UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE BAURU

HUGO ALBERTO VIDOTTI

**Influência da ciclagem térmica e mecânica em água na resistência
ao cisalhamento da união infraestrutura/porcelana de cobertura em
diferentes sistemas totalmente cerâmicos**

BAURU
2011

HUGO ALBERTO VIDOTTI

Influência da ciclagem térmica e mecânica em água na resistência ao cisalhamento da união infraestrutura/porcelana de cobertura em diferentes sistemas totalmente cerâmicos

Dissertação apresentada a Faculdade de Odontologia de Bauru da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Ciências no Programa de Ciências Odontológicas Aplicadas, na área de concentração Reabilitação Oral.

Orientador: Prof. Dr. Accácio Lins do Valle

BAURU
2011

V669i Vidotti, Hugo Alberto
Influência da ciclagem térmica e mecânica em
água na resistência ao cisalhamento da união
infraestrutura/porcelana de cobertura em diferentes
sistemas totalmente cerâmicos / Hugo Alberto
Vidotti. – Bauru, 2011.
124 p. : il. ; 31cm.

Dissertação (Mestrado) – Faculdade de
Odontologia de Bauru. Universidade de São Paulo

Orientador: Prof. Dr. Accácio Lins do Valle

Autorizo, exclusivamente para fins acadêmicos e científicos, a
reprodução total ou parcial desta dissertação/tese, por processos
fotocopiadores e outros meios eletrônicos.

Assinatura:

Data:

DEDICATÓRIA

À Fátima, minha mãe, exemplo de amor

Ao Laércio, meu pai, exemplo de honra

Ao Bruno, meu irmão, exemplo de energia

À Kellen, minha amada

AGRADECIMENTOS

Agradeço a meus pais, Laércio e Fátima, pelas noites em claro ao lado da cabeceira de minha cama, por toda abdicação e sacrifício, pela honestidade e disciplina que serviram de alicerce para a construção de meu caráter, pelo amor que sempre emanou de suas almas, me contaminou desde minha concepção, e tornou minha vida uma deliciosa aventura. Por fim, obrigado pela serenidade, segurança e confiança naquele outono de 2003.

Agradeço a meu irmão Bruno por caminhar ao meu lado, por me guiar desde cedo por caminhos os quais teve que desbravar sozinho. Devo toda minha realização pessoal e profissional a você, meu grande orientador. Obrigado também por confiar a mim a missão de padrinho de sua união com a Josiane, minha querida cunhada, a qual também agradeço.

Agradeço à Kellen, minha amada, a flor mais bela, encontrada justamente num momento em que eu não estava procurando, e que me levou a descobrir os mistérios sutis e fantásticos do verdadeiro amor. Sua energia vital, carinho e o conforto de seu colo me alegam todos os dias e, sem eles, não teria conseguido realizar nem metade do que realizei até agora.

Agradeço ao Prof. Dr. Accácio Lins do Valle, meu mentor nos caminhos da reabilitação oral, orientador e amigo, por toda confiança depositada em mim ao longo desta jornada, pelo suporte e pela cobrança, que foram catalizadores do período de meu maior crescimento pessoal e profissional até agora na caminhada da vida.

Agradeço ao Prof. Dr. Luiz Fernando Pegoraro, que além de meu mentor na reabilitação oral, é minha fonte de inspiração pela paixão que tem em ensinar e pela vocação nata em liderança.

Agradeço ao Prof. Dr. Wellington Cardoso Bonachela, meu professor de prótese fixa, que incutiu em mim, já nos primeiros passos na prótese dentária, valores fundamentais para a prática clínica: critério, disciplina e autocrítica, e ao prof. Dr. Gerson Bonfante, meu mentor em reabilitação oral, por despertar a vontade pela busca constante do conhecimento.

Agradeço aos técnicos em prótese dentária Milton Oda, José Carlos Romanini, Marcelo Giatti e Reivanildo Viana, que provocaram em mim a perplexidade necessária para surgir a paixão que tenho hoje pela prótese dentária. As calorosas acolhidas em seus laboratórios foram essenciais para a minha entrega à arte e ciência da prótese dentária.

Agradeço aos companheiros de departamento, Prof. Doutores Pedro Cesar Garcia de Oliveira e Ricardo Marins de Carvalho, pela amizade e bons momentos de convivência ao longo destes anos.

Agradeço aos companheiros de departamento, Prof. Doutores Milton Carlos Goncalves Salvador e Lucimar Falavinha Vieira, meus professores de prótese total, pelos conhecimentos e experiência transmitidas a mim.

Ao companheiro de departamento, Prof. Doutor Paulo César Rodrigues Conti, pelo grande esforço e sacrifício que tem feito pela pósgraduação da Faculdade de Odontologia de Bauru, missão árdua que vem cumprindo com maestria.

Agradeço ao Prof. Dr. Rumio Taga, por transmitir a mim o vírus da curiosidade científica e despertar minha vocação para a vida acadêmica. Além disso, obrigado por me ensinar o escutar jazz. Agradeço também à Dra. Tânia Cestari, exemplo de dedicação e trabalho árduo, e a todos os integrantes da disciplina de Histologia, pela maravilhosa convivência ao longo dos três anos de iniciação científica.

Agradeço a toda a equipe do laboratório de prótese dentária ROMANINI pela calorosa acolhida em Londrina e pela ajuda fundamental na confecção dos corpos de prova totalmente cerâmicos, em especial ao Flavinho, um craque no CAD/CAM, e ao Vílson, mestre Ceramista.

Agradeço ao Prof. Dr. Gilmar Batista, e ao seu filho Paulo, pela ajuda fundamental na padronização do experimento e pela confecção dos corpos de prova metalocerâmicos.

Agradeço à técnica em prótese dentária Cristina pela confecção dos espécimes de Inceram.

Agradeço à minhas queridas Débora e Claudía pelo esforço em nos ajudar a atingir a realização de nossos sonhos.

Agradeço às minhas queridas meninas da clínica de pósgraduação, Cleusa e Hebe, pela labuta diária e apoio essenciais para o nosso intenso aprendizado.

Agradeço às equipe de funcionários da comissão de pósgraduação pelo trabalho árduo e silencioso que realizam todos os dias em prol de nossa universidade.

Agradeço aos companheiros de pósgraduação, Buda, Budinha, Romão e Carla Sipert, meus gurus, aos quais serei sempre grato pelos conselhos e orientações valiosíssimas.

Agradeço aos meu companheiros e companheiras de mestrado, Carolina, Fernanda, Mirian, Lívias, Max Laurent, Max Dória, Luis e Mateus, pela convivência gostosa nesses dois anos.

Agradeço ao meu amigo Vitor, por sua disciplina, que me serve de inspiração, sua viciante busca pelo conhecimento e pela amizade estreita que criamos ao longo desses anos.

Agradeço aos amigos do peito Alceu, Murilo, Cadu, Leonardo e Raul, eternos companheiros, por percorrermos juntos as aventuras da juventude, por todos os momentos fantásticos que passamos, e por tantos que ainda virão!

Agradeço à Faculdade de Odontologia de Bauru – Universidade de São Paulo, na pessoa do seu diretor Prof. Dr. José Carlos Pereira, pelo apoio institucional.

Agradeço à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo pelo apoio financeiro via auxílio à pesquisa e bolsa de mestrado.

Agradeço também a toda inteligência humana criativa, que busca o conhecimento e o progresso, desprovido de mesquinhez, egoísmo e ganância, e a todos os gênios e poetas renegados das artes, ciências, política e filosofia!

E, finalmente, agradeço a esta força misteriosa da qual emana todo o amor, toda energia vital e todo o sentido da vida, a qual nós chamamos de Deus.

“Qualquer caminho é apenas um caminho e não constitui insulto algum – para si ou para os outros – abandoná-lo quando assim ordena o seu coração. Olhe cada caminho com cuidado e atenção, tente-o tantas vezes quantas julgar necessárias... Então faça a si mesmo e apenas a si mesmo uma pergunta: possui esse caminho um coração? Em caso afirmativo, o caminho é bom. Caso contrário, esse caminho não possui importância alguma.”

Carlos Castañeda, *The Teachings of Don Juan*

RESUMO

Este estudo avaliou a influência da ciclagem térmica e mecânica, aliadas, na resistência ao cisalhamento da interface entre porcelana de cobertura e infraestruturas de diferentes sistemas totalmente. Também foi realizada a caracterização das interfaces por meio de análise de espectroscopia por energia dispersiva de Raios X (EDS). Foram testados sistemas totalmente cerâmicos a base de dissilicato de lítio (DL), zircônia tetragonal estabilizada por ítrio recoberta por estratificação (ZC) e por injeção (ZI) e alumina infiltrada por vidro (AI). Um grupo metalocerâmico a base de liga de CoCr foi testado como grupo controle. Vinte espécimes circulares de 6mm de diâmetro de cada sistema foram submetidos ao teste de resistência ao cisalhamento em máquina de ensaios mecânicos, sendo que metade destes (n=10) sofreram os procedimentos de ciclagem térmica e mecânica antes da realização dos testes. Os resultados foram analisados através do teste ANOVA a dois critérios ($p < 0,05$) e utilizou-se teste de Tukey ($p < 0,05$) para as comparações múltiplas. Análise das fratura foi realizada através de estereomicroscópio e MEV. A análise de EDS foi realizada ao longo da interface infraestrutura/porcelana de cobertura em um espécime de cada sistema seccionado longitudinalmente. As ciclagens térmica e mecânica aliadas não influenciaram na resistência ao cisalhamento dos sistemas testados. Houve, contudo, diferença estatística entre os sistemas testados. O grupo CoCr apresentou os maiores valores ($34,72 \pm 7,05$ Mpa), seguido dos grupos DL ($27,07 \pm 5,28$), ZI ($23,58 \pm 2,71$), ZC ($22,46 \pm 2,08$) e AI ($18,15 \pm 1,99$). Os modos de fratura foram predominantemente adesivos para o grupo CoCr, coesivos na infraestrutura para o grupo DL, coesivo na porcelana de cobertura para os grupos ZC e ZI, e mistos para o grupo AI. As análises de EDS mostraram haver uma zona de interação para todos os sistemas testados. Deste modo, é possível sugerir, através das análises de fratura e de EDS, que haja uma união química entre a porcelana de cobertura e infraestrutura nos diferentes sistemas testados e que as variações de resistência ao cisalhamento estão relacionadas a fatores intrínsecos ou na capacidade de molhamento da porcelana de cobertura.

Palavras-chave: Porcelana. Cerâmica. Interface.

ABSTRACT

Shear bond strength of all-ceramics core/veneer interface and its susceptibility to thermal and mechanical cycling

The objective of this study was to evaluate the influence of thermal and mechanical cycling on the shear bond strength of different all-ceramic cores and veneering porcelain interfaces. It was also to characterize chemically the interfaces by energy dispersive spectroscopy (EDS). The allceramic systems tested were lithium dissilicate (DL), zirconia veneered by layering technic (ZC) or pressing technic (ZI) and glass infiltrated alumina (AI). A CoCr group was used as control. Twenty cylindrical specimens for each system were subjected to shear bond strength in a universal testing machine with a 0.5 mm/min crosshead speed. Half of the specimens (n=10) were thermal and mechanical cycled before shear bond strength was carried out. Mean shear bond strength (MPa) were analyzed with a 2-way analysis of variance and the Tukey test. Failures were classified with stereomicroscope and scanning electron microscope (SEM) analysis. In an addition, energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) analysis was performed from core/veneer interfaces. Thermal and mechanical cycling did not influence statistically on the shear bond strength for the systems evaluated. However, there was a statically significant difference between the systems evaluated. Control group (CoCr) presented the highest values ($34,72 \pm 7,05$ Mpa), followed by DL ($27,07 \pm 5,28$), ZI ($23,58 \pm 2,71$), ZC ($22,46 \pm 2,08$) e AI ($18,15 \pm 1,99$). Thermal and mechanical cycling did not influence statistically on the shear bond strength for the systems evaluated. Failure modes were predominantly adhesive for CoCr group, cohesive in the core for DL, cohesive in veneer for groups ZC and ZI and mixed for AI. EDS analysis showed a interaction zone for all systems evaluated. Thus, it is possible to suggest, trough EDS analysis, that there is a chemical bond between core and veneer materials and that the shear bond strength variations can be related to intrinsic factors within veneering porcelain or to its wetting capacity.

Key words: Porcelain. Ceramics. Interface.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

- FIGURAS

Figura 1 - Esquema gráfico das dimensões da matriz de aço inoxidável.....	55
Figura 2 - Conjunto de componentes.....	57
Figura 3 - Esquema para enceramento dos padrões.....	57
Figura 4 - Padrão de cera montados em condutos de cera pré-fabricados....	58
Figura 5 - Corte dos condutos de alimentação e ajustes do padrão metálico.....	59
Figura 6 - Base e anel de inclusão para injeção.....	60
Figura 7 - Inserção da pastilha de dissilicato de lítio e do êmbolo de injeção.	61
Figura 8 - Padrões de dissilicato de lítio após a desinclusão.....	62
Figura 9 - Padrões cilíndricos desenhados no software inLab 3d.....	64
Figura 10 - Fresagem dos blocos de zircônia.....	65
Figura 11 - Blocos de zircônia após a fresagem.....	65
Figura 12 - Padrões de zircônia após a sinterização.....	66
Figura 13 - Cerâmica aplicada.....	68
Figura 14 - Espécimes montados em base para injeção de cerâmica de cobertura.....	69
Figura 15 - Espécimes após injeção de cerâmica de cobertura.....	69
Figura 16 - Corpos de prova concluídos.....	70
Figura 17 - Corpo de prova em posição, apenas a porção de porcelana fica exposta.....	70

Figura 18 - Máquina de ciclagem térmica.....	72
Figura 19 - Máquina de ciclagem mecânica.....	72
Figura 20 - Espécime montado para ciclagem mecânica.....	72
Figura 21 - Ensaio mecânico de cisalhamento.....	73
Figura 22 - Padrão de fratura para o grupo CoCr visualizado em microscopia ótica.....	83
Figura 23 - Padrão de fratura para o grupo DL visualizado em microscopia ótica.....	83
Figura 24 - Padrão de fratura para o grupo ZC visualizado em microscopia ótica.....	85
Figura 25 - Padrão de fratura para o grupo ZI visualizado em microscopia ótica.....	85
Figura 26 - Padrão de fratura para o grupo Al visualizado em microscopia ótica.....	87
Figura 27 - Padrão de fratura para o grupo CoCr visualizado em MEV.....	89
Figura 28 - Padrão de fratura para o grupo DL visualizado em MEV.....	89
Figura 29 - Padrão de fratura para o grupo ZC visualizado em MEV.....	91
Figura 30 - Maior aumento da região destacada na figura anterior.....	91
Figura 31 - Padrão de fratura para o grupo ZI visualizado em MEV.....	93
Figura 32 - Maior aumento para o grupo ZI visualizado em MEV.....	93
Figura 33 - Padrão de fratura para o grupo Al visualizado em MEV.....	95
Figura 34 - Maior aumento para o grupo Al visualizado em MEV.....	95

Figura 35 - Grupo CoCr: Região da secção transversal submetida a leitura por EDS.....	98
Figura 36 - Grupo DL: Região da secção transversal submetida a leitura por EDS.....	99
Figura 37 - Grupo ZC: Região da secção transversal submetida a leitura por EDS.....	100
Figura 38 - Grupo ZI: Região da secção transversal submetida a leitura por EDS.....	101
Figura 39 - Grupo AL: Região da secção transversal submetida a leitura por EDS.....	102

- GRÁFICOS

Gráfico 1 - Representação gráfica das médias e desvios-padrão dos dados de resistência obtidos no ensaio de cisalhamento para as condições experimentais.....	79
Gráfico 2 - Análise de EDS Grupo CoCr.....	98
Gráfico 3 - Análise de EDS Grupo Dissilicato de Lítio.....	99
Gráfico 4 - Análise de EDS Grupo Zircônia + Aplicação convencional.....	100
Gráfico 5 - Análise de EDS Grupo Zircônia + Aplicação por injeção.....	101
Gráfico 6 - Análise de EDS Grupo Alumina Infiltrada por Vidro.....	102

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Sistemas cerâmicos testados e respectivas porcelanas de cobertura.....	55
Tabela 2 - Composição química e propriedades mecânicas dos materiais testados (de acordo com os fabricantes).....	56
Tabela 3 - Parâmetros de injeção IPS e.max Press para anel de 200 g.....	61
Tabela 4 - Temperatura e tempo de cocção das porcelanas utilizadas.....	67
Tabela 5 - Parametros de injeção IPS e.max Press.....	69
Tabela 6 - Divisão dos grupos experimentais.....	71
Tabela 7 - Média ($\pm$ desvio padrão) dos dados de resistência ao cisalhamento, para os diferentes sistemas totalmente cerâmicos e o sistema metaloceramico (controle) e as duas condições de ciclagem (MPa). 79	
Tabela 8 - Teste de análise de variância (ANOVA) para os dados de resistência ao cisalhamento (MPa) obtidos no ensaio mecânico.....	80
Tabela 9 - Resultado da comparação das médias de resistência ao cisalhamento entre os diferentes sistemas testados (valores em Mpa)	81
Tabela 10 Classificação das fraturas para os diferentes sistemas testados - (n=20 por sistema). Valores em %.....	97

LISTA DE ABREVIATURA E SIGLAS

°C - graus Celcius

µm – micrometro

CAD - Computer Aided Design

CAM - Computer Aided Manufacturing

CET - coeficiente de expansão térmica

EDS - espectroscopia por energia dispersiva de raios X

MEV - microscopia eletrônica de varredura

min - minuto

mm – milímetro

MPa - Megapascal

min - minuto

PPF - Prótese Parcial Fixa

kgF - quilograma força

Y-TZP - zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítria

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	21
2	REVISÃO DE LITERATURA	27
2.1	SISTEMAS CERÂMICOS	29
2.2	UNIÃO PORCELANA DE COBERTURA/INFRAESTRUTURA	31
2.3	CICLAGEM TÉRMICA E MECÂNICA	42
2.4	ANÁLISE DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA DAS INTERFACES	46
3	PROPOSIÇÃO	49
4	MATERIAL E MÉTODOS	53
4.1	CONFECÇÃO DOS PADRÕES DE INFRAESTRUTURA	57
4.1.1	GRUPO CoCr	57
4.1.1.1	Confecção dos padrões de cera	57
4.1.1.2	Inclusão e fundição	58
4.1.1.3	Tratamento dos padrões metálicos	59
4.1.2	GRUPO DISSILICATO DE LÍTIO	59
4.1.2.1	Confecção dos padrões de cera	59
4.1.2.2	Inclusão e injeção	60
4.1.2.3	Tratamento dos padrões de dissilicato de lítio	62
4.1.3	GRUPO ALUMINA INFILTRADA POR VIDRO	62
4.1.4	GRUPOS ZIRCÔNIA	64
4.1.4.1	Desenho virtual dos padrões de infraestrutura	64
4.1.4.2	Fresagem e sinterização dos padrões de infraestrutura	64
4.2	APLICAÇÃO DA PORCELANA	66
4.3	DIVISÃO DOS GRUPOS EXPERIMENTAIS	70
4.4	CICLAGEM TÉRMICA E MECÂNICA EM H ₂ O	71
4.5	TESTE DE RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO	73
4.6	ANÁLISE MICROSCÓPICA	73
4.6.1	Análise em estereomicroscópio	73
4.6.2	Análise topográfica com MEV	73
4.6.3	Análise química via MEV+EDS	74
4.7	ANÁLISE ESTATÍSTICA	75

5	RESULTADOS	77
5.1	ENSAIO DE CISALHAMENTO	79
5.2	ANÁLISE MICROSCÓPICA	81
5.2.1	Análise em estereomicroscópio	81
5.2.2	Análise topográfica com MEV	84
5.2.3	Classificação das fraturas	89
5.2.4	Análise da interface por EDS	73
6	DISCUSSÃO	103
7	CONCLUSÕES	113
	REFERÊNCIAS	117

1 Introdução

1 INTRODUÇÃO

A crescente demanda por tratamentos estéticos coloca as cerâmicas como materiais de destaque na clínica odontológica atual. Nos últimos 20 anos houve um grande desenvolvimento de sistemas de fabricação de coroas dentais totalmente cerâmicas (Raptis, Michalakis e Hirayama, 2006), que possibilitam ao clínico uma alternativa estética na resolução de casos anteriores e posteriores. Em algumas situações coroas totalmente cerâmicas têm o potencial de serem mais estéticas que as restaurações metalo-cerâmicas devido à melhores propriedades ópticas como transmissão, difusão da luz e translucidez (Al-Dohan *et al.*, 2004).

A utilização de cerâmicas na confecção de coroas dentais vem evoluindo desde o início do século XX. As primeiras coroas de cerâmica pura fabricadas neste período mostraram baixo desempenho clínico, além de serem de difícil confecção. Com a evolução das técnicas de fundição de ligas metálicas e do conhecimento acerca do comportamento mecânico destas ligas e das porcelanas, houve, a partir da década de 50, um grande desenvolvimento na produção de coroas totais que combinavam estes dois materiais (Jones, 1985).

Desde a sua introdução, na década de 50, as restaurações metalocerâmicas desempenharam um importante papel nos tratamentos de prótese fixa devido à capacidade de combinar uma boa estabilidade de cor com a resistência promovida pela infraestrutura de metal (Scolaro *et al.*, 2007).

Da mesma maneira, coroas totalmente cerâmicas podem ser fabricadas utilizando-se de infraestruturas cerâmicas reforçadas, como a alumina infiltrada por vidro, cerâmicas vítreas reforçadas por dissilicátio de lítio, cerâmicas de óxido de alumínio densamente sinterizada, ou cerâmicas de zircônia tetragonal estabilizada por ítrio, recobertas por suas respectivas porcelanas de cobertura de modo a se atingir as características estéticas e mecânicas desejadas (Taskonak *et al.*, 2008).

Nos últimos anos houve um aumento significativo na indicação e instalação de próteses totalmente cerâmicas. Além da comprovada vantagem estética e boa biocompatibilidade (Raptis, Michalakis e Hirayama, 2006), existe uma tendência de diminuição de custo laboratorial desse tipo de tratamento devido à expansão dos diversos sistemas e do número de laboratórios e técnicos capacitados a realizarem a confecção dessas próteses, principalmente em países desenvolvidos. No mercado americano, por exemplo, a elevação do custo das ligas como o ouro, platina e

paládio tornaram as próteses totalmente cerâmicas uma alternativa interessante na confecção de próteses fixas. Projeções baseadas no primeiro semestre de 2008 indicam que aproximadamente 50% de todas as coroas fabricadas no ano seriam coroas totalmente cerâmicas (Donovan, 2008).

Apesar disto, poucos estudos clínicos de acompanhamento longitudinal têm sido publicados, devido ao alto custo e à dificuldade em se controlar as variáveis envolvidas no comportamento clínico destes materiais (Anusavice, Kakar e Ferree, 2007).

A complicação mais comumente relatada na literatura que resulta em falha das restaurações totalmente cerâmicas é a fratura da porcelana de cobertura e/ou da infraestrutura. Isto acontece devido a sua natureza quebradiça e a pequena propriedade de deformação plástica. Deste modo as cerâmicas estão sujeitas a estas falhas a partir de pequenas trincas ou fendas relacionadas a estresses de tensão (Thompson *et al.*, 1994) e busca-se evitar isto retardando a propagação de trincas (Conrad, Seong e Pesun, 2007).

A resistência à formação e propagação de trincas em restaurações cerâmicas depende do material cerâmico utilizado, espessura e desenho da restauração, técnicas de cimentação, estresse residual induzido pelo processamento térmico e/ou polimento, diferença no módulo de elasticidade dos componentes da coroa, magnitude das forças aplicadas sobre a restauração e da força de união da cerâmica de infraestrutura com a porcelana de cobertura (Conrad, Seong e Pesun, 2007)(Thompson *et al.*, 1994).

Esta última poderia estar relacionada a uma falha comum em próteses totalmente cerâmicas: a delaminação da porcelana de cobertura, resultante da separação da união entre esta e a cerâmica da infraestrutura, que geralmente causam grandes dificuldades de reparo. Kelly et al (1995) analisou espécimes fraturados de próteses fixas totalmente cerâmicas e encontrou, através de análise fractográfica, que, entre 20 espécimes laboratoriais e 9 espécimes clínicos, 70 a 78% das falhas originaram-se na interface entre a cerâmica de infraestrutura e a cerâmica de cobertura. Portanto, a união estável e resistente entre estes dois componentes é fundamental para a prótese resistir aos desafios mecânicos impostos pela atividade mastigatória (Aboushelib *et al.*, 2005).

Desta maneira, testes laboratoriais desenvolveram-se no intuito de analisar a resistência desta união. Entre eles destaca-se o teste de resistência ao

cisalhamento. Este teste já era proposto e utilizado para a análise da interface entre diferentes infraestruturas metálicas e as porcelanas de cobertura por diversos autores (Bondioli e Bottino, 2004),(Scolaro *et al.*, 2007; Vasquez, Ozcan e Kimpara, 2009) e pode ser aplicado para a análise da união entre infraestruturas cerâmicas e suas respectivas porcelanas de cobertura.

Aliado ao teste de resistência ao cisalhamento, os testes de ciclagem térmica e mecânica em ambiente aquoso podem prover dados interessantes na caracterização dos materiais cerâmicos.

Em ambiente seco, testes de ciclagem mecânica não são ideais para se induzir fraturas relevantes. As cerâmicas se mostram sensíveis à presença de água em testes de resistência estáticos e dinâmicos (carga cíclica). Apesar de, clinicamente, as fraturas em cerâmicas ocorrerem em ambiente quimicamente aquoso, é raro tal condição ser incluída em testes laboratoriais tradicionais (Kelly, 1999). Portanto, testes baseados em fadiga mecânica em ambiente úmido podem prever, de maneira mais adequada, o comportamento clínico de diferentes materiais e combinações destes (White *et al.*, 1997).

Do mesmo modo, a ciclagem térmica, baseada em repetidas alterações de temperatura, induz estresses repetitivos na interface entre os materiais de infraestrutura e de revestimento metálicos e/ou cerâmicos. Durante a ciclagem térmica, diferenças entre o coeficiente de expansão térmica de diferentes materiais também podem influenciar na força de união entre estes (Vasquez, Ozcan e Kimpara, 2009).

Infelizmente, não existe consenso quanto ao teste ideal para avaliar a união de infraestruturas cerâmicas e a suas porcelanas de cobertura. O teste de resistência ao cisalhamento, acompanhado da análise das fraturas através de microscopia ótica e eletrônica de varredura tem sido bem aceito na comunidade científica internacional, tanto para análise da interface de sistemas metalocerâmicos, quanto de sistemas totalmente cerâmicos (Al-Dohan *et al.*, 2004),(Scolaro *et al.*, 2007)(Dundar *et al.*, 2007; Vasquez, Ozcan e Kimpara, 2009). Aliado a isto, a ciclagem térmica e mecânica em meio aquoso contribuiria para o entendimento da estabilidade desta união perante estresses que simulariam condições clínicas (ambiente aquoso, carga dinâmica e diferenças de temperatura) (Anusavice, Kakar e Ferree, 2007). Outro recurso interessante para a caracterização

química desta interface é a análise de elementos químicos presentes, ao longo desta, através de espectroscopia por energia dispersiva de raios X (EDS).

Portanto, esta pesquisa procurou acessar dados relacionados à interface entre diferentes sistemas cerâmicos e suas respectivas porcelanas de cobertura e a possível influência das ciclagens térmica e mecânica aliadas na estabilidade desta união. Para tal, foram realizados testes mecânicos de resistência ao cisalhamento aliados à caracterização química dos elementos presentes ao longo desta interface por meio de espectroscopia por energia dispersiva de raios X.

2 Revisão de Literatura

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 SISTEMAS CERÂMICOS

As cerâmicas odontológicas são compostas por elementos metálicos (alumínio, cálcio, lítio, magnésio, potássio, sódio, lantânio, estanho, titânio e zircônio) e substâncias não metálicas (silício, boro, flúor e oxigênio) e caracterizadas por duas fases: uma fase cristalina circundada e/ou uma fase vítrea. A matriz vítrea é composta por uma cadeia básica de óxido de silício (SiO_2). Já a quantidade e natureza da fase cristalina ditam as propriedades mecânicas e ópticas. Além disso, a formulação da porcelana deve ser feita de modo a apresentar propriedades, como fundibilidade, moldabilidade, injetabilidade, usinabilidade, cor, opacidade, translucidez, resistência à abrasão, resistência e tenacidade à fratura (Della Bona e Anusavice, 2002).

O sistema cerâmico In-Ceram (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha) foi desenvolvido visando melhorar os problemas relacionados com a resistência a fratura e tenacidade. Sua composição consiste em 2 fases tridimensionais interpenetradas: uma fase de alumina (óxido de alumínio) e uma fase vítrea (à base de óxido de lantânio), sendo sua confecção baseada em alumina porosa que, posteriormente, é infiltrada por vidro. Este sistema apresenta três variáveis, de acordo com o seu principal componente: alumina (Al_2O_3) – In-Ceram Alumina, spinel (MgAl_2O_4) – In-Ceram Spinel e zircônia (Al_2O_3 e ZrO_2) – In-Ceram Zircônia. A In-Ceram Alumina (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Germany) apresenta em sua composição conteúdo de alumina variando entre 70 e 85% com resistência flexural de 236 MPa (Giordano *et al.*, 1995). Esse sistema é indicado para coroas unitárias anteriores e posteriores, sendo o primeiro a confeccionar PPF de 3 elementos totalmente cerâmicos para a região anterior até canino (McClean, 1967). O sistema In-Ceram Zircônia é composto de cerâmica a base de alumina infiltrada por vidro, reforçada por óxido de zircônio (ZrO_2), cerca de 30-35%, o que proporciona maior resistência à flexão (421 MPa) (Wagner e Chu, 1996) e maior opacidade (Heffernan *et al.*, 2002). É indicado para coroa unitária posterior sobre dentes naturais ou sobre implantes posteriores e próteses parciais fixas (PPF) anterior de três elementos. A cerâmica In-Ceram Spinel contém o espinélio de magnésio como principal fase cristalina, com traços de alfa-alumina que proporciona melhora na translucidez da restauração, devido ao baixo índice de refração do

aluminato de magnésio e da matriz vítrea. Apresenta resistência à flexão variando de 280 a 380 MPa sendo indicado para restaurações coronárias parciais e coroas unitárias anteriores (Seghi e Sorensen, 1995).

O sistema IPS e.max Press, primeiramente chamado de IPS Empress 2 (Ivoclar Vivadent), é baseado em cerâmica vítrea reforçada por cristais de dissilicato de lítio (60-65%), no qual a cerâmica é injetada num molde de revestimento, obtido pela técnica da cera perdida, sob alta temperatura (890 - 920 °C) e pressão (Conrad, Seong e Pesun, 2007). O IPS e.max Press simplificou o problema de contração durante a queima da cerâmica, comum para as feldspáticas, devido à alta pressão de injeção da cerâmica no molde de revestimento em alta temperatura. Desta maneira, a variação dimensional somente ocorre durante o resfriamento, que pode ser controlada por adequada expansão do revestimento. O sistema IPS e.max Press apresenta resistência flexural de 400 MPa (Holand *et al.*, 2000). Esse sistema é indicado para a confecção de coroas de cerâmica puras unitárias anterior e posterior, inlays, onlays, facetas e para a confecção de PPF de 3 elementos para dente anterior até 2º pré-molar. Verificou-se com este sistema uma razão de 93% de sucesso, em 2 anos, para 30 PPF confeccionadas com o sistema Empress II (Esquivel-Upshaw *et al.*, 2004), sendo que a principal razão das falhas esteve relacionada com a fratura do conector para as PPF totalmente cerâmicas (Raigrodski, 2004).

A usinagem é uma opção a ser utilizada como método de fabricação de restaurações cerâmicas para inlays, onlays, facetas e PPF. O sistema Cerec faz a captação da imagem do preparo diretamente da cavidade bucal com o auxílio de um scanner ou de modelos de gesso, que seqüencialmente é processada pela unidade CAD (Computer Aided Design) para que possa ser planejada e executada a restauração, auxiliada pela unidade fresadora CAM (Computer Aided Manufacturing). A cerâmica à base de zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítria (Y-TZP), tornou-se uma opção viável para a confecção para restaurações totalmente cerâmicas e PPF (Suttor *et al.*, 2001), sendo que os sistemas Cercon (DeguDent), Lava All-Ceramic System (3M/ESPE) e IPS e.max ZirCAD (Ivoclar Vivadent) utilizam esse tipo de cerâmica, no qual as restaurações são confeccionadas pelo procedimento de fresagem. O óxido de ítrio é adicionado na zircônia pura com o objetivo de estabilizar a fase cúbica ou tetragonal na temperatura ambiente, gerando um material polifásico conhecido como zircônia

estabilizada. A estabilização na fase tetragonal é responsável pela alta tenacidade à fratura da Y-TZP (Luthardt, Sandkuhl e Reitz, 1999). A Y-TZP não possui fases vítreas devido à microestrutura policristalina, o que evita o fenômeno de sua degradação ou desestabilização pela saliva e consequente aumento da propagação de trincas. Apresenta resistência à flexão maior em relação aos demais sistemas cerâmicos, variando de 900 a 1200 MPa (Christel *et al.*, 1989). Devido a estas características mecânicas, os conectores podem apresentar menor área comparada com os demais materiais para infraestruturas totalmente cerâmicas, podendo variar de 7 a 16 mm². Deste modo, há a possibilidade de confeccionar-se coroas unitárias anteriores e posteriores e PPFs posteriores.

2.2 UNIÃO PORCELANA DE COBERTURA/INFRAESTRUTURA

A união entre a porcelana de cobertura, menos resistente, aos materiais de infraestrutura metálicos ou cerâmicos, mais resistentes, deve ser de um valor mínimo para proporcionar a transmissão de forças entre os dois materiais (Aboushelib *et al.*, 2009). Durante a mastigação, as restaurações recebem estresses funcionais que induzem deformações temporárias nestas e resultam na geração de tensões internas no sistema. Cessados os estresses as restaurações recuperam sua forma original elasticamente e as tensões internas são liberada (Aboushelib *et al.*, 2009). Perante cargas cíclicas, a interface entre as cerâmicas de infraestrutura e a porcelana de cobertura devem resistir a estes desafios mecânicos (Aboushelib *et al.*, 2005). A união entre estes materiais é determinada por uma série de fatores tais como união química, embricamento micromecânico, presença e tipo de defeitos na interface, capacidade de molhamento da porcelana de cobertura e da presença de estresses compressivos na porcelana de cobertura devido a diferença de coeficientes de expansão térmica entre esta e o material de infraestrutura (Fischer, Grohmann e Stawarczyk, 2008).

Muitos testes foram propostos para avaliar a união entre a porcelana de cobertura e materiais de infraestrutura. Tradicionalmente, o teste de resistência ao cisalhamento tem sido utilizado para os sistemas metalocerâmicos (Schmitz e Schulmeyer, 1975).

Hammad & Talic (1996) realizaram uma revisão da literatura e uma discussão crítica, a respeito dos testes utilizados para avaliar complexos metalocerâmicos. Eles classificaram estes testes como de cisalhamento, tensão,

combinação de cisalhamento e tensão, flexão e de torção. Os autores comentaram que os testes de cisalhamento realizados com uma interface plana circular demonstraram-se bastante úteis, uma vez que não são tão influenciados por resistência friccional ou módulo de elasticidade do metal, como em ensaios de flexão, além de os esforços serem bem concentrados na interface metal-cerâmica.

Sced & McLean (1972) realizaram um estudo com o propósito de avaliar as causas de falha na interface metal/cerâmica. Um dispositivo de teste foi idealizado, com uma interface metalocerâmica cônica de área definida. Em particular, este cone adaptado para o teste foi usado para permitir que o ângulo de falha na porcelana opaca ocorresse na direção aproximada da máxima tensão de cisalhamento. Todas amostras em níquel-cromo, cobalto-cromo e ligas de ouro foram testadas com velocidade de 0,5mm/min, de modo a obter comparação direta entre a resistência adesiva do ouro e de ligas não-nobres. A superfície de fratura de cada amostra foi analisada microscopicamente, assim como algumas secções transversais. Para a liga de ouro, todas as amostras fraturaram na cerâmica opaca, próximo à interface adesiva. Em contraste, o níquel cromo e o cobalto cromo falharam, predominantemente, pelo destacamento da porcelana da superfície metálica.

Anusavice et al. (1980) analisaram onze testes mecânicos que avaliam a adesão entre metal e cerâmica, usando a análise de elementos finitos. Os testes foram: cisalhamento paralelo regular – carga na interface (RPS I), cisalhamento paralelo regular – carga distribuída (RPS II), cisalhamento interfacial cônico (CS), teste de tração (PULL), teste de compressão (PUSH), tensão ao cisalhamento (TS), flexão de arco semi-circular (SF), teste de três pontos – porcelana sob compressão (3BC), teste de três pontos – porcelana sob tensão (3BT), teste de quatro pontos – porcelana sob compressão (4BC), teste de quatro pontos – porcelana sob tensão (4BT). Os efeitos de concentração das tensões foram significantes em dez dos onze avaliados (exceção do RPS I). A alta probabilidade de falha de tensão dentro da porcelana ou na região interfacial foi encontrada em oito dos onze testes analisados (exceção dos grupos RPS I, 3BC e 4BC).

Quinones et al. (1985) avaliaram a resistência de união entre cerâmica e liga metálica, sendo utilizadas cinco ligas não-nobres (Rexillum III, Pentillum, Co-Span, Bak-On-NP e Unibond) e quatro cerâmicas (Biobond, Vita VMK-68-Paint-on 88, Ceramco e Will-Ceram). Foram obtidos corpos-de-prova em forma de discos,

sobre os quais foram aplicadas as cerâmicas, de forma que houvesse a intersecção entre todas cerâmicas e ligas. As amostras foram submetidas ao teste de cisalhamento em máquina de ensaios universal Instron. A partir dos resultados obtidos, os autores concluíram que o uso das cerâmicas Vita, Ceramco ou Will-Ceram com Rexillum III, Pentillium ou Bak-On-NP proporcionaram valores similares de adesão. Com exceção da liga Unibond, os valores de resistência adesiva obtidos com Biobond foram menores que os obtidos com outros materiais cerâmicos.

Pretti et al. (2004) realizaram um trabalho com objetivo de avaliar a resistência ao cisalhamento da união metal-cerâmica de duas ligas de Co-Cr (Wirobond C, Bego; Remanium 2000, Dentauro), combinadas com a cerâmica Omega 900 (Vita-Zahnfabrik). Foram confeccionados onze corpos-de-prova cilíndricos para cada liga utilizada. A aplicação da cerâmica foi realizada segundo recomendações do fabricante, com auxílio de uma matriz de teflon que permitiu sua padronização, com as mesmas dimensões da porção metálica. Os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de resistência ao cisalhamento em máquina de ensaios universal (EMIC), com auxílio de dispositivo desenvolvido para tal propósito, sob velocidade constante de 0,5mm/min. Foi possível observar que não há diferença, estatisticamente significativa, entre os valores de resistência ao cisalhamento das duas ligas metalocerâmicas.

De Melo et al. (2005) avaliaram a resistência ao cisalhamento entre uma cerâmica e quatro ligas não-nobres. Duas ligas de Ni-Cr (4 ALL e Wiron 99), e duas de Co-Cr (IPS d.Sign 20 e Argeloy NP) foram selecionados para este estudo. Quarenta e quatro amostras foram preparadas (n=11), sendo que dez de cada grupo foram submetidas à tensão de cisalhamento em máquina de ensaios universal utilizando velocidade de 1mm/min, e uma foi observada em MEV. Não foram encontradas diferenças estatisticamente significantes entre os valores de resistência adesiva para as amostras testadas.

Fernandes Neto et al (2006) avaliaram a resistência ao cisalhamento entre três diferentes porcelanas de cobertura (Vita VMK 88, Willians e Duceram) aplicadas sobre três infraestruturas de NiCr (Durabond, Lite Cast B e Resistal P) e uma liga experimental de CoCrTi. Dez espécimes de cada grupo foram submetidos a tensão de cisalhamento. O grupo experimental de CoCrTi demonstrou resultados significativamente maiores quando combinados com as porcelanas Vita VMK 88 e Willians, o que não ocorreu com a cerâmica Duceram. O autor aponta que o

desenvolvimento de novas ligas devem ser acompanhados do estudo de compatibilidade destas com as diferentes porcelanas disponíveis no mercado.

Lombardo et al (2010) avaliaram a influência do tratamento superficial na resistência ao cisalhamento de infraestruturas de CoCr a duas diferentes porcelanas de cobertura (StarLight Ceram e Duceram Kiss). Foram confeccionados 48 espécimes (n=12), sendo que metade dos padrões de infraestrutura foram jateados com óxido de alumínio e metade sofreram apenas desgaste com fresas de tungstênio. Os espécimes foram submetidos a tensão de cisalhamento com velocidade de 0,5 mm/min em máquina de ensaios mecânicos com célula de carga de 100 kgF. O jateamento com óxido de alumínio aumentou significativamente a resistência ao cisalhamento das interfaces das duas porcelanas testadas à liga de CoCr. As falhas foram predominantemente mistas.

Apesar do teste de resistência ao cisalhamento ser bem aceito para a análise de sistemas metalocerâmicos, um teste de resistência de união adequado para os sistemas totalmente cerâmicos ainda não foi determinado na literatura (Dundar *et al.*, 2007). Além do teste de resistência ao cisalhamento, pode-se citar os testes de resistência a tração e microtração.

Aboushelib et al (Aboushelib *et al.*, 2005; Aboushelib, Kleverlaan e Feilzer, 2006; Aboushelib *et al.*, 2008; Aboushelib, Kleverlaan e Feilzer, 2008b; a; Aboushelib *et al.*, 2009), numa série de seis publicações, utilizou o teste de microtração para avaliar a resistência ao cisalhamento de uma série de combinações de porcelanas de cobertura e infraestruturas de zircônia.

Aboushelib et al (2005), investigou a influência do tratamento de superfície da zircônia (polimento ou jateamento com óxido de alumínio) e da diferença do coeficiente de expansão térmica (CET) entre a zircônia de infraestrutura e a porcelana de cobertura na união entre estas utilizando o sistema Cercon (DeguDent). Os resultados mostraram que o tratamento da superfície da infraestrutura, ou seja, polimento ou jateamento, não influenciou na resistência de união. Foi encontrado também que a união foi significativamente maior quando um agente de união (liner) foi utilizado. Com relação à diferença do CET, o autor utilizou uma porcelana que exibia o CET consideravelmente maior que a infraestrutura de zircônia e outra porcelana com o CET ligeiramente menor que a infraestrutura. Os espécimes da primeira exibiram delaminação ou desenvolvimentos de microtrincas já na fase de preparação dos espécimes, já para os espécimes da segunda isto não

ocorreu. Isto mostra que um CET ligeiramente menor da porcelana de cobertura com relação ao material de infraestrutura é essencial para a integridade da porcelana de cobertura e da união entre as duas. O modo de fratura foi predominantemente adesiva na interface, e as análises de MEV mostraram a presença de imperfeições entre a infraestrutura e a porcelana de cobertura.

Aboushelib et al (2006) avaliou a união entre infraestruturas de zircônia do sistema Cercon com sete diferentes porcelanas de cobertura. Destas, cinco foram aplicadas por estratificação, sendo elas Ceram S, Rondo Dentine, Rondo Shoulder (Nobel Biocare), Lava dentine e Sakura Interaction, enquanto duas foram aplicadas por sistema de injeção, sendo elas Ceram Express e uma porcelana injetável experimental. Os diferentes materiais e a aplicação de um agente de união (liner) influenciaram na união entre a porcelana de cobertura e a infraestrutura de zircônia. A aplicação do liner aumentou significativamente a resistência da união para a porcelana Ceram S, porém não houve diferença significativa para as porcelanas para a Lava dentine, Rondo Shoulder ou Sakura Interaction. Para as porcelanas Ceram Express e Rondo Dentine, a aplicação do liner diminuiu a resistência de união entre a porcelana de cobertura e a infraestrutura de zircônia. As porcelanas aplicadas por estratificação apresentaram fraturas adesivas na ausência do liner, e coesivas na presença do liner. As porcelanas aplicadas por sistema de injeção apresentaram fraturas adesivas com a aplicação o liner, e coesivas sem a presença do liner. Também é possível observar que a utilização de uma porcelana de ombro (Rondo Shoulder) não resulta em benefícios, já que exibe baixos valores de resistência de união com a zircônia e mais fraturas adesivas comparadas com cerâmicas de dentina. Segundo a autor porcelanas injetáveis mostraram um melhor contato com a zircônia, e a aplicação do liner deve ser realizada apenas para as porcelanas de aplicação convencional.

Aboushelib et al 2008 (2008b) avaliou a combinação de ambas técnicas de aplicação, estratificação e por injeção, em uma única restauração, na resistência da união entre a porcelana de cobertura e a infraestrutura de zircônia. O estudo não mostrou diferença de resistência de união estatisticamente significativa entre a injeção de 3mm de porcelana de cobertura comparado a injeção de 1mm sobre a infraestrutura de zircônia, seguido da aplicação por estratificação de mais 2mm de porcelana. Análises através de MEV mostraram a ausência de defeitos entre a zircônia e a porcelana injetada. O mesmo foi observado entre a porcelana aplicada

de forma convencional e a porcelana injetada. A adição de porcelana estratificada resultou em um aumento na porcentagem de falhas adesivas, comparado ao grupo aplicado apenas por injeção. O auto sugere que isto pode ocorrer devido a diferenças no CET entre a porcelana injetada e a estratificada, o que poderia levar a estresses residuais indesejáveis. O estudo mostrou que a técnica mista de aplicação não diminuiu a resistência de união entre a porcelana de cobertura e a infraestrutura de zircônia. No entanto, uma maior taxa e fraturas adesivas foram encontradas para esta técnica mista de aplicação.

Aboushelib et al (2008a) investigou o efeito do tipo de zircônia, branca ou colorida, e o tratamento de superfície na resistência de união entre dois tipos de porcelana de cobertura e infraestruturas de zircônia. As cinco infraestruturas de zircônia testadas foram Cercon branca e amarela, Lava branca e amarela e Procera Zirconia. As superfícies usinadas foram deixadas intocadas ou foram submetidas ao jateamento com óxido de alumínio, e variou-se também a presença ou não do liner. As porcelanas de cobertura utilizadas foram Nobel Rondo e Ceram Express. Os resultados apontaram que a união da porcelana à zircônia colorida foi significante menor do que à zircônia branca. Para a zircônia branca, o jateamento com óxido de alumínio aumentou a rugosidade superficial levando a um aumento da resistência de união e a uma diminuição das fraturas adesivas. No entanto, a aplicação do liner após o jateamento reduziu os valores de união e aumentou o número de fraturas adesivas. Para as zircônias coloridas, houve, com o jateamento, uma diminuição dos valores de resistência de união e mais fraturas adesivas. A aplicação do liner após o jateamento aumentou os valores de união e diminuiu o número de fraturas adesivas. O autor concluiu que a adição de pigmentos resulta em mudanças estruturais que requerem diferentes tratamentos de superfície antes da aplicação da porcelana de cobertura.

Aboushelib et al (2008) avaliou a resistência de união de um método de confecção de porcelana de cobertura via CAD/CAM para infraestruturas de zircônia. A resistência a união através de teste de microtração foi significativamente maior para os espécimes recoberto com esta técnica CAD/CAM comparado à técnica de estratificação. Análises através de MEV revelaram que os espécimes recobertos via CAD/CAM apresentaram predominantemente falhas coesivas, enquanto os espécimes estratificados apresentaram predominantemente fraturas do tipo adesiva. A técnica CAD/CAM exibiu um bom contato entre os dois materiais, enquanto a

técnica de estratificação apresentou defeitos estruturais e bolhas de ar, principalmente no agente de união (liner).

Aboushelib et al (2009) avaliou novamente a técnica CAD/CAM para recobrimento de infraestruturas de zircônia comparado com a técnica de estratificação. Neste estudo avaliou diferentes porcelanas estratificadas ou aplicadas por sistema de injeção e, curiosamente, desta vez não encontrou diferença significativa entre as técnicas. As avaliações através de MEV também demonstraram uma boa adaptação das coberturas confeccionadas através de CAD/CAM. As outras técnicas demonstraram microespaços ou bolhas na interface em alguns espécimes.

Nakamura et al (2009) também examinou a resistência da união infraestrutura de zircônia jateada com óxido de alumínio à porcelana de cobertura através de teste de microtração. Os espécimes de zircônia foram jateados com pó de óxido de alumínio de 70 μm com pressões de 0.2, 0.4 e 0.6 MPa. Espécimes sem o jateamento foram utilizados como controle. Três tipos de porcelanas de cobertura com aplicação do liner foram queimadas sobre as infraestruturas de zircônia. Os espécimes de zircônia que foram jateados com pressão de 0.4MPa demonstraram maiores valores de resistência de união comparados com o grupo controle ou jateados com 0.2MPa. O autor sugere que, desde que a pressão de jateamento permaneça inferior a 0.6MPa, não haveria transformação de fase ou desenvolvimento de microtrincas na zircônia ao ponto de comprometer a união com a porcelana de cobertura.

O teste de resistência ao cisalhamento vem sendo utilizado para acessar a resistência de união entre sistemas totalmente cerâmicos e as porcelanas de cobertura. O teste de resistência ao cisalhamento é definido como um teste no qual dois materiais aderidos são submetidos a uma carga cisalhante até ocorrer a separação. O valor de resistência ao cisalhamento é definido dividindo-se a carga máxima no momento da fratura pela área aderida.

Al-Dohan et al (2004) investigou a resistência ao cisalhamento da interface infraestrutura/porcelana de cobertura de diferentes sistemas totalmente cerâmicos e comparou estes resultados com um sistema metalocerâmico como controle. Análise microscópicas através de estereomicroscópio mostraram falhas coesivas na porcelana de cobertura entre 55-60% para os sistemas a base de zircônia, sendo que de 45-40% foram falhas mistas, ou seja, com exposição da interface, porém com áreas de porcelana aderida.

Fischer et al (2008) investigou o efeito do polimento, jateamento com óxido de alumínio, deposição de sílica, aplicação de um agente de união (liner) e queima de regeneração na resistência ao cisalhamento da interface porcelana de cobertura/infraestrutura de zircônia. Cinco porcelanas de cobertura foram avaliadas. As falhas em todos os casos foram coesivas na porcelana de cobertura, adjacente a interface, com uma fina camada de porcelana aderida à zircônia, o que, segundo o autor indicaria que a resistência de união foi maior que a resistência coesiva da porcelana de cobertura. Concluiu que talvez a porcelana de cobertura possa ser o elo mais frágil do sistema.

Comlekoglu et al (2008) avaliou a resistência ao cisalhamento de quatro diferentes porcelanas de margem a uma infraestrutura de zircônia. Três porcelanas feldspáticas (Cerabien, Ceramco e Triceram) e uma porcelana com fluorapatita (IPS .max Ceram) foram testadas. As médias de resistência ao cisalhamento da porcelana Ceramco foi significativamente menor do que as outras porcelanas testadas. O autor sugere que isto ocorreu devido à maior diferença de CET entre a porcelana Ceramco e a zircônia, com relação às outras porcelanas testadas. Os modos de fratura foram predominantemente adesivos para a Ceramco e coesivo na porcelana de cobertura para as outras porcelanas de cobertura.

Choi et al (2009) avaliou a resistência ao cisalhamento de porcelanas de cobertura a infraestruturas de zircônia, liga metálica não nobre (Tilite) e liga metálica nobre (Degudent H). Foram confeccionados 15 espécimes para cada grupo (n=15) que foram submetidos ao ensaio de resistência ao cisalhamento com ponta em forma de cinzel, em máquina de ensaios mecânicos, com velocidade de 0,5 mm/min até a fratura. O grupo zircônia exibiu valores significativamente menores que os grupos metalocerâmica. O grupo metálico de liga não nobre apresentou valores semelhantes ao grupo de liga nobre. As fraturas foram predominantemente mistas para todos os grupos testados.

Fahmy (2010) avaliou a resistência ao cisalhamento de três diferentes porcelanas de cobertura (Vitadur N, Vitadur Alpha, ou VM7) a infraestruturas de alumina infiltrada por vidro (Vita Inceram Alumina). Os espécimes foram submetidos a tensão de cisalhamento em máquina de ensaio mecânicos até a fratura. A porcelana VM7 apresentou resultados significativamente maiores que as outras testadas, que não apresentaram diferenças entre si. Análises através de MEV mostraram que, para a VM7, as fraturas foram predominantemente coesivas na

porcelana ou mistas, deixando uma visível camada de porcelana sobre a infraestrutura. Para a porcelana Vitadur, porém, as fraturas foram predominantemente adesivas na interface entre os materiais.

Fischer et al (2010) avaliou a resistência ao cisalhamento de diferentes porcelanas de cobertura aplicadas a infraestruturas de zircônia estabilizada por cério em comparação a zircônia estabilizada por ítrio. Também variou os tipos de tratamento de superfície (polimento com pasta diamantada de 3 µm ou jateamento com óxido de alumínio) e a aplicação de um agente de união (liner). Concluiu que os valores de resistência ao cisalhamento são semelhantes para os dois tipos de zircônia estudados. Também concluiu que o jateamento com óxido de alumínio não alterou a resistência ao cisalhamento para o grupo zircônia estabilizada por cério e que a aplicação do liner não trouxe benefícios em termos de resistência ao cisalhamento.

Hatta et al (2010) investigou as diferenças de tratamento de superfície na união de uma porcelana de cobertura (Nobel Rondo) e de uma resina composta de recobrimento para zircônia (Estenia C&B). Realizou o tratamento de superfície com deposição de sílica através do sistema Rocatec e, para os valores de grupo controle, os espécimes foram apenas polidos com lixas de polimento #600. Quarenta e oito espécimes foram divididos em 4 grupos (n=12), que foram submetidos ao teste resistência ao cisalhamento, com uma ponta em forma de cinzel, em uma máquina de ensaios mecânicos até a ruptura da interface. Os valores de resistência ao cisalhamento dos grupos Nobel Rondo apresentaram valores duas vezes maiores que os do grupo Estenia C&B, estatisticamente significantes. O tratamento de superfície não alterou os valores para nenhum grupo. Quanto aos padrões de fratura, para os grupos Nobel Rondo foram encontradas falhas predominantemente coesivas na porcelana de cobertura, porém, em alguns espécimes foram encontradas falhas mistas. Já os grupos em que foi aplicada a resina composta Estenia C&B todas as falhas foram adesivas na interface entre os materiais.

López-Mollá et al (2010) comparou a resistência ao cisalhamento entre diferentes sistemas cerâmicos e porcelanas de coberturas com valores obtidos para um grupo controle metalocerâmico a base de CoCr. Os materiais de testados foram o dissilicato de lítio (IPS e.max Press + IPS e.max Ceram), e zircônia (IPS e.max ZirCad + IPS e.max ZirPress e IPS e.max ZirCad + IPS e.max Ceram; Lava Frame+Lava Ceram e Lava Frame+IPS e.max Ceram). O sistema que apresentou

os maiores valores significantes de resistência ao cisalhamento foi o dissilicato de lítio (IPS e.max Press). Não houve diferença estatística entre o grupo controle CoCr em comparação aos grupos zircônia com combinação de materiais de infraestrutura e porcelana de cobertura do mesmo fabricante. Um fato interessante é que os grupos zircônia, nos quais foram aplicadas porcelanas de fabricantes diferentes do material de infraestrutura, apresentaram valores significativamente menores de resistência ao cisalhamento.

Ozkurt et al (2010) comparou a resistência ao cisalhamento entre 4 diferentes sistemas cerâmicos a base de zircônia (Zirkonsahn, Cercon, Lava, DC-Zirkon) e a combinação destes com diferentes porcelanas de cobertura (IPS e.max Ceram, Vita VM7 e a porcelana indicada pelo fabricante para cada sistema). Trinta espécimes foram confeccionados por grupo (n=30). Os espécimes foram submetidos ao teste resistência ao cisalhamento, com uma ponta em forma de cinzel, em uma máquina de ensaios mecânicos até a ruptura da interface. Concluíram que a resistência da união entre a porcelana de cobertura e as infraestruturas de zircônia é afetada pelo sistema utilizado e por diferentes porcelanas. Os grupos DC-Zirkon e Lava apresentaram maiores valores quando combinados com as porcelanas indicadas pelo fabricante. Já os grupos Cercon e Zirkonzahn não apresentaram diferença significativa entre as diferentes combinações de porcelana de cobertura estudadas. Entre os sistemas estudados o que apresentou maiores valores de resistência ao cisalhamento foi o grupo DC-Zirkon, que é torneado a partir de blocos de zircônia totalmente sinterizados. O modo de fratura foi analisado através de um microscópio operatório odontológico com aumento de 25 X e os modos e fratura foram classificados predominantemente em adesivas e mistas.

Benetti et al (2010) estudou a influência da diferença de coeficientes de expansão térmica entre dois de materiais de infraestrutura cerâmicos reforçados por partículas cristalinas infiltradas por vidro (Vita Inceram Alumina e Vita Inceram Zirconia) e diferentes porcelanas de cobertura (Vita VM7, Vita VM9 e Vita VM13) na resistência ao cisalhamento da interface entre estes materiais. A porcelana Vita VM7 exibe um CET ligeiramente menor que os materiais de infraestrutura e é, portanto, altamente compatível com os sistemas e a Vita VM9 apresenta um CET ligeiramente maior, portanto pobremente compatível. Já a porcelana Vita VM13, indicada para sistemas metalocerâmicos, apresenta um CET muito maior que os materiais de infraestruturas testados, o que a torna completamente incompatível termicamente

com os materiais de infraestrutura testados. Os valores de resistência ao cisalhamento dos sistemas cerâmicos foram muito maiores para a porcelana Vita VM7, com valores próximos a 20 MPa. Os valores para a porcelana Vita VM9 foram de 0,9 MPa para o sistema Inceram Alumina e 9,8 MPa para o sistema Inceram Zirconia. Para a porcelana Vita VM13 os valores foram de 0 para ambos os sistemas, já que, em todos os espécimes, houve o descolamento da porcelana de cobertura já durante a fase de queima. Os resultados demonstraram que a compatibilidade térmica entre os materiais de infraestrutura cerâmicos e as porcelanas de cobertura tem uma influência direta na resistência ao cisalhamento da interface entre ambos.

Saito et al (2010) também investigaram a influência da diferença de coeficientes de expansão térmica entre materiais de infraestrutura cerâmicos e porcelanas de cobertura na resistência ao cisalhamento da interface entre eles. Foram testados, como materiais de infraestrutura, um sistema a base de zircônia (Katana) e um a base de liga áurica (Degudent U). Cinco porcelanas de cobertura com diferentes níveis de compatibilidade térmica foram aplicadas sobre as infraestruturas. As discrepâncias de coeficiente de expansão térmica diminuíram a resistência ao cisalhamento da interface zircônia/porcelana de cobertura.

Komine et al (2010) avaliaram a influência da taxa de resfriamento na resistência ao cisalhamento da interface de infraestruturas de zircônia (Katana Zircônia) e porcelanas de cobertura recomendadas para este sistema (Cerabien ZR e IPS e.max Ceram). Os autores testaram dois protocolos de resfriamento: 1 – abertura do forno ao término da queima; 2 – abertura do forno após 4 minutos de resfriamento gradativo dentro do forno até a temperatura de transição vítrea. O protocolo de resfriamento de 4 minutos aumentou significativamente a resistência ao cisalhamento para a porcelana IPS e.max Ceram, o mesmo não ocorreu para a porcelana Cerabien ZR. Todas as fraturas foram classificadas, através de MEV, como coesivas na porcelana de cobertura para ambos sistemas.

Ereifej et al (2011) compararam a resistência ao cisalhamento da união de uma porcelana de cobertura (IPS e.max Ceram) a dois materiais de infraestrutura (IPS e.max ZirCAD – zircônia, e IPS e.max CAD – dissilicato de lítio). Foi realizada análise de fratura em estereoscópio com aumento de 45X. Os autores não encontraram diferença estatisticamente significativa de resistência ao cisalhamento entre os grupos. No entanto, a análise fractográfica revelou fraturas predominantemente coesivas na infraestrutura de dissilicato de lítio e adesivas na

zircônia, o que, segundo os autores, sugere uma melhor união entre a porcelana e o dissilicato de lítio comparado com a zircônia. Os autores propõem que melhorias na técnica de união entre a porcelana de cobertura e a zircônia devem ser investigadas para prevenir a delaminação clínica das restaurações que usam este sistema.

2.3 CICLAGEM TÉRMICA E MECÂNICA

Morena et al (1986) relataram que a fadiga em cerâmicas compreende o crescimento subcrítico de rachaduras, auxiliado pela influência combinada de água e tensões. Um método de fadiga dinâmica foi utilizado para obter parâmetros de crescimento subcrítico de trincas para três cerâmicas dentais: feldspática, aluminizada, e uma policristalina de granulação fina para infra-estruturas. Os experimentos com taxas de tensões constantes foram realizados a 37°C para as três cerâmicas em água destilada, e para a porcelana feldspática, também em saliva. Diferenças consideráveis foram encontradas no valor expoente de crescimento de trincas (n) entre as três cerâmicas. A porcelana feldspática apresentou menor valor de n enquanto a cerâmica de granulação fina teve maior. Não foram observadas diferenças para a cerâmica feldspática em relação aos dados obtidos em água ou saliva. Pequena probabilidade de falha foi percebida na cerâmica de granulação fina. A cerâmica aluminizada foi a intermediária entre estes dois materiais com respeito à probabilidade de falha.

A ciclagem térmica tem sido utilizada como uma técnica de simulação de envelhecimento, já que as restaurações são submetidas a mudanças de temperatura em boca. As variações de temperatura variam de próximo a 0°C (ingestão de sorvete) a próximo de 60°C (ingestão de sanduíches quentes). O tempo máximo de contato com alimentos nessas temperaturas extremas é de no máximo 15 segundos (Gale e Darvell, 1999; Mair e Padipatvuthikul, 2010). Deste modo tais parâmetros devem ser levados em conta na realização de testes que pretendem simular variações de temperatura (ciclagem térmica).

Pröbster et al (1996) compararam a resistência adesiva entre três sistemas titânio/cerâmica e uma liga de Ni-Cr com uma cerâmica convencional, utilizando o teste de flexão de três pontos. O recobrimento com cerâmica foi realizado na parte central da barra. Os grupos experimentais foram divididos, segundo o critério de utilização de envelhecimento artificial, sendo: a) sem tratamento, b) após termociclagem (3000 ciclos de 4°C a 55°C em água), c) noventa

dias de armazenagem em uma solução corrosiva com pH=3.2 (0,1M NaCl; 0,1M de ácido láctico; 0,005M KSCN). Os testes de flexão foram realizados em uma máquina de ensaios universal, e obtidos os valores de resistência adesiva. Os sistemas titânio/cerâmica mostraram valores médios de resistência significativamente menor que sistemas Ni-Cr/cerâmica. Duas de seis cerâmicas do grupo Ti/Vita separaram-se espontaneamente, após termociclagem, mas esta não teve efeito sobre os outros grupos (Ti/De Trey, Ti/Duceratin e Ni-Cr). O armazenamento na solução corrosiva também não mostrou diferença, estatisticamente significativa, entre as amostras tratadas ou não tratadas. Pode-se concluir que a adesão entre titânio e cerâmica é possível de ser obtida, entretanto, com patamares de adesão inferiores ao Ni-Cr.

Sobrinho et (1998) avaliaram a influência da fadiga na resistência à fratura de três sistemas cerâmicos: In Ceram (Vita Zahnfabrik), Optimal Pressable (Opc, Jeneric Pentron), e IPS Empress (Ivoclar-Vivadent). Foram confeccionados corpos-de-prova em forma de coroas, com 8mm de diâmetro e 8,5mm de altura. Cada sistema de cerâmica foi dividido em três grupos: a) as amostras submetidas à fratura sem ciclagem mecânica, b) forças intermitentes aplicadas com incidência de carga entre 20N e 300N e com frequência de 1Hz, em ambiente seco (10000 ciclos), c) amostras imersas em água destilada para a indução da fadiga. Os autores concluíram que as coroas de In-Ceram apresentaram maior resistência à fratura, comparadas ao IPS Empress. O teste não mostrou diferenças estatisticamente significantes entre o grupo In-Ceram e Opc. A resistência à fratura das coroas In-Ceram diminuiu significativamente, após a ciclagem mecânica, estando ou não imersa em água, em relação às não cicladas.

Leibrock et (1999) avaliaram a resistência ao cisalhamento entre sistemas de reparo para cerâmica, o efeito da termociclagem e ciclagem mecânica nesta união, em comparação com o sistema Rocatec para adesão resina-metal. Foram confeccionadas amostras em liga de Co-Cr-Mo e cerâmica Vita VMK-68. Vinte corpos de prova cilíndricos em resina foram cimentados à cerâmica, utilizando-se diferentes sistemas de reparo. A resistência ao cisalhamento foi avaliada após 24h e após simulação de uso em ambiente oral artificial. Foram utilizados 2400 ciclos térmicos (5°/55°C) e 480000 ciclos mecânicos com força de 50N e frequência de 1,66Hz, simulando aproximadamente dois anos de uso. Dois dos grupos testados (Silistor e All-Bond 2) sofreram decréscimo significativo na resistência adesiva, após as ciclagens térmica e mecânica.

Poljak-Guberina et (1999) fizeram um estudo com o propósito de avaliar a resistência à fadiga de uma cerâmica fundida a uma liga de Ag-Pd. Este estudo comparou os valores com aqueles previamente reportados por outros autores. Foram confeccionadas 48 corpos de prova em liga de Ag-Pd (45x12x4mm), sobre as quais foi aplicada cerâmica (25x12x2mm), e divididas em dois grupos. O primeiro foi dinamicamente carregado, após aplicação da cerâmica, enquanto o outro foi previamente termociclado ao carregamento (1000x a 0°C e 55°C). Os ensaios de carga dinâmica foram conduzidos utilizando um teste de três pontos modificado, em uma máquina de ensaios universal. O limite de carga dinâmico determinado foi de 550N para os termociclados, e de 850N para os não termociclados. Foi observada diferença estatisticamente significativa das forças dinâmicas máximas, e número de ciclos de carga entre as amostras termocicladas ou não. Os autores concluíram que existe influência da termociclagem nos resultados finais de adesão.

Itinoche et al (2006) avaliou a influência da ciclagem mecânica na resistência à flexão biaxial de materiais cerâmicos: a) Procera AllCeram, b) In-Ceram Zircônia, c) In-Ceram Alumina, d) IPS Empress 2. Metade dos corpos-de-prova foram divididos em dois subgrupos, de acordo com a presença ou não de ciclagem mecânica (20000 ciclos, carga de 50N e imersão em água destilada a 37°C), antes do teste de resistência à flexão em máquina de ensaios univesal Instron. Os dados foram analisados pelos testes ANOVA e Tukey, e os resultados mostraram que a ciclagem mecânica induziu um decréscimo significativo na resistência à flexão. Foram observadas alterações de superfície pela análise com MEV. O autor concluiu que a ciclagem mecânica diminui a resistência à flexão e foi responsável pelas alterações microscópicas nas áreas de impacto da ciclagem mecânica.

Tróia et al (2003) avaliaram as características de adesão da cerâmica ao titânio comercialmente puro e à liga de titânio (Ti- 6Al-4V), assim como o efeito da ciclagem térmica na resistência adesiva, utilizando um ensaio de flexão de três pontos. Para avaliar o efeito da ciclagem térmica nas amostras, metade sofreu 3000 ciclos entre 4°C ($\pm 2^\circ\text{C}$) e 55°C ($\pm 2^\circ\text{C}$), e tempo de imersão de 10 segundos em cada banho. Os resultados foram comparados com liga de prata-paládio e cerâmica convencional (controle). MEV foi realizada para caracterizar as superfícies fraturadas na interface metal-cerâmica. Testes de comparação múltipla de Anova e Tukey foram utilizados, para analisar os dados com intervalo de confiança de 5%. A ciclagem térmica não influenciou significativamente na resistência adesiva da

interface titânio/cerâmica. Não houve diferença estatisticamente significativa na resistência adesiva do titânio comercialmente puro (23,4MPa para termociclados e 24,99MPa para não termociclados) e Ti-6Al-4V (24,98MPa e 25,60MPa, para termociclados e não termociclados, respectivamente). A resistência adesiva para o grupo controle (47,98 MPa e 45,30 MPa, respectivamente sem e com ciclagem) foi significativamente maior que Ti cp e liga de titânio.

Özcan (2003) relatou que fraturas de cerâmicas de recobrimento em próteses metalocerâmicas, como resultado do tempo de função clínico ou traumas, não é um problema incomum na prática clínica. Estudos indicam que a prevalência de fraturas cerâmicas variam entre 5 e 10% em dez anos de uso. Existe evidência epidemiológica consistente que falhas mecânicas de uma prótese ocorre, após um certo tempo de serviço. Desta forma, estruturas protéticas geralmente não falham como consequência de um simples episódio de aplicação de tensões, mas com o efeito acumulativo de um número grande de cargas comparativamente menores. Pequenas mudanças na microestrutura ou tratamento de superfície podem levar a alterações drásticas na meia vida de restaurações fixas, repetidas tensões e forças podem causar crescimento lento de trincas e a fadiga mecânica. A ciclagem mecânica pode produzir trincas mensuráveis na área de contato, e acumular danos durante a ciclagem mecânica induzindo falhas por fadiga. A ciclagem térmica pode influenciar na união entre materiais devido aos diferentes padrões de expansão e contração destes, dados os diferentes CET.

Vásques et al (2009) avaliaram a influência da ciclagem térmica aliada a ciclagem mecânica na resistência ao cisalhamento da união de três diferentes porcelanas de cobertura (Triceram, Super Porcelain e Vita Titankeramic) a infraestruturas de titânio comercialmente puro. Um grupo controle de liga áurica foi utilizado. Vinte e quatro espécimes foram confeccionados para cada sistema, sendo que metade (n=12) dos espécimes de cada sistema foi submetido a um protocolo de ciclagem térmica de 6000 ciclos entre 5 e 55°C com banhos de imersão de 13 segundos aliado à ciclagem mecânica de 20000 ciclos com carga de 50N e imersão em água destilada a 37°. Todos os espécimes foram então submetidos ao teste de resistência ao cisalhamento em uma máquina de ensaios universais com velocidade de 0,5 mm/min até a fratura. Houve diferença significativa tanto para os diferentes sistemas quanto para a variável ciclagem. O procedimento conjugado de ciclagem térmica e mecânica levou a uma diminuição significativa na resistência ao

cisalhamento para os espécimes de titânio combinados com as porcelanas Super Porcelain e Vita Titankeramic. As falhas foram exclusivamente adesivas para os grupos titânio e coesivas na porcelana de cobertura no grupo controle de liga áurica.

Guess et al (2008) avaliou a resistência ao cisalhamento entre diferentes marcas comerciais de zircônia e porcelanas de cobertura submetidas a ciclagem térmica. Realizaram 20000 ciclos entre 5 e 55°C com tempo de imersão de 45s. O estudo concluiu que a resistência ao cisalhamento entre a zircônia e as porcelanas de cobertura não foi afetada pela ciclagem térmica. Nenhum sistema cerâmico superou os valores de resistência do grupo controle metalocerâmica. Os grupos zircônia apresentaram modos de fratura combinados entre coesivos na porcelana de cobertura e adesivos na interface.

Ashkanani et al (2008) também investigou a influência da ciclagem térmica na resistência ao cisalhamento entre diferentes sistemas a base de zircônia e porcelana de cobertura. Realizaram 5000 ciclos entre 5 e 55°C com tempo de imersão de 20s. Foram encontrados valores significativamente maiores somente para o grupo controle metalocerâmica, independentemente da ciclagem térmica. A ciclagem térmica não demonstrou um efeito efetivo na união entre os materiais. Todos os espécimes de zircônia demonstraram falhas coesivas na porcelana de cobertura.

Blatz et al (2010) investigou a influência da ciclagem térmica na resistência ao cisalhamento entre diferentes sistemas a base de zircônia e porcelana de cobertura. Foram testados 90 espécimes de zircônia (Lava) combinados com três diferentes porcelanas de cobertura (Cerabien ZR, GC Initial e Lava Ceram)(n=30 por sistema). Metade dos espécimes foram submetidos a 10000 ciclos térmicos entre 5 e 60°C com banhos de 15 segundos. Foram encontrados valores significativamente menores para o grupo controle metalocerâmica, independentemente da ciclagem térmica. A ciclagem térmica também não demonstrou um efeito efetivo na união entre os materiais. Todos os espécimes de zircônia demonstraram falhas coesivas na porcelana de cobertura.

2.4 ANÁLISE DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA DAS INTERFACES

O presente estudo procurou analisar as características químicas das interfaces dos diferentes sistemas cerâmicos através de Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios-X ou Energy Dispersive Spectroscopy (EDS).

O EDS ou EDX (energy dispersive x-ray detector) é um acessório essencial no estudo de caracterização microscópica de materiais. Durante o procedimento de MEV, quando o feixe de elétrons incide sobre um mineral, os elétrons mais externos dos átomos e os íons constituintes são excitados, mudando de níveis energéticos. Ao retornarem para sua posição inicial, liberam a energia adquirida a qual é emitida em comprimento de onda no espectro de raios-x. Um detector instalado na câmara de vácuo do MEV mede a energia associada a esse elétron. Como os elétrons de um determinado átomo possuem energias distintas, é possível, no ponto de incidência do feixe, determinar quais os elementos químicos presentes naquele local e assim identificar em instantes que minerais estão sendo observados. O diâmetro reduzido do feixe permite a determinação da composição mineral em amostras de tamanhos muito reduzidos, menores que 5µm, permitindo uma análise quase que pontual (Cai *et al.*, 2001).

Vários trabalhos sobre os sistemas metalocerâmicos procuraram caracterizar a interface entre diferentes ligas metálicas e diferentes porcelanas de cobertura.

Anusavice *et al* (1977) afirmaram que a adesão entre cerâmica e metal é dependente do estabelecimento de uma estrutura contínua de elétrons, através da interface. Tal estrutura é o resultado provável da compatibilidade de íons metálicos na superfície saturada por óxidos com a matriz cerâmica. Este estudo se concentrou na determinação de uma zona de adesão em quatro tipos de composições metalocerâmicas, examinadas pela espectroscopia de energia dispersiva de raios-X. Os corpos-de-prova foram confeccionados em liga Microbond N/P e a cerâmica aplicada segundo tratamentos de superfície e seqüência de queima distintos. As amostras foram escaneadas em uma linha perpendicular a cada interface com aumento de 5000x. Os pontos avaliados foram analisados a intervalos de 1µm e um intervalo total de 15- 16µm. Análise dos elementos dos quatro complexos mostraram a presença de interação predominante de Al-Cr, resultante da formação de um composto de Al-Cr-O ou um complexo óxido misto. Os íons Cr foram providos pela camada de óxido Cr₂O₃ na superfície metálica, e o Al foi unido pelo agente de união inicial de cobertura.

Ringle *et al* (1979) realizaram um estudo com o propósito de caracterizar a microestrutura da interface, entre quatro diferentes ligas metálicas e duas cerâmicas odontológicas, utilizando EDS além de avaliar os perfis de concentração

de elementos químicos na zona de interação metalcerâmica. Amostras foram confeccionadas e, com um detector acoplado a um microscópio eletrônico de varredura, foi realizada a análise por EDS. Áreas de interesse foram examinadas através de pontos analisados na interface, em intervalos regulares, e os perfis de concentração dos elementos gerados, pelos dados obtidos com a leitura destes pontos. Foram observadas nas quatro ligas investigadas fases secundárias ou terciárias, que devem ser consideradas antes da interpretação do comportamento da zona de interação química. Amostras altamente polidas não permitiram visualização destas fases, sendo mais adequado o tratamento químico, que permite a identificação de microestruturas nas ligas. Para análise da composição química, um método menos destrutivo, como o polimento, pode ser utilizado.

Bagby et al (1990) relataram que durante a queima de complexos metalocerâmicos, a cerâmica da interface parcialmente se dissolve, é saturada por óxidos metálicos e encontra-se em equilíbrio termodinâmico com o óxido metálico. Este é saturado com metal, assim um equilíbrio termodinâmico existe entre a interface óxido metálico-metal. Como resultado, uma estrutura eletronicamente contínua é formada partindo do metal, passando pela camada de óxido e chegando à cerâmica, unindo quimicamente as três camadas.

Estudos relativos à análise de interface de porcelanas de coberturas com infraestruturas cerâmicas, até aonde o presente autor tenha conhecimento, ainda não foram publicados. No entanto, Tholey et al (2009), demonstraram, através de análise de microscopia de varredura, que a utilização de um veículo aquoso na aplicação da porcelana de cobertura sobre infra-estruturas de zircônia induz modificações na estrutura da interface entre estas. Atribuiu tais alterações à desestabilização da fase tetragonal da Y-TZP, devido ao contato com esta com a umidade. Confirmou tais achados através de microdifração de raios X em 2010 (Tholey *et al.*, 2010). Ou seja, existe a possibilidade de haver uma interação entre a zircônia e a porcelana de cobertura.

3 Proposição

3 PROPOSIÇÃO

Esta pesquisa teve como objetivo geral avaliar a influência da ciclagem térmica e mecânica, em meio aquoso, na resistência ao cisalhamento da união entre as infraestruturas totalmente cerâmicas de quatro diferentes sistemas cerâmicos e suas respectivas porcelanas de coberturas.

Como objetivo específico, testar as seguintes hipóteses nulas:

1 Não há diferença entre os valores de resistência ao cisalhamento da união de infraestruturas cerâmicas e suas respectivas porcelanas de cobertura antes e após a ciclagem térmica e mecânica em meio aquoso.

2 Não há diferença entre os valores de resistência ao cisalhamento da união da infraestrutura com suas respectiva porcelana de cobertura entre os diferentes sistemas cerâmicos testados.

Busca também avaliar, por meio de fractografia, o padrão de fratura dos espécimes submetidos ao teste de resistência ao cisalhamento e caracterizar quimicamente os elementos presentes ao longo da interface dos diferentes sistemas cerâmicos através de espectroscopia por energia dispersiva de raios X.

Material e Métodos

4 MATERIAL E MÉTODOS

Neste trabalho foram testados quatro sistemas totalmente cerâmicos (dissilicato de lítio; zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítrio (Y-TZP) torneada recoberta por aplicação convencional, Y-TZP torneada recoberta por injeção e alumina infiltrada por vidro) e um sistema metalocerâmico a base de liga de Cobalto Cromo para os valores de grupo controle. As marcas comerciais, fabricantes e porcelanas de cobertura de cada sistema encontram-se na tabela 1. A composição química e propriedades mecânicas dos materiais testados encontram-se na tabela 2.

Tabela 1 – Sistemas cerâmicos testados e respectivas porcelanas de cobertura

Sistema cerâmico	Marca comercial/Fabricante	Porcelana de cobertura
Dissilicato de lítio	IPS e.max Press <i>Ivoclar Vivadent</i>	IPS e.max Ceram <i>Ivoclar Vivadent</i>
Y-TZP	IPS e.max ZirCAD <i>Ivoclar Vivadent</i>	IPS e.max Ceram <i>Ivoclar Vivadent</i>
Y-TZP	IPS e.max ZirCAD <i>Ivoclar Vivadent</i>	IPS e.max ZirPress <i>Ivoclar Vivadent</i>
Alumina infiltrada por vidro	VITA In-Ceram Classic Alumina <i>Vita Zahnfabrik</i>	VITAVM 7 <i>Vita Zahnfabrik</i>
Cobalto Cromo	Fit Cast CoCr <i>Talladium Inc</i>	IPS Inline <i>Ivoclar Vivadent</i>

Para a obtenção dos corpos de prova, aplicação da camada cerâmica e a realização dos testes de resistência ao cisalhamento, foi utilizada uma matriz de aço inoxidável cilíndrica com 30mm de diâmetro e 20mm de comprimento, tendo uma perfuração central de 6,5mm de profundidade e 6mm de diâmetro (Figura 1).

Figura 1 – Esquema gráfico das dimensões da matriz de aço inoxidável

Tabela 2 – Composição química e propriedades mecânicas dos materiais testados (de acordo com os fabricantes)

Material	Composição química (% massa)	Resistência Flexural (MPa)	Coefficiente de expansão térmica (10^{-6} K^{-1})
IPS e.max Press	SiO ₂ = 57; Li ₂ O= 11; K ₂ O= 6.5; P ₂ O ₅ = 5.5; ZnO= 4; ZrO ₂ = 4	400	10.15
IPS e.max ZirCAD	ZrO ₂ = 87; Y ₂ O ₃ = 4; HfO ₂ = 1; Al ₂ O ₃ = 0.5	900	10.75
VITA In-Ceram Classic Alumina	Fase cristalina: Al ₂ O ₃ =100 Fase Vitrea: Al ₂ O ₃ =14; SiO ₂ =14; B ₂ O ₃ =12; TiO ₂ =3; La ₂ O ₃ =39; CeO ₂ =2; CaO=2	500	7,4
Fit Cast CoCr	Co= 61; Cr= 30; Mo=5.9; Si<1; Mn<1	721	14
IPS e.max Ceram	SiO ₂ = 60; Al ₂ O ₃ = 8; Na ₂ O= 6 K ₂ O= 6; ZnO= 2; CaO= 2; P ₂ O ₅ = 1; F= 0.5	90	9.5
IPS e.max ZirPress	SiO ₂ = 57; Al ₂ O ₃ = 12; Na ₂ O= 7 K ₂ O= 6; CaO= 2; ZrO ₂ = 1.5; P ₂ O ₅ = 1; F= 0.5	110	9.75
VITAVM 7	SiO ₂ =66; Al ₂ O ₃ =15; K ₂ O=10; Na ₂ O=3; Cão=2; ZrO ₂ <1)	106	6,9
IPS Inline	SiO ₂ = 59.5; Al ₂ O ₃ = 13; K ₂ O= 10; Na ₂ O= 4	80	12.6

Uma perfuração auxiliar com 2mm de diâmetro, confeccionada desde a base da matriz até a base da perfuração central, serviu para a remoção dos padrões e corpos de prova com o auxílio de um pino metálico. O conjunto de componentes da matriz é composto ainda por uma base metálica à qual a matriz é parafusada para adaptação na máquina de ensaios e por um disco de 6mm de diâmetro por 2mm de espessura, que corresponde à espessura da camada de cerâmica. Desta forma, foram obtidos padrões cilíndricos de metal ou cerâmica padronizados com dimensões de 6mm de diâmetro e 5mm de espessura(Figura 2I e II).

Figura 2 – I e II: Conjunto de componentes: · A) Base
B) Matriz (II b, em corte esquemático)
C) Pino - remoção dos corpos de prova
D) Disco espaçador

4.1 CONFECÇÃO DOS PADRÕES DE INFRAESTRUTURA

4.1.1 GRUPO CoCr

4.1.1.1 CONFECÇÃO DOS PADRÕES DE CERA

Para a confecção dos padrões a cera (Cera regular – Kota Ind. e Com. Ltda.) foi liquefeita em estufa a 75°C e vertida com o auxílio de um contagotas no interior da matriz de aço, estando o disco espaçador dentro da mesma. Após o resfriamento da cera, os padrões foram removidos por meio da introdução do pino metálico na perfuração auxiliar e armazenados em um recipiente com água até os procedimentos de inclusão e fundição.

O posicionamento do disco espaçador dentro da perfuração da matriz determinou as dimensões dos padrões de cera em 6mm de diâmetro e 4,5mm de espessura (Figura 3I e II).

Figura 3I e II – Esquema para enceramento dos padrões

- A) Matriz
- B) Padrão de cera
- C) Disco espaçador

4.1.1.2 INCLUSÃO E FUNDIÇÃO

Os padrões de cera foram incluídos em grupos de oito espécimes num mesmo anel de fundição. Foram posicionados em uma base formadora de cadinho, presos por condutos de alimentação pré-fabricados (Figura 4), sobre a qual um anel de silicone era adaptado.

Figura 4 – Padrão de cera montados em condutos de cera pré-fabricados.

Para a inclusão dos padrões foi usado o revestimento à base de cerâmica granulada Micro Fine 1700 (Talladium Inc.). O líquido foi colocado na cuba de borracha e o pó acrescentado sobre o mesmo, sendo inicialmente espatulado de forma manual por 15 segundos para incorporação do pó com o líquido. Em seguida, foi realizada a espatulação mecânica a vácuo por 60 segundos, sendo então vertido dentro do anel sob vibração mecânica. Decorridos 30 minutos para a presa do revestimento, a base formadora de cadinho foi retirada e o revestimento levado ao forno elétrico (EDG-FA IV, EDG Equipamentos e Controles Ltda.) à temperatura de 300°C durante 60 minutos, para eliminação da cera.

Em seguida, a temperatura foi aumentada até 900°C por um período de 60 minutos para o pré-aquecimento do bloco de revestimento.

Utilizou-se uma liga de cobalto/cromo (Fit Cast Cobalto – Talladium Inc.). O procedimento de fundição foi realizado com uma máquina centrífuga (J. Safrany) com cinco voltas em sua mola e um maçarico de furos múltiplos utilizando uma mistura de propano-oxigênio e pressão indicados pelo fabricante. Após a fundição, o bloco de revestimento foi deixado em temperatura ambiente até atingir o

resfriamento total. Com discos de carborundum, os blocos de revestimentos foram seccionados sem comprometer o metal em seu interior e os resíduos de revestimento aderidos foram removidos com um jato de óxido de alumínio com pressão de 80 lb/pol² (Trijato – Odonto Larcon).

4.1.1.3 TRATAMENTO DOS PADRÕES METÁLICOS

As peças metálicas foram limpas de todos os resíduos de revestimento com a utilização de espátulas de Hollembach, Le Cron, brocas de aço e pontas de óxido de alumínio. Tiveram seus condutos de alimentação cortados com discos de carborundum e pedras de óxido de alumínio (Dentorium Inc.) em motor de baixa rotação e passaram por ajustes de remoção de excessos e adaptação no interior da matriz (Figuras 5).

Figura 5 – Corte dos condutos de alimentação e ajustes do padrão metálico.

Após a perfeita adaptação na matriz, os padrões foram limpos em aparelho ultra-sônico, lavados em água corrente e jateados com óxido de alumínio 50µm (Microjato – Bioart) para a homogeneização da textura superficial, sendo então, limpos e secos com jatos de ar.

Em seguida, os padrões metálicos foram levados ao forno e aquecidos a 980°C sem vácuo durante dez minutos, para a oxidação da superfície, lavados em água destilada e secos, não sendo mais tocados até a aplicação da cerâmica.

4.1.2 GRUPO DISSILICATO DE LÍTIO

4.1.2.1 CONFECÇÃO DOS PADRÕES DE CERA

Os padrões de cera foram confeccionados da maneira descrita para o grupo CoCr.

4.1.2.2 INCLUSÃO E INJEÇÃO

Os padrões de cera foram incluídos em grupos de cinco espécimes num mesmo anel de injeção. A cere GEO Classic bege opaque foi utilizada para este grupo seguindo indicações de técnicos especializados neste material.

Os padrões de cera foram posicionados na base específica para o processo de injeção (IPS e.max base de anel 200 g – Ivoclar Vivadent), presos por condutos de alimentação pré-fabricados de 3mm de diâmetro, sobre a qual um anel de silicone (IPS e.max Anel de Silicone grande - 200g - Ivoclar Vivadent) era adaptado (Figura 6).

Figura 6 – Base e anel de inclusão para injeção.

Para a inclusão foi usado o revestimento IPS PressVEST Speed (Ivoclar Vivadent). O líquido foi proporcionado de acordo com o recomendado pelo fabricante para o anel de inclusão de 200g, ou seja, 32ml de líquido do sistema misturado a 22ml de água destilada, colocado na cuba de borracha e o pó acrescentado sobre o mesmo, sendo inicialmente espatulado de forma manual por 20 segundos para incorporação do pó com o líquido. Em seguida, foi realizada a espatulação mecânica a vácuo por 2,5 minutos, sendo então vertido dentro do anel sob vibração mecânica. Decorridos 30 minutos para a presa do revestimento, a base formadora de cadinho foi retirada e o revestimento levado ao forno elétrico (EDG-FA IV, EDG Equipamentos e Controles Ltda.) à temperatura de 850°C durante 60 minutos, para eliminação da cera.

Após a retirada do anel revestimento do forno elétrico, foi inserida a pastilha cerâmica de dissilicato de lítio de alta opacidade (IPS e.max Press HO - Ivoclar Vivadent) dentro do canal de alimentação formado, e sobre esta. posicionado o êmbolo para injeção (IPS e.max Alox Plunger HO - Ivoclar Vivadent) (Figura 7) O

processo de injeção foi realizada no forno Programat EP 3000 (Ivoclar Vivadent) com programação específica para injeção de pastilhas de dissilicato de lítio (tabela 3). Após a injeção, o bloco de revestimento foi deixado em temperatura ambiente até atingir o resfriamento total. Por fim, utilizou-se um disco de carborundum para dividir o bloco de revestimento sem comprometer a cerâmica em seu interior e a remoção grosseira do revestimento foi realizada com um jato de pérolas de vidro com 4 bar (60 psi) de pressão (Trijato – Odonto Larcon). A remoção final foi realizada com somente 2 bar (30 psi) de pressão (Figura 8).

Tabela 3 – Parâmetros de injeção IPS e.max Press para anel de 200 g

	TI (°C)	t↑ (°C/min)	TF (°C)	TP (min)	TA (°C)
<i>IPS e.max</i>					
<i>Press</i>					
Pastilha HO	700	60	930	25	-
Ti, temperatura inicial; t↑, taxa de elevação de temperatura; TF, temperatura final; TP, tempo de permanência; TA, Temperatura de abertura do forno

Figura 7 – Inserção da pastilha de dissilicato de lítio e do êmbolo de injeção.

Figura 8 – Padrões de dissilicato de lítio após a desinclusão.

4.1.2.3 TRATAMENTO DOS PADRÕES DE DISSILICATO DE LÍTIO

As peças cerâmicas foram limpas de todos os resíduos de revestimento. Foram então mergulhadas em solução de ácido hidrofúorídrico (IPS e.max Press Invex Liquid, Ivoclar Vivadent) por 20 minutos de acordo com a recomendação do fabricante e lavados com água corrente, seguido do jateamento com jato de óxido de alumínio para remoção da camada reativa. Os condutos de alimentação foram cortados com discos diamantados sinterizados sob refrigeração em motor de baixa rotação e passaram por ajustes de remoção de excessos e adaptação no interior da matriz.

Após a perfeita adaptação na matriz os padrões foram limpos em aparelho ultra-sônico, e lavados em água corrente.

4.1.3 GRUPO ALUMINA INFILTRADA POR VIDRO

Para a confecção dos padrões de infraestrutura de alumina infiltrada por vidro foi utilizada a mesma matriz metálica descrita anteriormente. No entanto, no lugar da cera, foi aplicada a barbotina no espaço correspondente à infraestrutura.

Na preparação da barbotina foram utilizados 38g de pó de Vita In-Ceram Alumina Powder, uma ampola de líquido de mistura de Vita In-Ceram Alumina e uma gota de aditivo Vita In-Ceram Alumina. Pequenas porções dos 38g de Pó Vita In-Ceram Alumina Powder foram misturadas ao conteúdo da ampola e da gota de aditivo em um recipiente de vidro sobre um aparelho de vibração mecânica. O

processo de mistura foi interrompido por três vezes para que a mistura pudesse ser colocada em um aparelho de ultra-som durante 2min em cada interrupção imerso em água gelada conforme recomendação do fabricante. Após a completa mistura das 38g de pó, a mistura foi recolocada no aparelho de ultra- som, durante 7min. Ao final, a barbotina apresentou uma consistência completamente homogênea e foi submetida ao vácuo por 1min. A mistura foi aplicada no interior da matriz com um pincel de pelo sintético no 5. Os excessos foram removidos com uma lâmina de bisturi no11.

A sinterização foi realizada no forno Vita Incerammat com o ciclo térmico recomendado pelo fabricante. Primeiramente os padrões cilíndricos sofreram um aquecimento gradual durante 6h a temperatura de 150°C e, em um segundo estágio, a temperatura elevou-se até 1120°C durante 2h. Esta temperatura foi mantida por 2h.

Com o forno fechado, foi realizado o resfriamento até 400°C. Após atingir esta temperatura a porta do forno foi aberta para o resfriamento até a temperatura ambiente.

Os padrões cilíndricos foram ajustados com pontas diamantadas em baixa rotação. A espessura também foi regularizada durante esta fase com auxílio de espessímetro.

Uma mistura de pó de vidro Vita In-Ceram Alumina Glass Powder com água destilada foi generosamente aplicada sobre toda a superfície do padrão cilíndrico, o qual foi colocado sobre uma folha de platina e levada ao forno Vita Incerammat para o ciclo térmico de infiltração do vidro. O forno foi aquecido até a temperatura de 1140°C durante 50min e esta foi mantida por 2h e 30min. O resfriamento foi gradual até a temperatura de 400°C com a porta do forno fechada e, posteriormente, aberta para que ocorresse o resfriamento até a temperatura ambiente.

Após o processo de infiltração, o excesso de vidro foi removido com pontas diamantadas de granulação grossa e jateadas com partículas de óxido de alumínio de 50µm com 6bar de pressão. Os padrões voltaram ao forno por 10min à temperatura de 960°C, seguido por novo jateamento, para a remoção de vidro residual. Após isto, foram ajustados quanto à forma e assentamento até adaptarem-se perfeitamente no interior da matriz metálica.

4.1.4 GRUPOS ZIRCÔNIA

4.1.4.1 DESENHO VIRTUAL DOS PADRÕES DE INFRAESTRUTURA

O desenho dos padrões de infraestrutura foi realizado utilizando-se o software inLab 3D (Sirona Dental Systems) . Optou-se por realizar o desenho através do modo de correlação (duplo escaneamento), de modo que foram escaneados primeiro os anéis espaçadores, simulando preparos, a após isto o conjunto anel e padrão de cera obtido na matriz, simulando um enceramento sobre preparo. Deste modo obteve-se o formato desejado para o corpo de prova (Figura 9). Esta forma de escaneamento foi a solução encontrada para garantir a padronização dos corpos de prova, já que o software é programado para desenhar padrões anatômicos dentários, o que dificultou a obtenção de um padrão geométrico regular.

Figura 9 – Padrões cilíndricos desenhados no software inLab 3d.

4.1.4.2 FRESAGEM E SINTERIZAÇÃO DOS PADRÕES DE INFRAESTRUTURA

Os padrões cilíndricos foram fresados na unidade fresadora CEREC 3 MC XL (Sirona Dental Systems) (Figura 10). Foram torneados dois cilindros por bloco de zircônia (bloco IPS e.max Zircad C15/L – Ivoclar Vivadent), de modo que ao final da fresagem obtinha-se o padrões observados na figura 11.

Figura 10 – Fresagem dos blocos de zircônia.

Figura 11 – Blocos de zircônia após a fresagem.

Foi realizado então o corte dos conectores e acabamento pré-sinterização com discos diamantados e pedras específicas para zircônia.

A sinterização foi realizada no forno Sinramat (Ivoclar Vivadent) com temperatura de 1500°C por aproximadamente 8 horas, resultando na finalização dos padrões de infraestrutura que foram limpos em aparelho ultra-sônico e lavados em água corrente antes da aplicação da cerâmica de cobertura (Figura 12).

Figura 12 – Padrões de zircônia após a sinterização.

4.2 APLICAÇÃO DA PORCELANA

A porcelana de cobertura foi aplicada de acordo com as instruções do fabricante de cada sistema cerâmico para preparo das massas, condensação, temperatura e tempo de cocção (Tabela 4).

Primeiramente, foi aplicado o opaco para o sistema CoCr. O opaco do sistema IPS Inline é apresentado na forma de pasta. Uma primeira camada do mesmo foi aplicada cuidadosamente. Os padrões metálicos foram seguros com o auxílio de uma pinça para facilitar a preensão e, com a utilização de um pincel de pelos macios, o opaco foi aplicado em pequenas quantidades, de forma a “molhar” a superfície do metal com cerâmica, garantindo a perfeita união entre esta e a liga, sendo em seguida queimados. Após o resfriamento, uma segunda camada foi aplicada, de forma semelhante à primeira, mas agora com uma espessura maior e com o objetivo de mascarar o metal. Para os grupos Y-TZP foi aplicado apenas uma camada do agente de união recomendado pelo fabricante (IPS e.max Ceram Zirliner) e, em seguida, apenas para o sistema de aplicação convencional, uma queima de “wash” ou fundação, que consiste na aplicação uma fina camada da própria porcelana de cobertura do sistema. Para os grupos dissilicato de lítio e alumina infiltrada por vidro realizou-se apenas uma queima de “wash” ou fundação, como preconizado pelo fabricante, apenas com a própria porcelana de cobertura.

A queima das camadas de cerâmica foi realizada no forno Programat EP 3000 (Ivoclar Vivadent).

Tabela 4 – Temperatura e tempo de cocção das porcelanas utilizadas

Cerâmicas	Ti (°C)	TS (min)	t↑ (°C/min)	TF (°C)	TP (min)	TA (°C)
<i>IPS Inline</i>						
Opaco	403	6	100	930	2	-
Dentina	403	4	60	910	4	-
Glazeamento	403	6	60	850	1	-
<i>IPS e.max</i>						
<i>Ceram + IPS</i>						
<i>e.max Press</i>						
Wash	403	4	50	750	1	-
Dentina	403	4	50	750	1	-
Glazeamento	403	6	60	725	1	-
<i>IPS e.max</i>						
<i>Ceram + IPS</i>						
<i>e.max Zircad</i>						
Zirliner	403	4	40	960	1	-
Wash	403	4	40	750	1	-
Dentina	403	4	40	750	1	-
Glazeamento	403	6	60	725	1	450
<i>Vita Vm7</i>						
Wash	500	7.3	60	950	1	-
Dentina	500	7.27	55	910	1	-
Glazeamento	500	5	80	900	1	-

Ti, temperatura inicial; TS, tempo de secagem; t↑, taxa de elevação de temperatura; TF, temperatura final; TP, tempo de permanência; TA, Temperatura de abertura do forno

A queima das camadas de cerâmica foi feita no forno Programat EP 3000 (Ivoclar Vivadent).

Para a aplicação da camada de corpo a matriz foi posicionada sobre uma bancada e os padrões de infraestrutura foram então adaptados em seu interior. As massas cerâmicas foram preparadas e aplicadas por meio de um pincel no interior da matriz. Os excessos de água foram removidos com lenços absorventes e a condensação da cerâmica foi feita com pressão manual, de acordo com as técnicas de condensação da cerâmica.

Em seguida à aplicação, os corpos de prova foram removidos cuidadosamente (Figura 13) e levados ao forno para serem queimados de acordo as instruções de cada fabricante. Após o resfriamento, passaram por uma avaliação para a observação de possíveis imperfeições, bolhas ou falhas de aplicação. Aqueles que necessitaram de ajustes foram recolocados na matriz e uma segunda camada de cerâmica foi aplicada.

Figura 13 – Cerâmica aplicada

Para o grupo 5 (IPS e.max ZirCAD + IPS e.max Zirpress), a aplicação foi realizada através do sistema de injeção. O processo de injeção foi realizado de acordo com as instruções do fabricante. Após a queima do agente de união Zirliner (Ivoclar Vivadent), os padrões de infraestrutura foram inseridos na matriz sem o anel espaçador, e verteu-se cera no espaço correspondente ao de aplicação de cerâmica. Foram incluídos em grupos de cinco espécimes num mesmo anel de injeção e levados ao forno para eliminação da cera.

Os padrões foram posicionados na base específica para o processo de injeção (IPS e.max base de anel 200 g – Ivoclar Vivadent), presos por condutos de alimentação pré-fabricados de 3mm de diâmetro sobre a qual um anel de silicone (IPS e.max Anel de Silicone grande - 200g - Ivoclar Vivadent) era adaptado (Figura 14).

O processo de inclusão e injeção foi realizado da mesma maneira que o grupo 4 (IPS e.max Press,) porém o programa de injeção escolhido foi específico para as pastilhas de porcelana de cobertura ZirPress (Ivoclar Vivadent) (tabela 5). A queima de glazeamento foi realizada da mesma maneira descrita para o grupo IPS e.max Ceram + IPS e.max Zircad (tabela 4). Observe, na figura 15, os espécimes após a injeção.

Figura 14 – Espécimes montados em base para injeção de cerâmica de cobertura.

Tabela 5 – Parametros de injeção IPS e.max Press

	TI (°C)	t↑ (°C/min)	TF (°C)	TP (min)	TA (°C)
<i>IPS e.max</i>					
<i>Press</i>					
Pastilha HO	700	60	910	15	-

Ti, temperatura inicial; t↑, taxa de elevação de temperatura; TF, temperatura final; TP, tempo de permanência; TA, Temperatura de abertura do forno

Figura 15 – Espécimes após injeção de cerâmica de cobertura.

A separação dos condutos de alimentação foi realizada com disco diamantado sinterizado sob refrigeração e, após isto, foi feito o acabamento dos espécimes para adaptação na matriz. Após estas etapas, todos os corpos de prova foram submetidos a uma queima de glaze.

Após a conclusão dos corpos de prova (Figura 16), os mesmos foram adaptados à matriz de modo que somente a porção cerâmica permaneceu de fora, com a finalidade de se aplicar a força na interface infraestrutura / porcelana de cobertura (Figura 17).

Figura 16 – Corpos de prova concluídos

Figura 17 – Corpo de prova em posição, apenas a porção de porcelana fica exposta

4.3 DIVISÃO DOS GRUPOS EXPERIMENTAIS

Os corpos-de-prova foram divididos em dez grupos experimentais, descritos na tabela 6. Para cada sistema testado houve a divisão em dois subgrupos, de acordo com o parâmetro de simulação de uso. Desta forma, metade dos corpos-de-prova não foi submetida a nenhum tipo de ciclagem, e a outra sofreu ciclagem térmica e mecânica. Cada subgrupo foi composto por dez corpos de prova. Um corpo de prova adicional foi confeccionado para cada sistema para realização das análises por MEV e EDS.

Tabela 6 – Divisão dos grupos experimentais

Grupo	Sistemas	Ciclagem	n
1	Cobalto Cromo (CoCr)	Com ciclagem térmica e mecânica	10
2	Cobalto Cromo	Sem ciclagem térmica e mecânica	10
3	Dissilicato de Lítio (DL)	Com ciclagem térmica e mecânica	10
4	Dissilicato de Lítio	Sem ciclagem térmica e mecânica	10
5	Y-TZP + Aplicação convencional (ZC)	Com ciclagem térmica e mecânica	10
6	Y-TZP + Aplicação convencional	Sem ciclagem térmica e mecânica	10
7	Y-TZP + Aplicação por injeção (ZI)	Com ciclagem térmica e mecânica	10
8	Y-TZP + Aplicação por injeção	Sem ciclagem térmica e mecânica	10
9	Alumina infiltrada por vidro (AI)	Com ciclagem térmica e mecânica	10
10	Alumina infiltrada por vidro	Sem ciclagem térmica e mecânica	10

4.4 CICLAGEM TÉRMICA E MECÂNICA EM H₂O

Para a realização das ciclagens térmica e mecânica, foram utilizados 6000 ciclos térmicos (5°/55°C) em máquina termocicladora (Elquip) (Vasquez, Ozcan e Kimpara, 2009; Blatz *et al.*, 2010), com banhos de 15 segundos e tempo de transferência de 5 segundos (Figura 18). A ciclagem mecânica utilizada foi de 20000 ciclos, com 50N de carga e frequência de 1Hz (Itinoche *et al.*, 2006; Vasquez, Ozcan e Kimpara, 2009), perpendicularmente ao longo eixo da amostra, em máquina de ciclagem mecânica na qual é possível inserir seis corpos de prova simultaneamente imersos em água a 37° (Elquip) (Figura 19). Esta foi realizada com auxílio de um dispositivo desenvolvido para tal fim, no qual a base foi fixada na máquina de ciclagem e, dentro da mesma, alojado o corpo-de-prova (Figura 20).

Figura 18 – Máquina de ciclagem térmica

Figura 19 – Máquina de ciclagem mecânica

Figura 20 – Espécime montado para ciclagem mecânica

4.5 TESTE DE RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO

Os ensaios foram realizados na máquina de ensaios mecânicos EMIC. Uma ponta ativa em forma de hemicunha com 0,5mm de espessura foi conectada à célula de carga de 500kgf com velocidade de 0,5mm por minuto (Figura 21). Realizou-se a compressão vertical até o momento da ruptura da camada de porcelana, quando um software registrou o valor da carga máxima aplicada.

Figura 21 – Ensaio mecânico de cisalhamento

4.6 ANÁLISE MICROSCÓPICA

4.6.1 ANÁLISE EM ESTEREOMICROSCÓPIO

Para a análise das estruturas remanescentes dos corpos de prova, após os ensaios mecânicos, e verificação dos padrões de fratura, foi utilizada uma lupa estereomicroscópica Stemi 2000-C (Karl Zeiss), com aumento de 16x, acoplado a uma câmera digital Sony Cybershot DCS-S85, de 4.1 megapixel. Todas as amostras levadas ao ensaio mecânico de cisalhamento foram analisadas, tanto em sua porção de infraestrutura, quanto na porção de porcelana de cobertura, para a visualização das superfícies de fratura.

4.6.2 ANÁLISE TOPOGRÁFICA COM MEV

As amostras fraturadas foram levadas para observação da topografia da fratura em microscopia eletrônica de varredura.

Para tal, as partes das amostras fraturadas foram limpas em aparelho de ultra-som (Vitasonic II, Vita Zanhfabrik), com alta frequência (35 kHz), imersas em álcool isopropílico, durante dez minutos, e foi aguardada a secagem das mesmas. As amostras foram posicionadas numa plataforma de alumínio stub, e realizou-se a metalização das mesmas, com uma fina camada condutora de ouro (50 a 100

Angstrom), depositada via vaporização ou sputtering iônico, em máquina metalizadora Denton Vacuum Inc (Modelo Desk II).

A análise topográfica das superfícies fraturadas foram observadas, por meio do microscópio eletrônico de varredura da marca LEO 1450-VP, da LEO-Zeiss, equipado com software digital, para análise das condições de fratura e das interfaces. A obtenção das imagens foi obtida por de escaneamento de feixe de elétrons secundários, utilizando alto vácuo na região do feixe de elétrons, tensão de aceleração de 15kV e distância de trabalho de 29mm.

4.6.3 – ANÁLISE QUÍMICA VIA MEV+EDS

A análise dos elementos químicos presentes nos substratos metálicos e cerâmicos foi feita utilizando a técnica de EDS (Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios-X ou Energy Dispersive Spectroscopy), emitidos por cada elemento componente de uma amostra, como resultado da incidência de um feixe de elétrons na superfície desta amostra em análise. O espectrômetro EDS está acoplado ao microscópio eletrônico de varredura (MEV) utilizado para as análises.

Um corpo-de-prova de cada sistema foi reservado para a realização das leituras da interface infraestrutura/porcelana de cobertura. As amostras foram embutidas em resina epóxi incolor, com a finalidade de dar maior resistência ao conjunto, para posterior secção longitudinal. Em lixadeira mecânica, uma das faces do corpo-de-prova foi aplainada para a evidenciação da interface de união. Para isto foi utilizada uma sequência de lixas d'água 220 e 400, desgastando aproximadamente 1mm em profundidade. Em seguida, foi realizado o polimento, utilizando uma politriz mecânica, com pasta de diamante, de 6 μ m, 3 μ m e 1/4 μ m. Entre cada granulação, colocou-se o corpo-de-prova mergulhado em banho de água destilada sob ultra-som por 5min.

A análise foi realizada na interface das amostras de cada grupo, utilizando um MEV modelo LEO 1450-VP, da LEO-Zeiss, Inglaterra, acoplado ao sistema EDS da Oxford e o programa INCA Energy com detector EDS de 133 eV de resolução. As leituras de cada amostra foram realizadas a uma distância de trabalho de 15 mm e 20kV de voltagem de aceleração (20keV de energia de aceleração). As imagens das amostras e de suas interfaces foram obtidas utilizando o modo de elétrons retroespalhados. Foi realizado o escaneamento linear sobre uma linha reta perpendicular à interface, onde foram obtidos espectros de energias de raios X, que foram usados para a análise composicional ao longo da interface.

Desta forma, as análises composicionais foram realizadas pela obtenção de perfis de sinal de cada elemento químico, presentes ao longo da interface metal/cerâmica e ceramo/cerâmica.

4.7 – ANÁLISE ESTATÍSTICA

A análise estatística foi realizada com o software STATISTICA (versão 5.5, StatSoft Inc., 2000). As médias de cada grupo foram analisadas pelo teste ANOVA a 2 critérios com a resistência ao cisalhamento como a variável dependente e as combinações de diferentes sistemas cerâmicos e a condição de ciclagem como os fatores independentes. O nível de significância adotado foi o valor convencional de 5%. Comparações múltiplas foram realizadas através do teste de Tukey.

5 Resultados

5 RESULTADOS

5.1- ENSAIO DE CISALHAMENTO

A influência dos cinco diferentes sistemas testados e dos procedimentos de ciclagem, sobre a tensão de ruptura no ensaio de cisalhamento, constitui dez condições experimentais estudadas.

Os dados obtidos nestas condições estão apresentados no Apêndice A. A estatística descritiva dos mesmos é apresentada na Tabela 7 e representada com o gráfico de colunas (Gráfico 1), mostrados a seguir.

Tabela 7 – Média ($\pm$ desvio padrão) dos dados de resistência ao cisalhamento, para os diferentes sistemas totalmente cerâmicos e o sistema metalocerâmico (controle) e as duas condições de ciclagem (MPa)

Ciclagem	Sistemas				
	CoCr	Dissilicato de Lítio (DL)	Y-TZP Aplicação por injeção (ZI)	Y-TZP Aplicação convencional (ZC)	Alumina infiltrada por vidro (Al)
Sem (n=10)	33,85 $\pm$ 8,23	27,13 $\pm$ 5,98	22,76 $\pm$ 2,54	23,08 $\pm$ 1,96	19,24 $\pm$ 2,04
Com (n=10)	35,59 $\pm$ 5,97	27,02 $\pm$ 4,79	24,40 $\pm$ 2,74	21,84 $\pm$ 2,10	17,05 $\pm$ 1,25
Com + Sem (n=20)	34,72 $\pm$ 7,05	27,07 $\pm$ 5,28	23,58 $\pm$ 2,71	22,46 $\pm$ 2,08	18,15 $\pm$ 1,99

Gráfico 1 – Representação gráfica das médias e desvios-padrão dos dados de resistência obtidos no ensaio de cisalhamento para as condições experimentais.

Verifica-se, com as informações acima, que para um mesmo sistema, encontrou-se valores próximos da resistência ao cisalhamento e do desvio padrão antes e após a ciclagem.

Quando se aplica o teste de análise de variância de dois fatores (ANOVA, 2 way) para avaliar a influência das variáveis, ou seja, tipo de material e procedimento de ciclagem, observa-se que a variável ciclagem não é estatisticamente significativa. Já a variável diferentes sistemas apresenta diferença estatisticamente significativa (Tabela 8). Deste modo, rejeitou-se a primeira hipótese nula, de que não haveria diferença de resistência ao cisalhamento entre os diferentes sistemas, e aceitou-se a segunda hipótese nula, de que não haveria diferença entre a resistência ao cisalhamento antes e após os procedimentos de ciclagem térmica e mecânica conjugadas.

Tabela 8 – Teste de análise de variância (ANOVA) para os dados de resistência ao cisalhamento (MPa) obtidos no ensaio mecânico

	gl	QM	F	p*
Sistemas	4	770.00	40.51	0.0000
Ciclagem	1	0.03	0.00	0.9709
Interação	4	15.14	0.80	0.5305

*p<0,05 indica diferença estatisticamente significativa

Por tal motivo optou-se por realizar-se o teste de Tukey para comparações múltiplas somente para a variável diferentes sistemas. Assim, foram comparadas as médias que representam a soma de todos os espécimes (com e sem ciclagem) para cada sistema. O grupo metalocerâmica apresentou os maiores valores de resistência ao cisalhamento. Todas as comparações estão descritas na tabela 9.

Tabela 9 – Resultado da comparação das médias de resistência ao cisalhamento entre os diferentes sistemas testados (valores em Mpa)

Grupo	Sistema Cerâmico		n	Média	SD	Letra*
	Infraestrutura	Porcelana				
CoCr	<i>Fit Cast CoCr</i>	<i>IPS Inline</i>	20	34,72	± 7,05	a
DL	<i>IPS e.max Press</i>	<i>IPS e.max Ceram</i>	20	27,07	± 5,28	b
ZI	<i>IPS e.max ZirCAD</i>	<i>IPS e.max ZirPress</i>	20	23,58	± 2,71	bc
ZC	<i>IPS e.max ZirCAD</i>	<i>IPS e.max Ceram</i>	20	22,46	± 2,08	c
AI	<i>VITA In-Ceram</i> <i>Classic Alumina</i>	<i>VITA VM 7</i>	20	18,15	± 1,99	d

*Valores com a mesma letra não são diferentes estatisticamente pelo teste de Tukey com $p < 0,05$.

5.2 ANÁLISE MICROSCÓPICA

5.2.1 ANÁLISE EM ESTEREOMICROSCÓPIO

As imagens sugerem falhas distintas entre os grupos. O grupo controle CoCr mostrou falhas predominantemente adesivas e os fragmentos de porcelana de cobertura destes grupos levaram consigo a camada de óxido, sugestivo de falha adesiva entre a camada de óxido e o metal. O grupo DL apresentou predominantemente falha coesiva na infraestrutura. Já para os grupos a base de zircônia, houve dificuldade de classificação do tipo de fratura através de microscopia ótica, já que o remanescente de porcelana aderida à infraestrutura muitas vezes se confundia com o padrão de infraestrutura. Porém foi possível sugerir uma possível camada finíssima de porcelana aderida, fato que foi confirmado pela análise de microscopia eletrônica de varredura.

Imagens representativas de cada sistema podem ser vista abaixo (figuras 22 a 26).

Figura 22 – Padrão de fratura para o grupo CoCr visualizado em microscopia ótica. À esquerda porção de infraestrutura, à direita porção de porcelana de cobertura. Observe a camada de oxido aderida à porcelana.

Figura 23 – Padrão de fratura para o grupo DL visualizado em microscopia ótica. À esquerda porção de infraestrutura, à direita porção de porcelana de cobertura. Observe a direção da fratura (seta vermelha) que resultou na fratura coesiva na infraestrutura, o que sugere uma boa união entre os materiais.

Figura 24 – Padrão de fratura para o grupo ZC visualizado em microscopia ótica. À esquerda porção de infraestrutura, à direita porção de porcelana de cobertura. Observe uma fina camada brilhante da camada de porcelana de cobertura aderida a infraestrutura, sugestivo de fratura coesiva na porcelana de cobertura. Tais achados foram confirmados através de MEV.

Figura 25 – Padrão de fratura para o grupo ZI visualizado em microscopia ótica. À esquerda porção de infraestrutura, à direita porção de porcelana de cobertura. Observe a mesma situação apresentada para o grupo ZC (Figura 24).

Figura 26 – Padrão de fratura para o grupo AI visualizado em microscopia ótica. À esquerda porção de infraestrutura, à direita porção de porcelana de cobertura. Observe a porção de porcelana aderida à infraestrutura.

5.2.2 – ANÁLISE TOPOGRÁFICA COM MEV

As superfícies de fratura foram analisadas de modo a esclarecer a análise realizada em estereomicroscópio. As análises em MEV permitiram um contraste e um nível de ampliação muito superiores ao da microscopia ótica, e estes foram essenciais para determinar, principalmente nos grupos ZI e ZC, se havia porcelana de cobertura aderida à infraestrutura. As imagens representativas para cada grupo encontram-se abaixo (figuras 27 a 34).

Figura 27 – Padrão de fratura para o grupo CoCr visualizado em MEV. Observe uma pequena porção de porcelana remanescente, e o metal exposto em quase sua totalidade.

Figura 28 – Padrão de fratura para o grupo DL visualizado em MEV. Observe uma pequena porção de porcelana remanescente e a fratura coesiva na infraestrutura de dissilicato de lítio.

Figura 29 – Padrão de fratura para o grupo ZC visualizado em MEV. Observe a porcelana aderida na infraestrutura. Um maior aumento na região em destaque (*) revela que existe remanescente aderido em toda a extensão da infraestrutura (Figura 28).

Figura 30 – Maior aumento da região destacada na figura anterior. Observe a fina camada de porcelana aderida na infraestrutura. Em destaque pela seta é possível observar os grãos de zircônia expostos, provavelmente devido à presença de uma microbolha na região.

Figura 31 – Padrão de fratura para o grupo ZI visualizado em MEV, semelhante ao encontrado para o grupo ZC.

Figura 32 – Maior aumento para o grupo ZI visualizado em MEV, semelhante ao encontrado para o grupo ZC, é possível visualizar uma fina camada de porcelana aderida à infraestrutura.

Figura 33 – Padrão de fratura para o grupo Al visualizado em MEV. É possível observar áreas de exposição de infraestrutura maiores que nos grupos zircônia.

Figura 34 – Maior aumento para o grupo Al visualizado em MEV. É possível observar uma zona de transição entre a porcelana de cobertura e a infraestrutura de alumina infiltrada por vidro.

5.2.3 CLASSIFICAÇÃO DAS FRATURAS

A classificação das fraturas para todos os sistemas pode ser visualizada na tabela 10. Os dados dos grupos com ciclagem e sem ciclagem estão agrupados, já que não houve diferença no padrão de fratura entre estes.

O sistema CoCr apresentou, predominantemente, fraturas adesivas entre a camada de óxidos e o metal da infraestrutura, evidenciado pela análise da porção de porcelana de cobertura, que exhibe a camada de óxidos aderida a esta. O sistema dissilicato de lítio apresentou predominantemente fraturas coesivas na infraestrutura. Os sistemas a base de zircônia apresentaram padrões semelhantes de fraturas, isto é, coesivas na porcelana de cobertura. O sistema alumina infiltrada por vidro apresentou predominantemente fraturas mistas, seguidas de fraturas adesivas.

Tabela 10 – Classificação das fraturas para os diferentes sistemas testados (n=20 por sistema). Valores em %.

Grupo	Modo de fratura			
	A	CP	CI	M
Cobalto Cromo	85	5	-	10
Dissilicato de Lítio	-	-	65	35
Y-TZP + Aplicação por injeção	-	95	5	-
Y-TZP + Aplicação convencional	-	100	-	-
Alumina infiltrada por vidro	35	5	-	60

A: Adesiva; CP: Coesiva na porcelana de cobertura; CI: Coesiva na infraestrutura; M: Mista

5.2.4 ANÁLISE DA INTERFACE POR EDS

A análise de composição química ao longo das interfaces dos diferentes sistemas foi realizada e encontra-se abaixo.

Figura 35 – Grupo CoCr: Região da secção transversal submetida a leitura por EDS. P - Porcelana de cobertura, I – Infraestrutura, Seta – Direção da leitura.

Gráfico 2 – Análise de EDS Grupo CoCr. Observe zona de interação de aproximadamente 5 µm (7,17 – 12,25 µm).

Figura 36 – Grupo DL: Região da secção transversal submetida a leitura por EDS. P - Porcelana de cobertura, I – Infraestrutura, Seta – Direção da leitura.

Li K: 0	Al K: 415	Si K: 4150	P K: 340
K K: 602	Zn K: 163	Y K: 50	Y L: 552
Zr K: 52	Hf L: 63		

Gráfico 3 – Análise de EDS Grupo Dissilicato de Lítio. Observe zona de interação de aproximadamente 10 μm (2,42 – 12,39 μm).

Figura 37 – Grupo ZC: Região da secção

transversal submetida a leitura por EDS. P - Porcelana de cobertura, I – Infraestrutura, Seta – Direção da leitura.

Na K: 267	Al K: 1099	Si K: 2663	K K: 597
Zn K: 84	Y K: 86	Y L: 683	Zr K: 194
Hf L: 89			

Gráfico 4 – Análise de EDS Grupo Zircônia + Aplicação convencional. Observe zona de interação de aproximadamente 3 μm (7,17 – 10,75 μm)

Figura 38 – Grupo ZI: Região da secção transversal submetida a leitura por EDS. P - Porcelana de cobertura, I – Infraestrutura, Seta – Direção da leitura.

Na K: 297	Al K: 652	Si K: 1357	K K: 326
Ca K: 237	Y K: 277	Y L: 2000	Zr K: 713
Hf L: 187			

Gráfico 5 – Análise de EDS Grupo Zircônia + Aplicação por injeção. Observe zona de interação de aproximadamente 3 µm (7,17 – 10,75 µm)

Figura 39 – Grupo AL: Região da secção transversal submetida a leitura por EDS. P - Porcelana de cobertura, I – Infraestrutura, Seta – Direção da leitura.

Gráfico 6 – Análise de EDS Grupo Alumina Infiltrada por Vidro. Observe zona de interação de aproximadamente 5 μm (7,15 – 12,21 μm)

6 Discussão

6 DISCUSSÃO

O estudo da interface entre porcelanas de cobertura e infraestruturas metálicas foi, e ainda é, tema recorrente na evolução dos sistemas metalocerâmicos. Da mesma maneira essas interfaces têm papel fundamental no comportamento mecânico das restaurações totalmente cerâmicas. Vale citar que a estabilidade desta união depende de alguns fatores como a capacidade de molhamento da porcelana de cobertura, a presença de retenções micromecânicas, a união química e a compatibilidade térmica entre os materiais.

Alguns estudos demonstram que, clinicamente, defeitos nesta interface podem levar a fraturas da porcelana de cobertura, também chamadas de delaminação. Kelly et al (1995) avaliaram, através de análise fractográfica, 20 espécimes laboratoriais e 9 espécimes clínicos recuperados após falhas de próteses fixas totalmente cerâmicas confeccionadas com o sistema Inceram Alumina (VITA). Foi observado neste estudo que as falhas originaram-se tanto da superfície externa do conector quanto da interface infraestrutura/porcelana de cobertura na porção gengival do pântico. Em aproximadamente 70 a 78% dos espécimes (*in vitro* e *in vivo*), o início das fraturas ocorreu na interface infraestrutura/porcelana de cobertura, fato que indica que esta interface é tanto uma área de concentração de tensões quanto uma importante fonte de falhas estruturais. Aboushelib et al (2009) analisaram 19 coroas de zircônia fraturadas clinicamente através de fractografia e encontraram que, em 6 coroas, a fratura originou-se da interface infraestrutura/porcelana de cobertura. A tensão estimada no momento da falha foi em média de 26.8 MPa, maior que o valor estimado da resistência de união entre a porcelana de cobertura e infraestrutura de zircônia reportada pelo próprio autor em outros estudos, que variou de 15 a 24 Mpa.

Um estudo publicado recentemente (Rocha *et al.*, 2011) analisou a influência de uma boa união entre a porcelana a infraestrutura no comportamento mecânico de restaurações de zircônia através de análise de elemento finito. Foram criados modelos tridimensionais através de microtomografia computadorizada simulando situações em que ou havia uma perfeita união entre a porcelana e a infraestrutura, ou uma união incompleta. Foi observado que uma união incompleta entre os materiais resultou em um aumento de 12 vezes na concentração de

estresses na porcelana de cobertura, o que leva a crer que uma união incompleta entre os materiais poderia induzir falhas na porcelana de cobertura.

O teste de cisalhamento é uma opção muito utilizada para a análise da resistência de união entre porcelanas de cobertura e infraestruturas nos sistemas metalocerâmicos, e também figura entre as opções de análise destas interfaces nos sistemas totalmente cerâmicos.

A definição clássica de tensão de cisalhamento é a tendência de resistência ao deslizamento de uma porção de um corpo sobre o outro (Anusavice, 2005). No entanto, os testes de resistência ao cisalhamento, via de regra, não imprimem nos espécimes testados apenas a tensão de cisalhamento. Van Noort et al (1989) demonstraram, através de análise de elemento finito, que a distribuição de tensões e o tipo de tensão variam ao longo do espécime, podendo haver diferentes concentrações de tensões ao longo da interface ou mesmo dentro do material de cobertura e/ou de infraestrutura. Tal situação pode levar à fraturas coesivas em algum dos materiais. Braga et al (2010) publicaram recentemente uma ótima revisão de literatura que reforça estes conceitos.

Deste modo, a análise criteriosa através de fractografia do modo de fratura torna-se indispensável na interpretação dos resultados do teste mecânico de resistência ao cisalhamento.

Os materiais odontológicos restauradores sofrem, quando inseridos no agressivo ambiente bucal, uma série de desafios térmicos e mecânicos. Deste modo, protocolos laboratoriais foram desenvolvidos no intuito de simular tais condições. A ciclagem térmica baseia-se em submeter os materiais a ciclos entre diferentes temperaturas simulando a ingestão de alimentos frios (aproximadamente 5° C) e quentes (55° C). Tal variação de temperatura poderia levar ao desenvolvimento de tensões na interfaces entre materiais com diferentes coeficientes de expansão térmica, já que estes dilatariam e contrairiam com diferentes taxas. Não existe consenso quanto ao tempo de imersão em cada temperatura, deste modo foi adotado no presente estudo o protocolo de 15 segundos para cada temperatura baseado em achados de trabalhos clínicos que demonstram que o tempo máximo de resistência do ser humano a estes níveis de temperatura aplicados ao dente varia de 10 a 15 segundos (Plant, Jones e Darvell, 1974).

A indução de fadiga mecânica também é um método interessante de se simular desafios mecânicos que ocorre em boca. No presente estudo a ciclagem mecânica foi realizada logo após a ciclagem térmica para depois os espécimes serem submetidos ao teste de resistência ao cisalhamento. O protocolo adotado para a realização da ciclagem mecânica foi o proposto por Itinche et al (2006), que consiste em 20000 ciclos com frequência de 1 Hz e força de 50N aplicados através de indentador cilíndrico de 3,18 mm de diâmetro. A justificativa para o uso deste protocolo é que estas condições seriam suficientes para imprimir tensões no espécime, sem, contudo, provocar o aparecimento de trincas internas na porcelana de cobertura que poderiam influenciar no teste de resistência ao cisalhamento.

Vasquez et al (2009) demonstraram, através de um protocolo semelhante (ciclagem térmica aliada a ciclagem mecânica), que houve uma substancial diminuição na resistência ao cisalhamento entre a porcelana de cobertura e infraestruturas de titânio comercialmente puro. No entanto, o presente estudo não encontrou diferenças significantes de resistência ao cisalhamento antes e após a aplicação da ciclagem térmica aliada a ciclagem mecânica para nenhum dos sistemas cerâmicos testados. Deste modo foi aceita a primeira hipótese nula proposta.

Ainda não existem dados na literatura utilizando esta metodologia para análise de sistemas totalmente cerâmicos, porém os estudos realizados por Guess et al (2008), Ashkanani et al (2008) e Blatz et (2010), também demonstraram não haver influência da ciclagem térmica isolada na resistência ao cisalhamento da interface porcelana de cobertura/infraestrutura de diferentes sistemas cerâmicos. Portanto pode-se sugerir, através dos achados destes autores e dos achados do presente estudo, que estas interfaces parecem ser estáveis, ou seja, não são influenciadas pelos desafios térmicos e mecânicos simulados em laboratório.

Por outro lado a análise estatística mostrou que existem diferenças significantes na resistência ao cisalhamento entre os diferentes sistemas testados e, portanto, a segunda hipótese nula foi rejeitada.

O grupo controle CoCr exibiu valor de 34,72 Mpa de resistência ao cisalhamento, valor satisfatório para a resistência de união de sistemas metalocerâmicos de acordo com a International Organization for Standardization (ISO 9693) (International Organization for Standardization, 1999) que propõe o valor de 25 Mpa como valor mínimo necessário para estes sistemas. Dentre os sistemas

analisados foi o que apresentou, significativamente, maiores valores de resistência. As fraturas foram predominantemente adesivas. Achados semelhantes para ligas de CoCr foram publicados por Pretti (2004) e de Melo et al (2005). A análise de EDS ao longo da interface demonstrou haver uma zona de interação entre a camada de opaco e a infraestrutura de CoCr. Tal fenômeno foi descrito por Anusavise et al (1977) através também de EDS, que mostrou haver interação entre os íons Cr da camada de óxido Cr_2O_3 e o Al provido pelo agente de união (opaco) cerâmico, de modo a se formar um complexo óxido misto de Al-Cr-O.

O grupo DL exibiu valor de 27,07 Mpa de resistência ao cisalhamento, com diferença estatisticamente significativa comparado a todos os grupos com exceção do grupo ZI. É interessante observar que o padrão de fratura para este grupo foi predominantemente coesivo na infraestrutura, o que leva a crer que a resistência adesiva entre os materiais é maior que a própria resistência coesiva do dissilicato de lítio. Tais achados vão de encontro aos de Ereifej et al (2011), que encontraram valor de resistência ao cisalhamento de 28,8 Mpa e fraturas também predominantemente coesivas na infraestrutura para o sistema IPS e.max Press e sugeriram que existe uma ótima união entre a porcelana de cobertura e o dissilicato de lítio. Tal hipótese é reforçada por nossa análise de EDS realizada ao longo da interface, já que uma zona de interação de aproximadamente 10 μm é observada. Tal fenômeno pode ser explicado pela grande semelhança na composição química da porcelana IPS e.max Ceram e o dissilicato de lítio (IPS e.max Press), principalmente com relação ao SiO_2 e a o K_2O . A porcelana IPS e.max Ceram contém 60% em massa de SiO_2 , comparado a 57% do dissilicato de lítio, e 6% de K_2O , comparado a 6,5 % do dissilicato de lítio, o que promoveria uma completa união química entre os materiais no momento da queima da porcelana de cobertura.

Um fato muito interessante de se observar foi que a mesma porcelana de cobertura (IPS e.max Ceram) quando aplicada sobre a zircônia (IPS e.max Zircad) exibiu valores estatisticamente menores de resistência ao cisalhamento (22,46 Mpa) e padrões de fratura totalmente diferentes. As fraturas neste grupo foram exclusivamente coesivas na porcelana de cobertura, e tal fato só foi evidenciado através de MEV, já que as análises através de microscopia ótica não permitiram um nível de aumento e, principalmente, contraste entre os materiais. Cabe aqui críticas aos resultados de Ereifej et al (2011) que realizaram análises de fraturas de espécimes de zircônia e de dissilicato de lítio submetidos ao teste de resistência ao

cisalhamento através somente de microscopia ótica e classificaram as fraturas dos espécimes de zircônia como adesivas, o que os levou a propor que melhores técnicas de união seriam necessárias para os sistemas a base de zircônia. A opinião do presente autor é que a análise de fratura de espécimes totalmente cerâmicos deva ser realizada necessariamente através de MEV, já que é praticamente impossível distinguir os remanescentes de materiais translúcidos sobre substratos cerâmicos.

O fato de a mesma porcelana ter exibido menor resistência ao cisalhamento e padrão de fratura diferente quando aplicada sobre a zircônia em comparação com o dissilicato de lítio pode ser explicado pelo diferente comportamento térmico dos materiais. É bem estabelecido que a diferença do coeficiente de expansão térmico (CET) dos materiais de infraestrutura e de cobertura tem um papel fundamental na estabilidade da união entre estes. Os trabalhos de Benetti et al (2010) e Saito et al (2010) mostraram que a incompatibilidade entre os CET dos materiais, principalmente quando o CET da porcelana de cobertura é maior que o do material de infraestrutura, leva a diminuição da resistência ao cisalhamento ou até a completa delaminação da porcelana de cobertura logo após a queima. No entanto, o CET de 9,5 da porcelana de cobertura utilizada no presente estudo é ligeiramente menor e compatível com o CET da zircônia que é de 10,75.

Outra propriedade que pode interferir no comportamento do sistema é a condutividade térmica. Neste quesito a zircônia figura como um material de baixa condutividade térmica, e deste modo, de acordo com Swain (2009), restaurações de zircônia recobertas com porcelana são mais propensas a apresentar estresses internos residuais acumulados durante a fase de resfriamento do sistema, o que poderia levar ao desenvolvimento de trincas e fraturas em função. Tal hipótese foi testada por Komine et al (2010) relacionada à resistência ao cisalhamento. O autor testou dois protocolos de resfriamento para espécimes de zircônia recoberta com a mesma porcelana de cobertura utilizada no presente estudo (IPS e.max Ceram) sendo estes: 1 – abertura do forno ao término da queima; 2 – abertura do forno após 4 minutos de resfriamento gradativo dentro do forno até a temperatura de transição vítrea. Encontrou que a resistência ao cisalhamento aumentou significativamente quando foi utilizado o segundo protocolo de resfriamento mas que, para as duas situações, o modo de fratura foi coesivo na porcelana de cobertura, evidenciado

através de MEV, com uma finíssima camada de porcelana aderida à infraestrutura, imagens muito semelhantes às apresentadas pelo presente estudo. O autor atribuiu tais resultados aos estresses residuais presentes na porcelana de cobertura, principalmente na porção mais próxima da interface, devido a baixa condutividade térmica da zircônia. Tal raciocínio poderia explicar também a presença desta fina camada de porcelana aderida à infraestrutura de zircônia encontrada no presente estudo.

Os sistemas de zircônia (ZI e ZC) apresentaram valores muito próximos de resistência ao cisalhamento (23,58 e 22,46 Mpa respectivamente) que não apresentaram diferenças estatísticas entre eles. O padrão de fratura para ambos os grupos foram muito semelhantes, ou seja, predominantemente coesivas na porcelana de cobertura evidenciado por uma fina camada de porcelana de cobertura remanescente sobre a infraestrutura de zircônia. Isto indicava que a técnica de aplicação de porcelana para os sistemas de zircônia testados não influenciaram na resistência ao cisalhamento nem no modo de fratura. Tais achados estão de acordo com os encontrados por López-Mollá et al (2010) em que não foi encontrada diferença estatisticamente significativa na resistência ao cisalhamento entre os dois sistemas.

A análise de EDS dos espécimes de zircônia mostraram dados interessantes, no quais é possível sugerir que existe uma zona de interação de aproximadamente 3 μm entre a porcelana de cobertura e a infraestrutura de zircônia. Ainda não existe consenso sobre a interação química entre estes materiais, mas pode-se sugerir, através de nossos achados, que provavelmente esta ocorre. Pode-se sugerir que, de alguma maneira, a porcelana utilizada como agente de união (liner) liquefeita durante a queima reage quimicamente com a zircônia, atacando, provavelmente de modo mais agressivo, as regiões intergrãos, por estas terem maior energia interna. Deste modo é possível sugerir que 1 – haveria uma interdifusão atômica entre os materiais, 2 – haveria uma interpenetração mecânica nos sítios atacados pela porcelana talvez em escala nanométrica ou 3 – estaria ocorrendo ambas as situações. Os achados de Tholey (Tholey, Swain e Thiel, 2009; Tholey *et al.*, 2010) poderiam dar algum suporte a estas hipóteses, já que mostram que existe alguma mudança estrutural na zircônia em contato com a porcelana durante a queima, evidenciada pelo autor através de análise por MEV e por microdifração de raios X, através da qual foi encontrada mudança de fase tetragonal

para monoclinica na zircônia adjacente à porcelana de cobertura. Com certeza estudos futuros são necessários para uma melhor caracterização dessas interfaces, principalmente em escala nanométrica.

O grupo Inceram (alumina infiltrada por vidro) exibiu, significativamente, os menores valores de resistência ao cisalhamento (18,15 Mpa) entre todos os sistemas testados. A análise de fratura evidenciou predominantemente fraturas mistas, ou seja, coesivas na porcelana de infraestrutura com porções de infraestrutura expostas. As mesmas características de fratura foram observadas por Fahmy (2010) em recente estudo. A análise de EDS mostrou um possível zona de interação entre os materiais. Os menores valores de resistência ao cisalhamento para este grupo pode ser explicado pela ausência do agente de união (liner) para o sistema, o que poderia levar a uma deficiência no molhamento da superfície da infraestrutura pela porcelana de cobertura e, por consequência, aumentar a probabilidade do desenvolvimento de falhas como bolhas ou lacunas na interface entre os materiais.

O presente estudo buscou acessar informações sobre o comportamento das interfaces entre materiais de infraestrutura totalmente cerâmicos e porcelanas de cobertura. O conjunto de análises utilizadas nos leva a crer que tais interfaces são estáveis já que a resistência de união não sofreu alteração após os procedimentos de ciclagem térmica e mecânica. Nos leva a crer também, baseado nos padrões de fratura e, principalmente, através de análise de EDS ao longo da interface, que existe uma interação química entre os materiais e que, portanto, a interface entre os materiais testados não seria uma preocupação do ponto de vista clínico, com exceção do sistema Inceram, já que a ausência de um agente de união (liner) poderia promover o surgimento de bolhas ou lacunas na interface que levaria ao desenvolvimento de trincas ou fraturas tais como relatado por Kelly et al (1995).

Outro ponto que chama atenção é que o presente estudo abordou somente um material a base de zircônia (IPS e.max ZirCAD). Sabe-se que existe atualmente no mercado uma enorme quantidade de sistemas disponíveis, e fica a dúvida se a interação química observada neste estudo também se faz presente em outros sistemas a base de zircônia. Outro ponto de discussão é se a presença do agente de união (liner) seria o responsável pela interação da porcelana de cobertura

com a zircônia, já que foi utilizado aqui o protocolo de fabricação do fabricante que inclui o agente de união como procedimento obrigatório.

Por fim, vale citar que a análise do modo fratura em testes de resistência de materiais tem, cada vez mais, papel crucial no entendimento dos fenômenos envolvidos na fratura, o que enriquece em muito a interpretação dos resultados. Deve-se chamar atenção também para o instrumento de análise escolhido, já que, na opinião do presente autor, é extremamente difícil avaliar corretamente o modo de fratura de espécimes totalmente cerâmicos somente através de microscopia ótica, dada a limitação do aumento e, principalmente, a pobreza de contraste entre os materiais.

7 Conclusões

7 CONCLUSÕES

Perante os resultados encontrados na presente pesquisa, conclui-se que:

A – A ciclagem térmica aliada à ciclagem mecânica não mostrou influencia sobre a resistência ao cisalhamento em nenhum dos sistemas testados.

B – Existem diferenças para os valores de resistência ao cisalhamento e ao padrão de fratura entre os diferentes sistemas testados.

C – A análise de EDS mostra que existe uma zona de interação entre a porcelana de cobertura e os materiais de infraestrutura para os sistemas testados.

Baseado neste achados é possível sugerir que existe uma interdifusão atômica entre a porcelana de cobertura e os materiais de infraestrutura para os sistemas testados, e, portanto, uma união química entre eles, e que as variações da resistência ao cisalhamento estão relacionadas a fatores intrínsecos da porcelana de cobertura, como estresses residuais formados durante a queima, e da capacidade de molhamento da porcelana sobre o material de infraestrutura.

Referências

ABOUSHELIB, M. N. et al. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. **Dent Mater**, v. 21, n. 10, p. 984-91, Oct 2005.

ABOUSHELIB, M. N. et al. Effect of veneering method on the fracture and bond strength of bilayered zirconia restorations. **Int J Prosthodont**, v. 21, n. 3, p. 237-40, May-Jun 2008.

ABOUSHELIB, M. N. et al. Microtensile bond strength and impact energy of fracture of CAD-veneered zirconia restorations. **J Prosthodont**, v. 18, n. 3, p. 211-6, Apr 2009.

ABOUSHELIB, M. N.; FEILZER, A. J.; KLEVERLAAN, C. J. Bridging the gap between clinical failure and laboratory fracture strength tests using a fractographic approach. **Dent Mater**, v. 25, n. 3, p. 383-91, Mar 2009.

ABOUSHELIB, M. N.; KLEVERLAAN, C. J.; FEILZER, A. J. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. Part II: Zirconia veneering ceramics. **Dent Mater**, v. 22, n. 9, p. 857-63, Sep 2006.

ABOUSHELIB, M. N.; KLEVERLAAN, C. J.; FEILZER, A. J. Effect of zirconia type on its bond strength with different veneer ceramics. **J Prosthodont**, v. 17, n. 5, p. 401-8, Jul 2008a.

ABOUSHELIB, M. N.; KLEVERLAAN, C. J.; FEILZER, A. J. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. Part 3: double veneer technique. **J Prosthodont**, v. 17, n. 1, p. 9-13, Jan 2008b.

AL-DOHAN, H. M. et al. Shear strength of core-veneer interface in bi-layered ceramics. **J Prosthet Dent**, v. 91, n. 4, p. 349-55, Apr 2004.

ANUSAVICE, K. J. **Philips, materiais dentários**. Elsevier, 2005.

ANUSAVICE, K. J.; DEHOFF, P. H.; FAIRHURST, C. W. Comparative evaluation of ceramic-metal bond tests using finite element stress analysis. **J Dent Res**, v. 59, n. 3, p. 608-13, Mar 1980.

ANUSAVICE, K. J.; KAKAR, K.; FERREE, N. Which mechanical and physical testing methods are relevant for predicting the clinical performance of ceramic-based dental prostheses? **Clin Oral Implants Res**, v. 18 Suppl 3, p. 218-31, Jun 2007.

ANUSAVICE, K. J.; RINGLE, R. D.; FAIRHURST, C. W. Adherence controlling elements in ceramic-metal systems. II. Nonprecious alloys. **J Dent Res**, v. 56, n. 9, p. 1053-61, Sep 1977.

ASHKANANI, H. M. et al. Flexural and shear strengths of ZrO₂ and a high-noble alloy bonded to their corresponding porcelains. **J Prosthet Dent**, v. 100, n. 4, p. 274-84, Oct 2008.

BAGBY, M.; MARSHALL, S. J.; MARSHALL, G. W., JR. Metal ceramic compatibility: a review of the literature. **J Prosthet Dent**, v. 63, n. 1, p. 21-5, Jan 1990.

BENETTI, P.; DELLA BONA, A.; KELLY, J. R. Evaluation of thermal compatibility between core and veneer dental ceramics using shear bond strength test and contact angle measurement. **Dent Mater**, v. 26, n. 8, p. 743-50, Aug 2010.

BLATZ, M. B. et al. Bond strength of different veneering ceramics to zirconia and their susceptibility to thermocycling. **Am J Dent**, v. 23, n. 4, p. 213-6, Aug 2010.

BONDIOLI, I. R.; BOTTINO, M. A. Evaluation of shear bond strength at the interface of two porcelains and pure titanium injected into the casting mold at three different temperatures. **J Prosthet Dent**, v. 91, n. 6, p. 541-7, Jun 2004.

BRAGA, R. R. et al. Adhesion to tooth structure: a critical review of "macro" test methods. **Dent Mater**, v. 26, n. 2, p. e38-49, Feb 2010.

CAI, Z. et al. X-ray diffraction characterization of dental gold alloy-ceramic interfaces. **J Mater Sci Mater Med**, v. 12, n. 3, p. 215-23, Mar 2001.

CHOI, B. K. et al. Shear bond strength of veneering porcelain to zirconia and metal cores. **J Adv Prosthodont**, v. 1, n. 3, p. 129-35, Nov 2009.

CHRISTEL, P. et al. Mechanical properties and short-term in-vivo evaluation of yttrium-oxide-partially-stabilized zirconia. **J Biomed Mater Res**, v. 23, n. 1, p. 45-61, Jan 1989.

COMLEKOGLU, M. E. et al. Evaluation of bond strength of various margin ceramics to a zirconia ceramic. **J Dent**, v. 36, n. 10, p. 822-7, Oct 2008.

CONRAD, H. J.; SEONG, W. J.; PESUN, I. J. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: a systematic review. **J Prosthet Dent**, v. 98, n. 5, p. 389-404, Nov 2007.

DE MELO, R. M.; TRAVASSOS, A. C.; NEISSER, M. P. Shear bond strengths of a ceramic system to alternative metal alloys. **J Prosthet Dent**, v. 93, n. 1, p. 64-9, Jan 2005.

DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, K. J. Microstructure, composition, and etching topography of dental ceramics. **Int J Prosthodont**, v. 15, n. 2, p. 159-67, Mar-Apr 2002.

DONOVAN, T. E. Factors essential for successful all-ceramic restorations. **J Am Dent Assoc**, v. 139 Suppl, p. 14S-18S, Sep 2008.

DUNDAR, M. et al. Comparison of two bond strength testing methodologies for bilayered all-ceramics. **Dent Mater**, v. 23, n. 5, p. 630-6, May 2007.

EREIFEJ, N. et al. Experimental and FE shear-bonding strength at core/veneer interfaces in bilayered ceramics. **Dent Mater**, Apr 6 2011.

-
- ESQUIVEL-UPSHAW, J. F. et al. Clinical performance of a lithia disilicate-based core ceramic for three-unit posterior FPDs. **Int J Prosthodont**, v. 17, n. 4, p. 469-75, Jul-Aug 2004.
- FAHMY, N. Z. Bond strength, microhardness, and core/veneer interface quality of an all-ceramic system. **J Prosthodont**, v. 19, n. 2, p. 95-102, Feb 2010.
- FERNANDES NETO, A. J. et al. Bond strength of three dental porcelains to Ni-Cr and Co-Cr-Ti alloys. **Braz Dent J**, v. 17, n. 1, p. 24-8, 2006.
- FISCHER, J.; GROHMANN, P.; STAWARCZYK, B. Effect of zirconia surface treatments on the shear strength of zirconia/veneering ceramic composites. **Dent Mater J**, v. 27, n. 3, p. 448-54, May 2008.
- FISCHER, J. et al. Shear bond strength between veneering ceramics and ceria-stabilized zirconia/alumina. **J Prosthet Dent**, v. 103, n. 5, p. 267-74, May 2010.
- GALE, M. S.; DARVELL, B. W. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. **J Dent**, v. 27, n. 2, p. 89-99, Feb 1999.
- GIORDANO, R. A., 2ND et al. Flexural strength of an infused ceramic, glass ceramic, and feldspathic porcelain. **J Prosthet Dent**, v. 73, n. 5, p. 411-8, May 1995.
- GUESS, P. C. et al. Shear bond strengths between different zirconia cores and veneering ceramics and their susceptibility to thermocycling. **Dent Mater**, v. 24, n. 11, p. 1556-67, Nov 2008.
- HAMMAD, I. A.; TALIC, Y. F. Designs of bond strength tests for metal-ceramic complexes: review of the literature. **J Prosthet Dent**, v. 75, n. 6, p. 602-8, Jun 1996.
- HATTA, M. et al. The effect of surface treatment on bond strength of layering porcelain and hybrid composite bonded to zirconium dioxide ceramics. **J Prosthodont Res**, Nov 25 2010.
- HEFFERNAN, M. J. et al. Relative translucency of six all-ceramic systems. Part II: core and veneer materials. **J Prosthet Dent**, v. 88, n. 1, p. 10-5, Jul 2002.
- HOLAND, W. et al. A comparison of the microstructure and properties of the IPS Empress 2 and the IPS Empress glass-ceramics. **J Biomed Mater Res**, v. 53, n. 4, p. 297-303, 2000.
- INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, I. Metal-ceramic bond characterization (Schwickerath crack initiation test). **Geneva, Switzerland: International Organization for Standardization**, 1999.
- ITINOCHE, K. M. et al. Effect of mechanical cycling on the flexural strength of densely sintered ceramics. **Dent Mater**, v. 22, n. 11, p. 1029-34, Nov 2006.

-
- JONES, D. W. Development of dental ceramics. An historical perspective. **Dent Clin North Am**, v. 29, n. 4, p. 621-44, Oct 1985.
- KELLY, J. R. Clinically relevant approach to failure testing of all-ceramic restorations. **J Prosthet Dent**, v. 81, n. 6, p. 652-61, Jun 1999.
- KELLY, J. R.; TESK, J. A.; SORENSEN, J. A. Failure of all-ceramic fixed partial dentures in vitro and in vivo: analysis and modeling. **J Dent Res**, v. 74, n. 6, p. 1253-8, Jun 1995.
- KOMINE, F. et al. Effect of cooling rate on shear bond strength of veneering porcelain to a zirconia ceramic material. **J Oral Sci**, v. 52, n. 4, p. 647-52, 2010.
- LEIBROCK, A. et al. In vitro study of the effect of thermo- and load-cycling on the bond strength of porcelain repair systems. **J Oral Rehabil**, v. 26, n. 2, p. 130-7, Feb 1999.
- LOMBARDO, G. H. et al. Influence of surface treatment on the shear bond strength of ceramics fused to cobalt-chromium. **J Prosthodont**, v. 19, n. 2, p. 103-11, Feb 2010.
- LOPEZ-MOLLA, M. V. et al. Bond strength evaluation of the veneering-core ceramics bonds. **Med Oral Patol Oral Cir Bucal**, v. 15, n. 6, p. e919-23, Nov 2010.
- LUTHARDT, R. G.; SANDKUHL, O.; REITZ, B. Zirconia-TZP and alumina--advanced technologies for the manufacturing of single crowns. **Eur J Prosthodont Restor Dent**, v. 7, n. 4, p. 113-9, Dec 1999.
- MAIR, L.; PADIPATVUTHIKUL, P. Variables related to materials and preparing for bond strength testing irrespective of the test protocol. **Dent Mater**, v. 26, n. 2, p. e17-23, Feb 2010.
- MCLEAN, J. W. High-alumina ceramics for bridge pontic construction. **Br Dent J**, v. 123, n. 12, p. 571-7, Dec 19 1967.
- MORENA, R. et al. Fatigue of dental ceramics in a simulated oral environment. **J Dent Res**, v. 65, n. 7, p. 993-7, Jul 1986.
- NAKAMURA, T. et al. Tensile bond strength between tooth-colored porcelain and sandblasted zirconia framework. **J Prosthodont Res**, v. 53, n. 3, p. 116-9, Jul 2009.
- OZCAN, M. Fracture reasons in ceramic-fused-to-metal restorations. **J Oral Rehabil**, v. 30, n. 3, p. 265-9, Mar 2003.
- OZKURT, Z.; KAZAZOGLU, E.; UNAL, A. In vitro evaluation of shear bond strength of veneering ceramics to zirconia. **Dent Mater J**, v. 29, n. 2, p. 138-46, Mar 2010.
- PLANT, C. G.; JONES, D. W.; DARVELL, B. W. The heat evolved and temperatures attained during setting of restorative materials. **Br Dent J**, v. 137, n. 6, p. 233-8, Sep 17 1974.

-
- POLJAK-GUBERINA, R. et al. The fatigue strength of the interface between Ag-Pd alloy and hydrothermal ceramic. **Dent Mater**, v. 15, n. 6, p. 417-20, Nov 1999.
- PRETTI, M. et al. Evaluation of the shear bond strength of the union between two CoCr-alloys and a dental ceramic. **J Appl Oral Sci**, v. 12, n. 4, p. 280-4, Dec 2004.
- PROBSTER, L.; MAIWALD, U.; WEBER, H. Three-point bending strength of ceramics fused to cast titanium. **Eur J Oral Sci**, v. 104, n. 3, p. 313-9, Jun 1996.
- QUINONES, E. E.; VERMILYEA, S. G.; GRISWOLD, W. H. Apparent bond strength of nonnoble alloy-porcelain combinations. **J Prosthet Dent**, v. 54, n. 3, p. 359-61, Sep 1985.
- RAIGRODSKI, A. J. Contemporary materials and technologies for all-ceramic fixed partial dentures: a review of the literature. **J Prosthet Dent**, v. 92, n. 6, p. 557-62, Dec 2004.
- RAPTIS, N. V.; MICHALAKIS, K. X.; HIRAYAMA, H. Optical behavior of current ceramic systems. **Int J Periodontics Restorative Dent**, v. 26, n. 1, p. 31-41, Feb 2006.
- RINGLE, R. D.; FAIRHURST, C. W.; ANUSAVICE, K. J. Microstructures in non-precious alloys near the procelain-metal interaction zone. **J Dent Res**, v. 58, n. 10, p. 1987-93, Oct 1979.
- ROCHA, E. P. et al. Mechanical behavior of ceramic veneer in zirconia-based restorations: a 3- dimensional finite element analysis using microcomputed tomography data. **J Prosthet Dent**, v. 105, n. 1, p. 14-20, Jan 2011.
- SAITO, A. et al. A comparison of bond strength of layered veneering porcelains to zirconia and metal. **J Prosthet Dent**, v. 104, n. 4, p. 247-57, Oct 2010.
- SCED, I. R.; MCLEAN, J. W. The strength of metal-ceramic bonds with base metals containing chromium. A preliminary report. **Br Dent J**, v. 132, n. 6, p. 232-4, Mar 21 1972.
- SCHMITZ, K.; SCHULMEYER, H. [Determination of the adhesion of dental metal-porcelain bonding systems]. **Dent Labor (Munch)**, v. 23, n. 12, p. 1416-20, Dec 1975.
- SCOLARO, J. M. et al. Comparative study of ceramic-to-metal bonding. **Braz Dent J**, v. 18, n. 3, p. 240-3, 2007.
- SEGHI, R. R.; SORENSEN, J. A. Relative flexural strength of six new ceramic materials. **Int J Prosthodont**, v. 8, n. 3, p. 239-46, May-Jun 1995.
- SOBRINHO, L. C. et al. Investigation of the dry and wet fatigue properties of three all-ceramic crown systems. **Int J Prosthodont**, v. 11, n. 3, p. 255-62, May-Jun 1998.

- SUTTON, D. et al. LAVA--the system for all-ceramic ZrO₂ crown and bridge frameworks. **Int J Comput Dent**, v. 4, n. 3, p. 195-206, Jul 2001.
- SWAIN, M. V. Unstable cracking (chipping) of veneering porcelain on all-ceramic dental crowns and fixed partial dentures. **Acta Biomater**, v. 5, n. 5, p. 1668-77, Jun 2009.
- TASKONAK, B. et al. Fractographic analyses of zirconia-based fixed partial dentures. **Dent Mater**, v. 24, n. 8, p. 1077-82, Aug 2008.
- THOLEY, M. J. et al. XRD2 micro-diffraction analysis of the interface between Y-TZP and veneering porcelain: role of application methods. **Dent Mater**, v. 26, n. 6, p. 545-52, Jun 2010.
- THOLEY, M. J.; SWAIN, M. V.; THIEL, N. SEM observations of porcelain Y-TZP interface. **Dent Mater**, v. 25, n. 7, p. 857-62, Jul 2009.
- THOMPSON, J. Y. et al. Fracture surface characterization of clinically failed all-ceramic crowns. **J Dent Res**, v. 73, n. 12, p. 1824-32, Dec 1994.
- TROIA, M. G., JR. et al. The effect of thermal cycling on the bond strength of low-fusing porcelain to commercially pure titanium and titanium-aluminium-vanadium alloy. **Dent Mater**, v. 19, n. 8, p. 790-6, Dec 2003.
- VAN NOORT, R. et al. A critique of bond strength measurements. **J Dent**, v. 17, n. 2, p. 61-7, Apr 1989.
- VASQUEZ, V. Z.; OZCAN, M.; KIMPARGA, E. T. Evaluation of interface characterization and adhesion of glass ceramics to commercially pure titanium and gold alloy after thermal- and mechanical-loading. **Dent Mater**, v. 25, n. 2, p. 221-31, Feb 2009.
- WAGNER, W. C.; CHU, T. M. Biaxial flexural strength and indentation fracture toughness of three new dental core ceramics. **J Prosthet Dent**, v. 76, n. 2, p. 140-4, Aug 1996.
- WHITE, S. N. et al. Relationship between static chemical and cyclic mechanical fatigue in a feldspathic porcelain. **Dent Mater**, v. 13, n. 2, p. 103-10, Mar 1997.