UNIVERSIDADE DE PASSO FUNDO

Ediléia Lodi

IDENTIFICAÇÃO DA FALHA INICIAL DE CERÂMICA SIMULANDO AS CONDIÇÕES DO MEIO ORAL

Passo Fundo 2016 Ediléia Lodi

IDENTIFICAÇÃO DA FALHA INICIAL DE CERÂMICA SIMULANDO AS CONDIÇÕES DO MEIO ORAL

Dissertação apresentada ao Programa de Pósgraduação em Odontologia da Faculdade de Odontologia da UPF, para obtenção do título de Mestre em Odontologia – Área de Concentração em Clínica Odontológica, sob orientação da Profa. Dra. Márcia Borba.

Passo Fundo 2016

Ata de aprovação da Banca Examinadora

Folha reservada para Ficha catalográfica

Observação:

Mantenha esta página no seu arquivo, imprimindo-a. Após, faça a substituição pela Ficha Catalográfica fornecida pela Secretaria para manter a correta numeração do seu trabalho.

BIOGRAFIA DO AUTOR

Ediléia Lodi, nascida no dia 30 de junho de 1973 na cidade de Passo Fundo, Rio Grande do Sul, Brasil, graduada em Odontologia pela Universidade de Passo Fundo – UPF, no ano de 1995, Especialista em Endodontia pela Pontificia Universidade Católica de Campinas - São Paulo, em 1998. Início da atividade docente na Escola Iodontus de Passo Fundo, em 2010 e em 2013 na URI-Erechim na disciplina de Clínica Integrada. Atualmente trabalha em consultório particular na cidade de Passo Fundo e é bolsista FAPERGS sob Nº 0396-2551/14-1 no Programa Pós-Graduação em Odontologia, Mestrado Acadêmico, da Universidade de Passo Fundo, RS.

v

AGRADECIMENTOS

Quero externar neste momento o meu sincero agradecimento a todas as pessoas que de forma direta ou indiretamente contribuíram para que este trabalho fosse concluído com sucesso.

Em especial à toda equipe de pesquisa da área de Biomateriais do Programa de Pós Graduação da UPF – PPGOdonto. Pelo apoio e auxílio através de informações científicas fortemente embasadas na pesquisa baseada em evidências, tecnologia e produção científica que contribuíram para o desenvolvimento deste projeto de pesquisa e principalmente na formação do meu conhecimento. Ao Prof. Dr. Álvaro Della Bona, pelo incentivo à pesquisa, um pesquisador nato e uma referência nacional e internacionalmente, incansável em explicar, exemplificar e ensinar, seu livro embasou grande parte dos conhecimento desta pesquisa. À Profa. Dra. Paula Benetti e em especial à minha orientadora Profa. Dra. Márcia Borba pela paciência, conhecimento científico e colaboração na execução deste trabalho.

Meu agradecimento à todos os professores do grupo de pesquisa e excelente qualificação do corpo docente do Mestrado Acadêmico em Clínica Odontológica da UPF pelos conhecimentos passados para minha formação profissional. Prof. Dr. Álvaro Della Bona, Profa. Dra. Maria Salete S. Linden, Profa. Dra. Michelini S. Trentin, Prof. Dr. Bruno Carlini Jr., Profa. Dra. Paula Benetti, Profa. Dra. Márcia Borba, Prof. Dr. Doglas Cecchin, Profa. Dra. Ana Paula Farina, Prof. Dr. Matheus Albino Souza, Prof. Dr. Fernando Fornari. A qualidade comprovada pela produção científica do grupo proporcionou crescente conhecimento.

Á secretária do PPGOdonto-UPF **Fabiana Pimentel** incansável em auxiliar e colaborar em qualquer situação, sem a sua parceria no monitoramento da cicladora os resultados finais não seriam possíveis. Aos demais funcionários da secretaria **Fátima** e **Liziane**, técnicos **Carlos**, **Jorge, Fernando** e **Luis** pelo suporte técnico, ao funcionário do laboratório de pesquisa **Darvin Jardel Knop** sempre prestativo na supervisão da cicladora.

Ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Mestrado Acadêmico, da Universidade de Passo Fundo, RS, sob coordenação da Profa. Dra. **Márcia Borba** pela disponibilidade do laboratório de pesquisas e dos equipamentos necessários, muito bem equipado, proporcionando a realização deste projeto de pesquisa, dentro desta instituição. Assim como à **FAPERGS**, pelo suporte financeiro, sob N° 0396-2551/14-1.

Á diretora do curso de Odontologia da UPF Profa. Ma. Miriam Lago Magro, pela recepção e disponibilização das clínicas para a realização dos Estágios de Docência curriculares e extras.

Ao amigo de pós-doutorado **Oscar Pecho**, pelo auxílio nas fotos, busca de artigos e trocas de conhecimentos. Ao colega sempre presente nos momentos de dificuldades **Rodrigo Alessandretti**, a amizade e o apoio de vocês tornam este trabalho além da busca de informações e conhecimentos uma discussão realizada com satisfação. Às colegas do mestrado Kátia R. Weber e Nájua E. Schneider além de amigas o apoio na pesquisa foi fundamental para a execução deste projeto de pesquisa. Nájua a parceria em todos os momentos foi imprescindível, cursos, congressos, apresentação de trabalhos não há palavras que possam traduzir o tamanho da minha gratidão por essa amizade a ti o meu Muito Obrigada!!!

Aos colegas **Daniel D. Lana, Migueli Durigon, Eduardo S. Rodrigues, Davi F. C. Blum, Camila R. Mousquer e Rafael T. Mores** pela parceria na apresentação dos trabalhos em seminários, trocas de conhecimentos, jantas e confraternizações, aos colegas do grupo de pesquisa e todos os professores da graduação que auxiliaram a trilhar este caminho e aproximar saberes.

À minha família pelo carinho, compreensão e apoio em todas as etapas, principalmente a compreensão dos momentos de ausência dedicados ao estudo e pesquisa, sem o qual a execução deste trabalho não seria possível. Ao meu filho **Leonardo Natan Lodi Dal Maso**, obrigada pela sua maturidade e carinho comigo nesta etapa fundamental de conhecimento e crescimento profissional. Ao meu esposo **Paulo Renato Dal Maso** sua parceria em todas as horas, seu auxílio na busca de materiais para execução da pesquisa e principalmente o seu amor incondicional foram fundamentais para percorrer esta jornada, à você o meu reconhecimento, minha gratidão e o meu amor!

Aos meus pais Léo Antônio Lodi (in memorian) e Edi Marlene Lodi (in memorian) os grandes incentivadores dos meus estudos e meus exemplos de vida.

Ao meu irmão **Leodinei Lodi** que me incentivou a ingressar no mestrado e sua família pelo apoio, carinho e compreensão.

A família é o maior tesouro que temos! Quero neste momento estender o meu sincero agradecimento a todos os meus familiares e amigos pelo apoio e incentivo no decorrer destes dois anos.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	xii
LISTA DE TABELASx	civ
LISTA DE ABREVIATURAS	xv
RESUMO	16
ABSTRACT	18
1 INTRODUÇÃO	20
2 REVISÃO DE LITERATURA. 2.1 Cerâmicas. 2.1.1 Vitro-cerâmica reforçada com leucita 2.1.2 Comportamento Clínico 2.2 Métodos de Ensaios Mecânicos 2.2.1 Método de Fadiga 2.2.2 Métodologia de detecção do início da falha por captação de	23 23 26 29 33 33
emissao acustica (Kelly et al., 2008)	50
3 PROPOSIÇÃO	30 42
emissão acustica (Kelly et al., 2008) 3 PROPOSIÇÃO 4 MATERIAIS E MÉTODOS 4.1 Confecção dos corpos-de-prova 4.1.1. Corpos-de-prova de cerâmica 4.1.2. Bases de G10 4.1.3. Cimentação 4.2 Teste com carga de compressão monotônica - método de detecç do início da falha por captação de emissão acústica 4.3 Teste de fadiga – método boundary 4.4. Fractografía 5 RESULTADOS 5.1 Teste com carga de compressão monotônica 5.2 Teste de fadiga – método boundary technique 5.3 Fractografía	42 43 43 44 45 45 45 51 52 57 59 61 63

6.2 Carga de Fratura e Análise de Weibull	68
6.3 Ensaio de Fadiga	70
7 CONCLUSÕES	75
REFERÊNCIAS	76
ARTIGO A SER SUBMETIDO	
ANEXO	95

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. (A) Bloco IPS Empress CAD posicionado na cortadeira
metalográfica para iníco do primeiro corte. (B) Corte da lâmina de
cerâmica do bloco de CAD/CAM44
Figura 2. (A) G10 posicionado na cortadeira metalográfica. (B) Bases de
G10 finalizadas
Figura 3. (A) Aplicação do ácido fluorídrico 10% na cerâmica. (B)
Silano sendo aplicado na cerâmica46
Figura 4. (A) Condicionamento ácido do G10 com ácido fluorídrico10%.
(B) Remoção do ácido com jato de ar-água 47
Figura 5. (A) Cimento Relyx U200 sendo dispensado. (B) Espatulação
do cimento
Figura 6. (A) Corpo-de-prova colocado no dispositivo com o peso de
750g. (B) Fotoativação lateral. (C) Fotoativação da face oclusal. (D)
Configuração final do corpo-de-prova
Figura 7. Desenho esquemático do CP com suas dimensões 50
Figura 8. Visão lateral do CP final 50

Figura 9. (A) Vista superior do pistão de G10 e do CP sobre o suporte
metálico. (B) Pistão de G10 posicionado no centro da cerâmica e
microfone utilizado para captar o som da falha inicial. (C) ensaio
mecânico sendo realizado 52
Figura 10. Máquina de ciclagem mecânica pneumática utilizada no
ensaio de fadiga
Figura 11. CP posicionado no interior do porta-amostras, com a ponta
de G10 aplicando a carga cíclica através de um pistão pneumático,
imerso em água a 37º C 54
Figura 12. Dados de resistência à fadiga em 1 x 106 ciclos. Os corpos
de-prova marcados em preto (círculo) sobreviveram ao ensaio 55
Figura 13. Dados de resistência à fadiga em 2 x 106 ciclos. Os corpos
de-prova marcados em preto (círculo) sobreviveram ao ensaio 56
Figura 14. (A) Modo de falha do tipo trinca radial. (B) Modo de falha
combinado, com presença de cone crack e trinca radial, encontrado em
um CP submetido à fadiga
Figura 15. Gráfico de Weibull
Figura 16. Gráfico de Weibull para os dados de carga compressiva
monotônica (VD) e do teste de fadiga para 1 x 10 ⁶ e 2 x 10 ⁶ ciclos. Para
o grupo monotônico cada ponto corresponde a um corpo-de-prova e para
os grupos de fadiga cada ponto corresponde a 10 corpos-de-prova 62
Figura 17. Trinca do tipo radial 64
Figura 18. CP (A) e (B) tipo de trinca radial ramificada

LISTA DE TABELAS

LISTA DE ABREVIATURAS

CP =	Corpo-de-prova
01	corpo de prova

- pH = Potencial hidrogeniônico
- SCG = Crescimento subcrítico da trinca
- UPF = Universidade de Passo Fundo
- °C = Graus Celsius
- % = Porcentagem
- min = Minuto
- mm = Milímetro
- cm = Centímetro
- μm = Micrometro
- et al. = e colaboradores
- n = Número de corpos-de-prova por grupo
- m = Módulo de Weibull
- Pf = Probabilidade de falha
- σ_0 = Resistência característica
- IC = Intervalo de Confiança
- $\sigma_{inicial} =$ Amplitude de carga para o primeiro corpo-de-prova
- σ_1 = Primeira amplitude de carga
- $\sigma_{2=}$ Segunda amplitude de carga
- $\sigma_{th} =$ Estresse limite
- *i* = Número de corpos-de-prova que falharam no número prédeterminados de ciclos
- $\sigma_{50\%}$ = Carga de fratura para uma probabilidade de falha de 50%
- $\sigma_{5\%}$ = Carga de fratura para uma probabilidade de falha de 5%
- N = Newton
- MPa = Megapascal
- GPa = Gigapascal

IDENTIFICAÇÃO DA FALHA INICIAL DE CERÂMICA SIMULANDO AS CONDIÇÕES DO MEIO ORAL

Ediléia Lodi¹

RESUMO

O objetivo deste estudo foi desenvolver um método de teste para detectar o primeiro sinal de emissão acústica relacionado ao início da fratura de uma cerâmica vítrea (IPS Empress CAD), bem como comparar o comportamento de fratura dessa cerâmica utilizando o teste de compressão monotônico e um ensaio de fadiga. Foram confeccionadas 57 lâminas de cerâmica (1,5 x 8,3 x 8,4 mm) a partir de blocos de CAD-CAM. As lâminas foram cimentadas com cimento resinoso em bases de resina epóxica reforçada com fibras (G10). No teste monotônico (n=27), o CP permaneceu imerso em água a 37º C e a carga foi aplicada por um pistão de G10 (ponta plana de 3 mm de diâmetro) a uma velocidade de 0,5 mm/min, utilizando uma máquina de ensaios universal. Durante o teste foi utilizado um dispositivo de captação de emissão acústica. O teste de fadiga foi realizado em uma máquina de ciclagem mecânica (água a 37º C, 2Hz) (n=30). Foram avaliados dois tempos de vida (1 x 10⁶ e 2 x 10⁶ ciclos) com as cargas definidas através do método boundary. A fractografia foi realizada com transiluminação. Os dados foram analisados com análise de Weibull. No teste monotônico, foi encontrado um valor de resistência característica de 1615 N e módulo de Weibull de 5,37. No ensaio de fadiga, houve uma redução de aproximadamente 90% do valor de carga de fratura inicial após a ciclagem por até 2 milhões de ciclos; e uma redução de 26% quando o tempo de ciclagem aumentou de 1 milhão para 2 milhões de ciclos. O modo de falha mais frequente

foi trinca radial. Concluiu-se que o método utilizado foi capaz de simular o comportamento de fratura clínico, com a origem da falha na superfície da cerâmica, na interface de cimentação. O ensaio de fadiga alterou o modo de falha e a carga de fratura da cerâmica.

Palavras-chave: Cerâmicas. Fratura. Fadiga. Teste.

¹Aluna do Programa de Pós graduação em Odontologia UPF.

ABSTRACT¹

The objective of this study was to develop a testing method to detect the first acoustic signal related to the initial flaw of a glass-ceramic (IPS Empress CAD), as well as to compare the failure behavior observed with a monotonic compressive test and with fatigue. Fifty seven ceramic slices (1.5 x 8.3 x 8.4 mm) were produced by cutting CAD-CAM blocks and were cemented with resin cement over fiber-reinforced epoxi resin substrates (G10). For the monotonic test (n=27), the specimen were immersed in 37° C water and the load was applied by a G10 piston (3 mm diameter flat end), with cross-head speed of 0.5 mm/min, in a universal testing machine. An acoustic device was used during testing. For the fatigue test, a mechanical cycling machine was used (37° C water, 2Hz) (n=30). Two lifetimes were evaluated (1x 10⁶ e 2 x 10⁶ cycles) and the applied load was defined by the boundary technique. Fractography was performed with transillumination. Data were analyzed with Weibull analysis. Characteristic strength of 1615 N and Weibull modulus of 5.37 were obtained with the monotonic test. In fatigue, a 90% reduction of the initial fracture load was observed after cycling up to 2 million cycles. In addition, a reduction of 26% of the fracture load was reported when the number of cycles was extended from 1 million to 2 million. The most frequent failure mode was radial crack. It was concluded that the testing method was able to simulate the clinical failure behavior, with the flaw origin located in the inner surface of the ceramic, at the cementation interface. Fatigue testing affects the fracture load and failure mode of ceramic specimens.

¹Ceramics initial flaw detection through oral environment simulation

Key words: Ceramics. Fracture. Fatigue. Test.

1. INTRODUÇÃO

A falha clínica das restaurações cerâmicas é um problema complexo e relevante (KELLY *et al.*, 2010). O tipo de falha mais comum é o lascamento, encontrado na cerâmica de recobrimento de restaurações metalo-cerâmica e totalmente cerâmicas, assim como em restaurações monolíticas, como facetas estéticas. A falha catastrófica envolvendo toda a restauraçõe é menos comum, porém mais danosa. Falhas observadas nas restaurações cerâmicas podem ocorrer precocemente (SAILER *et al.*, 2015; PJETURSSON *et al.*, 2015). O reparo depende do grau de severidade do dano causado nas restaurações. Na impossibilidade do reparo, é necessária a reposição total da restauração (SCHERRER *et al.*, 2007).

O estudo do comportamento das fraturas pode melhorar o desempenho dos materiais, possibilitando o desenvolvimento de novos materiais e a prevenção de falhas (SHERRER *et al*, 2007; BORBA *et al.*, 2011b; YI E KELLY, 2011). Entretanto, a maioria dos estudos realizados *in vitro* não reproduzem as falhas clínicas observadas na cavidade bucal e os dados obtidos podem gerar equívocos (KELLY, 1999). A fim de obter dados de longevidade confiáveis os testes laboratoriais devem reproduzir as condições de falhas observadas clinicamente (KELLY *et al.*, 2010; YI e KELLY, 2011; SKOURIDOU, 2013).

20

As condições do ambiente oral afetam a propagação de defeitos presentes nas restaurações cerâmicas, pois elas estão expostas a cargas mastigatórias cíclicas em um meio aquoso, com alterações de pH e temperatura. O mecanismo fisco- químico de fadiga das cerâmicas odontológicas está relacionado com o crescimento subcrítico da trinca na presença de água. Porém, a fadiga é muito mais complexa do que a corrosão por estresse, junto ao mecanismo químico há o mecânico que ocorre em cargas cíclicas. Essas condições do ambiente oral dificilmente são simuladas nos testes de fratura rápida convencionais (*fast fracture*) (DELLA BONA, 2009; SALAZAR-MAROCHO *et al.*, 2010; BORBA *et al.*, 2013; CORAZZA, 2014).

Entretanto, a maioria dos estudos não avalia a longevidade dos materiais, prevista com o uso dos testes de fadiga. Um dos motivos pode ser o elevado custo dos testes de fadiga, a necessidade de um grande número de amostras e os longos períodos de ensaios. Uma forma de otimizar estes ensaios é utilizar técnicas de testes de vida acelerados, como os métodos *step-stress, boundary* e *staircase*. Esses ensaios são planejados com o objetivo de diminuir o tempo necessário para a falha. Assim, os materiais são testados em níveis de estresse mais baixos do que os obtidos nos testes de fratura rápida, mas maiores que os encontrados durante a mastigação (GRUETTER, L M., 2005; BORBA *et al.*, 2013 CORAZZA, 2014).

Ainda, para simular de forma mais fiel as condições orais, uma metodologia de ensaio mecânico foi introduzida inicialmente por Kelly *et al.* (2008) (KELLY *et al.*, 2010; YI e KELLY, 2011, MAY *et al.*, 2012). Essa metodologia de teste foi capaz de simular as condições da fratura clínica *in vitro*, detectando a falha inicial da cerâmica através da

captura do primeiro sinal de emissão acústica, ou seja, o seu primeiro estalido. O método também envolve o uso de corpos-de-prova cerâmicos cimentados a um material análogo da dentina (YI e KELLY, 2011, MAY *et al.*, 2012).

Assim, o intuito da presente pesquisa é aprimorar a metodologia de Kelly *et al.* (2008) e associá-la a um ensaio de fadiga acelerado, para verificar o comportamento mecânico de uma cerâmica vítrea submetida a condições que simulem o ambiente oral.

2. REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Cerâmicas

As cerâmicas são compostos inorgânicos formados por elementos metálicos (ou semi-metálicos) e não metálicos (alumínio, cálcio, lítio, magnésio, fósforo, potássio, silício, titânio e zircônio) (ANUSAVICE, 2005; DELLA BONA, 2009; CRAIG, 2012). As cerâmicas apresentam alta estabilidade química, o que resulta em alta biocompatibilidade e baixos índices de aderência de placa, tem alta resistência à compressão e ao desgaste, são isolantes térmicos e elétricos, e apresentam estética excelente, pois possuem estabilidade de cor à longo prazo (DELLA BONA, 2009; KELLY e BENETTI, 2011; CRAIG, 2012).

Na Odontologia, a primeira cerâmica utilizada para produzir inlays e coroas foi a porcelana feldspática introduzida por Land em 1886. Melhorias na translucidez e na cor das porcelanas odontológicas foram realizadas a partir do desenvolvimento de diferentes composições e da sinterização utilizando vácuo. Um desenvolvimento notável ocorreu na década de 1950 com a adição de leucita na formulação da porcelana, que elevou o seu coeficiente de expansão térmica para permitir a sua fusão às ligas metálicas (KELLY *et al.*,1996). A partir da década de 1980 foram introduzidas cerâmicas avançadas com métodos de processamento inovadores, uma flexibilidade adicional para conseguir resultados estéticos, estimulando um renovado interesse em próteses de cerâmica pura (KELLY *et al.*, 1996; KELLY e BENETTI, 2011).

É possível conformar a cerâmica com a forma da estrutura dental utilizando diferentes técnicas que muitas vezes envolvem treinamento especializado ou uso de equipamentos específicos (ANUSAVICE, 2005; DELLA BONA, 2009 KELLY e BENETTI, 2011). As cerâmicas estão indicadas para construir dentes de próteses removíveis, coroas, pontes parciais fixas (PPFs), facetas, inlays, onlays, overlays, núcleos intracanais, braquetes ortodônticos, implantes e pilares de implantes (ANUSAVICE, 2005; DELLA BONA, 2009; CRAIG, 2012). O seu desempenho depende tanto da sua microestrutura quanto da qualidade de seu processamento. Fatores como a tecnologia utilizada na fabricação das restaurações, o método de aplicação da cerâmica, o número de ciclos de queima, a técnica de harmonização de cor e textura e a precisão do ajuste da restaurações cerâmicas (DELLA BONA, 2009; KELLY e BENETTI, 2011; CRAIG, 2012).

A principal limitação das cerâmicas é seu comportamento friável, ou seja, suporta pouca ou nenhuma deformação plástica. Elas apresentam baixa tenacidade à fratura e baixa resistência à tração quando comparadas ao metal. Defeitos do material, como porosidades e impurezas, e defeitos de superfície são considerados pontos de concentração de tensão e potenciais iniciadores de fraturas catastróficas. A probabilidade de falha de um material friável está estatisticamente distribuída em função do tamanho e distribuição espacial desses defeitos. Por isso, além dos valores de resistência à fratura, também é importante analisar a confiabilidade das cerâmicas sob tensão. Para isso, utiliza-se a análise de Weibull. Os maiores valores do módulo de Weibull (m) correspondem a um nível maior de integridade estrutural do material. A maioria das cerâmicas apresentam valores de m na faixa de 5 a 15 e os metais entre 30 e 100 (DELLA BONA, 2009; BORBA *et al.*, 2011a e b).

Portanto, as restaurações totalmente cerâmicas apresentam uso restrito em pacientes com diagnóstico de bruxismo acentuado, sinais de desgaste excessivo da estrutura dentária ou de restaurações, força de mordida exagerada e uma história prévia de fraturas de inlays ou próteses unitárias de cerâmica pura. Deve-se verificar a presença de altura suficiente da coroa para o adequado preparo dentário e, consequentemente, adequada espessura de cerâmica (ANUSAVICE, 2005; DELLA BONA, 2009, BORBA, 2010).

As cerâmicas podem ser classificadas quanto a sua indicação, método de fabricação e pela sua estrutura (amorfa e/ou cristalina). A técnica de fabricação mais comum é a técnica da estratificação, que é o processo de queima do pó cerâmico compactado a altas temperaturas para garantir a maior densidade ao material. Isso ocorre pela eliminação dos poros e pelo escoamento quando a temperatura de queima é atingida. Técnicas de processamento como a técnica da barbotina (*slip-cast*), da injeção e a usinagem por CAD-CAM (*Computer aided design – Computer aided machining*) podem ser utilizadas para as restaurações totalmente cerâmicas e combinadas para obtenção da restauração final (ANUSAVICE, 2005; DELLA BONA, 2009, BORBA, 2010; CRAIG, 2012).

A composição e estrutura cristalina podem alterar as propriedades mecânicas e ópticas das cerâmicas. Então, levando em conta esses fatores, pode-se classificá-las em três categorias: cristalinas ou policristalinas (sem conteúdo vítreo); vidros com partículas ou parcialmente cristalinos (contendo alto ou baixo teor de vidro); e vidros amorfos. As cerâmicas cristalinas ou policristalinas são constituídas por um grande número de pequenos cristais, ou grãos, separados entre si por seus limites ou contornos. Nas cerâmicas parcialmente cristalinas, o conteúdo de vidro ao redor das fases cristalinas pode variar. Os vidros amorfos contém apenas fase amorfa e também podem apresentar algumas inclusões ou defeitos (DELLA BONA, 2009; KELLY e BENETTI, 2011).

2.1.1 Vitrocerâmica reforçada com leucita

As vitrocerâmicas reforçadas com leucita podem ser classificadas como vidros com partículas ou cerâmicas parcialmente cristalinas. O tamanho dos grãos e a estrutura cristalina estão correlacionados com a resistência à propagação de defeitos (trincas). Quanto maior a organização cristalina em nível atômico, mais difícil a propagação desses defeitos. Portanto, um maior conteúdo de cristais de leucita (35% a 55%) foi adicionado a uma matriz vítrea com o objetivo de aumentar a tenacidade à fratura desse material (CESAR et al., 2005; DELLA BONA, 2009; KELLY e BENETTI, 2011). Segundo Gonzaga (2007), essa vitrocerâmica é composta por uma matriz vítrea de silicato de alumínio e potássio com, aproximadamente, 29% de cristais de leucita (KAlSi₂O₆) com tamanho médio de 1,1 µm, homogeneamente dispersos na matriz. Essas informações estão de acordo com os dados do fabricante que descreve um volume de fase cristalina de 35-55% e tamanho dos cristais de 1-5 µm para esse material, resistência à flexão de 160 MPa e módulo de elasticidade de 62 GPa.

As vitrocerâmicas reforçadas com leucita apresentam propriedades mecânicas um pouco superiores às encontradas para as porcelanas. Apresentam resistência à flexão que varia entre 84 e 177 MPa, dureza Vickers entre 5,9 e 7,0 HV, módulo de elasticidade de 65 a 86 GPa, tenacidade à fratura de entre 1,2 e 1,7 MPa.m^{0,5} (DELLA BONA et al., 2003; GONZAGA, 2007; DELLA BONA, 2009; CRAIG, 2012). Yilmaz et al. (2007) avaliaram seis diferentes tipos de cerâmicas, entre elas uma porcelana (Finesse, Dentsply) e uma vitrocerâmica reforçada com leucita (IPS Empress, Ivoclar-Vivadent). Os valores de resistência à flexão biaxial e módulo de Weibull (m) observados foram de 88 MPa e 3,17, respectivamente, para a porcelana, e 101 MPa e 10,13 para a vitrocerâmica (YILMAZ et al., 2007). Em outro estudo observouse para a cerâmica reforçada com leucita o valor de resistência à flexão biaxial de 134 MPa e m de 3,65 (WAGNER E CHU, 1996). Wen et al. (1999) encontaram para cerâmicas reforçadas com leucita resistência flexural de 115 MPa e *m* de 5,64.

Um estudo comparou as propriedades mecânicas de sete tipo de materiais restauradores para CAD-CAM, sendo três compósitos com alto conteúdo de carga (Lava Ultimate Restorative, 3M ESPE; CERASMART, GC Dental Products; Paradigm MZ100 Block, 3M ESPE), um material híbrido compósito-cerâmica (Enamic, Vita Zahnfabrik), e duas cerâmicas vítreas (IPS Empress CAD, Ivoclar Vivadent; VITABLOCS Mark II, Vita Zahnfabrik). A cerâmica reforçada com leucita (IPS Empress CAD) obteve valores de resistência à flexão intermediários (151 MPa) mas superiores à porcelana convencional (VITABLOCS Mark II) (105 MPa). Os compósitos Lava Ultimate Restorative e CERASMART CES obtiveram os maiores valores de resistência flexural de 178 MPa e 219 MPa, respectivamente (AWADA E NATHANSON, 2015).

Por outro lado, em comparação à vitrocerâmica à base de dissilicato de lítio, a reforçada com leucita tem comportamento mecânico inferior. Quando foi avaliada influência da espessura na carga de fratura dessas duas cerâmicas, pode-se constatar que a espessura da cerâmica não teve efeito significativo quando cimentadas em uma estrutura dentária. Porém, a cerâmica de dissilicato de lítio testada na espessura de 2 mm teve carga de fratura (2505 N) maior do que a reforçada com leucita testada tanto na espessura de 1 mm (1569 N) como de 2 mm (1716 N), embora ambas sejam indicadas para dentes posteriores (BAKEMAN *et al.*, 2015).

A grande diferença na contração térmica entre a leucita (20 a 25 x 10^{-6} °C) e a matriz vítrea (8 x 10^{-6} °C) resulta no desenvolvimento de tensões compressivas tangenciais no vidro em torno dos cristais de leucita durante o resfriamento. Isso porque, os cristais contraem mais do que a matriz vítrea adjacente. Essas tensões podem ser responsáveis pelo aumento na tenacidade a fratura do material. O coeficiente de expansão térmica destas cerâmicas é de 14 a 18×10^{6} (CRAIG, 2012).

A cerâmica reforçada com leucita é indicada para *inlays, onlays,* facetas e coroas, e também pode ser utilizada no recobrimento de infraestrutura (CRAIG, 2012). Os métodos de fabricação dessas restaurações são: convencional (estratificação, como nas porcelanas), injeção e CAD-CAM (DELLA BONA, 2009; BORBA, 2010; KELLY e BENETTI, 2011; CRAIG, 2012).

A injeção se baseia na aplicação de pressão externa em alta temperatura para sinterizar e dar forma à cerâmica. Durante a prensagem

a quente, a temperatura é próxima ao ponto de amolecimento da cerâmica; os lingotes cerâmicos são levados a altas temperaturas num molde de revestimento aglutinado por fosfato, produzido pela técnica da cera perdida. Essa temperatura é mantida alta por 10 a 20 minutos. Após, uma pressão de 0,3 a 0,4 MPa é aplicada por meio de um êmbolo refratário, resultando no preenchimento do molde com a cerâmica amolecida. Esse processo requer um forno automático de pressão especialmente desenvolvido para essa finalidade e promove uma boa dispersão da fase cristalina no interior da matriz vítrea (CRAIG, 2012). Os lingotes cerâmicos estão disponíveis em uma variedade de tonalidades, com uma microestrutura contendo cristais de leucita de 1 a 5 μ m, dispersos em uma matriz vítrea. A quantidade de porosidade é 9 vol% (CRAIG, 2012; KELLY e BENETTI, 2011; SALAZAR-MAROCHO, 2012).

Para a técnica CAD-CAM os blocos são previamente sinterizados. Então a restauração pode ser desenhada, usinada e cimentada em sessão única (DELLA BONA, 2009; KELLY e BENETTI, 2011; CRAIG, 2012)

2.1.2 Comportamento Clínico

No ambiente bucal, as tensões de tração são criadas principalmente por forças de dobramento que ocorre na superfície da prótese. A trinca se propaga através do material como consequência da alta concentração de tensões que ocorre na extremidade da trinca (DELLA BONA, 2009; KELLY e BENETTI, 2011; CRAIG, 2012).

Além disso, um importante modificador de vidro é a água, embora não seja intencionalmente adicionada à cerâmica. O íon hidrônio, H_3O^+ , pode substituir o sódio ou outros íons metálicos em uma cerâmica que contenha modificadores de vidro. Esse fato contribui para o fenômeno de "crescimento subcrítico das trincas" das cerâmicas expostas a tensões de tração em ambientes úmidos; responsável também pela falha ocasional a longo prazo (ANUSAVICE, 2005; DELLA BONA, 2009, KELLY e BENETTI, 2011; CRAIG, 2012).

Estudos clínicos realizados com períodos de observação que variaram de 2 a 11 anos encontraram uma taxa de sobrevivência de restaurações cerâmicas puras unitárias de vitrocerâmica reforçada com leucita (IPS Empress, Ivoclar) entre 92% e 99%. Os índices de fratura parecem ser menores para região anterior (DELLA BONA, 2009). O estudo de Fradeani e Redemagni (2002) relatou o acompanhamento de 125 coroas de cerâmica reforçada com leucita (IPS Empress), sendo 93 na região anterior com um sucesso de 99%, e na região posterior 32 coroas e taxa de sucesso 84% em 11 anos. Neste estudo foi calculada a taxa de sobrevivência de Kaplan-Meier (DELLA BONA e KELLY, 2008).

Em uma revisão onde foram analisados nove ensaios clínicos sobre o desempenho de inlays, onlays e coroas de vitrocerâmica reforçada com leucita, observou-se um índice de sobrevivência de 96% em 4,5 anos que passou para 91% em 7 anos com a maioria das falhas causadas por fratura da estrutura. A sobrevida de coroas em 3 a 3,5 anos variou de 92% a 99%, com falha da estrutura. Por isso, os autores não recomendam o uso de coroas de vitrocerâmica reforçada com leucita na região posterior (BROCHU e EL-MOWAFY, 2002).

Lohbauer *et al.* (2008) observaram uma taxa de sobrevivência para a vitrocerâmica reforçada com leucita (IPS Empress) de 100% em 1 ano, 93% em 4 anos, 92% em 8 anos e 86% em 12 anos. Foram confeccionadas 57 restaurações em molar e 39 em pré-molar, sendo 77% inlays e 23% onlays, colocadas em 34 pacientes por 6 profissionais. A incidência de falhas nas inlays como lascamento e fratura marginal aumentou de 1%, no início do estudo, para 2% após 1 ano, 7% após 4 anos, 26% após 8 anos até 57% após 12 anos de acompanhamento.

Outro estudo avaliou 210 restaurações do tipo onlay de vitrocerâmica reforçada com leucita por um período de 3 anos e teve uma taxa de sobrevivência de 97,1%. Sete restaurações falharam com tipo de falha combinada, adesiva e coesiva (3,33%). Destas, seis restaurações tinham a espessura oclusal inferior a 2 mm e o dente não apreentava vitalidade. Concluiram que dentes vitais eram menos propensos a falhar do que os dentes não vitais. Segundos molares foram cinco vezes mais suscetíveis a falhas do que os primeiros molares. A sensibilidade do dente após a cimentação e a sua posição na arcada não foram fatores estatisticamente significativos (MURGUEITIO e BERNAL, 2012).

Oitenta e três restaurações, inlays e onlays, de vitrocerâmica reforçada com leucita foram cimentadas em 30 pacientes com cimento auto-adesivo e cimento convencional multi-passos (RelyX Unicem (RX); Syntac Classic e Variolink II (SV)) e foram avaliadas após duas semanas (R1), seis meses (R2), um ano (R3) e dois anos (R4). No período avaliado, uma falha ocorreu no grupo SV (em seis meses) devido ao esmalte marginal lascar. Após 2 anos de avaliação clínica, a melhor integridade marginal foi encontrada no grupo 2 (SV) quando comparada com o uso de cimentação auto-adesiva (RX, grupo 1), mas não foram encontradas diferenças estatísticas para os demais critérios clínicos avaliados. A ausência de esmalte em caixas proximais não afetou o desempenho da adaptação marginal. O cimento resinoso autoadesivo mostrou resultados clínicos semelhante ao processo de cimentação multi-passo convencional após 2 anos de avaliação (TASCHNER, *et al.*, 2012).

Um estudo de metanálise que comparou a taxa de sobrevivência de coroas concluiu que não houve diferenças estatisticamente significativas na taxas estimadas de sobrevivência para 5 anos entre coroas metalocerâmicas (95,7%) e vitrocerâmicas reforçada com leucita ou dissilicato de lítio (96,6%), cerâmicas infiltradas por vidros (94,6%), e cerâmicas policristalinas de alumina (96,0%) e de zircônia (Y-TZP) (91,2%). Para as vitrocerâmicas, não houve diferença nas taxas de sobrevivência de coroas anteriores e posteriores. Com relação as falhas mecânicas, as coroas totalmente cerâmicas exibiram maior taxa de fratura da infraestrutura do que as metalocerâmicas. Segundo os autores, as cerâmicas feldspáticas são estruturalmente mais fracas e só podem ser indicadas para região anterior e de baixa carga funcional (SAILER *et al.*, 2015).

Como pode ser observado nos estudos citados, independente do sistema utilizado para a confecção de restaurações puras de cerâmica, as principais causas de falha observadas são as fraturas catastróficas e o lascamento; as cáries secundárias são fatores relacionados ao paciente e não ao material (DELLA BONA, 2009; SAILER *et al.*, 2015; PJETURSSON *et al.*, 2015).

Assim, a resistência à fratura de uma prótese cerâmica pode ser aumentada por uma ou mais das seguintes opções: seleção de cerâmicas mais resistentes e tenazes; desenvolvimento de tensões compressivas dentro da superfície do material por fatores térmicos, ou residuais nas interfaces entre as camadas de cerâmicas mais fracas e menos tenazes por meio da combinação adequada dos coeficientes de expansão térmico; redução das tensões de tração na cerâmica por meio da seleção de materiais rígidos para infraestrutura; diminuição do número de ciclos de queima da porcelana; desenho da PPF (prótese parcial fixa) cerâmica restringindo a regiões de baixo estresse; adesividade da prótese cerâmica à estrutura dentária (DELLA BONA 2009, CRAIG, 2012, OILO e GJERDET, 2013).

2.2 Métodos de Ensaios Mecânicos

2.2.1 Método de Fadiga

A resistência das cerâmicas odontológicas é frequentemente avaliada através de testes de flexão biaxial, de três e quatro pontos, utilizando amostras com a configuração de disco ou barra, de acordo com o preconizado pela norma ISO 6872-2008. O estado de estresse nos testes de flexão biaxial e em quatro pontos são os mais pertos da flexão pura (YILMAZ, 2007). Porém, o valor médio de resistência à flexão pode variar segundo o teste utilizado e o ambiente onde for realizado. O mesmo tipo de cerâmica pode mostrar valores 30% mais altos de resistência quando testados em resistência à flexão de três pontos e à temperatura ambiente do que em quatro pontos em água (DELLA BONA *et al.*, 2003; SALAZAR-MAROCHO, 2012).

Esses testes convencionais de resistência à flexão são importantes para realizar uma caracterização inicial dos materiais. Entretanto, não levam em conta a influência da configuração e geometria da restauração na distribuição das tensões, e negligenciam o efeito da aplicação de cargas cíclicas na longevidade dos materiais (KELLY, 1999).

Clinicamente, as restaurações dentárias precisam suportar as condições desfavoráveis da cavidade bucal, tais como pH variável, umidade, mudanças na temperatura, ambiente salino e tensões induzidas pela aplicação da carga mastigatória (STUDART, 2007; SALAZAR-MAROCHO, 2010; CRAIG, 2012; OILO, 2013).

Assim, as restaurações ficam susceptíveis à corrosão química e mecanismos de fadiga que podem reduzir a resistência do material e a sua longevidade. A combinação da aplicação cíclica de estresse e presença de água acelera o crescimento da trinca, provocando a falha por corrosão por estresse. Nas cerâmicas, ocorre um processo de ligação das moléculas de água com os óxidos da cerâmica (Si-O-Si), induzindo o crescimento subcrítico de trincas e a falha por fadiga. Além disso, quando se utiliza cargas cíclicas, pode ocorrer a degradação dos mecanismos de tenacificação presentes em algumas cerâmicas (DELLA BONA, 2009; BORBA *et al.*, 2013; ZHANG *et al.*2014).

Portanto, a falha por fadiga pode ser descrita como um processo pelo qual os materiais perdem suas características iniciais, devido a esforços repetitivos e ao desenvolvimento de trincas microscópicas em áreas de concentração de tensões. Alguns fatores locais mais comuns que podem promover esse aumento de tensões são inclusões, defeitos de superfície e mudanças na configuração geométrica da superfície (SALAZAR-MAROCHO, 2012). Esse processo faz com que a falha ocorra em níveis de estresse mais baixos do que aqueles relatados em testes de fratura rápida (*fast fracture*). Entretanto, a maioria dos estudos *in vitro* não avalia a longevidade dos materiais através de testes de fadiga. Um dos motivos pode ser o elevado custo desses testes, que envolve um grande número de amostras, longos período de ensaio e equipamentos sofisticados. Uma forma de otimizar estes ensaios é utilizar técnicas de testes de vida acelerados, como os métodos *staircase, boundary e step-stress*. Esses ensaios são planejados com o objetivo de diminuir o tempo necessário para a falha. Assim, os materiais são testados em condições de estresse mais baixos do que os obtidos nos testes de fratura rápida, mas maiores que os encontrados durante a mastigação (GRUETTER, L M., 2005; BORBA *et al.*, 2013 CORAZZA, 2014). Nestes ensaios, o ideal é que o nível de estresse utilizado acelere o fracasso dos corpos-de-prova sem causar novos modos de falha, diferentes dos encontrados em condições clínicas (BORBA *et al.*, 2013).

O método *staircase* possibilita estimar a resistência à fadiga para uma probabilidade de falha de 50% e reduzir o tamanho da amostra. No entanto, este método não é adequado para estimar pontos de probabilidade de falha baixos ou altos (1% ou 99%), o que é uma desvantagem uma vez que a previsão de tempo de vida nestes pontos extremos é mais importante para a Odontologia (BORBA *et al.*, 2013).

Na técnica *boundary*, é possível estimar pontos baixos ou altos de probabilidade de falha com maior precisão em comparação com o método *staircase*. Nesta técnica, os pontos críticos são a falta de critérios para escolher alguns parâmetros utilizados no método e a assumir uma distribuição normal dos dados de tempo de vida para se adequarem corretamente na distribuição de Weibull de dois parâmetros (MAENNIG, 1975; BORBA *et al.*, 2013). Os métodos *staircase* e

boundary são baseados na presença ou ausência de falha, por um período pré-definido de ciclos. A principal diferença entre os dois métodos são as amplitudes de estresse utilizadas e o número de corpos-de-prova testados em cada amplitude (MAENNIG, 1975; GRUETTER, 2005).

Em contraste com a amplitude de estresse constante usada para os método *staircase* e *boundary*, no método *step-stress* cada amostra é submetida a um diferente protocolo de ciclagem. A amplitude de estresse é aumentada, para um mesmo corpo-de-prova, após um período de tempo, até que ocorra fratura. Esta técnica garante que a falha ocorra rapidamente porque ele personaliza a amplitude de estresse de acordo com a resistência de cada corpos-de-prova (SALAZAR-MAROCHO, 2010; BORBA *et al.*, 2013; CORAZZA, 2014).

2.2.2 Métodologia de detecção do início da falha por captação de emissão acústica (Kelly et al., 2008)

Um método muito utilizado para avaliar o comportamento mecânico das cerâmicas, é o teste de carga de fratura de corpos-de-prova em forma de coroas e ponte fixas, associados ou não ao teste de fadiga cíclica. Esse tipo de ensaio é importante, já que a geometria da restauração pode mudar o modo de falha das mesmas, dependendo da condição do carregamento e das propriedades dos materiais (BORBA, 2010; MAY *et al.*,2012; SALAZAR-MAROCHO, 2012).

Por outro lado, observa-se que os estudos laboratoriais com corpos-de-prova em forma de restaurações apresentam como principal limitação informar cargas de fratura muito altas, variando entre 1500 a 5.000 N, acima das encontradas clinicamente, que variam entre 5 e 364 N (deglutição e mastigação) até o máximo de 216 a 890 N
(apertamento). Além disso, o modo de fratura relatado é em vários fragmentos envolvendo danos de contato, sendo que a fratura clínica, geralmente, se dá em dois fragmentos. No ambiente oral encontram-se facetas de contato entre os dentes naturais e restaurações que variam de 0,5 mm a 4 mm de diâmetro. Entretanto, os testes convencionais de restaurações cerâmicas utilizam pistões esféricos de 6 mm de diâmetro que produzem pontos de contato agudos que geram tensões muito altas na estrutura (KELLY, 1999).

Em dentes posteriores, a área de contato total durante a máxima intercuspidação é de 52 mm² para as mulheres e 64 mm² para os homens. Considerando esta área de contato, mesmo com uma carga extrema de 3.500 N, a pressão de contato seria de apenas 55 a 67 MPa. Assim, para cargas mais fisiológicas entre 100 e 700 N, estimadas para região de prémolares e molares, a pressão de contato varia entre 3,5 e 890 MPa (KELLY, 1999; DOUGLAS e DE LONG, 1983). Portanto, testes com pistões com pontas planas simulam melhor as condições clínicas. Um estudo avaliou a influência do diâmetro da faceta de contato do pistão com o corpo-de-prova (1 mm, 2 mm e 3 mm) no modo de fratura de amostras de porcelana aderidas a um material análogo à dentina. Observaram que a pressão de contato era menor para pistões com maiores facetas, o pistão de 3 mm, gerou uma pressão de 60 MPa, enquanto o pistão de 1 mm, gerou uma pressão de 168 MPa (YI e KELLY, 2008.)

Então, para simular de forma mais fiel as condições orais, uma metodologia de ensaio mecânico, de detecção do início da falha por captação de emissão acústica, foi introduzida inicialmente por Kelly *et al.*, em 2008. Assim, em 2010, Kelly *et al.* (2010) desenvolveram essa

técnica experimental para simular aspectos chaves do fracasso clínico in vitro. As amostras de cerâmica foram confeccionadas de forma cilíndrica com espessura de 1 mm, simulando a oclusal de um molar. Foram testadas usando quatro condições de carga e armazenamento: armazenados secos e teste monotônico seco; armazenados em água e teste monotônico seco; armazenados secos e teste de ciclagem a seco (20 Hz e um milhão de ciclos); armazenados úmidos e teste de ciclagem em meio aquoso (20 Hz e um milhão de ciclos). Foi utilizada uma tira de polietileno entre a cerâmica e o pistão para evitar danos de contato. Foram testadas cerâmicas reforçada com leucita e alumina (monolítica e duas camadas), cimentadas com cimento dual e silano sobre uma base de resina epóxica reforçada com fibras. Após a cimentação, as amostras foram armazenadas em água deionizada à 37°C por 2 meses e meio e cicladas em água. Foram testados três diferentes tipos de pistão até chegar ao pistão final de G10 (com 3 mm de diâmetro e raio de 0,5 m), pois este tipo de pistão não induziu trincas em cone (cone cracks). Os dados coletados mostram que o defeito crítico teve origem na superfície interna da cerâmica, invariavelmente se propagando para o seu interior. Quando utilizaram o teste de fadiga pelo método staircase não observaram diferenças no comportamento mecânico da cerâmica testada com uma frequência de 2 Hz ou 20 Hz. Concluíram que o protocolo de teste desenvolvido foi capaz de reproduzir situações de falhas observadas na clínica. Essas falha são sensíveis à presença de água, tipo de agente de cimentação, adesão e ao substrato no qual a amostra está aderida, permitindo um universo de variáveis importantes clinicamente para ser examinado.

Assim, uma variável importante é o módulo de elasticidade da cerâmica e do substrato na qual ela está aderida (foram testados bases de níquel cromo e resina reforçada com fibras-G10). O ideal é que o material utilizado como substrato tenha um comportamento elástico semelhante à dentina humana. Na metodologia de Kelly *et al.* (2010), foi utilizado material análogo da dentina (resina com fibras de vidro; NEMA grau G10) e observou-se que o comportamento de deformação e a resistência de união ao cimento resinoso foram semelhantes aos resultados obtidos pela dentina hidratada. Esses dados indicam o uso do G10 nos ensaios como um substituto da dentina, pois apresenta módulo de elasticidade semelhante (características mecânicas análogas), sendo o módulo de elasticidade do G10 14,9 GPa (MAY *et al.*, 2012) e da dentina de 15 a 20 GPa (DELLA BONA, 2009).

Yi e Kelly (2011) e May *et al.* (2012) realizaram testes laboratoriais com esta mesma metodologia, mas usando diferentes configurações dos corpos-de-prova. Yi e Kelly (2011) utilizaram corposde-prova padronizados de forma quadrangular e 1 mm de espessura, cimentados ao G10. Já May *et al.* (2012) reproduziram essa metodologia utilizando corpos-de-prova em forma de coroa, também cimentadas em pilares de G10. Em ambos estudos foi registrada a carga associada ao primeiro estalido emitido pela estrutura (*pop-in*), utilizando um detector de emissão acústica. Assim, registra-se o momento do início da trinca e a tensão que a originou, bem como a sua possível propagação.

Yi e Kelly (2011) examinaram uma porcelana odontológica submetida a três tipos de tratamento de superfície e três tipos de ensaios mecânicos: teste de flexão biaxial; carga monotônica, a seco; e carga de mastigação cíclica em ambiente úmido. As amostras após a cimentação foram armazenadas secas por 72h antes do teste de carga monotônica a seco, e a carga aplicada foi de 2N/s. Para o teste de ciclagem as amostras foram armazenadas em água por 7 dias e após em ambiente seco por 72h, a carga aplicada foi de 10N (pré-carga compressiva) e a carga cíclica pelo método *staircase* durante 500.00 ciclos com 15 Hz. Embora todos os três ensaios resultaram em falha por flexão, as condições variaram suficientemente para cada teste resultando em diferente ranqueamento dos três tratamentos de superfície. Os tratamento de superfície foram melhor avaliados com o teste de flexão biaxial e as interações cimento-cerâmica pelo ensaio de carga monotônica. As diferenças no acúmulo de danos, devido às condições de superfície na presença de água foram melhor investigadas pela carga cíclica e este tipo de teste simula melhor o uso clínico.

O estudo de Salazar-Marocho (2012) avaliou o comportamento de fratura de cerâmicas odontológicas submetidas a diferentes tipos de carregamento: monotônico e cíclico. Foram testados corpos-de-prova monolíticos de uma porcelana odontológica (Vita VM7) e de uma cerâmica policristalina à base de zircônia (YZ), e corpos-de-prova bicamadas de YZ recoberta por uma porcelana (Vita VM9), sob dois diferentes substratos (alumínio e G10). Também foram investigados quatro tipos diferentes de agentes cimentantes, dois cimentos resinosos de ativação dual (Variolink II *high* e Variolink *low)*, um cimento resinoso auto-adesivo (Relyx U100) e um cimento de ativação dual com MDP (Panavia F). Dentre estes cimentos, o que apresentou melhor comportamento de fratura sob fadiga foi o cimento resinoso Variolink II *low* quando uniu a porcelana ao substrato de G10. Para ambos testes mecânicos executados foi utilizado pistão de metal. As falhas observadas após a realização dos testes foram na interface de cimentação e na superfície de aplicação da carga para a porcelana; para os corpos-deprova bicamada, a falha observada estava localizada na interface entre os materiais. Nos testes de envelhecimento, os corpos-de-prova foram armazenados úmidos à 37°C por 24h, 1 mês, 3 e 6 meses e depois testados com carga compressiva monotônica. No teste de fadiga, foi aplicada uma carga correspondente a 60% do valor médio da carga de fratura (N) obtido no teste monotônico, com frequência de 10 Hz, até obter a primeira trinca. Os grupos com maior carga de fratura no teste à compressão monotônico suportaram maior número de ciclos até a fratura. No teste monotônico, após 24h de armazenamento, o conjunto porcelana (VM7) aderida ao G10 com cimento resinoso autoadesivo (RelyX U100) teve média de carga de fratura de 1217 N (\pm 164N) e o valor de *m* de 8,9 (IC 95% = 5,2 - 15,1).

3. PROPOSIÇÃO

Os objetivos do presente estudo são:

1- Realizar um método de teste para detectar o primeiro sinal de emissão acústica, correspondente ao início da falha de cerâmicas vítreas, que resulte em um comportamento de fratura similar ao observado clinicamente. A hipótese testada é de que o método de teste proposto é capaz de reproduzir as condições de falhas relatadas na literatura para restaurações totalmente cerâmicas (modo de falha e pressão).

2- Investigar o comportamento de fratura de uma vitrocerâmica reforçada com leucita, em amostras suportadas por um material com características semelhantes à dentina; submetida ao teste de compressão monotônico e ao teste de fadiga cíclica pelo método *boundary*. A hipótese testada é de que a fadiga cíclica altera a carga de fratura e modo de falha da cerâmica estudada.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Foi avaliada uma vitrocerâmica reforçada com leucita (IPS Empress CAD, Ivoclair Vivadent, Schann, Liechtenstein). Os corpos-deprova (CPs) foram testados com carga de compressão monotônica (n=27), utilizando o método de detecção da falha por emissão acústica; e foram testados em fadiga cíclica com o método *boundary* (n=30).

4.1 Confecção dos corpos-de-prova

Para confecção dos CPs foram utilizados os materiais descritos na Tabela 1.

Tabela 1. Descrição dos materiais utilizados no estudo

Nome Comercial	Descrição	Fabricante	
IPS Empress CAD	matriz vítrea e cristais * de leucita (35-55%)	Ivoclar Vivadent AG Schaan,Liechtensten	
G10	resina epóxica reforçada ** com fibra de vidro	NEMA G10, International Paper, Hampton, SC, EUA	
Relyx U200	cimento resinoso * auto-adesivo dual	3M ESPE, St. Paul, MN, EUA	

* Dados fornecidos pelo fabricante

** Yi e Kelly, 2001; May et al., 2012

4.1.1. Corpos-de-prova de cerâmica

Lâminas de cerâmica foram confeccionadas a partir de blocos pré-fabricados totalmente sinterizados de CAD/CAM com dimensões de 15,6 mm x 8,4 mm x 8,3 mm. Os blocos foram cortados em secções de, aproximadamente, 1,6 mm com o auxílio de um disco diamantado dupla face e da máquina cortadora metalográfica (modelo Miniton, Struers, Copenhagen, Denmark). Para realizar os cortes, os blocos foram fixados no suporte da máquina pelo pino metálico (Figuras 1A e B).



Figura 1. (A) Bloco IPS Empress CAD posicionado na cortadeira metalográfica para iníco do primeiro corte. (B) Corte da lâmina de cerâmica do bloco de CAD/CAM.

Os CPs de cerâmica foram planificados e polidos com lixas d'água de diferentes granulações. Foi utilizada a lixa 180, 280 e 500 para planificar e a granulação 600 e 1000 para polir, ambos os lados da cerâmica, sempre com irrigação. A dimensão final das lâminas foi de 1,5 mm de espessura com secção quadrangular de 8,3 mm x 8,4 mm.

4.1.2. Bases de G10

A partir de bastões de G10 (NEMA G10, International Paper, Hampton, SC, EUA), um material de resina epóxica reforçada com fibra de vidro, com comportamento análogo à dentina hidratada (YI e KELLY, 2008; KELLY *et al.*, 2010; SALAZAR-MAROCHO, 2012), foram confeccionadas bases nas dimensões de 4 mm de espessura (\pm 0,2 mm) e 20 mm de diâmetro. Bastões de G10 foram fixados no suporte da cortadora metalográfica e cortados sob refrigeração na espessura de 4 mm, com o auxílio de um disco diamantado (Figuras 2 A e B). Após o corte, os discos foram limpos com álcool isopropílico 70% para remover as impurezas. Não foi executado a etapa de polimento desse substrato para manter as características necessárias para adesão.



Figura 2. (A) G10 posicionado na cortadeira metalográfica. (B) Bases de G10 finalizadas.

4.1.3. Cimentação

Inicialmente, uma das faces do CP de cerâmica foi protegida com uma fita adesiva. A superfície oposta foi submetida ao condicionamento com ácido fluorídrico 10% (CONDAC PORCELANA, FGM, Joinville, Brasil) por 1 min (Figura 3 A), lavada com jato de ar/água por 30 s e seca com jato de ar por 30 s. Seguiu-se a aplicação do agente de união silano (Prosil, FGM, Joinville, Brasil) com o auxílio de um aplicador de microbrush; aguardou-se a sua evaporação por 1 min (Figura 3 B).



Figura 3. (A) Aplicação do ácido fluorídrico 10% na cerâmica. (B) Silano sendo aplicado na cerâmica.

Uma das superfícies do G10 também foi condicionada com ácido fluorídrico 10% por 1 min (SALAZAR-MAROCHO, 2012). O àcido fluorídrico foi removido com jato de ar/água por 30 s e após a superfície foi seca com jato de ar por 30 s. Foi aplicado o agente de união silano, aguardou-se a sua evaporação por 1 min, como descrito previamente para a superfície cerâmica (Figuras 4A e B).

Os CPs de cerâmica foram cimentados nas bases de G10 com cimento resinoso auto-adesivo dual RelyX U200 (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA), seguindo o protocolo de cimentação recomendado pelo fabricante. O cimento foi dispensado em um bloco de papel em porções iguais e manipulado com espátula de cimento de nº 50 por 20 s (Figuras 5A e B).



Figura 4. (A) Condicionamento ácido do G10 com ácido fluorídrico 10%. (B) Remoção do ácido com jato de ar-água.



Figura 5. (A) Cimento Relyx U200 sendo dispensado. (B) Espatulação do cimento

Após a manipulação, uma fina camada de cimento foi espalhada sobre a superfície tratada da cerâmica com o auxílio da espátula de cimento e, em seguida, ela foi assentada sobre o centro do G10, também previamente tratado. O conjunto foi levado para um dispositivo com peso de 750 g acoplado (Figura 6A), mantido em posição por 3 min, para permitir a obtenção de uma película uniforme de cimento em todas as amostras (CORAZZA, 2012). O excesso de cimento foi removido com aplicador microbrush e gaze, seguido da fotoativação de duas faces laterais da cerâmica, por 20 s cada. Para isso foi utilizado o fotoativador UltraLight III (Sanders do Brasil Ltda., Santa Rita do Sapucaí, MG, Brasil) (Figura 6B) com potência de 390 mW/cm², aferida previamente por um radiômetro (Ecel RD7). Após, o conjunto foi removido do dispositivo e a face oclusal foi fotoativada por 20 s, totalizando 60 s (Figura 6C e D), de acordo com as recomendações do fabricante.



Figura 6. (A) Corpo-de-prova colocado no dispositivo com o peso de 750g. (B) Fotoativação lateral. (C) Fotoativação da face oclusal. (D) Configuração final do corpo-de-prova.

Foi feita a mensuração com paquímetro digital (Digimatic Absolute, Mitutoyo, modelo 500-196-20b, Suzano, SP, Brasil) de todos os CP, obtendo uma média de 1,56 mm de espessura da cerâmica mais cimento, e média de 3,96 mm de espessura do G10. Nas Figuras 7 e 8 pode-se verificar a configuração final do CP



Figura 7. Desenho esquemático do CP com suas dimensões.



Figura 8. Visão lateral do CP final.

4.2 Teste com carga de compressão monotônica - método de detecção do início da falha por captação de emissão acústica

Para realização do ensaio mecânico foram utilizados 27 CP. Na parte superior móvel da máquina de ensaios mecânico universal (Linha DL, EMIC, modelo DL 2000, São José dos Pinhais, PR, Brasil) foi acoplado um dispositivo acústico (microfone) e este, manteve-se conectado a um computador, onde estava instalado um programa para editar e gravar áudio chamado Audacity Sound Editor (Free Software Foudation, Boston, EUA). Foi utilizada uma célula de carga de 5000 N para aplicação da carga de compressão monotônica, com uma velocidade de 0,5 mm/min.

Para o ensaio, foi utilizado um pistão de G10 com formato de lápis e ponta plana com diâmetro de 3 mm (Figura 9A). O CP ficou imerso em água a 37°C, dentro de um recipiente de vidro com base de alumínio, durante o ensaio mecânico (Figura 9B e 9C). Durante a aplicação da carga, foi realizado um monitoramento acústico através do programa de computador. Quando era detectado o som referente ao início da fratura, combinado com uma onda sonora agúda registrada pelo software, o ensaio era interrompido; a máquina retornava à sua posição inicial e a carga máxima registrada. Dois operadores davam início simultâneo ao teste: um na máquina de ensaios e outro no programa do computador para gravar o áudio. Foi realizado o registro de áudio de todos os CP testados para posterior conferência. A falha inicial dos CPs era confirmada por transiluminação. O módulo de Weibull (m) e a resistência característica (σ_0) foram determinados analisando os dados de carga de fratura monotônica, de acordo com a distribuição de Weibull.



Figura 9. (A) Vista superior do pistão de G10 e do CP sobre o suporte metálico. (B) Pistão de G10 posicionado no centro da cerâmica e microfone utilizado para captar o som da falha inicial. (C) Ensaio mecânico sendo realizado.

4.3 Teste de fadiga - método boundary

Foram testados 30 CP com a mesma configuração do teste monotônico, utilizando dois tempos de vida: $1x10^6$ e $2x10^6$ ciclos. A ciclagem mecânica foi executada em uma máquina de ciclagem

mecânica pneumática (Biopid, Biocycle, São Carlos, São Paulo, Brasil), com uma frequência de 2Hz, em água a 37° C. No ajuste dos CPs o pistão ficou em contato com a cerâmica, comprimindo-a durante a ciclagem, para não gerar impacto (Figura 10 e 11). A carga de ciclagem utilizada para os dois tempos de vida segue o preconizado pela técnica *boundary* (MAENNIG, 1975; GRUETTER, 2005). Para cada tempo de vida, $(1x10^6 e 2x10^6 ciclos)$ os grupos de CPs (n=10) são testados com duas cargas diferentes, uma que deve corresponder a baixa probabilidade de falha e outra que corresponde a alta probabilidade de falha.



Figura 10. Máquina de ciclagem mecânica pneumática utilizada no ensaio de fadiga.



Figura 11. CP posicionado no interior do porta-amostras, com a ponta de G10 aplicando a carga cíclica através de um pistão pneumático, imerso em água a 37°C.

A carga de ciclagem utilizada para testar os dez primeiros CPs (σ_1) , por 1×10^6 ciclos, foi de 147 N. Esse valor foi definido com base no limite da máquina de ciclagem, que não alcançava cargas mais altas. Ao fim deste protocolo de ciclagem, 5 CPs falharam. Então, a carga de ciclagem para a outra metade dos CPs (σ_2) foi calculada seguindo a Equação 1:

$$\sigma_{2} = \begin{cases} \sigma_{1} + S \cdot \left(1 - \frac{i}{n}\right) \cdot \sigma_{1} & i < 0.5n \\ \sigma_{1} - S \cdot \frac{i}{n} \cdot \sigma_{1} & i \ge 0.5n \end{cases}$$
Equação l

onde *i* é o número de CPs que falharam até 1×10^6 ciclos em σ_1 , n é o número total dos CPs testados em σ_1 (n=10), e S é uma constante

escolhida para minimizar a chance de que todos ou nenhum CP falhe em σ_2 , sendo 0,178.

Assim, outros dez CPs foram testados com 134 N (σ_2) por 1×10^6 ciclos sendo que 7 CPs falharam. Os CPs que sobreviveram continuaram sendo ciclados por um tempo mais longo (2×10^6 ciclos). Assim, a carga de 134 N, que era σ_2 para 1×10^6 ciclos, passou a ser σ_1 para 2×10^6 ciclos. Após ciclagem por 2×10^6 ciclos, o número de CPs que falharam permaneceu sendo 7. Com base nesses dados e na Equação 1, a segunda carga de teste para o tempo de vida de 2×10^6 ciclos foi determinada como 117 N (σ_2). Dos 10 CPs ciclados com este protocolo, 9 falharam. Os protocolos de ciclagem utilizados podem ser visualizados nas Figuras 12 e 13.



Figura 12. Dados de fadiga para 1 x 10⁶ ciclos. Os corpos deprova marcados em preto (círculo) sobreviveram ao ensaio.



Figura 13. Dados de fadiga para 2 x 10⁶ ciclos. Os corpos de prova marcados em preto (círculo) sobreviveram ao ensaio.

Para encontrar a probabilidade de fratura a σ_1 e σ_2 a equação usada é:

 $P_f = (i+0,1)/(n+0,2)$

O valor de carga correspondente a 50% e 5% de probabilidade de falha foram calculados por interpolação e extrapolação, respectivamente, a partir de P_{f1} e P_{f2} utilizando a equação:

$$\sigma_{P_f} = \exp\left[\frac{1}{m}\ln\ln\left(\frac{1}{1-P_f}\right) + \ln\sigma_0\right] + \sigma_{in}$$

onde m é o módulo de Weibull, P_f é a probabilidade de falha (0,05 ou 0,5), σ_P é a carga correspondente a 5% ou 50% de falha, σ_{th} é o estresse limite (P_f=0), e σ_0 é a resistência característica.

Foi considerado como falha do CP quando, após o número de ciclos pré-determinados, foi detectada a presença de trincas, através da análise com transiluminação, ou quando foi evidenciada a fratura catastrófica.

4.4 Fractografia

Após os ensaios, todos CPs foram analisados utilizando a técnica de transiluminação para verificar a presença de trincas ou fratura.

De acordo com os princípios da fractografía, os modos de falha foram classificados como: (1) trinca do tipo radial (Figura 14A); (2) trinca do tipo *cone crack*; (3) trinca do tipo *partial cone crack*; (4) fratura catastrófica; (5) falha combinada, quando mais de um modo de falha era encontrado (Figura 14B).



Figura 14. (A) Modo de falha do tipo trinca radial ao teste monotônico.
(B) Modo de falha combinado, com presença de cone crack e trinca radial, encontrado em um CP submetido à fadiga.

5. RESULTADOS

5.1 Teste com carga de compressão monotônica

Para o ensaio de carga monotônica, 27 CPs foram avaliados. Destes, um CP apresentou falha de cimentação decorrente de quantidade insuficiente de cimento e foi descartado. Para três CPs, a metodologia utilizada não foi sensível o suficiente para detectar o som da primeira trinca e observou-se, após a conclusão do ensaio, danos extensos (trincas radiais e danos de contato). Para esses CPs, a carga de fratura registrada foi 100% acima da média. Portanto, esses três dados também foram descartados. Assim, 23 CPs foram considerados para a análise de Weibull.

Na Tabela 2 e Figura 15 encontram-se os valores obtidos para os parâmetros de Weibull e a distribuição dos dados. Com base no valor médio de carga de fratura, módulo de elasticidade e coeficiente de Poisson dos materiais e tamanho do pistão foi calculada uma pressão de contato de 94 MPa (±54 MPa) (YI e KELLY, 2011).

Tabela 2. Valores de resistência característica (σ_0), módulo de Weibull (m) e respectivos intervalos de confiança (95%), valores de carga de fratura para uma probabilidade de falha de 50% ($\sigma_{50\%}$) e 5%($\sigma_{5\%}$).

Grupo	σ ₀ (N) (95%IC)	m (95% IC)	σ _{50%} (N)	σ _{5%} (N)
Monotônico	1615 (1767 – 1473)	5,37 (3,57-7,07)	1.510	930



Figura 15. Gráfico de Weibull

5.2 Teste de fadiga – método boundary technique

Para prever a carga de fratura para uma probabilidade de falha de 50% ($\sigma_{50\%}$) e de 5% ($\sigma_{5\%}$) após 1x10⁶ e 2x10⁶ ciclos, foram utilizados os parâmetros de Weibull (m e σ_0) obtidos com o teste monotônico de compressão e a curva dos dados de fadiga foi ajustada (Tabela 3). Os dados de fadiga foram ajustados para a direita no eixo x do gráfico de Weibull até alcançar a curva de carga de fratura monotônica utilizando o valor de 2,4 (a_t) para 1 x 10⁶ ciclos e 2,7 para 2 x 10⁶ ciclos (Figura 16). O valor de a_t corresponde à diferença entre os valores de carga de fratura obtidos no teste monotônico e no teste de fadiga. Assim, a probabilidade de falha para cada tempo de vida foi calculada de acordo com a Equação 2:

$$\ln\ln\left(\frac{1}{1-P_f}\right) = m\ln(\sigma - \sigma_{th}) - m\ln\sigma_0 + a_t$$

Equação 2

Tabela 3. Valores de carga de fratura para uma probabilidade de falha de 50% ($\sigma_{50\%}$) e 5% ($\sigma_{5\%}$) dos dados do teste de compressão monotônico, e teste de fadiga por 1 x 10⁶ e 2 x 10⁶ ciclos, para a vitrocerâmica reforçada com leucita.

	Monotônico	1x10 ⁶ ciclos	2x10 ⁶ ciclos
σ _{50%}	1510 N	137 N	101 N
σ _{5%}	930 N	84 N	62 N

Observa-se uma queda de 91% nos valores de $\sigma_{50\%}$ e $\sigma_{5\%}$ após 1 x 10⁶ ciclos e 93% após 2 x 10⁶ ciclos. Quando o número de ciclos foi aumentado de 1 x 10⁶ ciclos para 2 x 10⁶ ciclos, a queda nos valores de carga de fratura foi de 26%.



Figura 16. Gráfico de Weibull para os dados de carga compressiva monotônica (VD) e do teste de fadiga para 1 x 10⁶ e 2 x 10⁶ ciclos. Para o grupo monotônico cada ponto corresponde a um corpo-de-prova e para os grupos de fadiga cada ponto corresponde a 10 corpos-de-prova.

5.3 Fractografia

O modo de falha mais frequente foi a trinca do tipo radial, tanto no teste monotônico como nos ensaios de fadiga. As trincas radiais foram subdivididas em dois tipos, simples e ramificadas. Nos CPs com trinca radial simples era observada uma trinca única e contínua. Nos CPs com trinca radial ramificada era observada a ramificação de uma ou das duas extremidades da trinca em mais segmentos. No ensaio de fadiga também foram encontrados padrões de falha combinados, com presença concomitante de trinca radial e *cone crack*, ou trinca radial e lascamento. Na tabela 4 encontra-se a descrição dos modos de falha encontrados em cada teste mecânico.

Grupos	Modos de Falha				
	Radial		Combinada	Catastrófica	Não
	Simples	Ramificada			falhou
Monotônico	9	14	0	0	0
(n=23)					
1x10 ⁶ ciclos	4	5	2	1	8
(n=20)					
2x10 ⁶ ciclos	3	9	4	0	4
(n=20)					

Tabela 4 - Frequência de cada modos de falhas para cada ensaio mecânico.



Figura 17. Trinca do tipo radial simples de um CP testado submetido ao teste monotônico.



Figura 18. Trinca do tipo radial ramificada de dois CP testados (A) e (B) ambos submetidos ao teste de fadiga.

6. DISCUSSÃO

6.1 Metodologia de Ensaio

A metodologia de ensaio utilizada na presente pesquisa visa simular diversos aspectos encontrados na cavidade oral. A configuração do corpo-de-prova tem como objetivo representar o complexo formado pela estrutura dentária e a restauração protética, através da cimentação de uma lâmina de cerâmica com um cimento resinoso dual sobre um substrato de suporte análogo à dentina (G10). A eficácia do substrato análogo à dentina já foi evidenciada na literatura, sendo comprovado que suas propriedades elásticas e adesivas são semelhantes à dentina hidrata (KELLY *et al.*, 2010; YI e KELLY, 2011; MAY *et al.*, 2012; SALAZAR-MAROCHO, 2012).

Os corpos-de-prova foram confeccionados com uma vitrocerâmica reforçada com leucita (IPS Empress-CAD) com espessura de 1,5 mm, o que está de acordo com as recomendações do fabricante para produzir restaurações monolíticas desta cerâmica, como inlays, onlays, facetas e coroas de dentes anteriores e posteriores. A vitrocerâmica reforçada com leucita teve sua superfície de cimentação previamente tratada com ácido hidrofluorídrico, por se tratar de uma cerâmica ácido-sensível, e com o agente de união silano, já que tem uma grande quantidade de silica na sua composição (matriz vítrea). Optou-se por um cimento resinoso autoadesivo dual (RelyxU200), que é indicado para cimentar restaurações totalmente cerâmicas. O uso de cimentos resinosos é recomendado pela literatura e pelo próprio fabricante do sistema cerâmico (MAY *et al.*, 2012; SALAZAR MAROCHO, 2012).

Com relação a configuração do teste, dois aspectos são importantes, o tipo do pistão e o método de detecção da falha. O material do pistão foi escolhido com base nos achados de Kelly et al. (2010), que observaram que o uso do G10 evitou a formação de trincas do tipo cone (*cone craks*), que são associadas a danos de contato na superfície cerâmica, e são um modo de falha menos frequente na clínica. A forma do pistão, com uma faceta de contato de 3 mm de diâmetro, também tem como referência um estudo de Kelly et al. (2008). Segundo os autores, este tipo de pistão simula a faceta de contato entre os dentes antagonistas e resulta em uma pressão de contato menor, mais próxima da pressão fisiológica (YI e KELLY, 2011; MAY *et al.*, 2012; SALAZAR-MAROCHO *et al.*, 2010; SALAZAR-MAROCHO, 2012). Além disso, durante o ensaio a superfície cerâmica permaneceu protegida com uma fita adesiva plástica fina para evitar danos de contato (YI e KELLY, 2011; MAY *et al.*, 2012).

Um sistema de captação acústico foi utilizado para capturar o primeiro sinal de emissão acústica referente ao início da falha nas cerâmicas e registrar a carga necessária para iniciar o processo de fratura. A propagação desta trinca inicial irá resultar na falha da restauração. Procurou-se simular *in vitro* as falhas relatadas na literatura para restaurações totalmente cerâmicas (KELLY *et al.*, 2010; SHERRER *et al.*, 2007). Mesmo existindo comprovação científica que, frequentemente, a falha ocorre na interface entre o cimento e a cerâmica ainda são poucos os estudos que têm investigado a origem da trinca sem levar à fratura total da estrutura cerâmica (KELLY, 1999; YI e KELLY, 2008; YI e KELLY, 2011; MAY *et al.*, 2012).

Assim, ao observar o primeiro estalido da cerâmica, a máquina de ensaio era imediatamente interrompida e a carga e o som registrados. Como relatado nos resultados, não foi possível identificar a falha inicial da cerâmica em apenas 11% dos corpos-de-prova. Nestes casos foi encontrado um modo de falha combinado, com a presença de trinca radial e *cone crack* resultante de dano de contato do pistão devido as altas cargas aplicadas. Isso pode ser explicado pela falta de sensibilidade do detector em registrar sons de baixa amplitude e pelo ruído da máquina de ensaio que pode mascarar o evento acústico relacionado ao início da falha. Sugere-se o uso de um amplificador para melhorar a captação do som e aperfeiçoar o método.

Para garantir que a carga registrada estava relacionada ao início do processo de falha, os áudios foram revisados e foi feita uma análise cautelosa do modo de falha através de transiluminação. Assim, é possível ter uma maior confiabilidade nos dados obtidos e que serão analisados estatisticamente.

Ainda, os testes foram realizados em meio úmido com temperatura de 37°C para simular as condições da cavidade oral (SALAZAR-MAROCHO *et al.*, 2010; SALAZAR-MAROCHO, 2012; BORBA *et al.*, 2013). Os estudos relatam degradação dos materiais restauradores na presença de água, pela aceleração do fenômeno de crescimento subcrítico da trinca que é influenciado pelo processo de corrosão sob tensão do material. Alguns estudos prévios não realizaram os testes de compressão na presença da água, o que seria uma limitação (MAY *et al.*, 2012; YI e KELLY, 2008).

6.2 Carga de Fratura e Análise de Weibull

A confiabilidade das cerâmicas se baseia na análise de Weibull. Para as cerâmicas estes valores estão na faixa de 5 a 15. Quanto maior o valor, maior o nível de integridade estrutural do material (DELLA BONA, 2009). No presente estudo, o módulo de Weibull da vitrocerâmica reforçada com leucita foi de 5,37 (95% IC 3,57 – 7,07). Resultado semelhante foi encontrado por Wen *et al.* (1999) e Della Bona *et al.* (2003), que reportaram um *m* de, aproximadamente, 5 para a vitrocerâmica reforçada com leucita. Um estudo relatou valor de *m* menor, em torno de 3 (WAGNER E CHU, 1996). Já Gonzaga (2007) e Yilmaz et al. (2007) observaram um valor de *m* maior, entre 9 e 10.

Porém, a comparação direta entre os dados do presente estudo e dados obtidos nos ensaios convencionais de flexão é limitada, já que as condições de ensaio e processamento dos corpos-de-prova tem influência nos valores do módulo de Weibull. Todos os estudos citados acima produziram os corpos-de-prova pela técnica da injeção, não utilizando os blocos pré-fabricados para CAD-CAM. Além disso, a avaliação da resistência à fratura das cerâmicas é frequentemente realizada através de testes de flexão por diferentes métodos, dentre eles estão os testes de flexão biaxial, de três e de quatro pontos (ISO 6872:2008). Esses testes, quando aplicados em diferentes ambientes, na temperatura ambiente ou imersos em água, podem apresentar variações de dados de resistência de até 30% (GONZAGA, 2007; DELLA BONA, 2009).

Nestes ensaios o corpo-de-prova é suportado por apenas dois ou três apoios (ou um anel), ficando com uma grande área sem suporte e submetida à flexão. Esta é uma situação mais crítica para o material do que as condições do presente estudo, em que o corpo-de-prova cerâmico está totalmente apoiado sob o conjunto cimento resinoso e substrato de G10. Clinicamente, as coroas cerâmicas unitárias estão sempre apoiadas por algum substrato e raramente são submetidas a flexão na mesma configuração dos testes convencionais.

Assim, o teste de carga compressiva monotônica seria mais adequado para avalias as interações cimento-cerâmica, permitindo simular de forma mais efetiva o comportamento clínico das restaurações (KELLY *et al.*, 2010; YI e KELLY, 2011).

No presente estudo, foi obtido um valor médio de carga de fratura para a vitrocerâmica reforçada com leucita de 1510 N. Os resultados encontrados por Salazar Maracho (2012), para uma porcelana de 2 mm cimentada sobre G10 com cimento resinoso autoadesivo dual (U100, 3M-ESPE) foram um pouco inferiores, com uma média de 1286 N. Isso pode ser explicado pela composição da cerâmica, que apresenta propriedades mecânicas inferiores à vitrocerâmica utilizada no presente estudo. Além disso, tipos diferentes de cimentos resinosos foram utilizados.

Outros dois estudos encontraram valores mais baixos de carga de fratura, entre 580 e 750 N (YI e KELLY 2008; 2011). Porém estes estudos também avaliaram porcelana e as espessuras dos corpos-deprova eram diferentes, 1,0 e 1,5 mm, o que afeta diretamente os valores de carga de fratura. Quando foram avaliados corpos-de-prova de porcelana em forma de coroas (espessura oclusal de 1,5 mm e do cimento de 50 μ m), a carga de fratura foi de 673N (MAY *et al.*, 2012).

Apesar das diferenças nos valores de carga de fratura, o modo de falha foi similar ao encontrado no presente estudo. O modo de falha predominate foi caracterizado pela presença de trinca radial com origem na interface de cimentação, na superfície interna da cerâmica, e se propagava em direção lateral, muitas vezes com ramificação da trinca. Esse modo de falha é similar ao relatado clinicamente para restaurações cerâmicas vítreas monolíticas, que frequentemente tem origem da fratura na interface de cimentação, na superfície interna da restauração, e em regiões de menor espessura do material, submetidas a altas concetrações de tensões (KELLY *et al.*,2010).

Quando utilizado o teste convencional de carga de fratura de restaurações cerâmicas, o valor encontrado para coroas de vitrocerâmica reforçada com leucita na espessura de 1 mm foi de 1569 N, e de 2 mm foi de 1716 N (BAKEMAN *et al.*, 2015). No presente estudo, o valor médio foi de 1510 N para uma espessura de 1,5 mm. Este valor fica um pouco abaixo do valor encontrado no teste convencional, já que foi registrado o valor de carga necessário para iniciar o processo de falha e não a carga final associada a fratura catastrófica da cerâmica.

6.3 Ensaio de Fadiga

Os parâmetros utilizados no ensaio de fadiga também foram definidos com o objetivo de simular as condições do ambiente oral. A frequência utilizada para aplicar a carga foi escolhida com base nos dados da literatura e outros estudos de fadiga que estimam uma frequência mastigatória na faixa de 1 a 2Hz (KELLY, 1999; LOHBAUER *et al.*, 2008; BORBA *et al.*, 2013).

A carga utilizada nos testes variou entre 117 e 147 N, que é uma carga dentro da faixa de uso clínico, sendo relatada uma força mastigatória de, aproximadamente, 140 N na região anterior e entre 200 e 400 N, na região posterior (DELONG E DOUGLAS, 1983; KELLY, 1999; PROESCHEL E MORNEBURG, 2002; LOHBAUER *et al.*, 2008). Em casos de bruxismo e hábitos parafuncionais a força pode chegar a até 3.500 N (KELLY, 1999). Se distribuirmos a força mastigatória da região posterior em uma área de contato de um único molar de 7-8 mm² obtem-se uma média de pressão mastigatória de 27-31 MPa. Considerando a carga aplicada no teste de fadiga, o módulo de elasticidade da cerâmica (65 GPa) e do pistão (14,9 GPa) e a área de contato do pistão (faceta de 3 mm de diâmetro), estima-se uma pressão de 40 a 43 MPa durante a fadiga, valor próximo ao da pressão mastigatória.

Os tempos de vida do ensaio de fadiga foram definidos considerando o fato de que, para ter significância clínica, os estudos *in vitro* devem avaliar as restaurações por, pelo menos, 10⁶ ciclos. Esse tempo corresponderia a, aproximadamente, um ano de uso clínico, assumindo que por um dia o indivíduo precisa de pelo menos de 3 períodos de 15 min de mastigação, que equivale a 2700 mastigações por dia, com uma frequência de 1Hz (LOHBAUER *et al.*, 2008).

Pode-se definir a fadiga cíclica como um método no qual são aplicadas tensões periódicas cíclicas entre um valor máximo e mínimo e o número de ciclos até a falha é a variável dependente. Um desafio deste teste é determinar a amplitude de estresse apropriada para obter dados de fadiga em um tempo razoável. Na técnica *boundary* são utilizados tempos de ciclagem pré-definidos e dois grupos de corpos-de-prova são avaliados, um grupo testado com amplitude de estresse correspondente a probabilidade de falha de 50% e outro grupo testado com uma amplitude de estresse para baixa probabilidade de falha (GRUETTER, 2005). Essa técnica tem como vantagem a possibilidade de realizar o ensaio em vários corpos-de-prova ao mesmo tempo, sendo mais rápido e eficaz do que os demais testes de fadiga, em que os corpos-de-prova são testados individualmente.

Após a ciclagem por 2 milhões de ciclos foi observada uma queda significativa nos valores de carga de fratura em comparação com os dados obtidos no ensaio monotônico (aproximadamente 90%). A degradação das propriedades mecânicas está relacionada com a susceptibilidade ao crescimento subcrítico de trincas das cerâmicas em ambiente úmido e da degradação dos mecanismos de tenacificação pela fadiga cíclica (LOHBAUER *et al.*, 2008; STUDART *et al.*, 2007; SALAZAR-MAROCHO *et al.*, 2010; SKOURIDOU *et al.*, 2013; Borba *et al.*, 2013).

Os estudos que utilizaram diferentes métodos de fadiga confirmam que a fadiga altera as propriedades mecânicas do material restaurador, reduzindo a sua longevidade, principalmente em ambiente úmido (STUDART *et al.*, 2007; GONZAGA, 2007; LOBHAUER, *et al.*, 2008; SALAZAR-MAROCHO *et al.*, 2010; YI e KELLY, 2011; SALAZAR-MAROCHO, 2012; BORBA *et al.*, 2013; SKOURIDOU *et al.*, 2013). A fase vítrea é mais susceptível a reação química com as moléculas de água, o que é um ponto crítico, considerando que a vitrocerâmica à base de leucita tem, apoximadamente, 70% dessa fase na sua composição (GONZAGA, 2007).

Estes estudos confirmam a importância de utilizar as condições de umidade, temperatura e carregamento similares às condições do ambiente oral. Dessa forma, indica-se a fadiga cíclica em meio úmido como o método mais apropriado para simular *in vitro* as condições
clínicas na qual as restaurações cerâmicas estão submetidas (SALAZAR-MAROCHO *et al.*, 2010).

Um estudo que avaliou esse mesmo material em fadiga estimou uma degradação de 34% da resistência flexural após 10 anos. A resistência calculada para 1 dia foi de 74 MPa, para 1 ano foi de 55 MPa e para 10 anos foi de 49 MPa (GONZAGA, 2007). Outro estudo estimou um decréscimo de resistência de 64% após 12 anos para a vitrocerâmica reforçada com leucita. Foi previsto um valor inicial de 93 MPa, para uma probabilidade de falha de 5%. Este valor caiu para 33 MPa, após 12 anos (LOHBAUER *et al.*, 2008). No presente estudo, a degradação da resistência foi maior, o que pode estar relacionado a diferenças metodológicas, já que as investigações acima utilizaram o método de fadiga dinânica, na qual a carga é aplicada de forma constante durante o tempo e não de forma cíclica.

Quando o tempo de ciclagem foi aumentado de 1 milhão para 2 milhões de ciclos a redução nos valores de carga de fratura foi de 26%, o que representa uma degradação relativamente baixa se levado em conta a grande variabilidade dos dados de fadiga. Foi estimado um valor de carga de fratura para uma probabilidade de falha de 5% de 84 N, para 1 milhão de ciclos, e 62N para 2 milhões de ciclos. Portanto, estima-se uma alta probabilidade de falha em regiões posteriores, que podem ter carga mastigatória de até 400 N. Os estudos também concordam que o comportamento mecânico da vitrocerâmica reforçada com leucita contraindica esse material para uso em regiões posteriores e submetidas a altas concentrações de tensão.

Além de alterar o comportamento mecânico da vitrocerâmica, a fadiga também alterou os modos de falha. O tipo de falha predominante

no teste monotônico foi trinca radial, sendo que para 52% dos corpos-deprova foi identificada trinca radial com ramificações laterais. Já no teste de fadiga, além das trincas radiais, também foi identificada falha do tipo *cone crack*. Quando esta falha estava presente, foi combinada com o tipo radial ramificada ou com pequenos lascamentos. Esse comportamento de fratura pode ter ocorrido pela compressão exercida pelo pistão no decorrer do teste, gerando danos de contato. Esse tipo de falha também é relatado na clínica, podendo levar a lascamentos ou fratura catastrófica da restauração.

7. CONCLUSÕES

Concluiu-se que:

(1) A primeira hipótese do estudo foi aceita. A metodologia de teste desenvolvida foi capaz de identificar o primeiro sinal de emissão acústica correspondente ao início do processo de falha de uma cerâmica vítrea. O modo de falha foi semelhante ao encontrado clinicamente para as restaurações monolíticas, sendo do tipo trinca radial com origem na interface de cimentação, na superfície interna da cerâmica.

(2) A segunda hipótese do estudo foi aceita. A fadiga cíclica afetou a carga de fratura e o modo de falha da vitrocerâmica reforçada com leucita. A fadiga cíclica reduziu em, aproximadamente, 90% a carga de fratura da cerâmica após 2 milhões de ciclos. Novos modos de falha foram encontrados, com presença de *cone cracks* e lascamentos combinados com trincas radiais, indicando danos de contato.

REFERÊNCIAS

AWADA, A.; NATHANSON, D. Mechanical properties of resinceramic CAD/CAM restorative materials. *J Prosthet Dent*, v. 114, n. 4, p. 587-593, 2015.

ANUSAVICE, K.J. *Phillips, Materiais dentários.* 11. ed. Rio de Janeiro: Elsevier, 2005. 561p.

BORBA, M.; CESAR, P. F.; GRIGGS, J. A.; DELLA BONA, A. Step-stress analysis for predicting dental ceramic reliability. *Dent Mater*, v. 29, n. 8, p. 913-938, 2013.

BORBA, M.; DE ARAÚJO, M.D.; FUKUSHIMA, K.A.; YOSHIMURA, H.N.; CESAR, P.F.; GRIGGS, J.A.; DELLA BONA, A. Effect of the microstructure on the lifetime of dental ceramics. *Dent Mater*, v. 27, n. 7, p.710-721, 2011a.

BORBA, M.; DE ARAUJO, M. D.; DE LIMA, E.; YOSHIMURA, H. N.; CESAR, P. F.; GRIGGS, J. A.; DELLA BONA, A. Flexural strength and failure modes of layered ceramic structures. *Dent Mat*, v. 27, n. 12, p. 1259-1266, 2011b.

BORBA, M. Comportamento mecânico de cerâmicas utilizadas na confecção de próteses parciais fixas. 2010. 170 f. Tese (Doutorado em Ciências Odontológicas) – Faculdade de Odontologia, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2010.

CESAR, P.F.; YOSHIMURA, H.N.; MIRANDA JUNIOR, W.G.; OKADA, C. Correlation between fracture toughness and leucite content in dental porcelains. *J Dentistry*, v. 33, n. 9, p. 721-729, 2005.

CORAZZA, P. H. Determinação do tempo de vida de restaurações totalmente cerâmicas (y-tzp/porcelana) com incidência da carga em diferentes regiões de contato. 2014. 105 f. Tese (Doutorado em Odontologia Restauradora) - Instituto de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos, UNESP - Universidade Estadual Paulista, 2014.

CORAZZA, P. H. Influência da angulação do preparo coronário na resistência à fratura de restaurações cerâmicas à base de Y-TZP. 133f. Dissertação (Mestrado em Odontologia Restauradora) -Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, UNESP -Universidade Estadual Paulista, São José dos Campos, 2012.

CRAIG, *Materiais Dentários Restauradores*. 13. ed. Rio de Janeiro: Elsevier, 2012. 416p.

DELLA BONA A., *Adesão às cerâmicas: evidências científicas para o uso clínico.* 1. ed. São Paulo: Artes Médicas, 2009. 254p.

DELLA BONA A, ANUSAVICE K.J., DEHOFF P.H. Weibull analysis and flexural strength of hot-pressed core and veneered ceramic structures. *Dent Mater*, v. 19 n. 7, p. 662-669, 2003.

DELLA BONA A, KELLY JR. The clinical success of all-ceramic restorations. *J Am Dent Assoc*, v. 139, p.8S-13S, 2008. Supplemento.

DELLA BONA A, MECHOLSKY JJ, BARRETT AA, GRIGGS, J.A. Characterization of glass infiltrated alumina-based ceramics. *Dent Mater*, v. 24, n. 11, p. 1568-1574, 2008.

DELLA BONA A.; MECHOLSKY J.J.; J.R.; ANUSAVICE K.J. Fracture behavior of lithia disilicate and leucite-based ceramics. *Dent Mater*, v. 20, n. 10, p. 956-962, 2004.

DELONG R, DOUGLAS WH. Development of an artificial oral environment for the testing of dental restoratives: bi-axial force and movement control. *J Dent Res*, v. 62 n. 1, p. 32-36, 1983.

GONZAGA, C.C. Crescimento de trinca subcrítico em cerâmicas odontológicas: efeito do material (microestrutura) e do método de

ensaio. 2007. 194f. Tese (Doutorado em Materiais Dentários) -Faculdade de Odontologia, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2007.

GRUETTER, L.M. Constructing a stress-lifetime-failure probability model for a veneer porcelain from cyclic fatigue measurements 2005. 62 f. [master thesis]. Faculty of Baylor College of Dentistry, Texas, US, 2005.

KELLY, J.R.; BENETTI, P. Ceramic materials in dentistry: historical evolution and current practice. *Aust Dent J*, v. 56, p. 84S-96S, 2011. Supplemento 1

KELLY, J.R.; RUNGRUANGANUNT, P.; HUNTER, B.; VAILATI, F. Development of a clinically validated bulk failure test for ceramic crowns. *J Prosthet Dent*, v. 104, n. 4, p. 228-238, 2010.

KELLY, J.R. Clinically relevant approach to failure testing of allceramic restorations. *J Prosthet Dent*, v. 81, n. 6, p. 652-661, 1999.

KELLY, J.R.; NISHIMURA, I.; CAMPBELL, S.D. Ceramics in dentristry: Historical roots and current perspectives. *J Prosthet Dent*, v. 75, n. 1, p. 18-32, 1996.

LOHBAUER, U.; KRAMER, N.; PETSCHELT, A.; FRANKENBERGER, R. Correlation of in vitro fatigue data and in vivo clinical performance of a glass ceramic material. *Dent Mat*, v. 24, n. 1, p. 39-44, 2008.

MAENNIG, W. Statistical planning and evaluation of fatigue tests. A survey of recent results. *Int J Fracture*, v.11, p.123-9, 1975.

MAY, L.G.; KELLY, J.R.; BOTTINO, M.A.; HILL, T. Effects of cement thickness and bonding on the failure loads of CAD/CAM ceramic crowns: multi-physics FEA modeling and monotonic testing. *Dent Mat*, v. 28, n. 8, p. e99-109, 2012.

NOORT, R.V. *Introdução aos materiais dentátios*. 2. ed.São Paulo: Artes Médicas, 2004.352p.

OILO, M.; GJERDET, N.R.; TVINNEREIM, H.M. Clinically relevant fracture testing of all-ceramic crowns. *Dent Mater*, v. 29, n. 8, p. 815–823, 2013

PJETURSSON, B.E.; SAILER, I.; MAKAROV, N.A.; ZWAHLEN, M.; THOMA, D.S. All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part II: Multiple-unit FDPs. *Dent Mater*, v. 31, n. 6, p. 624-639, 2015

PROESCHEL PA, MORNEBURG T. Task-dependence of activity/ bite-force relations and its impact on estimation of chewing force from EMG. *J Dent Res*, v. 81, n. 7, p. 464-468, 2002.

ROSENTRITT M., BEHR M., GEBHARD R., HANDEL G. Influence of stress simulation parameters on the fracture strength of all-ceramic fixed-partial dentures. *Dent Mater*, v. 22, n. 2, p. 176-182, 2006.

SAILER, I.; MAKAROV, N.A.; THOMA, D.S.; ZWAHLEN, M.; PJETURSSON, B.E. All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates.Part I: Single crowns (SCs). *Dent Mater*, v. 31, n. 6, p. 603-623, 2015.

SALAZAR MAROCHO S.M., STUDART A.R., BOTTINO M.A, BONA A.D.. Mechanical strength and subcritical crack growth under wet cyclic loading of glass-infiltrated dental ceramics. *Dent Mater*; v. 26 n. 5, p. 483-490, 2010.

SALAZAR MAROCHO S.M. Comportamento de fratura sob carga estática e cíclica das cerâmicas odontológicas quando unidas a um substrato análogo à dentina. 2012. 170 f. Tese (Doutorado em Odontologia Restauradora) - Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, UNESP – Univ Estadual Paulista, São José dos Campos, São Paulo, 2012.

SCHERRER S.S., QUINN J.B., QUINN G.D., WISKOTT H.W. Fractographic ceramic failure analysis using the replica technique. *Dent Mater*, v. 23, n. 11, p. 1397-1404, 2007.

SKOURIDOU, N.; POLLINGTON, S.; ROSENTRITT, M.; TSITROU, E. Fracture strength of minimally prepared all-ceramic CEREC crowns after simulating 5 years of service. *Dent Mater*, v. 29, n. 6, p. e70-77, 2013.

SONZA, Q.N. *Comportamento de fratura de sistemas para restaurações cerâmicas.* 2013.133f. Dissertação (Mestrado em Clínica Odontologia) – Faculdade de Odontologia, Universidade de Passo Fundo, Passo Fundo, 2013.

STUDART, A.R.; FILSER, F.; KOCHER, P.; LUTHY, H.; GAUCKLER, L. J. Cyclic fatigue in water of veneer-framework composites for all-ceramic dental bridges. *Dent Mater*, v. 23, n. 2, p. 177-185, 2007.

TASCHNERA, M.; KRÄMERB, N.; LOHBAUERA, U.; PELKAA, M.; BRESCHIC, L.; PETSCHELT, A.; FRANKENBERGER, R. Leucite-reinforced glass ceramic inlays luted with self-adhesive resin cement: A 2-year in vivo study. *Dent Mater*, v. 28, n. 5, p. 535-540, 2012.

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. 140-144, 1996.

YI Y.J.; KELLY J.R. Effect of occlusal contact size on interfacial stresses and failure of a bonded ceramic: FEA and monotonic loading analyses. *Dent Mater*, v. 24, n. 3, p. 403-409, 2008.

YI Y.J.; KELLY J.R. Failure responses of a dental porcelain having three surface treatments under three stressing conditions. *Dent Mater*, v. 27, n. 12, p. 1252-1258, 2011.

YILMAZ, H.; AYDIN, C.; GUL, B.E. Flexural strength and fracture toughness of dental core ceramics. *J Prosthet Dent*, v. 98, n. 2, p. 120-128, 2007.

ZHANG Y.; SAILER I.; LAWN B.R. Fatigue of dental ceramics. *J Dent*, v. 41, n. 12, p. 1135-1147, 2013.

ARTIGO SUBMETIDO

Artigo submetido à Revista Cerâmica

RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE PORCELANA E DIFERENTES MATERIAIS DE INFRAESTRUTURA

(BOND STRENGTH BETWEEN PORCELAIN AND DIFFERENT INFRASTRUCTURE MATERIALS)

EDILÉIA LODI¹, FABIANE MARKS¹; MÁRCIA BORBA¹

¹Programa Pós-Graduação em Odontologia, área de concentração em Clínica Odontológica, da Faculdade de Odontologia da Universidade de Passo Fundo, BR286, Bairro São José, Cidade Passo Fundo, RS, Brasil, CEP 99052-900.

Autor Correspondente: Nome: Márcia Borba Endereço: Faculdade de Odontologia, Universidade de Passo Fundo, Campus I, BR 286, Km 171. Cidade: Passo Fundo, RS, Brasil. CEP.: 99.052-900 Telefone: (01155) 54-3316-8395 E-mail: <u>marciaborba@upf.br</u>; <u>marcia_borb@hotmail.com</u>

RESUMO

A substituição do metal utilizado como infraestrutura de restaurações protéticas pela cerâmica policristalina à base de zircônia tetragonal estabilizada por ítria (Y-TZP) resultou em dúvidas sobre a qualidade de união entre as cerâmicas de infraestrutura e de recobrimento. O objetivo deste estudo foi avaliar a resistência de união entre a porcelana e diferentes materiais de infraestrutura. Três grupos experimentais foram avaliados (n=10): (YC) infraestrutura de Y-TZP recoberta com porcelana VM9; (YB) infraestrutura de Y-TZP recoberta com um agente de união e porcelana VM9; (MC) infraestrutura de Níquel-Cromo (NiCr) recoberta com opaco e porcelana VM13. Os corpos-de-prova foram confeccionados usando lâminas do material de infraestrutura, e sobre elas foi construído um cilindro de porcelana (3 mm de diâmetro, 6 mm de altura), sinterizado de acordo com as instruções do fabricante. Os grupos foram submetidos ao teste de cisalhamento em uma máquina de ensaio universal com velocidade de 0,5 mm/min. Após os testes, as falhas foram classificadas como adesiva, mista ou coesiva. Os dados de resistência de união (σ_f) foram analisados estatisticamente com Anova de um fator (α =0,05). As médias (desvio-padrão) de σ_f (MPa) foram: YC -19,7 (7,8); YB - 22,5 (6,4); MC - 24,2 (6,6). Não foi encontrada diferença estatística entre os grupos (p=0,377). Houve relação entre o grupo experimental e o modo de falha. Apenas os grupos YC e YB apresentaram falha coesiva na porcelana. Concluiu-se que a infraestrutura à base de Y-TZP têm resistência de união à porcelana semelhante ao "padrão ouro" metal-cerâmica, independente da aplicação de um agente de união.

Palavras-chave: Cerâmica. Prótese Parcial Fixa. Resistência ao cisalhamento.

ABSTRACT

The replacement of the metal used as infrastructure in prosthetic restorations with yttria partially stabilized tetragonal zirconia (Y-TZP) raised questions regarding the quality of the bond strength between the ceramic infrastructure and veneer. The objective of this study was to evaluate the bond strength between the porcelain veneer and different infrastructure materials. Three experimental groups were evaluated (n=10): (YC) Y-TZP infrastructure veneered with VM9 porcelain; (YB) *Y-TZP infrastructure veneered with a bond agent and VM9 porcelain;* (MC) nickel-chrome infrastructure veneered with opaque and VM13 porcelain. Specimens were produced using slices of the infrastructure materials. A porcelain cylinder (3 mm diameter, 6 mm height) was built over the infrastructures and sintered according to the manufacturer recommendation. Specimens were subjected to a shear bond strength test in a universal testing machine at 0.5 mm/min cross-head speed. After testing, failure modes were classified as adhesive, cohesive or combined. Shear bond strength (σ_t) data were analyzed with one-way ANOVA (α =0.05). σ_f mean values (standard deviation) (MPa) were: YC - 19.7 (7.8); YB – 22.5 (6.4); MC – 24.2 (6.6). There was no statistical difference between groups (p=0.377). There was an association among the experimental group and the failure mode. Only YC and YB groups showed porcelain cohesive failure. It was concluded that Y-TZP infrastructure show similar shear bond strength to the porcelain than the "gold standard" metal-ceramic. The application of a bond agent had no influence in the bond strength results.

Keywords: Ceramic. Partial Fixed Denture. Shear strength.

INTRODUÇÃO

Embora as próteses fixas metalo-cerâmicas sejam consideradas o "padrão ouro", as próteses totalmente cerâmicas vem ocupando cada vez mais espaço no mercado devido a introdução na Odontologia da tecnologia CAD-CAM (*computer aided design – computer aided manufacturing*) e de cerâmicas policristalinas com alta tenacidade à fratura [1, 2] . As próteses totalmente cerâmicas têm vantagens como a possibilidade de posicionar o término cervical do preparo na mesma altura da margem gengival livre, levando a um melhor resultado estético e evitando a invasão do espaço biológico. Além disso, suas propriedades

ópticas favorecem uma aparência mais natural da restauração, tem baixa condutividade térmica e são altamente biocompatíveis [1, 3].

Dentre as cerâmicas policristalinas disponíveis para a confecção de restaurações com a tecnologia CAD-CAM, destaca-se a zircônia tetragonal estabilizada por ítria (Y-TZP). A Y-TZP apresenta comportamento mecânico superior às demais cerâmicas odontológicas devido a seu conhecido mecanismo de tenacificação por transformação de fase [4, 5]. A Y-TZP apresenta valores médios de resistência à flexão variando entre 700 e 1500 MPa e tenacidade à fratura entre 4,4 e 9,4 MPa^{-1/2} [2, 4, 6-8]. Essa cerâmica é indicada para a construção de infraestruturas de coroas e próteses parciais fixas (PPFs) em todas as regiões da cavidade oral. Entretanto, suas propriedades ópticas não são favoráveis. No geral, apresenta uma cor branca e opaca, sendo necessário o recobrimento com uma cerâmica vítrea, como a porcelana, para alcançar a estética do dente natural [3].

No entanto, um dos principais problemas clínicos observados é a fratura desta porcelana de recobrimento [1, 9-11]. Embora os lascamentos pequenos possam ser reparados sem a necessidade de remoção da prótese, os grandes (envolvendo fratura de cúspides ou contatos interproximais) levam à necessidade de troca da restauração. Uma recente revisão sistemática mostra que as taxas de fratura e lascamento da porcelana de recobrimento de coroas e PPFs à base de Y-TZP são maiores do que as taxas encontradas para as metalo-cerâmicas [9, 10].

Entre os fatores que podem estar associados a essas falhas são citados a falta de suporte da camada de porcelana pelo material de infraestrutura[12], baixa resistência e tenacidade à fratura da porcelana [13, 14], incompatibilidade térmica entre os materiais [15], protocolo de resfriamento da porcelana que poderia induzir tensões residuais deletérias [16] e baixa resistência de união entre a infraestrutura e a porcelana [17].

Especificamente com relação a resistência de união entre Y-TZP e porcelana, os estudos são controversos. As investigações que compararam a resistência de união ao cisalhamento da porcelana com a infraestrutura de Y-TZP (sem tratamento de superfície) e com a infraestrutura de metal concluíram que o grupo com infraestrutura de metal apresenta resistência de união superior à porcelana [17-19]. Por outro lado, um estudo encontrou resistência de união igual quando Y-TZP ou metal foram utilizados [20] Com o objetivo de melhorar essa resistência de união entre Y-TZP e porcelana foram propostos tratamentos de superfície como jateamento com partículas de alumina, recobrimento com sílica (silicatização), abrasão com brocas, aplicação de agente de união ou *liner* de porcelana, tratamento experimental com pó de zircônia, irradiação com laser e combinações desses tratamentos. Os estudos observaram que o comportamento encontrado era dependente do tipo de tratamento e tipo de cerâmica, porém, nem sempre havia uma melhora na união entre os materiais [19, 21-25] . Além disso, o uso de tratamentos que geram tensões na superfície da Y-TZP pode ser contraindicado devido a possível indução de transformação da fase tetragonal para monoclínica, que leva à degradação das suas propriedades mecânicas em baixas temperaturas (*low temperature degradation* - LTD) [5].

Assim, o objetivo do presente estudo foi avaliar a resistência de união ao cisalhamento entre a porcelana e a Y-TZP testando as seguintes hipóteses: (1) a resistência de união entre Y-TZP e porcelana é semelhante à união entre metal e porcelana; (2) não existe influência do uso de um agente de união da resistência ao cisalhamento da Y-TZP à porcelana.

MATERIAIS E MÉTODOS

Confecções dos Corpos de Prova

Dois materiais de infaestrutura foram avaliados, uma cerâmica policristalina à base de zircônia tetragonal estabilizada com ítria (Y-TZP, Vita In-Ceram YZ, Vita Zanhfabrik, Alemanha) e uma liga metálica de Níquelo-Cromo (Wironia® light, BEGO Bremer Goldschlägerei Wilh. Herbst GmbH & Co. KG, Bremen, Alemanha).

As infraestruturas de Y-TZP foram produzidas a partir do corte de blocos de CAD-CAM em secções de 1,5 mm de espessura utilizando uma cortadora metalográfica (modelo Miniton, Struers, Copenhagen, Denmark). Após, as secções foram polidas com lixas d'água de granulação 800 e 1200. Seguiu-se a sinterização em forno específico do sistema (Zyrcomac, Vita Zahnfabrik, Alemanha) seguindo o ciclo indicado pelo fabricante. As dimensões finais das lâminas de Y-TZP foram de 11,0 mm x 5,5 mm x 1,2 mm.

Para as infraestruturas de metal, lâminas de cera foram esculpidas com as dimensões de 8 mm x 9 mm x 1,2 mm e incluidas em revestimento. O conjunto foi levado ao forno para realizar a queima da

cera a 840 °C. A liga metálica foi aquecida até 1350 °C e injetada no molde de revestimento. Após a remoção das infraestruturas do anel de fundição, as mesmas foram submetidas a um ciclo térmico para produzir a camada de óxidos necessária para a união química com a porcelana.

Após, as infraestruturas foram divididas em três grupos experimentais (n=10): YC – infraestrutura de Y-TZP recoberta com porcelana VM9 (Vita VM9, Vita Zanhfabrik, Alemanha); YB – infraestrutura de Y-TZP recoberta com uma camada de agente de união (Effect Bonder, Vita Zanhfabrik, Alemanha) e porcelana VM9; e MC – infraestrutura de NiCr recoberta com porcelana VM13 (Vita VM13, Vita Zanhfabrik, Alemanha).

Para produzir os corpos-de-prova para o teste de cisalhamento foi utilizada uma matriz bi-partida (6 mm de diâmetro e 3 mm de altura), que foi posicionada sobre as infraestrutura. O pó de porcelana foi misturado com água destilada e condensado dentro da matriz. O excesso de água foi removido com papel absorvente. A matriz foi removida deixando um cilíndro de porcelana sobre as infraestruturas. Este conjunto foi levado ao forno (Vita Vacumat 40 furnace, Vita Zahnfabrik, Alemanha) para sinterização da porcelana de acordo com as instruções do fabricante. Finalizado o ciclo de sinterização, o forno foi aberto e a cerâmica foi resfriada à temperatura ambiente.

O grupo YC recebeu apenas o recobrimento com uma camada da porcelana VM9. Já no grupo YB, antes da aplicação da porcelana VM9, foi aplicado o agente de união Effect Bonder (Vita Zanhfabrik, Alemanha) e sinterizado de acordo com o ciclo do fabricante. Para o grupo MC, foi aplicada uma camada de opaco (Vita VM13 WASH OPAQUE, Vita Zahnfabrik, Alemanha) e sinterizada como recomendado pelo fabricante, previamente à aplicação da porcelana.

Após a sinterização da porcelana sobre as infraestruturas, os corpos-de-prova foram incluídos em cilindros de PVC (10 mm de altura e 20 mm de diâmetro) com resina acrílica autopolimerizável JET (Artigos Odontológicos Clássico Ltda, São Paulo-SP) para possibilitar o posicionamento dos corpos-de-prova na máquina de ensaios universal.

Teste de Resistência de União e Análise do Modo de Falha

Foi realizado o teste de cisalhamento para avaliar a resistência de união entre a porcelana e o material de infraestrutura, utilizando o dispositivo Bencor Multi-T, em uma máquina de ensaio universal (EMIC- DL 2000, São José dos Pinhais, PR, Brasil) com velocidade de 0,5 mm/min. A carga de fratura (F, em N) foi registrada e a área de união mensurada (A, em mm²). A resistência ao cisalhamento (σ_f , em MPa) foi calculada com a fórmula: $\sigma_f = F/A$.

Após os ensaios, a superfície de fratura dos corpos-de-prova foi analisada em estereomicroscópio e a falha foi classificada como: adesiva, quando não permanecia nenhum material na superfície da infraestrutura; mista, quando a superfície da infraestrutura estava exposta mas permaneciam alguns resíduos de porcelana; coesiva, quando a superfície do material de infraestrutura estava completamente recoberta por porcelana ou quando havia falha do corpo da infraestrutura.

Os dados de resistência de união foram analisados estatísticamente com teste Anova de um fator (α =0,05). O teste Quiquadrado foi realizado para verifica a relação entre os grupos experimentais e o modo de falha (α =0,05).

RESULTADOS

Os resultados de resistência de união ao cisalhamento (σ_f) para os grupos experimentais podem ser observados na Figura I. Não foi encontrada diferença estatística entre os grupos (p=0,377). Na Tabela 2, encontra-se a frequência de cada modo de falha para cada grupo experimental. Foi encontrada relação entre o grupo experimental e o modo de falha (p=0,025). Apenas o grupo MC apresentou falha adesiva. Os grupos com infraestrutura de Y-TZP apresentaram falha mista e coesiva em porcelana. Os modos mais frequentes de falha podem ser observados na Figura II.

DISCUSSÃO

A falha clínica da cerâmica de recobrimento de restaurações à base de zircônia é motivo de investigações e leva a procura por novas estratégias para melhorar a união entre essas duas cerâmicas [9, 10, 18]. No presente estudo, não houve diferença nos valores de resistência de união obtidos pelos grupos com infraestrutura de Y-TZP e pelo grupo metalo-cerâmico, aceitando a primeira hipótese. Esse resultado diverge da maior parte da literatura, que relata maior resistência de união para o grupo metalo-cerâmico, especialmente quando a infraestrutura de Y-TZP não foi submetida a nenhum tratamento de superfície [17-19, 26].

Vários fatores podem influenciar a resistência de união entre metal e cerâmica, como o tempo e a temperatura de queima, a textura de superficie do metal (microrretenção), compatibilidade entre os coeficientes de expansão térmico linear (CET), uso de agentes de união e qualidade da camada de óxidos [15, 26] . Assim, é difícil comparar os resultados de diferentes estudos. Cabe ressaltar, que nesta pesquisa, foram realizados os protocolos indicados pelos fabricantes da liga metálica e da porcelana, sendo realizadas as etapas de oxidação do metal e aplicação da camada de opaco previamente ao recobrimento com a porcelana. Com relação ao modo de falha, 70% foi mista, o que sugere uma boa união do metal com a porcelana. A presença de algumas falhas do tipo adesiva pode estar relacionada a diferenças nas propriedades mecânicas dos dois materiais.

A adesão entre o metal e a porcelana é atribuída principalmente a retenção micromecânica e à união química resultante da oxidação do metal e da interdifusão de íons. Já os mecanismos de união da Y-TZP à porcelana não estão bem explicados na literatura. As cerâmicas diferem em sua composição química, microestrutura, e propriedades como o módulo de elasticidade e o CET. A compatibilidade entre diferentes cerâmicas é promovida pela habilidade da porcelana de molhar e escoar nas irregularidades de superfície da infraestrutura. A união entre cerâmicas seria um efeito de interações físico-químicas que ocorrem na interface, sugere-se pouca contribuição do mecanismo de retenção micromecânica quando a superfície da Y-TZP não é tratada [15, 26].

A diferença entre o CET das cerâmicas e a taxa de resfriamento podem gerar tensões de tração ou compressão na interface. Indica-se que essa diferença entre CET seja menor ou igual a 1 x 10^{-6} °C para que não ocorra fratura da porcelana ou falha de união por causa do desenvolvimento de tensões de tração radiais ou tangenciais [15, 16]. No presente estudo, foi utilizado o material de recobrimento compatível com cada tipo de infraestrutura, sendo a diferença entre CET dentro dos limites recomendados. A baixa difusividade térmica da Y-TZP também pode levar a formação de tensões residuais na porcelana durante o resfriamento, o que poderia explicar a fina camada de porcelana presente na superfície de grande parte dos corpos-de-prova de Y-TZP [27].

Defeitos na interface e a contração de sinterização da porcelana também podem influenciar a resistência de união entre as cerâmicas [15] . Entretanto, não foram encontrados poros ou inclusões na interface e nenhum corpo-de-prova dos grupos de infraestrutura de Y-TZP apresentou modo de falha adesivo, o que indica uma boa compatibilidade entre as cerâmicas estudadas. A segunda hipótese do estudo foi aceita, já que não houve influência do uso de um agente de união na resistência ao cisalhamento da Y-TZP à porcelana. A literatura relata que o uso de um *liner* de porcelana feldspática tem pouca ou nenhuma influência na resistência de união entre Y-TZP e porcelana, mesmo quando combinado com jateamento de partículas [22, 24, 28]. O agente de união utilizado (Effect Bonder) é recomendado pelo fabricante para colorir a infraestrutura de Y-TZP e melhorar sua união com a porcelana VM9. Porém, a composição do material não é fornecida e seu mecanismo de união não está bem elucidado [13].

Apesar da similaridade nos valores de resistência de união entre os dois grupos com infraestrutura de Y-TZP, houve diferença no modo de falha. O grupo tratado com o agente de união apresentou uma maior frequência de falhas coesivas na porcelana, o que sugere uma melhora na qualidade da união entre os materiais já que a resistência de união foi maior do que a resistência à fratura da própria porcelana. Os modos de falha encontrados estão de acordo com um estudo que relata a presença de falha adesiva para o conjunto metal-cerâmica e falha coesiva na porcelana para os grupos de Y-TZP que utilizaram um *liner* previamente ao recobrimento com porcelana [18].

O ensaio de cisalhamento pode induzir tensões não-uniformes na interface, resultando em altos valores de desvio-padrão[29]. Para evitar erros metodológicos, o dispositivo de ensaio (Bencor Multi-T) utilizado na presente pesquisa garantiu o correto alinhamento dos corpos-de-prova e da ponta aplicadora da carga, posicionada na interface entre os materiais. Os modos de falha e os valores de resistência de união encontrados são semelhantes aos reportados na literatura, indicando que o método foi capaz de estabelecer um ranqueamento confiável entre os grupos experimentais. Ainda, o teste de cisalhamento foi escolhido por causa da dificuldade em confeccionar corpos-de-prova de Y-TZPporcelana para o ensaio de microtração, que é o método mais indicado para avaliar a resistência de união entre materiais (defeitos de interface poderiam ser introduzidos durante o corte dos corpos-de-prova).

No ambiente oral, as restaurações estão submetidas à fadiga pela presença de cargas cíclicas, variações de temperatura e pH, e pela umidade do meio. Por isso, esses fatores também devem ser considerados nas pesquisas. Estudos concluíram que a ciclagem térmica e mecânica e as diferentes técnicas de recobrimento (estratificada e prensada) não influenciaram na resistência de união Y-TZP e porcelana [17, 18].

CONCLUSÕES

As infraestruturas cerâmicas à base de Y-TZP têm resistência de união à porcelana semelhante às infraestruturas metálicas. O uso de um agente de união não teve influência na resistência de união entre Y-TZP e porcelana.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a colaboração do Laboratório de Prótese Dentária Coral (Passo Fundo, RS) que contribuiu para a execução dos corpos-de-prova desta pesquisa.

REFERÊNCIAS

[1] A. Della Bona, J.R. Kelly. J Am Dent Assoc, 139 Suppl (2008) 8S.

[2] M. Borba, M.D. de Araujo, K.A. Fukushima, H.N. Yoshimura, P.F. Cesar, J.A. Griggs, et al. Dent Mater, **27** (2011) 710.

[3] M.J. Heffernan, S.A. Aquilino, A.M. Diaz-Arnold, D.R. Haselton, C.M. Stanford, M.A. Vargas. J Prosthet Dent, **88** (2002) 10.

[4] I. Denry, J.R. Kelly. Dent Mater, 24 (2008) 299.

[5] J. Chevalier, L. Gremillard. J Am Ceram Soc, 92 (2009) 1901.

[6] M. Guazzato, M. Albakry, S.P. Ringer, M.V. Swain. Dent Mater, 20 (2004) 449.

[7] J. Tinschert, D. Zwez, R. Marx, K.J. Anusavice. J Dent, 28 (2000) 529.

[8] B. Taskonak, J. Yan, J.J. Mecholsky, Jr., A. Sertgoz, A. Kocak. Dent Mater, **24** (2008) 1077.

[9] I. Sailer, N.A. Makarov, D.S. Thoma, M. Zwahlen, B.E. Pjetursson. Dent Mater, **31** (2015) 603.

[10] B.E. Pjetursson, I. Sailer, N.A. Makarov, M. Zwahlen, D.S. Thoma. Dent Mater, **31** (2015) 624.

[11] C. Sax, C.H. Hammerle, I. Sailer. Int J Comput Dent, 14 (2011) 183.

[12] P.H. Corazza, S.A. Feitosa, A.L. Borges, A. Della Bona. Dent Mater, **29** (2013) 339.

[13] M. Borba, M.D. de Araujo, E. de Lima, H.N. Yoshimura, P.F. Cesar, J.A. Griggs, et al. Dent Mater, **27** (2011) 1259.

[14] M. Borba, Y. Duan, J.A. Griggs, P.F. Cesar, A. Della Bona. Dent Mater, **31** (2015) 413.

[15] P. Benetti, A. Della Bona, J.R. Kelly. Dent Mater, 26 (2010) 743.

[16] P. Benetti, J.R. Kelly, A. Della Bona. Dent Mater, 29 (2013) 1166.

[17] P.C. Guess, A. Kulis, S. Witkowski, M. Wolkewitz, Y. Zhang, J.R. Strub. Dent Mater, **24** (2008) 1556.

[18] H.A. Vidotti, J.R. Pereira, E. Insaurralde, A.L. Almeida, A.L. Valle. J Dent, **41** (2013) 307.

[19] J. Teng, H. Wang, Y. Liao, X. Liang. J Prosthet Dent, **107** (2012) 380.

[20] M.V. Lopez-Molla, M.A. Martinez-Gonzalez, J.F. Manes-Ferrer, V. Amigo-Borras, K. Bouazza-Juanes. Med Oral Patol Oral Cir Bucal, **15** (2010) e919.

[21] J. Fischer, B. Stawarzcyk, A. Trottmann, C.H. Hammerle. Dent Mater, **25** (2009) 419.

[22] R. Mosharraf, M. Rismanchian, O. Savabi, A.H. Ashtiani. J Adv Prosthodont, **3** (2011) 221.

[23] T. Oguri, Y. Tamaki, Y. Hotta, T. Miyazaki. Dent Mater J, **31** (2012) 788.

[24] H.I. Yoon, I.S. Yeo, Y.J. Yi, S.H. Kim, J.B. Lee, J.S. Han. J Mech Behav Biomed Mater, **40** (2014) 369.

[25] O. Kirmali, A. Kapdan, A. Kustarci, K. Er. J Prosthodont, (2015)

[26] B.K. Choi, J.S. Han, J.H. Yang, J.B. Lee, S.H. Kim. J Adv Prosthodont, 1 (2009) 129.

[27] F. Komine, A. Saito, K. Kobayashi, M. Koizuka, H. Koizumi, H. Matsumura. J Oral Sci, **52** (2010) 647.

[28] N. Ereifej, F.P. Rodrigues, N. Silikas, D.C. Watts. Dent Mater, 27 (2011) 590.

[29] R.R. Braga, J.B. Meira, L.C. Boaro, T.A. Xavier. Dent Mater, **26** (2010) e38.

TABELAS

Tabela I. Frequência do modo de falha para cada grupo experimental. *Table I. Frequency of failure mode for each experimental group.*

1viista	CUESIVA EIII
	Porcelana

MC	3 (30%)	7 (70%)	0 (0%)
YC	0 (0%)	7 (70%)	3 (30%)
YB	0 (0%)	5 (50%)	5 (50%)





Figura I. Resultados de resistência de união ao cisalhamento para os grupos experimentais.

Figure I. Shear bond strength data for the experimental groups.



Figura II – Imagem representativa dos modos de falha mais frequentes. (A) Falha do tipo mista de um corpo-de-prova do grupo MC (a flecha aponta para a porcelana remanescente na interface de união). (B) Falha do tipo coesiva em porcelana de um corpo-de-prova do grupo YC (a flecha aponta para a porcelana recobrindo completamente a interface de união).

Figure II – Representative images of the most frequent failures modes. (A) Combined failure of a specimen from MC group (the arrow point to the residual porcelain at the interface). (A) Cohesive porcelain failure of a specimen from YC group (the arrow point to the porcelain completely covering the interface).

ANEXO

Cerâmica - ISSN-0366-6913 www.scielo.br/ce órgão oficial da Associação Brasileira de Cerâmica

Recebimento de artigo para publicação na revista Cerâmica. Número de referência: **2095 (citar sempre este número)**

O artigo

<u>Título</u>: RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE PORCELANA E DIFERENTES MATERIAIS DE INFRAESTRUTURA (BOND STRENGTH BETWEEN PORCELAIN AND DIFFERENT INFRASTRUCTURE MATERIALS) Autores: EDILÉIA LODI, FABIANE MARKS; MÁRCIA BORBA

foi recebido em 27/04/2016.

Uma decisão com respeito à publicação na revista Cerâmica será comunicada assim que recebermos os comentários dos relatores.

Agradecemos a colaboração.

Editoria Científica. Cerâmica