. Por outro lado, uma situação contrária ($\alpha_{\text{infraestrutura}} > \alpha_{\text{porcelana}}$) irá resultar no surgimento de tensões de compressão na porcelana (28). Todas essas tensões residuais, quando são tensões de tração, irão representar um maior risco de fratura da camada de porcelana, pois elas já estão presentes na coroa que é cimentada no preparo na cavidade bucal, e portanto menores tensões precisarão ser geradas pela mastigação para que se atinja o nível crítico para propagar o lascamento. Tensões de compressão, por outro lado, dificultam a propagação de defeitos presentes no material durante o desempenho clínico da restauração, diminuindo assim o risco de falha do material (27, 34, 35).

O gradiente de temperatura ocorre porque tanto Y-TZP como a porcelana apresentam difusividade térmica muito baixa quando comparadas às ligas metálicas. Um estudo prévio (28) mostrou que a diferença entre a temperatura da superfície da porcelana e da superfície da infraestrutura pode ser superior a 200°C em espécimes com uma infraestrutura com 0,7 mm de espessura. Esse fato é crítico pois, quando a peça cerâmica é resfriada rapidamente, a superfície externa se solidifica primeiro, enquanto as camadas mais internas permanecem no estado líquido (acima da temperatura de transição vítrea, T_g). Uma vez que não há tempo para o relaxamento viscoelástico acima da sua temperatura de transição vítrea (T_g), ocorrerá o acúmulo de tensões térmicas residuais na restauração (36, 37).

Dessa forma, ambos os materiais necessitam de tempo para que a temperatura da superfície se iguale à temperatura interna do material. Uma solução encontrada pelos pesquisadores para diminuir a formação dessas tensões residuais

durante a confecção das coroas foi realizar o ciclo de sinterização da porcelana por meio de um resfriamento mais lento do que aquele utilizado para coroas metalocerâmicas, visando garantir uma homogeneização da temperatura nas diversas espessuras da camada de recobrimento (27, 31, 32, 34). Embora esse protocolo de resfriamento tenha se provado eficiente em diversos estudos *in vitro* como forma de diminuir o nível das tensões residuais de tração e o lascamento, ainda faltam maiores evidências clínicas de que ele reduza o lascamento da porcelana de recobrimento de forma significativa.

O desenho da infra-estrutura de Y-TZP também tem se mostrado como um importante fator que pode modular o risco de lascamento da camada de porcelana (38-40). Nos casos clínicos em que se constroem coroas a partir de intermediários (“*abutments*”) de Y-TZP recobertos com porcelana, é muito comum ocorrer a situação em que grandes volumes de porcelana precisam ser aplicados para conformar a anatomia de um dente molar, por exemplo. A região interproximal é a que geralmente recebe essa grande quantidade de porcelana que fica sem o suporte da Y-TZP e muitos lascamentos tem sido reportados nessas áreas. A partir dessas observações, a literatura tem proposto que a infraestrutura seja desenhada de forma individualizada para cada caso clínico de modo a dar o maior suporte possível para a camada de porcelana que é aplicada sobre ela (40, 41).

Fenômenos que ocorrem na interface entre a porcelana e a Y-TZP parecem estar associados também à geração de tensões residuais e à delaminação e lascamento da camada de porcelana. Um trabalho (42) removeu a camada de porcelana sinterizada sobre uma infraestrutura de Y-TZP e verificou que os grão superficiais de zircônia tetragonal haviam se transformado para monocínicos em função do contato com a água da suspensão de porcelana associado às altas temperaturas de sinterização. Mais recentemente, uma pesquisa (43) realizou a caracterização 3D da interface porcelana/zircônia com microscópio do tipo “*focused ion beam*” e mostrou mudança de fase de tetragonal para monocínica assim como microfissuras sub-superficiais relativamente extensas na Y-TZP que estava em contato com a porcelana. No entanto, a origem e natureza dessas alterações estruturais ainda não estão bem estabelecidas e os autores levantaram a hipótese de que possa estar havendo um processo de interdifusão entre a Y-TZP e a porcelana nessa região.

Figura 2.2 - Imagem da interface porcelana/zircônia com microscópio do tipo "focused ion beam" indicando microfissuras sub-superficiais relativamente extensas na Y-TZP (43).

Além das soluções supra-citadas, algumas novas alternativas tem sido propostas para diminuir o risco de lascamento da camada de porcelana aplicada sobre a Y-TZP. Entretanto há pouca ou nenhuma informação sobre o sucesso *in vivo* ou *in vitro* dessas novas soluções. Essas novas soluções estão baseadas na mudança da forma de processamento das restaurações totalmente cerâmicas. Um processo bastante difundido na Odontologia é a técnica de injeção ou prensagem (44), que teve início na década de 90 e se caracteriza pela aplicação do material de recobrimento sobre a infraestrutura de zircônia por meio da ação de força externa em um ambiente de elevada temperatura, resultando em uma camada de recobrimento com menor porosidade e melhor resistência mecânica quando comparada às das porcelanas aplicadas pela técnica tradicional (45). Esse tipo de processamento envolve um forno especial que possui um êmbolo capaz de prensar pastilhas cerâmicas em um molde que foi gerado a partir do processo da cera perdida contendo a estrutura de zircônia previamente usinada e sinterizada. Uma pesquisa (46) avaliou a capacidade de coroas totalmente cerâmicas resistirem à aplicação de carga, levando em conta diferentes técnicas de aplicação da camada

de cerâmica de recobrimento (injetada sobre a infraestrutura de zircônia ou aplicada pela técnica estratificada) e concluiu que coroas com camada de recobrimento injetada exibiram cargas de fratura superiores ou similares quando comparadas às que foram confeccionadas com a técnica estratificada.

Uma outra forma de processamento recentemente desenvolvida propõe a confecção de uma restauração de duas camadas a partir da usinagem de dois blocos cerâmicos desenvolvidos para uso em sistema CAD-CAM, gerando duas peças separadas, sendo uma correspondente à camada de infraestrutura e outra à camada de recobrimento (47, 48). O sistema *Rapid Layer Technique* (Vita) apresenta essa forma de processamento. A partir de uma única etapa de escaneamento do preparo dentário, segue-se a usinagem de uma infraestrutura em zircônia e de uma camada de recobrimento de porcelana feldspática. Essas duas estruturas são unidas por meio de uma etapa de cimentação. Nesse sistema, a etapa de sinterização é realizada apenas para a infraestrutura em zircônia, não havendo necessidade de um ciclo térmico para sinterização da camada de recobrimento juntamente com o material de infraestrutura, o que evita a geração de tensões residuais provocadas durante o resfriamento da restauração.

Existe ainda uma outra técnica que também realiza a união de duas estruturas previamente usinadas. Essa técnica se chama *CAD-on* e também utiliza blocos de zircônia para que a infraestrutura seja usinada em um equipamento CAD-CAM e a peça resultante passe por uma etapa de sinterização. A camada de recobrimento também é usinada da mesma forma, porém o material usado nessa etapa é uma vitro-cerâmica à base de dissilicato de lítio (material que apresenta conteúdo cristalino maior que a porcelana e, conseqüentemente, propriedades mecânicas superiores) (49). Após a sinterização da infraestrutura, uma cerâmica vítrea para fusão dos dois componentes é empregada para unir os mesmos e um único ciclo de sinterização que irá promover a fusão dos componentes e a cristalização adicional da camada de vitro-cerâmica à base de dissilicato de lítio é realizado. Um trabalho de 2014 (50) avaliou o efeito de técnica de união utilizada para unir materiais cerâmicos usados no sistema *CAD-on* na resistência à fratura de coroas de molares, realizando a união das camadas usinadas com o uso de um cimento (Multilink Implant; Ivoclar/Vivadent) em alguns espécimes, e um vidro de fusão (IPS e.max Crystall/Connect; Ivoclar/Vivadent) em outros. A média de carga de

fratura apresentada foi numericamente maior no grupo unido com o vidro de fusão (média de $1,388 \pm 190$ N versus 1211 ± 158 N do grupo cimentado).

2.3 ENSAIO MECÂNICO RESISTÊNCIA AO LASCAMENTO DE ARESTA (*EDGE CHIPPING TEST*)

Trabalhos foram publicados nos últimos anos com o objetivo de compreender e solucionar o problema do lascamento da camada de porcelana aplicada sobre uma infraestrutura de Y-TZP. Alguns desses estudos basearam-se na aplicação de cargas mecânicas utilizando diversas morfologias de espécimes ou angulações para aplicação do carregamento mecânico durante os ensaios que buscavam simular a situação clínica, para uma análise posterior dos modos de fratura (40, 51, 52). Outros estudos destacaram a presença de tensões residuais nas restaurações totalmente cerâmicas e utilizaram-se de metodologias como *hole-drilling method* (53-57) e o método da birefringência (58), que buscam quantificar as tensões residuais que podem estar associadas ao lascamento da camada de porcelana.

Uma metodologia que surgiu nesse contexto foi o teste de resistência ao lascamento de aresta (*Edge chipping test*). Essa metodologia, desenvolvida nos anos 80 e utilizada na engenharia, foi introduzida na Odontologia por Quinn et. al. (59) e embora esse teste *in vitro* seja reproduzido em espécimes com bordas bem definidas, os lascamentos gerados assemelham-se às falhas encontradas *in vivo*. Nesse teste, várias endentações são realizadas na borda de um espécime alterando-se a distância entre a aresta e a ponta do endentador a cada ensaio (figura 2.3). Inicialmente utilizado em espécimes geométricos, alguns estudos também utilizaram-se desse ensaio mecânico para avaliação de espécimes no formato de coroas (60), porém, devido à topologia da cúspide, alguns autores tiveram problemas de deslizamento em algumas posições do endentador.

Figura 2.3 - (a) esquema do teste de lascamento de aresta (*Edge chipping test*) e (b) vários lascamentos em um espécime monolítico variando-se a distância entre a ponta do endentador e a aresta do espécime (61)

Os endentadores Rockwell (120°), Vickers (136°), Knoop ($\alpha=130^\circ$ e $\beta=172^\circ 30'$) e cônico (90 , 100 , 120 e 140°) (62) são os principais tipos utilizados para o teste de lascamento da aresta. A literatura reporta que quanto mais agudo o ângulo do endentador, menor a força necessária para causar a fratura. Isso deve-se ao fato de que os endentadores Rockwell e cônicos possuem um início de trinca aleatório e formação de pequenas trincas ao redor do endentador, o que resulta em grande variação no formato de lascas. Além disso, o início da trinca pode ser influenciado pela microestrutura e a população de defeitos do espécime. Em contrapartida, os endentadores Knoop e Vickers permitem um controle do início da trinca, sendo que as trincas radiais irão sempre se formar a partir das extremidades das diagonais do endentador, e como as suas diagonais são ajustadas para que uma delas fique paralela à borda do espécime, o padrão de fratura é mais homogêneo (62).

Outro detalhe a ser levado em conta durante o teste é o problema do "*overchipping*" em casos onde a extração do endentador não é instantânea, gerando um dano adicional ao espécime que afeta gravemente as medições das distâncias entre a ponta do endentador e a borda do material após a conclusão do teste (62).

3 PROPOSIÇÃO

O objetivo geral deste trabalho foi avaliar o comportamento mecânico e os níveis de tensões térmicas residuais superficiais de espécimes cerâmicos com duas camadas (*bilayers*) em formato de barras produzidos pelas seguintes combinações de materiais/processamentos:

- a) porcelana feldspática aplicada por meio de técnica tradicional sobre infraestrutura de zircônia;
- b) porcelana feldspática injetada sobre infraestrutura de zircônia,
- c) porcelana feldspática usinada em sistema CAD-CAM e cimentada (*Rapid layer technique*) sobre infraestrutura de zircônia;
- d) vitro-cerâmica à base de dissilicato de lítio processada por meio de sistema CAD-CAM e unida à infraestrutura de zircônia por meio da sinterização de um vidro na interface (técnica *CAD-on*).

O objetivo específico foi avaliar esses espécimes com relação a:

1. Resistência ao lascamento de aresta (*“edge chipping”*) do material de recobrimento aplicado sobre infraestrutura de zircônia. Espécimes no formato de barras foram testados e dois protocolos de resfriamento foram comparados: rápido e lento, somente para espécimes das combinações a) e b). A hipótese testada é a de que a combinação material/processamento e o protocolo de resfriamento afetam a resistência ao lascamento de aresta do material de recobrimento dos espécimes de duas camadas em formato de barras.
2. Tensão residual superficial mensurada nos materiais de recobrimento por meio de ensaio de fratura por endentação. As endentações foram realizadas na superfície dos espécimes em forma de barras. O efeito da velocidade de resfriamento nos níveis de tensão térmica residual também foi analisado nos espécimes resultantes das combinações a) e b). A hipótese testada é a de que a combinação material/processamento e a velocidade de resfriamento afetam o nível de tensão residual superficial.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 MATERIAIS

Os materiais utilizados nesse estudo, suas respectivas siglas e fabricantes estão apresentados na tabela 4.1:

Tabela 4.1 – Materiais utilizados nesta pesquisa

Material	Sigla	Composição	Fabricante
VITABLOCS Mark II	VMA	Porcelana feldspática	Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen
Vita In-Ceram 2000 YZ Cubes*	Y-TZP	Zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria	
IPS e.max Ceram	IEC	Vitro-cerâmica à base de leucita	Ivoclar, Schaan, Liechtenstein
IPS e.max ZirPress	IEZ	Vitro-cerâmica à base de fluorapatita	
IPS e.max CAD	VDL	Vitro-cerâmica à base de dissilicato de lítio	
IPS e.max ZirCAD	EYZ	Zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria	

Espécimes de duas camadas (*bilayers*) em forma de barras foram produzidos com dimensões de 25 mm de comprimento por 4 mm de largura e as espessuras de recobrimento e infraestrutura combinadas de modo a oferecer a razão de 1 mm de material de infraestrutura para 1 mm de material de recobrimento. Os espécimes foram produzidos pelas combinações de materiais/processamento que serão descritas a seguir.

4.2 MÉTODOS

4.2.1 Preparação dos espécimes

4.2.1.1 Porcelana feldspática aplicada por meio de técnica tradicional sobre infraestrutura de zircônia

Barras de EYZ foram obtidas a partir de blocos cerâmicos pré-fabricados para uso em CAD-CAM. O pino metálico do bloco foi removido aquecendo-se o bloco em uma chapa quente e o bloco foi então fixado em um porta-amostras metálico com cera pegajosa e posicionado em uma cortadeira de precisão Isomet (Buehler, Lake Bluff-IL, EUA) com o uso de um disco diamantado 15HCD (Buehler, Lake Bluff-IL, EUA), levando-se em consideração a contração de 20% que esse material sofre durante a sinterização. As barras obtidas foram sinterizadas a 1500°C num ciclo de 8 horas em um forno Zyrcomat (Vita-Zahnfabrik, Alemanha) (figura 4.1).

Figura 4.1 – Equipamentos utilizados durante a confecção das barras de EYZ: (a) forno Zyrcomat (Vita-Zahnfabrik, Alemanha) utilizado para a sinterização das barras de EYZ e (b) Politriz semi-automática (Ecomet II, Buehler).

(a)

(b)

Após a sinterização, as barras foram desgastadas de modo a manter o paralelismo entre as faces até a espessura final de 1,0 ($\pm 0,1$) mm. Essa etapa foi realizada em uma politriz semi-automática (Ecomet II, Buehler) (figura 4.1) com uso

de um disco de polimento e uma suspensão diamantada de 45 μm (Buehler, Lake Bluff-IL, EUA). Em seguida, as barras foram limpas em ultrassom para aplicação do agente de união IPS e.max Ceram ZirLiner (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), como recomendado pelo fabricante, seguido do ciclo de queima específico para esse componente apresentado na tabela 4.2.

Tabela 4.2 – Ciclos de sinterização do IPS e.max Ceram ZirLiner, cerâmica de recobrimento e glaze

	IPS e.max Ceram ZirLiner	Cerâmica de recobrimento (IEC)	Glaze
Pré-aquecimento	403°C	403°C	403°C
Tempo de pré-aquecimento	4 min	4 min	6 min
Taxa de aquecimento	60°C /min	50°C /min	60°C /min
Início do Vácuo	450°C	450°C	450°C
Desligamento do Vácuo	959°C	749°C	724°C
Temperatura final	960°C	750°C	725°C
Tempo de sinterização	1 min	1 min	1 min

Após receberem uma camada do agente de união recomendado pelo fabricante, as barras de material de infraestrutura foram recobertas com o material de recobrimento IEC. Essas barras foram posicionadas em uma matriz metálica e uma de suas faces foi recoberta com uma mistura de pó de porcelana (IEC) e água destilada. Após a aplicação da mistura, foi induzido o máximo afloramento superficial da água, secando-se com um papel absorvente e deslizando-se uma lâmina afiada reta sobre o dispositivo para retirar o excesso de porcelana visando a criar uma superfície plana (figura 4.2). Os espécimes com recobrimento de IEC foram retirados da matriz e levados ao forno Kerampress (Kota, Cotia, Brasil) para sinterização (ciclo apresentado na tabela 4.2) (figura 4.2).

Figura 4.2 – Etapas de confecção das bilayers compostas de EIC aplicada por meio de técnica tradicional sobre infraestrutura de EYZ: (a) barras de EYZ sinterizadas após a aplicação do agente de união, (b) barra posicionada na matriz metálica antes da aplicação da suspensão de IEC, (c) aplicação da suspensão de IEC, (d) cavidade totalmente preenchida pela suspensão de IEC após a remoção dos excessos de porcelana e água e (e) forno Kerampress (Kota, Cotia, Brasil) onde foi realizada a sinterização da camada de recobrimento

(a)

(b)

(c)

(d)

(e)

Após a sinterização, os espécimes receberam acabamento e polimento da camada de porcelana e em suas laterais em uma politriz semi-automática (Buehler, Ecomet 3) com sequência de discos diamantados de 45 μm , 15 μm , 6 μm , 3 μm e 1 μm . Em seguida, foi realizado um ciclo de glaze (tabela 4.2).

Para esse tipo de processamento, foram utilizados dois protocolos de resfriamento: lento (RL) e rápido (RR). No protocolo de resfriamento lento o espécime foi mantido no forno fechado até a sua temperatura de transição vítrea

(T_g: 530 °C) enquanto no resfriamento rápido, foram removidos antes da T_g (logo após a finalização do ciclo). As temperaturas mostradas no visor do forno foram levadas em consideração para realização dos protocolos.

4.2.1.2 Porcelana feldspática injetada sobre infraestrutura de zircônia

Foram utilizados blocos de EYZ, cortados, sinterizados e desgastados, seguindo-se a metodologia descrita anteriormente para corte dos blocos de infraestrutura no item 4.2.1.1. Em seguida, foram confeccionados padrões de cera de 1,4 mm de espessura sobre as barras de EYZ. Depois de resfriada a cera, os excessos foram removidos e as barras foram então conectadas a canais de alimentação de cera (*sprues*) (figura 4.3). O molde para injeção da cerâmica foi preparado com revestimento à base de quartzo, feldspato e fosfato, Galaxy (Talmax, Curitiba, Brasil). Inicialmente, os espécimes encerados foram posicionados em grupos de três em uma base cilíndrica de silicone, formadora do conduto de alimentação padronizado para a acomodação das pastilhas e do punção (figura 4.3).

Figura 4.3 – Etapas de confecção das bilayers compostas de IEZ e EYZ (técnica de injeção): (a) desgaste da cera, (b) padrões de cera de 1,4 mm de espessura sobre as barras de EYZ, barras conectadas a canais de alimentação de cera e posicionadas na base de silicone em vista lateral (c) e superior (d)

(a)

(b)

(c)

(d)

O revestimento foi proporcionado com uma relação pó/líquido de 100 g para 8 ml de líquido de revestimento e 15 ml de água destilada. O revestimento foi espatulado mecanicamente a vácuo por 60 s (Polidental, Cotia, SP), sendo que a inclusão foi realizada manualmente, sob vibração mecânica. Após a presa do revestimento (entre 0,5 e 1 h), a base formadora do conduto, o anel de silicone e sua tampa superior foram removidos do cilindro para serem levados ao forno para eliminação da cera (EDG, Dental Pioneira, São Paulo, Brasil) (figura 4.4).

Figura 4.4 – Aplicação do revestimento: (a) espatulação do revestimento, (b) aplicação do revestimento sobre os espécimes, (c) anel de revestimento completamente preenchido, (d) extravasamento do excesso de revestimento após colocação da tampa no anel de revestimento e (e) revestimento contendo os espécimes em seu interior após a presa.

(a)

(b)

(c)

(d)

(e)

Em um forno específico (EDG, Dental Pioneira, São Paulo, Brasil), a cera foi volatilizada e o revestimento termicamente expandido até 850°C por 1 h. O conjunto composto de cilindro de revestimento, enceramento/infraestrutura e êmbolo de alumina foi introduzido no forno Kerampress (Kota, Cotia, Brasil) (figura 4.5), utilizando-se ciclo próprio para injeção com taxa de aquecimento de 60°C/min a 940°C por 15 min. Ao atingir a temperatura final, as pastilhas de IEZ foram injetadas durante 5 min pelo êmbolo a 3,5 bar de pressão constante, em um processo de escoamento viscoso, deslocando-se para dentro do molde.

Figura 4.5 – (a) Forno utilizado para volatilização da cera (EDG, Dental Pioneira, São Paulo, Brasil), (b) revestimento dentro do forno, (c) conjunto composto de cilindro de revestimento, enceramento/infraestrutura e êmbolo de alumina introduzido no forno Kerampress (Cora, Cotia, Brasil), (d) espécimes sendo removidos do revestimento, (e) espécimes removidos com excesso de revestimento e (f) espécimes após remoção dos excessos de revestimento.

(a)

(b)

(c)

(d)

(e)

(f)

Com um disco de carbeto de silício (SiC) montado em um motor elétrico, o cilindro referente ao negativo do conduto de alimentação foi cortado. A remoção do revestimento restante na porção mais próxima dos espécimes foi realizada com uma ponta diamantada em alta rotação (#740, Vortex, São Paulo, Brasil). As barras receberam o mesmo acabamento e polimento descrito no item 4.2.1.1, seguido da realização de um ciclo de glaze recomendado pelo fabricante (tabela 4.3). Para espécimes produzidos utilizando esse protocolo de confecção, o efeito da velocidade de resfriamento também foi avaliado e, para esse fim, os dois protocolos de resfriamento (lento e rápido) citados no item 4.2.1.1 também foram realizados.

Tabela 4.3 – Ciclo de glaze do material IEZ

	Glaze
Pré-aquecimento	403°C
Tempo de pré-aquecimento	6 min
Taxa de aquecimento	60°C /min
Início do vácuo	450°C
Desligamento do vácuo	769°C
Temperatura final	770°C
Tempo de sinterização	1 min

4.2.1.3 Porcelana feldspática cimentada (*Rapid layer technique*) sobre infraestrutura de zircônia

Esse sistema utiliza blocos pré-fabricados de Y-TZP para confecção da infraestrutura, sendo que esses blocos foram cortados no formato de barras, sinterizados e desgastados seguindo a metodologia descrita anteriormente para corte dos blocos de infraestrutura no item 4.2.1.1. Após a etapa de acabamento e polimento, procedeu-se com a limpeza das barras em ultrassom. A porcelana de recobrimento VMA, apresentada no formato de blocos para o sistema CAD-CAM, também foi cortada no formato de barras em uma cortadeira de precisão Isomet (Buehler, Lake Bluff-IL, EUA) com o uso de um disco diamantado 15HCD (Buehler, Lake Bluff-IL, EUA). Como esses blocos não se contraem durante a sinterização, não foi necessário fazer nenhuma compensação durante o corte para que as dimensões desejadas fossem atingidas.

Após o corte, as barras foram desgastadas de modo a manter o paralelismo entre as faces até a espessura final de 1,0 ($\pm 0,1$) mm em uma politriz semi-automática (Ecomet II, Buehler). Essas barras sofreram uma queima de glaze seguindo o ciclo recomendado pelo fabricante, com as seguintes características: pré-aquecimento de 4 min a uma temperatura de 500°C, com posterior elevação da temperatura a uma taxa de aquecimento de 80°C/min até que se atinja a temperatura de 950°C, permanecendo nessa temperatura por 1 min.

Para união dos dois componentes, as barras correspondentes à infraestrutura de Y-TZP foram jateadas em sua superfície externa com óxido de alumínio (30 μ m)

(Rocatec Soft, 3M ESPE, Minnesota, EUA) com uma pressão máxima de 2,5 bar. A camada de recobrimento foi limpa com a aplicação de ácido fluorídrico em gel, com concentração de 5% durante 60 s. Após a remoção do gel em banho ultrassônico por 20 s, um agente silano (Monobond S, Ivoclar Vivadent, Schann, Liechtenstein) foi aplicado sobre essa superfície. Em seguida, o cimento autoadesivo Panavia F 2.0 (Kuraray Noritake Dental, Osaka, Japão) foi aplicado em uma fina e uniforme camada em uma das superfícies da barra de porcelana utilizando um *microbrush*. As duas barras (VMA e Y-TZP) foram assentadas até o escoamento do excesso do material de união. Os excessos do cimento foram removidos e o cimento foi fotoativado por 40s com uma irradiância de 1.200 mW/cm^2 (Radii-cal, SDI, Victoria, Austrália) em todas as faces da barra (figura 4.6).

Figura 4.6 – Etapas de confecção das bilayers compostas de VMA e Y-TZP (“*Rapid Layer Technique*”): (a) limpeza da camada de recobrimento com ácido fluorídrico após o jateamento, (b) aplicação do agente de união silano (c) componentes do cimento autoadesivo e (d) componentes com extravasamento do cimento antes da fotopolimerização.

(a)

(b)

(c)

(d)

4.2.1.4 Vitro-cerâmica à base de dissilicato de lítio unida à infraestrutura de zircônia por meio da sinterização de um vidro na interface (*CAD-on*)

Dois tipos de blocos foram utilizados para a realização desta técnica: blocos para CAD-CAM de VDL e de EYZ. Nessa técnica, os blocos de EYZ foram cortados no formato de barras. Em seguida, foram sinterizados e desgastadas seguindo a metodologia descrita anteriormente para corte dos blocos de infraestrutura no item 4.2.1.1. Após a etapa de acabamento e polimento, procedeu-se com a limpeza das barras.

Para a camada de recobrimento, foram usados blocos de VDL (vitro-cerâmica à base de dissilicato de lítio) para o sistema CAD-CAM. Esses blocos foram cortados no formato de barras em uma cortadeira de precisão Isomet (Buehler, Lake Bluff-IL, EUA) com o uso de um disco diamantado 15HCD (Buehler, Lake Bluff-IL, EUA).

Em seguida, as duas estruturas já limpas foram unidas utilizando-se uma vitro-cerâmica para fusão dos componentes chamada IPS e.max CAD Crystall/Connect fusion glass ceramic (Ivoclar, Schaan, Liechtenstein). Esse material é composto por duas partes (pó e líquido) pré-dosadas. Sob vibração, essa mistura tem a viscosidade diminuída, o que permite sua aplicação nas barras a serem unidas (figura 4.7). O excesso de material de união foi removido da estrutura.

Figura 4.7 – (a) cerâmica para fusão dos componentes IPS e.max CAD Crystall/Connect fusion glass ceramic (Ivoclar, Schaan, Liechtenstein) sendo aplicada, sob vibração, em uma barra de VDL e (b) barras de VDL (com camada da cerâmica para fusão dos componentes aplicada) instantes antes da união com a barra de EYZ

(a)

(b)

A fusão de ambas as partes e a cristalização adicional da camada de recobrimento (VDL) ocorreram ao mesmo tempo seguindo um ciclo específico (apresentado na tabela 4.4) recomendado pelo fabricante no forno Kerampress (Kota, Cotia, Brasil). Em seguida, as *bilayers* tiveram sua camada de recobrimento e faces laterais desgastadas para atingir as dimensões finais da barra (25 mm de comprimento por 4 mm de largura e espessura de 2 mm). Essa etapa foi realizada em uma politriz semiautomática (Ecomet II, Buehler) (figura 4.1).

Tabela 4.4 – Ciclo para fusão das camadas e cristalização da vitro-cerâmica; e ciclo térmico de glazeamento para a técnica CAD on

	Ciclo para fusão das camadas e cristalização do VDL	Glaze
Pré-aquecimento	403°C	403°C
Tempo de pré-aquecimento	2 min	6 min
Taxa de aquecimento 1	30°C/min	60°C /min
Início do vácuo 1	550°C	550°C
Desligamento do vácuo 1	820°C	820°C
Temperatura t1	820°C	820°C
Tempo em t1	2 min	10 s
Taxa de aquecimento 2	30°C/min	30°C/min
Início do vácuo 2	820°C	820°C
Desligamento do vácuo 2	840°C	840°C
Temperatura t2	840°C	840°C
Tempo em t2	7 min	3 min

4.2.2 Ensaios mecânicos

4.2.2.1 Determinação da resistência ao lascamento de aresta (“*edge chipping*”)

O teste de resistência ao lascamento de aresta (*edge chipping test*) foi realizado em uma máquina universal de ensaios (Instron 4501, Instron Corp, Canton, MA). Uma mesa XY com base giratória, equipada com fusos micrométricos foi fixada na base da máquina universal de ensaios (figura 4.8). A carga foi aplicada com um endentador Vickers (figura 4.8), com ponta de diamante, a uma velocidade de 0,1 mm/min até a fratura da lasca. Em um mesmo espécime de cada grupo (n=10), 10 endentações foram realizadas, variando-se a distância entre a aresta e a ponta do endentador (desde 0,1 mm até 1,0 mm).

O endentador foi conectado à célula de carga por meio de um espaçador metálico cilíndrico composto por um encaixe específico para a célula em uma das extremidades e um encaixe específico para o endentador na outra extremidade. Juntamente a esse espaçador, foi fixado um microscópio digital (USB 400× digital microscope) (figura 4.8).

Figura 4.8 – Dispositivos utilizados durante o ensaio de resistência ao lascamento de aresta (*edge chipping*): (a) Endentador Vickers, (b) dispositivo para fixação do endentador à célula de carga da máquina universal ensaios, com microscópio digital acoplado e (c) máquina universal de ensaios (Instron 4501, Instron Corp, Canton, MA) contendo a mesa XY fixada à sua base

(a)

(b)

(c)

Foram realizados os seguintes ajustes, antes do teste, para garantir alinhamento da ponta do endentador:

- a) Foi efetuada uma endentação num local aleatório em uma placa de metal maleável colada à mesa XY (figura 4.9).
- b) Em seguida, a mesa XY foi deslocada até que fosse possível visualizar e centralizar a endentação feita na placa metálica na tela do computador na imagem reproduzida pelo microscópio acoplado ao endentador.
- c) Linhas de referência foram sobrepostas à tela do computador, desenhadas sobre uma transparência de acetato (figura 4.9) para garantir o paralelismo entre a aresta do espécime, uma das diagonais da endentação e o eixo Y da mesa. Se uma das diagonais do endentador não coincidissem com a linha tracejada, era realizado um pequeno giro no endentador e uma nova endentação era realizada. O procedimento foi repetido até que se conseguisse o alinhamento.
- d) Em seguida, o espécime foi fixado na base de modo que a aresta ficasse paralela ao eixo Y da mesa. Este paralelismo foi confirmado ao verificar o alinhamento da aresta do espécime com a linha tracejada (figura 4.9), este alinhamento precisou ser mantido ao longo do deslocamento da mesa em Y.

Figura 4.9 – Imagem de uma endentação alinhada e centralizada, fornecida pelo microscópio (Micro-measure-Software). São mostradas também as linhas de referência (63)

Após os ajustes, os espécimes a serem ensaiados foram colados um a um em uma placa metálica e, durante a colagem, foram utilizadas matrizes metálicas visando a garantir um bom paralelismo entre a aresta do espécime e a diagonal do endentador já ajustada na etapa descrita anteriormente (figura 4.10).

Figura 4.10 – (a) espécime sendo colado na placa metálica, (b) matrizes metálicas usadas para garantir um bom paralelismo entre a aresta do espécime e a diagonal do endentador, (c) espécime colado e (d) espécime posicionado na máquina de ensaios universais

(a)

(b)

(c)

(d)

Os dados do teste de lascamento foram apresentados em um gráfico de força crítica (F_c), requerida para produzir os fragmentos, em função da distância (d_a) entre o endentador e a aresta de interesse. Considerando uma mesma distância d_a , quanto maior a força necessária para ocasionar o lascamento, maior será a resistência ao lascamento de aresta.

Os gráficos apresentam três linhas de tendências (tabela 4.5), conforme abordagens apresentadas na literatura. As funções contidas nos gráficos foram apresentadas com seus respectivos R^2 , que indica o grau de ajuste da função da curva aos pontos experimentais.

Tabela 4.5 – Linhas de tendência utilizadas para tratar os dados.

Linha de tendência	Equação	Parâmetro relevante
<i>Linear</i>	$F = ad$	$Te = a$
Potência	$F = Ad^n$	A
Polinomial	$F = a_1d + a_2d^2$	a_1 e a_2

onde: F = força crítica; d = distância da aresta. As funções foram obtidas automaticamente pelo programa Excel.

Nos gráficos também foi traçada uma linha vertical tracejada que cruza o eixo x no ponto correspondente a 0,5 mm de distância da aresta, para facilitar a visualização do $S_E(0,5)$, cujos valores foram calculados para cada uma das linhas de tendência. Para facilitar a comparação entre os grupos, os parâmetros de cada abordagem também foram apresentados em tabelas.

Em uma tabela individual, foi apresentado o parâmetro R_{eA} , que corresponde à média de todas as razões F/d em todas as distâncias utilizadas (desde 0,1 mm até 1,0 mm). Como este parâmetro resulta da média de várias medições (e não um valor único encontrado pela função ajustada aos pontos medidos experimentalmente), foi possível realizar a análise de variância e o teste de Tukey para contraste das médias.

4.2.2.2 Determinação da tensão térmica residual superficial utilizando método da fratura por endentação

Para o cálculo da tensão térmica residual superficial, as superfícies dos espécimes ($n=3$) foram endentadas (10 endentações por espécime) em um durômetro (HMV, Shimadzu, Singapura), utilizando-se um endentador Vickers e uma carga de 10 N por 15 s, estando o endentador orientado perpendicularmente à camada de recobrimento dos espécimes. Visando a garantir uma superfície paralela à ponta do endentador, os espécimes foram posicionados com a face a ser analisada voltada para cima, sobre massa de modelar, em um planificador (figura 4.11).

Figura 4.11 – (a) durômetro (HMV, Shimadzu, Singapura), (b) espécime no planificador, (c) espécime durante o ensaio

(a)

(b)

(c)

Inicialmente, foi calculada a dureza Vickers, usando-se a equação 1:

$$HV = \frac{1,8544P}{d^2} \quad \text{Equação 1}$$

onde, P é a carga aplicada e d é a média das medidas das diagonais da indentação. Então, a tenacidade à fratura (K_{Ic}) foi calculada por meio da seguinte equação:

$$K_{Ic} = k \left(\frac{E}{H} \right)^{0,5} \frac{P}{c^{3/2}} \quad \text{Equação 2}$$

onde, E é o módulo de elasticidade do material, P é a carga aplicada, H é a dureza e c é o comprimento da trinca radial medido a partir do centro da indentação, e k é uma constante (0,016).

Em sequência, o cálculo da tensão residual superficial foi feito com base na equação 3.

$$\sigma_r = \frac{K_{Ic} - K_{Ic'}}{2\sqrt{\frac{c}{\pi}}} \times 1000 \quad \text{Equação 3}$$

onde, K_{Ic} é o valor de referência de tenacidade à fratura obtido na literatura (a partir de estudos que aferiram a tenacidade à fratura dos mesmos materiais deste estudo usando um protocolo idêntico ao do presente estudo), K_{Ic}' é a tenacidade a fratura medida na camada de recobrimento da *bilayer* após o processamento, c é o comprimento da trinca radial medido a partir do centro da endentação e σ é a atual tensão aplicada ou residual. O valor calculado pode ser positivo ou negativo, mostrando a presença de tensões de superfície de tração ou compressivas, respectivamente.

4.2.3 Análise dos resultados

Os resultados de resistência ao lascamento (R_{eA}), dureza Vickers, tenacidade à fratura (K_{Ic}) e tensão residual superficial foram analisados por meio da análise de variância e teste de Tukey com nível global de significância de 5%. Para avaliação do efeito do tipo de resfriamento nos valores de resistência ao lascamento de aresta pelo parâmetro R_{eA} , tenacidade à fratura e tensão residual superficial para os grupos com porcelana aplicada sobre a infraestrutura pela técnica tradicional e injetada, foi realizada a análise estatística por meio do teste t de Student, com nível global de significância de 5%.

5 RESULTADOS

As figuras 5.1 a 5.6 apresentam a força crítica em função da distância da aresta para todos os grupos em estudo, com as curvas de tendência referentes às funções ajustadas linear (na cor vermelha), potência (na cor laranja) e polinomial (na cor azul), com seus respectivos R^2 (que indicam o ajuste da curva aos pontos experimentais). A linha vertical tracejada que cruza o eixo x corresponde a uma distância de aresta de 0,5 mm. Observando essas figuras nota-se que, para todos os grupos, a curva correspondente à função linear foi a que apresentou os piores ajustes (menores valores de R^2). As outras duas curvas de tendência (potência e polinomial) apresentaram ajustes parecidos e melhores (valores de R^2 mais próximos de 1) em relação à função linear para todos os grupos em estudo.

Figura 5.1 – Força crítica (F_c), requerida para produzir os fragmentos, em função da distância (d_a) entre o endentador e a aresta das *bilayers* confeccionadas pela técnica tradicional/resfriamento lento, e funções correspondentes às linhas de tendência apresentadas com seus respectivos R^2

Figura 5.2 – Força crítica (F_c), requerida para produzir os fragmentos, em função da distância (d_a) entre o endentador e a aresta das *bilayers* confeccionadas pela técnica tradicional/resfriamento rápido, e funções correspondentes às linhas de tendência apresentadas com seus respectivos R^2

Figura 5.3 – Força crítica (F_c), requerida para produzir os fragmentos, em função da distância (d_a) entre o endentador e a aresta das *bilayers* confeccionadas pela técnica injeção/resfriamento lento, e funções correspondentes às linhas de tendência apresentadas com seus respectivos R^2

Figura 5.4 – Força crítica (F_c), requerida para produzir os fragmentos, em função da distância (d_a) entre o endentador e a aresta das *bilayers* confeccionadas pela técnica injeção/resfriamento rápido, e funções correspondentes às linhas de tendência apresentadas com seus respectivos R^2

Figura 5.5 – Força crítica (F_c), requerida para produzir os fragmentos, em função da distância (d_a) entre o endentador e a aresta das *bilayers* confeccionadas pela técnica *Rapid Layer*, e funções correspondentes às linhas de tendência apresentadas com seus respectivos R^2

Figura 5.6 – Força crítica (F_c), requerida para produzir os fragmentos, em função da distância (d_a) entre o endentador e a aresta das *bilayers* confeccionadas pela técnica *CAD-on*, e funções correspondentes às linhas de tendência apresentadas com seus respectivos R^2

A tabela 5.1 apresenta os valores de resistência de aresta correspondentes a 0,5 mm de distância da aresta ($S_{e/0,5mm}$), calculados para cada uma das linhas de tendência (linear, potência e polinomial) para todos os grupos de materiais analisados neste estudo em função do processamento e do tipo de resfriamento (somente para processamentos tradicional e injetado).

Observando-se a tabela 5.1, nota-se que os valores de $S_{e/0,5mm}$ encontrados para as *bilayers* confeccionadas com uma infraestrutura de zircônia e recobrimento de porcelana são menores quando comparados aos valores encontrados para a *bilayer* composta por zircônia e dissilicato de lítio. As *bilayers* processados por meio da técnica *Rapid Layer* resultaram em valores de $S_{e/0,5mm}$ intermediários. Nota-se também nessa tabela que a função linear resultou em valores de $S_{e/0,5mm}$ maiores do que aqueles encontrados para as outras duas funções ajustadas.

Tabela 5.1 – Resistência de aresta na distância de 0,5 mm ($S_{e/0,5mm}$), em Newtons, tipo de função ajustada sobre os dados do gráfico distância versus Força Crítica (Figuras 1 a 6). Os gráficos de referência onde os ajustes foram realizados estão apresentados na coluna da direita para que o leitor possa visualizar as funções

Processamento	Tipo de resfriamento	Função Ajustada			Gráfico de Referência
		Linear	Potência	Polinomial	
Tradicional	Lento	199,0	168,2	168,68	Figura 5.1
	Rápido	176,1	135,0	137,0	Figura 5.2
Injetado	Lento	183,1	140,6	125,0	Figura 5.3
	Rápido	165,8	119,2	118,9	Figura 5.4
“ <i>Rapid Layer Technique</i> ”	-	261,7	196,5	204,5	Figura 5.5
<i>Cad-on</i>	-	416,2	325,8	372,6	Figura 5.6

A tabela 5.2 apresenta valores de resistência ao lascamento pelo parâmetro R_{eA} (média de todas as razões F/d), em N/mm. A análise de variância indicou uma média de R_{eA} significativamente maior para os espécimes processados pelo sistema *CAD-on* ($R_{eA} = 612,8$ N/mm), cuja camada de recobrimento foi confeccionada com uma vitro-cerâmica à base de dissilicato de lítio (VDL), um material com propriedades mecânicas superiores em relação à porcelana. Essa camada foi unida a infraestrutura por meio de uma vitro-cerâmica para fusão das camadas.

Bilayers confeccionadas pelo sistema *Rapid Layer Technique* apresentaram valor intermediário de R_{eA} (417,9 N/mm), o qual foi significativamente inferior apenas aos espécimes do grupo *CAD-on*. Espécimes dos grupos confeccionados pelo processamento tradicional/RL, tradicional/RR e injetado/RL apresentaram valores

semelhantes de R_{eA} , com médias de 349,7 N/mm 285,6 N/mm e 298,4 N/mm, respectivamente. O grupo injetado que passou por um ciclo de resfriamento rápido apresentou média de R_{eA} igual a 263,5 N/mm, a qual foi semelhante às medias dos grupos tradicional/RR e injetado RL.

Tabela 5.2 – Resistência ao lascamento apresentada pelo parâmetro R_{eA} (média de todas as razões F/d), em N/mm, em função do processamento, tipo de resfriamento (somente para processamentos tradicional e injetado), desvio-padrão (DP) e coeficiente de variação (CV). Valores de R_{eA} seguidos da mesma letra são estatisticamente semelhantes ($p>0,05$)

Processamento	Tipo de resfriamento	Resistência ao lascamento, R_{eA} (N/mm)	DP	Coeficiente de variação
Tradicional	Lento	349,7 ^c	116,8	33%
	Rápido	285,6 ^{c, d}	117,5	40%
Injetado	Lento	298,4 ^{c, d}	119,9	40%
	Rápido	263,5 ^d	107,9	41%
<i>“Rapid Layer Technique”</i>	-	417,9 ^b	187,2	45%
<i>Cad-on</i>	-	612,8 ^a	271,8	39%

Para avaliar somente o efeito do tipo de resfriamento nos valores de resistência ao lascamento de aresta pelo parâmetro R_{eA} para os grupos com porcelana aplicada sobre a infraestrutura pela técnica tradicional e injetada, foi realizada a análise estatística por meio do teste t de Student (tabela 5.3). Bilayers de porcelana (EIC) tradicionalmente aplicada sobre zircônia (EYZ) que sofreram um protocolo de resfriamento lento após o ciclo de glaze da camada de recobrimento apresentaram média de R_{eA} (349,7 N/mm) significativamente maior em relação ao grupo que sofreu o resfriamento rápido (285,6 N/mm). Os espécimes de porcelana injetada apresentaram a mesma diferença significativa, com valores médios de 298,4 N/mm e 263,5 N/mm para os resfriamentos lento e rápido, respectivamente.

Tabela 5.3 – Resistência ao lascamento apresentada pelo parâmetro (média de todas as razões F/d), em N/mm, em função do processamento e do tipo de resfriamento; desvio-padrão (DP) e coeficiente de variação (CV). Para um mesmo processamento, valores de R_{eA} seguidos da mesma letra são estatisticamente semelhantes ($p>0,05$)

Processamento	Tipo de resfriamento	Resistência ao lascamento, R_{eA} (N/mm)	DP	Coeficiente de variação	p
Tradicional	Lento	349,7 ^a	116,8	33%	0,000
	Rápido	285,6 ^b	117,5	40%	
Injetado	Lento	298,4 ^A	119,9	40%	0,036
	Rápido	263,5 ^B	107,9	41%	

Observando-se a tabela 5.4 e a figura 5.7, nota-se que, com relação à dureza Vickers, os grupos os grupos *Rapid Layer Technique*, porcelana injetada RL e *Cad-on* apresentaram os maiores valores de dureza Vickers, com médias de 5,75 GPa, 5,52 GPa e 5,48 GPa, respectivamente. O grupo injetado que sofreu resfriamento rápido apresentou valor de dureza (5,40 GPa) estatisticamente semelhante aos valores dos grupos *CAD-on* e injetado RR. Os grupos tradicional RL e tradicional RR apresentaram o menores valores de dureza Vickers, com médias estatisticamente semelhantes de 4,92 GPa e 4,64 GPa respectivamente.

As bilayers com camada de recobrimento e infraestrutura obtidas a partir de blocos para CAD-CAM apresentaram as maiores médias de tenacidade à fratura (tabela 5.4 e figura 5.8), com valores de 2,20 MPa.m^{1/2} para o grupo *CAD-on* e 1,03 MPa.m^{1/2} para o grupo *Rapid Layer Technique*. Esses dois grupos apresentam materiais da camada de recobrimento significativamente mais tenazes do que os dos outros grupos. As médias de tenacidade à fratura dos grupos que receberam recobrimento em porcelana pelo processamento tradicional e injetado foram estatisticamente semelhantes, com valores (em ordem decrescente) de 0,90 MPa.m^{1/2} (tradicional RL), 0,89 MPa.m^{1/2} (tradicional RR), 0,87 MPa.m^{1/2} (injetado R), e 0,84 MPa.m^{1/2} (injetado RL) (tabela 5.4 e Figura 5.8).

Os valores de tensão residual (tabela 5.4 e figura 5.9) mostraram que apenas o grupo processado pelo sistema *Rapid Layer Technique* apresentou média de tensão superficial correspondente a tensões de tração (+37,3 MPa). Todos os outros grupos apresentaram tensões de compressão na superfície, com valores médios estatisticamente semelhantes de -29,0 MPa (tradicional RL), -

28,1 MPa (tradicional RR), -27,3 MPa(CAD-on), -26,0 MPa (Injetado RR) e - 23,4 MPa (Injetado RL).

Tabela 5.3 – Médias de dureza Vickers (GPa), tenacidade à fratura ($\text{MPa.m}^{1/2}$) e tensão residual (σ_r) (MPa) para todos os grupos do estudo em função do processamento, tipo de resfriamento (somente para processamentos tradicional e injetado) com respectivos desvio-padrão (DP). Para uma mesma coluna, valores seguidos da mesma letra são estatisticamente semelhantes ($p>0,05$)

Processamento	Tipo de resfriamento	Dureza Vickers (GPa)	Tenacidade à fratura ($\text{MPa.m}^{1/2}$)	σ_r (MPa)
Tradicional	Lento	$4,92 \pm 0,40^c$	$0,90 \pm 0,10^c$	$-29,0 \pm 11,4^b$
	Rápido	$4,64 \pm 0,46^c$	$0,89 \pm 0,09^c$	$-28,1 \pm 10,3^b$
Injetado	Lento	$5,52 \pm 0,30^{ab}$	$0,84 \pm 0,06^c$	$-23,5 \pm 6,8^b$
	Rápido	$5,40 \pm 0,48^b$	$0,87 \pm 0,10^c$	$-26,0 \pm 10,6^b$
“Rapid Layer Technique”	-	$5,75 \pm 0,28^a$	$1,03 \pm 0,90^b$	$+37,3 \pm 10,9^a$
Cad-on	-	$5,48 \pm 0,33^{ab}$	$2,20 \pm 0,10^a$	$-27,3 \pm 15,2^b$

Figura 5.7 – Valores de dureza Vickers (GPa) para todos os grupos experimentais

Figura 5.8 – Valores de tenacidade à fratura ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$) para todos os grupos experimentais

Figura 5.9 – Valores de tensão residual superficial (MPa) para todos os grupos experimentais.

6 DISCUSSÃO

A partir dos dados do teste de resistência ao lascamento de aresta (*edge chipping test*) para todos os grupos do estudo (figuras 5.1 a 5.6), foi possível constatar, na maioria dos casos, um melhor ajuste para as funções não lineares, que apresentaram valores de R^2 mais próximos de 1,0. Assim como no presente estudo, um trabalho de 2014 (64) avaliou a resistência ao lascamento de vários materiais restauradores para uso em sistema CAD-CAM, sendo eles, Y-TZP, um compósito com nanopartículas cerâmicas, um compósito resinoso, uma vitro-cerâmica à base de leucita, uma vitro-cerâmica à base de dissilicato de lítio e uma porcelana feldspática, e observou que a função linear também não se ajustou bem para alguns dos materiais utilizados, como a porcelana e a vitro-cerâmica à base de dissilicato de lítio. Entre os materiais do estudo citado, apenas a Y-TZP apresentou um bom ajuste linear dos dados. O autor também relatou que a função linear normalmente apresenta melhores ajustes quando a distância entre a aresta e endentação são menores ($d < 0,3$ mm), fato que não ocorreu presente estudo pois foram utilizadas distâncias maiores de até um 1 mm.

Assim como no presente estudo, outros trabalhos encontraram melhores ajustes para as funções potência e polinomial utilizando os mesmos materiais descritos anteriormente (62, 64, 65). Adicionalmente, um desses trabalhos relatou que curvas não lineares são de mais difícil interpretação em comparação com a função linear, pois há uma falta de significado físico dos termos A e n presentes na função potência (tabela 4.5). Com relação à função polinomial, os termos a_1d e a_2d^2 (tabela 4.5) representam, respectivamente, a energia utilizada para deformação plástica e aquela utilizada para a fratura; entretanto, esta suposição é empírica.

A distância da borda de 0,5 mm utilizada para apresentação dos valores médios de resistência de aresta ($S_{e/0,5mm}$) também foi utilizada em um trabalho de 2008 (66). Esse trabalho concluiu que essa distância proporcionaria uma boa correlação entre os achados clínicos (em dentes posteriores) e as lascas produzidas durante o ensaio *in vitro*. Porém, diferentemente do presente estudo, o trabalho previamente citado realizou a análise em compósitos resinosos. Um outro trabalho (67) realizou o ensaio de lascamento de aresta em vários materiais, dentre eles Vita Mark II e vitro-cerâmica à base de dissilicato de lítio (espécimes monolíticos), e

relatou que ao aumentar a distância da aresta, a força para causar a lasca aumentou, fato que também foi perceptível nos espécimes do presente estudo, sugerindo que, numa situação clínica, a borda de uma restauração deve ficar posicionada na maior distância possível em relação ao ponto de contato com o dente antagonista, desde que sejam respeitadas a estética e anatomia no trabalho restaurador em questão.

As médias de resistência ao lascamento R_{eA} foram apresentadas na tabela 5.2 da sessão de resultados, e tendo em vista que esse parâmetro é resultante da média de várias medições (e não um valor único encontrado pela função ajustada aos pontos medidos experimentalmente), foi possível realizar a análise de variância e o teste de Tukey para contraste das médias referentes a cada grupo.

A maior média de R_{eA} apresentada pelo grupo *CAD-on* em relação à média dos outros grupos está relacionada à microestrutura do material usado para recobrimento nas *bilayers* desse grupo. Esse sistema usa uma vitro-cerâmica à base de dissilicato de lítio como recobrimento, um material que apresenta conteúdo cristalino bem maior que o da porcelana, fato que lhe confere melhores propriedades mecânicas. De fato, a maior média de tenacidade à fratura foi verificada para esse material (tabela 5.3). Além da maior fração cristalina, esse material apresenta cristais mais alongados permitindo a ocorrência de um mecanismo de tenacificação conhecido como ponteamto (*bridging*) de trincas. Esse mecanismo se caracteriza pela ligação das paredes da trinca realizado por meio desses cristais alongados que acabam suportando parcialmente a tensão gerada nessa região (68). Além disso, essa camada de recobrimento é processada a partir de blocos para CAD-CAM, produzidos em âmbito industrial, o que garante um bloco com microestrutura otimizada e poucos defeitos.

Bilayers confeccionadas pelo sistema *Rapid Layer Technique* apresentaram valores de R_{eA} intermediários, os quais foram significativamente menores do que aqueles mensurados para os espécimes do grupo *CAD-on*. Os blocos de porcelana utilizados nessa técnica são sinterizados pelo fabricante em condições industriais ideais (a uma temperatura de 1170°C sob vácuo), o que resulta em blocos mais tenazes e com menos defeitos quando comparados com as camadas de recobrimento dos grupos tradicional e injetado (69). A microestrutura desse material também responde por sua média de tenacidade à fratura inferior em relação à média do grupo *CAD-on*, uma vez que esse material apresenta uma fração em volume de

cristais de leucita de apenas 30%, que é um conteúdo cristalino bem menor do que aquele observado para o dissilicato de lítio (60%) (68).

Com relação aos grupos tradicional e injetado, foi possível observar que considerando-se o mesmo protocolo de resfriamento (lento ou rápido), não houve diferenças estatisticamente significantes entre as médias de R_{eA} . Esse fato é diferente daquele reportado por um outro estudo (45) que avaliou o efeito do método de processamento nas propriedades mecânicas de porcelanas e relatou que a técnica de injeção resultou em espécimes com um grau de porosidade significativamente menor (0,3%) em comparação aos encontrados em espécimes confeccionados pelo método tradicional (4,0%). Além disso, o estudo previamente citado também relatou uma distribuição mais homogênea dos cristais de leucita em toda a matriz de vidro em camadas de recobrimento injetadas, sendo que camadas confeccionadas pela técnica tradicional mostraram distribuição heterogênea dos cristais de leucita, formando aglomerados na matriz vítrea. Essa distribuição mais homogênea dos cristais em materiais injetados está associada às melhores propriedades mecânicas em comparação com materiais com distribuição heterogênea de cristais (70). Durante o resfriamento da porcelana, a maior taxa de contração dos aglomerados de leucita gera tensões de tração circundantes que podem eventualmente resultar na formação de fissuras na camada de recobrimento.

A tabela 5.2 mostra que todos os tipos de processamento resultaram em um coeficiente de variação alto, em torno de 40% associados aos valores de R_{eA} (exceto o grupo tradicional/RL que apresentou um coeficiente de variação de 33%). Um estudo (63) que realizou o mesmo procedimento para avaliação da resistência ao lascamento de aresta em barras monolíticas confeccionadas em porcelana e Y-TZP, e de bilayers compostas por Y-TZP/porcelana e metal/porcelana também encontrou valores altos de coeficiente de variação (com alguns grupos apresentando coeficiente de variação de 55%). Esse fato pode estar relacionado à metodologia utilizada, na qual o avanço do endentador em relação à aresta, realizado na mesa XY, era manual, fato que pode ocasionar variações entre o deslocamento planejado e o deslocamento real do endentador. Uma proposta futura seria analisar em um microscópio óptico se existe alguma diferença entre o deslocamento planejado pelo operador (usando a calibração previamente realizada na mesa XY) e os deslocamentos efetivamente realizados durante os ensaios.

Avaliando-se o efeito da velocidade de resfriamento (lento e rápido) nos valores de resistência ao lascamento de aresta pelo parâmetro R_{eA} dos grupos em que a porcelana foi processada por técnica tradicional ou por injeção (tabela 5.3), nota-se um efeito significativo do protocolo de resfriamento, sendo que os espécimes que passaram por resfriamento lento atingiram maiores valores de resistência ao lascamento, independentemente do método de processamento. Os menores valores de R_{eA} observados para o grupo resfriado rapidamente estão associados ao surgimento de tensões térmicas residuais nos espécimes causadas pela discrepância no CETL e pela baixa difusividade térmica dos materiais em estudo. Estudos anteriores (27, 32, 36) relataram que, durante um protocolo de resfriamento rápido, as tensões de tração geradas não tem tempo de serem aliviadas por meio de escoamento viscoelástico. No caso do resfriamento lento, acontece o inverso, já que há tempo suficiente para que se manifestem as propriedades viscoelásticas, favorecendo o alívio das tensões geradas.. Esses fatos estão em acordo com o presente estudo, no qual, para um mesmo tipo de processamento, grupos que sofreram resfriamento lento apresentaram valores de R_{eA} estatisticamente maiores em relação ao grupo que passou por um resfriamento rápido. Um estudo futuro dos perfis de tensão térmica residual por meio da análise de elementos finitos seria interessante para associação com os dados obtidos.

Os valores médios de tensão residual superficial avaliados pelo método de fratura por endentação mostraram que apenas o grupo processado pelo sistema *Rapid Layer Technique* apresentou tensão residual superficial correspondente a um acúmulo de tensões superficiais de tração (+37 MPa) enquanto todos os outros grupos apresentaram acúmulo de tensões de compressão na superfície. O fato do grupo *Rapid Layer Technique* ser o único grupo a apresentar uma média de tensões residuais superficiais correspondentes a tensões de tração pode estar associada ao fato de que esse é o único grupo que teve suas camadas (infraestrutura e recobrimento) unidas por meio da aplicação de uma camada de cimento resinoso, a qual pode contrair após polimerizada e gerar tensões residuais no material. A contração dessa camada de cimento pode ser minimizada quando a relação entre o número de superfícies do cimento aderidas a um material e o número de superfícies livres da camada de cimento (fator C) é baixa, ou seja, quanto maior o número de superfícies livres, maior será a capacidade do cimento resinoso escoar e liberar as tensões produzidas durante sua polimerização. Em uma situação contrária (fator C

alto), com uma menor área livre, menor será a capacidade do cimento de liberar tensões. Tendo em vista essas duas situações, vale ressaltar que os espécimes do grupo *Rapid Layer Technique* foram confeccionados pela união de duas barras com superfícies planificadas numa politriz, sendo que um cimento foi aplicado para união dessas superfícies, não havendo uma grande área livre de camada de cimento, que permitisse a liberação das tensões geradas da contração de polimerização. Considerando que, segundo um estudo prévio (71), a contração do cimento resinoso Panavia F 2.0 após a polimerização é de até 2,55%, e a tensão de contração pode atingir médias de 16,3 MPa, seriam necessárias análises das tensões geradas na interface para traçarmos, juntamente com uma análise de elementos finitos, um perfil de tensões residuais resultantes da contração da camada de cimento nas regiões internas e superficiais da camada de porcelana.

Ainda com relação ao fato de que quase todos os grupos desse estudo apresentarem tensões residuais superficiais de compressão, um estudo de 2014 (57) também encontrou perfis de tensões de compressão para espécimes compostos de Y-TZP/porcelana (confeccionados pela técnica tradicional) e encontrou valores numericamente semelhantes (-29 MPa) ao do presente estudo. Porém, o estudo citado avaliou a perfil de tensões residuais pelo método *hole drilling*, no qual a análise da tensão residual é feita através de uma perfuração da superfície da *bilayer* estando extensiômetros (*strain gages*) fixados próximos ao ponto de perfuração. Já o presente estudo realizou o cálculo de tensão residual por meio do ensaio de fratura por endentação com posterior análise das trincas geradas nesse ensaio. Outra diferença do presente estudo em relação ao estudo citado é que o formato dos espécimes utilizados foi diferente (barras para o primeiro e discos o segundo).

7 CONCLUSÕES

1. Os resultados desse estudo indicaram que há um efeito significativo da associação material/processamento na resistência ao lascamento de aresta das *bilayers* testadas, sendo que o grupo processado pela técnica *CAD-on* utilizando o material de recobrimento dissilicato de lítio apresentou resistência ao lascamento significativamente maior do que as dos outros materiais/processamentos. O grupo processado por meio da técnica *Rapid Layer* apresentou resistência ao lascamento intermediária, e os grupos nos quais foi utilizada porcelana processada pela técnica de sinterização tradicional ou por injeção foram os que apresentaram os menores valores de resistência ao lascamento.
2. Com relação ao efeito da velocidade de resfriamento (lento e rápido) na resistência ao lascamento dos grupos em que a porcelana foi processada por técnica tradicional ou por injeção, o teste t de Student mostrou que houve um efeito significativo do protocolo de resfriamento, sendo que os espécimes que passaram por resfriamento lento atingiram maiores valores de resistência ao lascamento, independentemente do método de processamento (tradicional ou injeção).
3. A combinação material/processamento afetou significativamente as tensões residuais superficiais das *bilayers* testadas, sendo que o grupo processado pela técnica *Rapid Layer* apresentou um nível de tensão residual superficial significativamente maior (tensão de tração de +37,3 MPa), em comparação com os níveis de tensão residual encontrados nas superfícies dos espécimes oriundos das outras associações material/processamento, os quais tiveram nível de tensão residual de compressão semelhantes (ao redor de -25,0 MPa).
4. Não houve efeito da velocidade de resfriamento no perfil de tensões térmicas residuais superficiais para os espécimes processados tanto pela técnica tradicional como pela técnica de injeção.

REFERÊNCIAS¹

1. Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater.* 2008;24(3):299-307. doi:10.1016/j.dental.2007.05.007
2. Al-Amleh B, Lyons K, Swain M. Clinical trials in zirconia: a systematic review. *J Oral Rehabil.* 2010;37(8):641-52. doi:10.1111/j.1365-2842.2010.02094.x
3. Heuer AH, Lange FF, Swain MV, Evans AG. Transformation Toughening - an Overview. *Journal of the American Ceramic Society.* 1986;69(3):R1-R4. doi:10.1111/j.1151-2916.1986.tb07400.x
4. Chevalier J, Deville S, Munch E, Jullian R, Lair F. Critical effect of cubic phase on aging in 3mol% yttria-stabilized zirconia ceramics for hip replacement prosthesis. *Biomaterials.* 2004;25(24):5539-45. doi:10.1016/j.biomaterials.2004.01.002
5. De Aza AH, Chevalier J, Fantozzi G, Schehl M, Torrecillas R. Crack growth resistance of alumina, zirconia and zirconia toughened alumina ceramics for joint prostheses. *Biomaterials.* 2002;23(3):937-45.
6. Raigrodski AJ, Chiche GJ, Potiket N, Hochstedler JL, Mohamed SE, Billiot S, et al. The efficacy of posterior three-unit zirconium-oxide-based ceramic fixed partial dental prostheses: a prospective clinical pilot study. *J Prosthet Dent.* 2006;96(4):237-44. doi:10.1016/j.prosdent.2006.08.010
7. Tinschert J, Schulze KA, Natt G, Latzke P, Heussen N, Spiekermann H. Clinical behavior of zirconia-based fixed partial dentures made of DC-Zirkon: 3-year results. *Int J Prosthodont.* 2008;21(3):217-22.
8. Sailer I, Feher A, Filser F, Gauckler LJ, Luthy H, Hammerle CH. Five-year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures. *Int J Prosthodont.* 2007;20(4):383-8.
9. Shembish FA, Tong H, Kaizer M, Janal MN, Thompson VP, Opdam NJ, et al. Fatigue resistance of CAD/CAM resin composite molar crowns. *Dent Mater.* 2016;32(4):499-509. doi:10.1016/j.dental.2015.12.005

¹ De acordo com Estilo Vancouver.

10. Koenig V, Vanheusden AJ, Le Goff SO, Mainjot AK. Clinical risk factors related to failures with zirconia-based restorations: An up to 9-year retrospective study. *J Dent*. 2013;41(12):1164-74. doi:10.1016/j.jdent.2013.10.009
11. Ozer F, Mante FK, Chiche G, Saleh N, Takeichi T, Blatz MB. A retrospective survey on long-term survival of posterior zirconia and porcelain-fused-to-metal crowns in private practice. *Quintessence Int*. 2014;45(1):31-8. doi:10.3290/j.qi.a30768
12. Heintze SD, Rousson V. Survival of zirconia- and metal-supported fixed dental prostheses: a systematic review. *Int J Prosthodont*. 2010;23(6):493-502.
13. Pjetursson BE, Sailer I, Makarov NA, Zwahlen M, Thoma DS. All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part II: Multiple-unit FDPs. *Dent Mater*. 2015;31(6):624-39. doi:10.1016/j.dental.2015.02.013
14. Giordano RA, 2nd, Pelletier L, Campbell S, Poher R. Flexural strength of an infused ceramic, glass ceramic, and feldspathic porcelain. *J Prosthet Dent*. 1995;73(5):411-8.
15. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater*. 2004;20(5):449-56. doi:10.1016/j.dental.2003.05.002
16. Cavalcanti AN, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Y-TZP ceramics: key concepts for clinical application. *Oper Dent*. 2009;34(3):344-51. doi:10.2341/08-79
17. Wang G, Zhang S, Bian C, Kong H. Fracture mechanics analyses of ceramic/veneer interface under mixed-mode loading. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2014;39(1):19-28. doi:10.1016/j.jmbbm.2014.07.019
18. Deany IL. Recent advances in ceramics for dentistry. *Crit Rev Oral Biol Med*. 1996;7(2):134-43
19. 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. doi:Pii S0022-3093(02)01932-4
Doi 10.1016/S0022-3093(02)01932-4

20. Cesar PF, Soki FN, Yoshimura HN, Gonzaga CC, Styopkin V. Influence of leucite content on slow crack growth of dental porcelains. *Dent Mater.* 2008;24(8):1114-22. doi:10.1016/j.dental.2008.01.003
21. Wiederhorn SM, Dretzke A, Rodel J. Crack growth in soda-lime-silicate glass near the static fatigue limit. *Journal of the American Ceramic Society.* 2002;85(9):2287-92. doi:DOI 10.1111/j.1151-2916.2002.tb00449.x
22. Morena R, Beaudreau GM, Lockwood PE, Evans AL, Fairhurst CW. Fatigue of dental ceramics in a simulated oral environment. *J Dent Res.* 1986;65(7):993-7
23. Gonzaga CC, Yoshimura HN, Cesar PF, Miranda WG. Subcritical crack growth in porcelains, glass-ceramics, and glass-infiltrated alumina composite for dental restorations. *J Mater Sci-Mate Med.* 2009;20(5):1017-24. doi:10.1007/s10856-008-3667-z
24. Freiman SW. Effects of Chemical Environments on Slow Crack-Growth in Glasses and Ceramics. *J Geophys Res.* 1984;89(Nb6):4072-6. doi:Doi 10.1029/Jb089ib06p04072
25. Scherrer SS, Quinn JB, Quinn GD, Wiskott HW. Fractographic ceramic failure analysis using the replica technique. *Dent Mater.* 2007;23(11):1397-404. doi:10.1016/j.dental.2006.12.002
26. Baldassarri M, Zhang Y, Thompson VP, Rekow ED, Stappert CF. Reliability and failure modes of implant-supported zirconium-oxide fixed dental prostheses related to veneering techniques. *J Dent.* 2011;39(7):489-98. doi:10.1016/j.jdent.2011.04.006
27. Meira JBC, Reis BR, Tanaka CB, Ballester RY, Cesar PF, Versluis A, et al. Residual stresses in Y-TZP crowns due to changes in the thermal contraction coefficient of veneers. *Dent Mater.* 2013;29(5):594-601. doi:10.1016/j.dental.2013.03.012
28. Swain MV. Unstable cracking (chipping) of veneering porcelain on all-ceramic dental crowns and fixed partial dentures. *Acta Biomater.* 2009;5(5):1668-77. doi:10.1016/j.actbio.2008.12.016
29. Gostemeyer G, Jendras M, Dittmer MP, Bach FW, Stiesch M, Kohorst P. Influence of cooling rate on zirconia/veneer interfacial adhesion. *Acta Biomaterialia.* 2010;6(12):4532-8. doi:10.1016/j.actbio.2010.06.026

30. Mainjot AK, Najjar A, Jakubowicz-Kohen BD, Sadoun MJ. Influence of thermal expansion mismatch on residual stress profile in veneering ceramic layered on zirconia: Measurement by hole-drilling. *Dental Materials*. 2015;31(9):1142-9
31. Tholey MJ, Swain MV, Thiel N. Thermal gradients and residual stresses in veneered Y-TZP frameworks. *Dent Mater*. 2011;27(11):1102-10. doi:10.1016/j.dental.2011.08.001
32. Benetti P, Kelly JR, Sanchez M, Della Bona A. Influence of thermal gradients on stress state of veneered restorations. *Dent Mater*. 2014;30(5):554-63. doi:10.1016/j.dental.2014.02.020
33. Mainjot AK, Schajer GS, Vanheusden AJ, Sadoun MJ. Influence of cooling rate on residual stress profile in veneering ceramic: measurement by hole-drilling. *Dent Mater*. 2011;27(9):906-14. doi:10.1016/j.dental.2011.05.005
34. Al-Amleh B, Neil Waddell J, Lyons K, Swain MV. Influence of veneering porcelain thickness and cooling rate on residual stresses in zirconia molar crowns. *Dent Mater*. 2014;30(3):271-80. doi:10.1016/j.dental.2013.11.011
35. Baldassarri M, Stappert CF, Wolff MS, Thompson VP, Zhang Y. Residual stresses in porcelain-veneered zirconia prostheses. *Dent Mater*. 2012;28(8):873-9. doi:10.1016/j.dental.2012.04.019
36. DeHoff PH, Anusavice KJ. Viscoelastic finite element stress analysis of the thermal compatibility of dental bilayer ceramic systems. *Int J Prosthodont*. 2009;22(1):56-61
37. Asaoka K. Transient and Residual-Stress in Porcelain Alloy Strip for Dental Use as Affected by Tempering. *Jsm Int J Ser I*. 1991;34(2):156-62
38. Guess PC, Bonfante EA, Silva NR, Coelho PG, Thompson VP. Effect of core design and veneering technique on damage and reliability of Y-TZP-supported crowns. *Dent Mater*. 2013;29(3):307-16. doi:10.1016/j.dental.2012.11.012
39. Silva NRFA, Bonfante EA, Rafferty BT, Zavanelli RA, Martins LL, Rekow ED, et al. Conventional and Modified Veneered Zirconia vs. Metallo-ceramic: Fatigue and Finite Element Analysis. *J Prosthodont*. 2012;21(6):433-9

40. Rosentritt M, Steiger D, Behr M, Handel G, Kolbeck C. Influence of substructure design and spacer settings on the in vitro performance of molar zirconia crowns. *J Dent*. 2009;37(12):978-83. doi:10.1016/j.jdent.2009.08.003
41. Lohbauer U, Amberger G, Quinn GD, Scherrer SS. Fractographic analysis of a dental zirconia framework: a case study on design issues. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2010;3(8):623-9. doi:10.1016/j.jmbbm.2010.07.004
42. Tholey MJ, Swain MV, Thiel N. SEM observations of porcelain Y-TZP interface. *Dent Mater*. 2009;25(7):857-62. doi:10.1016/j.dental.2009.01.006
43. Mainjot AK, Douillard T, Gremillard L, Sadoun MJ, Chevalier J. 3D-characterization of the veneer-zirconia interface using FIB nano-tomography. *Dent Mater*. 2013;29(2):157-65. doi:10.1016/j.dental.2012.11.010
44. Choi JE, Waddell JN, Swain MV. Pressed ceramics onto zirconia. Part 2: Indentation fracture and influence of cooling rate on residual stresses. *Dent Mater*. 2011;27(11):1111-8. doi:10.1016/j.dental.2011.08.003
45. de Araujo MD, Miranda RB, Fredericci C, Yoshimura HN, Cesar PF. Effect of fiber addition on slow crack growth of a dental porcelain. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2015;44(85-95). doi:10.1016/j.jmbbm.2014.11.007
46. Stawarczyk B, Ozcan M, Roos M, Trottman A, Sailer I, Hammerle CH. Load-bearing capacity and failure types of anterior zirconia crowns veneered with overpressing and layering techniques. *Dent Mater*. 2011;27(10):1045-53. doi:10.1016/j.dental.2011.07.006
47. Kanat-Erturk B, Comlekoglu EM, Dundar-Comlekoglu M, Ozcan M, Gungor MA. Effect of Veneering Methods on Zirconia Framework-Veneer Ceramic Adhesion and Fracture Resistance of Single Crowns. *J Prosthodont*. 2015;24(8):620-8. doi:10.1111/jopr.12236
48. Kanat B, Comlekoglu EM, Dundar-Comlekoglu M, Hakan B, Ozcan M, Gungor MA. Effect of Various Veneering Techniques on Mechanical Strength of Computer-Controlled Zirconia Framework Designs. *J Prosthodont*. 2014;23(6):445-55. doi:10.1111/jopr.12130

49. Grohmann P, Bindl A, Hammerle C, Mehl A, Sailer I. Three-unit posterior zirconia-ceramic fixed dental prostheses (FDPs) veneered with layered and milled (CAD-on) veneering ceramics: 1-year follow-up of a randomized controlled clinical trial. *Quintessence Inter.* 2015;46(10):871-80. doi:10.3290/j.qi.a34701
50. Schmitter M, Schweiger M, Mueller D, Rues S. Effect on in vitro fracture resistance of the technique used to attach lithium disilicate ceramic veneer to zirconia frameworks. *Dent Mater.* 2014;30(2):122-30. doi:10.1016/j.dental.2013.10.008
51. Lorenzoni FC, Martins LM, Silva NRFA, Coelho PG, Guess PC, Bonfante EA, et al. Fatigue life and failure modes of crowns systems with a modified framework design. *J Dent.* 2010;38(8):626-34. doi:10.1016/j.jdent.2010.04.011
52. Bonfante EA, Coelho PG, Navarro JM, Jr., Pegoraro LF, Bonfante G, Thompson VP, et al. Reliability and failure modes of implant-supported Y-TZP and MCR three-unit bridges. *Clin Implant Dent Relat Res.* 2010;12(3):235-43. doi:10.1111/j.1708-8208.2009.00156.x
53. Mainjot AK, Schajer GS, Vanheusden AJ, Sadoun MJ. Influence of zirconia framework thickness on residual stress profile in veneering ceramic: Measurement by hole-drilling. *Dent Mater.* 2012;28(4):378-84
54. Mainjot AK, Schajer GS, Vanheusden AJ, Sadoun MJ. Influence of veneer thickness on residual stress profile in veneering ceramic: Measurement by hole-drilling. *Dent Mater.* 2012;28(2):160-7
55. Mainjot AK, Schajer GS, Vanheusden AJ, Sadoun MJ. Influence of cooling rate on residual stress profile in veneering ceramic: Measurement by hole-drilling. *Dent Mater.* 2011;27(9):906-14
56. Mainjot AK, Schajer GS, Vanheusden AJ, Sadoun MJ. Residual stress measurement in veneering ceramic by hole-drilling. *Dent Mater.* 2011;27(5):439-44
57. Fukushima KA, Sadoun MJ, Cesar PF, Mainjot AK. Residual stress profiles in veneering ceramic on Y-TZP, alumina and ZTA frameworks: Measurement by hole-drilling. *Dent Mater.* 2014;30(2):105-11
58. Belli R, Monteiro S, Jr., Baratieri LN, Katte H, Petschelt A, Lohbauer U. A photoelastic assessment of residual stresses in zirconia-veneer crowns. *J Dent Res.* 2012;91(3):316-20. doi:10.1177/0022034511435100

59. Quinn JB, Sundar V, Parry EE, Quinn GD. Comparison of edge chipping resistance of PFM and veneered zirconia specimens. *Dent Mater.* 2010;26(1):13-20. doi:10.1016/j.dental.2009.08.005
60. Zhang Y, Chai H, Lee JJ, Lawn BR. Chipping resistance of graded zirconia ceramics for dental crowns. *J Dent Res.* 2012;91(3):311-5. doi:10.1177/0022034511434356
61. Gogotsi GA. Crack resistance of modern ceramics and ceramic composites. II. EF method. *Powder Metall Met C.* 2006;45(7-8):328-36
62. Quinn GD. On edge chipping testing and some personal perspectives on the state of the art of mechanical testing. *Dent Mater.* 2015;31(1):26-36. doi:10.1016/j.dental.2014.08.378
63. Tanaka CB. Teste de lascamento da aresta em barras e coroas como preditor do lascamento de porcelana sobre zircônia [tese]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2015.
64. Quinn GD, Giuseppetti AA, Hoffman KH. Chipping fracture resistance of dental CAD/CAM restorative materials: part I--procedures and results. *Dent Mater.* 2014;30(5):e99-e111. doi:10.1016/j.dental.2014.02.010
65. Quinn GD, Giuseppetti AA, Hoffman KH. Chipping fracture resistance of dental CAD/CAM restorative materials: part 2. Phenomenological model and the effect of indenter type. *Dent Mater.* 2014;30(5):e112-23. doi:10.1016/j.dental.2014.02.014
66. Watts DC, Issa M, Ibrahim A, Wakiaga J, Al-Samadani K, Al-Azraqi M, et al. Edge strength of resin-composite margins. *Dent Mater.* 2008;24(1):129-33. doi:10.1016/j.dental.2007.04.006
67. Ereifej N, Silikas N, Watts DC. Edge strength of indirect restorative materials. *J Dent.* 2009;37(10):799-806. doi:10.1016/j.jdent.2009.06.009
68. Quinn JB, Sundar V, Lloyd IK. Influence of microstructure and chemistry on the fracture toughness of dental ceramics. *Dent Mater.* 2003;19(7):603-11. doi:10.1016/S0109-5641(03)00002-2

69. Charlton DG, Roberts HW, Tiba A. Measurement of select physical and mechanical properties of 3 machinable ceramic materials. *Quintessence Inter.* 2008;39(7):573-9
70. Dong JK, Luthy H, Wohlwend A, Scharer P. Heat-pressed ceramics: technology and strength. *Int J Prosthodont.* 1992;5(1):9-16
71. Jongsma LA, de Jager N, Kleverlaan CJ, Pallav P, Feilzer AJ. Shear bond strength of three dual-cured resin cements to dentin analyzed by finite element analysis. *Dent Mater.* 2012;28(10):1080-8. doi:10.1016/j.dental.2012.07.002