

UNIVERSIDADE DE PASSO FUNDO

Potira Dalques Meirelles

Influência do resfriamento da porcelana com e sem leucita na resistência
à fratura de sistemas com infraestrutura em zircônia

Passo Fundo

2015

Potira Dalques Meirelles

Influência do resfriamento da porcelana com e sem leucita na resistência à fratura de sistemas com infraestrutura em zircônia

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação 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 prof^a. Dr^a. Paula Benetti e coorientação da prof^a. Dr^a. Márcia Borba.

Passo Fundo

2015

Folha reservada para
Ata de aprovação da Banca Examinadora

Observação:

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

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

Potira Dalques Meirelles, nascida em 13 de fevereiro de 1972 em Santo Ângelo, formou-se em Odontologia na Universidade Federal de Santa Maria, em 1994. Especializou-se na primeira turma de Dentística Restauradora na Universidade Federal do Rio Grande do Sul em 1998. Serviu ao Exército Brasileiro durante sete anos (1996 a 2003) como cirurgiã-dentista no HGUSA (Hospital de Guarnição de Santo Ângelo) e trabalha em consultório particular nas cidades de Entre-Ijuís e Santo Ângelo. Tem participação ativa em entidades de classe como a ABO (Associação Brasileira de Odontologia em Santo Ângelo) e CRO (representante do Conselho Regional de Odontologia em Entre-Ijuís).

DEDICATÓRIA

**Dedico este trabalho ao meu marido José Fernando e aos meus filhos
Pedro e Tiago.**

Devo a vocês o que sou e a felicidade pela conquista.

AGRADECIMENTOS

A Deus, a quem entrego toda minha vida.

Ao José Fernando, Pedro e Tiago, vocês são a razão da minha vida.

Aos meus pais Potiguara (*in memoriam*) e Elaine, por estarem ao meu lado, sempre.

À família Bortolini pelo apoio e carinho.

A minha orientadora Prof^ª. Dr^ª. Paula Benetti pelos conhecimentos transmitidos, invejável senso de pesquisa e paciência, além do agradável convívio e pela amizade sincera.

A minha coorientadora Prof^ª. Dr^ª. Márcia Borba pela disponibilidade e pelo voto de confiança.

Ao laboratório Coral, na pessoa do Sr. Ireno Britto pelo apoio técnico na confecção dos corpos de prova.

As novas amigas que conheci no mestrado, especialmente a Flávia, Gabrielle, Michelle, Carolina, Daiane e Camila pela cumplicidade e companheirismo.

À super secretária da PPGOdonto, Fabiane Pimentel, pela ajuda e amizade.

A Fundação Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e a UPF pela concessão da bolsa de estudos (nº1188699).

Enfim, a todos aqueles que contribuíram diretamente para a realização dessa conquista, contribuindo para o meu crescimento profissional e pessoal. Agradeço imensamente!!!!

“Temos de nos tornar a mudança que queremos ver no mundo”.

GANDHI, líder pacifista (1869-1948)

SUMÁRIO

BIOGRAFIA	v
DEDICATÓRIA	vi
AGRADECIMENTOS	vii
SUMÁRIO	ix
LISTA DE TABELAS	x
LISTA DE FIGURAS	xi
LISTA DE ABREVIATURAS	xii
1. INTRODUÇÃO	15
2. REVISÃO DE LITERATURA	18
3. PROPOSIÇÃO	36
4. MATERIAIS E MÉTODOS	37
5 RESULTADOS	49
6 DISCUSSÃO	53
7 CONCLUSÃO	62
7 REFERÊNCIAS	63
ARTIGO SUBMETIDO*	78

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Descrição das cerâmicas utilizadas neste estudo.....	41
Tabela 2 – Protocolo de sinterização da zircônia	42
Tabela 3 - Protocolo de sinterização recomendado pelo fabricante*	44
Tabela 4 - Protocolo de glaze recomendado pelo fabricante*.....	45
Tabela 5 – Temperatura de abertura da câmara do forno para os protocolos de resfriamento lento e rápido utilizados no último ciclo de sinterização (queima) dos corpos de prova.	46
Tabela 6 - Resistência característica (σ_0), módulo de Weibull (m), os intervalos de confiança (IC) e valores de média e desvio padrão de cada grupo experimental.	49

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Características superficiais da porcelana VM9 tratada com ácido fluorídrico 2% em 15 s. Cesar et al. (2008) sugerem aglomerados de partículas (setas brancas), possivelmente cristais de leucita, imersos em uma matriz vítrea;	38
Figura 2. Análise de espectroscopia por dispersão de energia (EDS)-composição microestrutural da Ceramco PFZ.	39
Figura 3. Características superficiais da porcelana Ceramco PFZ - superfície livre de aglomerados de partículas.	40
Figura 4. Molde de silicone de condensação utilizado para aplicação da cerâmica de cobertura sobre as infraestruturas de YZ.	43
Figura 5. Configuração do teste de resistência à flexão em três pontos dos espécimes cerâmicos. A cerâmica de cobertura (seta) foi posicionada na área de maior concentração de forças de tração.	47
Figura 6. Gráfico de probabilidade de falha.	50
Figura 7. Modos de falha dos espécimes submetidos à flexão por três pontos. Pode-se observar que o grupo da VM9R apresentou maior número de falhas catastróficas (n=4, 13%), enquanto que no grupo PFZR não ocorreu este tipo de fratura. A trinca foi o modo de falha com maior número e não houve modo de falha tipo lascamento com ou sem exposição da infraestrutura.	51
Figura 8. Corpo de prova fraturado evidenciando a trinca na porcelana de cobertura até a interface com a infraestrutura.	51
Figura 9. Corpo de prova fraturado evidenciando (falha catastrófica)-fratura de corpo inteiro.	52

LISTA DE ABREVIATURAS

°C - Graus Celsius
ANOVA = Análise de variância
CAD/CAM = *Computer aided design /computer aided machining*
CET - Coeficiente de Expansão Térmica
CP = Corpo de prova
E = Módulo de elasticidade ou de Young
FSZ- *fully stabilized zirconia*
GPa - Giga Pascal
IE = Infraestrutura
ISO - *International Organization for Standardization*
LTD - Degradação por baixas temperaturas
MEV - Microscopia eletrônica de varredura
mm – Milímetro
MPa - Mega Pascal
N - Newton
n – Número
PFZ – Porcelana de cobertura (CERAMCO PFZ)
PPFs – Próteses parciais fixas
PSZ- *partially stabilized zirconia*
Tg – Temperatura de transição vítrea
TTZ- *transformation toughened zirconia*
TZP- *tetragonal zirconia polycrystals*
VM9 – Porcelana de cobertura (VM9)
Y-TZP - Zircônia tetragonal parcialmente estabilizada com óxido de Ítrio
ZTA- *zirconia toughened alumina*
µm - Micrômetro

Resumo

Este estudo investigou a influência do protocolo de resfriamento da porcelana com e sem leucita na resistência à fratura aplicadas sobre zircônia. Foram testadas as hipóteses de que (1) a resistência e confiabilidade da porcelana contendo leucita são maiores do que a da porcelana sem leucita quando aplicadas sobre a zircônia, e (2) o protocolo de resfriamento lento resulta em maior resistência da porcelana que o resfriamento rápido para ambos os sistemas testados. Foram confeccionadas 120 barras de zircônia (0,8 de espessura), que foram recobertas com 1 mm de espessura de porcelana (dimensão total de 1,8mm x 4mm x 16 mm). As barras foram divididas em quatro grupos (n=30), para aplicação das diferentes porcelanas (com ou sem leucita) e protocolos de resfriamento (rápido ou lento). Os espécimes foram submetidos ao teste de resistência à flexão em 3 pontos até o primeiro sinal de fratura, mantendo a superfície da porcelana sob tração. Os dados foram analisados por ANOVA de dois fatores e teste de Tukey (95%). Foram realizadas as análises de Weibull e de fratura. Os resultados mostraram que a resistência à fratura do sistema contendo porcelana com leucita foi semelhante ao sistema sem leucita ($p=0,718$). O protocolo de resfriamento aplicado não modificou a resistência à flexão dos grupos ($p = 0,761$). As hipóteses do estudo foram rejeitadas, pois a presença de leucita e o resfriamento não alteraram significativamente a resistência à fratura e confiabilidade dos sistemas.

Palavras-chave: Cerâmicas odontológicas; Resistência à fratura; Zircônia; Porcelana de cobertura; Leucita.

Abstract¹

This study investigated the influence of porcelain cooling protocol with and without leucite in fracture resistance applied on zirconia. We tested the hypothesis that (1) the strength and reliability of the porcelain containing leucite are larger than the porcelain without leucite when applied on zirconia, and (2) slow cooling protocol results in greater strength than china cooling fast for both tested systems. Were prepared zirconia rods 120 (0.8 thick) were coated with 1 mm thick porcelain (total size 1.8 mm x 16 mm x 4mm). The bars were divided into four groups (n = 30) for application of different porcelains (with or without leucite), and cooling systems (fast or slow). The specimens were subjected to flexural strength testing in 3 points to the first sign of fracture, keeping the surface of the porcelain under traction. Data were analyzed by two-way ANOVA and Tukey test (95%). Analysis of Weibull and fracture were performed. The results showed that the resistance to fracture system containing leucite porcelain was similar to the system without leucite ($p = 0.718$). The cooling protocol used did not modify the flexural strength of the two groups ($p = 0.761$). The study hypotheses were rejected, since the presence of leucite and cooling did not significantly alter the fracture strength and reliability of the systems.

Keywords: Dental ceramics; fracture resistance; zirconia; veneering porcelain; leucite.

¹Porcelain cooling influence with and without leucite in the fracture resistance of systems infrastructure zirconia

1. INTRODUÇÃO

Sistemas cerâmicos de zircônia-porcelana combinam a alta resistência da cerâmica de infraestrutura e as ótimas características óticas (estética) da porcelana. Outra grande vantagem da infraestrutura de zircônia é o aumento da profundidade de translucidez e transmissão de luz através da restauração que permite aparência mais natural que as infraestruturas metálicas (Heintze e Rousson, 2010; Pecho *et al.*, 2015).

Apesar das vantagens estéticas e de biocompatibilidade das restaurações totalmente cerâmicas, foi evidenciado na literatura um alto índice de lascamentos da cerâmica de cobertura (15-62% em 3 a 5 anos), principalmente em restaurações com infraestrutura de Y-TZP (Sailer *et al.*, 2007; DeHoff *et al.*, 2008; Swain 2009; Christensen, Ploeger, 2010; Baldassarri *et al.*, 2012; Pelaez *et al.*, 2012; Schimtter *et al.*, 2012; Koenig *et al.*, 2013; Tartaglia *et al.*, 2015).

Alguns fatores potencialmente relacionados à susceptibilidade ao lascamento da cerâmica de cobertura foram previamente investigados: a condição de suporte da porcelana pela infraestrutura (Sailer *et al.*, 2007; Shirakura *et al.*, 2009; Bonfante *et al.*, 2010); a incompatibilidade térmica (Taskonak *et al.*, 2005; DeHoff *et al.*, 2006; DeHoff *et al.*, 2008; Benetti *et al.*, 2010); a resistência de união (Ereifej *et al.*, 2011; Vigolo *et al.* 2012) ; o ângulo de contato entre os materiais (Benetti *et al.*, 2010; Monaco *et al.*, 2014); a falta de resistência da porcelana (baixa tenacidade de fratura) (Cesar *et al.*, 2008; Quinn *et al.*, 2010); a espessura

inadequada de porcelana (Swain, 2009; Benetti *et al.*, 2011); o baixo molhamento e resistência de união da zircônia à porcelana (Fischer, 2008; Fischer *et al.*, 2009; Benetti *et al.*, 2010); a sinterização imprópria (Cheung e Darvell, 2002); a taxa de resfriamento inadequada (Guazzato *et al.*, 2010; Göstemeyer *et al.*, 2010; Belli *et al.*, 2012; Benetti *et al.*, 2013; Benetti *et al.*, 2014); as técnicas de aplicação da porcelana; a excessiva tensão residual do sistema (Fischer, 2008; Taskonak *et al.*, 2008; Swain, 2009; Dittmer *et al.*, 2009); confecção de preparos dentários inapropriados, com redução axial insuficiente, profundidade do chanfro inadequada ou ângulos internos e externos pontiagudos (Corazza *et al.*, 2013). Entretanto, a diferença de composição da porcelana, especialmente no conteúdo de leucita conforme relatado por Christensen e Ploeger (2010), ainda não está completamente elucidado na literatura.

Segundo Anusavice (2005), a adição de leucita na porcelana aproxima o coeficiente de expansão térmica ao valor da zircônia e aumenta sua viscosidade, causando menor escoamento pirolástico durante a queima. Esse menor escoamento, ou relaxamento estrutural, da porcelana contendo leucita pode gerar tensões transitórias e residuais durante seu resfriamento de menor magnitude do que porcelanas sem leucita, especialmente quando submetidas ao resfriamento rápido. Estudos prévios demonstraram que as tensões geradas durante a queima da cerâmica estão associadas à nucleação e propagação de trincas a partir de defeitos pré-existentes na porcelana (Benetti *et al.*, 2014).

Na tentativa de reduzir a possibilidade de ocorrência de falhas do sistema zircônia-porcelana, este trabalho se propõe a investigar dois fatores potencialmente associado à origem desse tipo de falha na

porcelana: a presença de leucita na porcelana e o uso de diferentes protocolos de resfriamento (Christensen e Ploeger, 2010).

Portanto, os resultados do presente estudo podem auxiliar a esclarecer a influência da presença de leucita na porcelana na resistência de restaurações com infraestruturas de zircônia e determinar o protocolo de resfriamento mais adequado para cada sistema. O estudo pode oferecer subsídios para obtenção de peças protéticas mais resistentes e confiáveis, podendo resultar em prognóstico clínico mais favorável e um tratamento mais durável.

2. REVISÃO DE LITERATURA

As cerâmicas são materiais em constante aprimoramento dentro da ciência e tecnologia dos materiais dentários. São compostos inorgânicos de elementos metálicos e não metálicos, tais como óxidos, nitretos e silicatos. Esses materiais são estáveis especialmente pela sua alta resistência de união interatômica primária e alta eficiência de empacotamento atômico. Podem se apresentar como sólidos cristalinos ou amorfos (vidros) ou uma combinação de ambos (Anusavice, 2005; Della Bona, 2009).

As cerâmicas odontológicas possuem características importantes como material restaurador, estabilidade química, alta resistência à compressão, estética excelente e duradoura, biocompatibilidade e alta resistência à corrosão. São indicadas para confecção de restaurações como inlays, onlays, facetas, próteses unitárias, pontes parciais fixas (PPFs), pinos e núcleos intra-canais e implantes (Van Noort, 2004; Della Bona, 2009).

A principal limitação das cerâmicas é seu comportamento frágil: apesar de sua alta rigidez (alto módulo de elasticidade) apresentam baixa maleabilidade e característica friável. Esses materiais apresentam menor resistência mecânica quando submetidos às tensões de tração, o que pode comprometer o desempenho clínico quando utilizados na confecção de restaurações submetidas à altas cargas oclusais ou ciclos mastigatórios (Della Bona, 2009).

As cerâmicas odontológicas podem ser compostas de duas fases: uma cristalina e uma fase vítrea. Quanto maior a quantidade de fase vítrea, menor a resistência à propagação de trincas, mas melhor a translucidez, ou seja, melhor estética. Ao contrário, quanto maior quantidade de cristais (fase cristalina) melhores são as propriedades mecânicas, pois uma trinca sofre deflexão ao encontrar um cristal na estrutura, que pode resultar impedimento ou alteração da direção de propagação da fratura, resultando em aumento da resistência do material (Anusavice, 2005). Assim, uma maneira de classificar as cerâmicas está relacionada à sua composição, podendo ser (1) cristalinas ou policristalinas, quando não apresentam conteúdo vítreo; (2) vidros com partículas ou parcialmente cristalinos, que podem conter alto ou baixo teor de vidro; e (3) predominantemente vidro (Della Bona, 2009; Benetti *et al.*, 2011).

2.1 Propriedades mecânicas da zircônia

As cerâmicas com alto conteúdo cristalino foram introduzidas na odontologia com o objetivo de possibilitar o uso em regiões submetidas a maiores forças oclusais. Com o aumento do conteúdo cristalino, especialmente alumina e zircônia, houve uma perda significativa em translucidez e estética. Por isso, os sistemas cerâmicos atuais são constituídos de infraestruturas de cerâmica com alto conteúdo cristalino (em substituição as infraestruturas metálicas) e uma cobertura de uma cerâmica de melhor qualidade óptica e propriedades compatíveis com a infraestrutura (Della Bona, 2009).

Um exemplo de cerâmica policristalina é a cerâmica à base de zircônia. A zircônia é um biomaterial atraente devido aos altos valores de resistência e de tenacidade à fratura, alta dureza, alta resistência ao desgaste, baixa condutividade térmica e elétrica, resistência à corrosão; e alto módulo de elasticidade. Há diferentes cerâmicas contendo zircônia: zircônia parcialmente estabilizada por ítria, céria, magnésia ou alumina (PSZ- *partially stabilized zirconia*), zircônia tetragonal policristalina (TZP- *tetragonal zirconia polycrystals*), zircônia totalmente estabilizada (FSZ- *fully stabilized zirconia*), alumina reforçada com zircônia (ZTA- *zirconia toughened alumina*), zircônia reforçada por transformação (TTZ- *transformation toughened zirconia*) (Della Bona, 2009).

Atualmente, o tipo de cerâmica à base de zircônia mais utilizado na odontologia é a zircônia tetragonal policristalina parcialmente estabilizada por ítria (Y-TZP). A cerâmica Y-TZP foi inicialmente introduzida na área médica para a construção de próteses ortopédicas devido ao seu excelente desempenho mecânico e biocompatibilidade (Piconi e Maccauro, 1999). A Y-TZP apresenta resistência à flexão em torno de 800 a 1400 MPa, a tenacidade à fratura varia de 6-10 MPa/m^{1/2}, densidade de 6 g/cm³, dureza de 11 GPa, resistência à compressão de 2000 MPa, módulo de elasticidade de 205 GPa, coeficiente de expansão térmica de $1.10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ e condutividade térmica em torno de 2 W/m²K (Della Bona, 2009). Esta cerâmica é indicada para infraestruturas de coroas e PPFs múltipla sem todas as regiões da cavidade bucal. Em comparação com outros sistemas cerâmicos, a Y-TZP requer uma área de seção transversal do conector relativamente pequena: cerca de 9 mm para uma PPF com distância entre pilares de, aproximadamente, 12 mm (Della Bona *et al.*, 2012). Muitas técnicas são

utilizadas para fabricação de estruturas em zircônia, incluindo: pressão à seco, pressão isostática, injeção sob alta temperatura e pressão, extrusão e *tapecasting* (Della Bona, 2009).

Na Odontologia, restaurações de Y-TZP são confeccionadas utilizando sistemas CAD/CAM (*computer-aided design/computer-aided machining*) por meio de usinagem de blocos pré-fabricados parcialmente sinterizados, ou blocos densamente sinterizados por meio de prensagem isostática a quente (*hot isostatic pressing- HIP*) (Della Bona, 2009). A usinagem de blocos densamente sinterizados pode produzir restaurações com melhor adaptação, porém esse processo é demorado e envolve grande desgaste dos instrumentos (pontas diamantadas). Por outro lado, o uso de blocos parcialmente sinterizados aumenta a eficiência do processo de usinagem. Nesse caso, o sistema CAD/CAM produz peças 20 a 25% maiores para compensar a contração de sinterização, garantindo a precisão das restaurações (Tinschert *et al.*, 2004).

O comportamento mecânico superior das cerâmicas à base de zircônia está associado a um mecanismo de tenacificação por transformação de fase (*transformation toughening*). A zircônia pode assumir três formas cristalográficas dependendo da temperatura. A estrutura monoclinica desde a temperatura ambiente até 1170 °C, tetragonal entre 1170 °C até 2370 °C e cúbica acima de 2370 °C até o ponto de fusão. A adição de óxidos estabilizadores como CaO, MgO, Y₂O₃ ou CeO₂ à zircônia pode controlar a mudança da fase tetragonal para a fase monoclinica. Esses estabilizadores possibilitam a manutenção da fase tetragonal sob temperatura ambiente e, portanto, controlam o estresse induzido pela transformação da fase, diminuindo a propagação

de trincas (cracks) e levando ao aumento da resistência do material (Piconi e Maccauro, 1999; Denry e Kelly, 2008)

A transformação da fase tetragonal para fase monoclinica é acompanhada de uma expansão volumétrica (de 3 a 4%) e de uma deformação em cisalhamento (0,16%) (Hannink *et al.*, 2000; Chevalier e Gremillard, 2009). Quando tensões externas são induzidas na cerâmica como, por exemplo, impacto, desgaste e polimento, uma transformação dos cristais de zircônia tetragonais para a fase monoclinica pode ocorrer. Esta transformação resulta em um aumento de volume que produz estresses de compressão na região da extremidade da trinca, limitando a sua propagação. Dessa forma, a trinca precisa superar esse obstáculo para poder se propagar, aumentando a tenacidade à fratura da zircônia quando comparada com outras cerâmicas e diminuindo a intensidade de estresse local (Guazzato *et al.*, 2004; Della Bona, 2009). O resultado final é uma melhora das propriedades mecânicas do material (Piconi e Maccauro, 1999; Della Bona, 2009; Chavelier e Gremillard, 2009).

Apesar da Y-TZP apresentar um mecanismo de tenacidade que melhora suas propriedades mecânicas, este mesmo mecanismo pode resultar em um comportamento indesejável: a degradação das propriedades mecânicas em baixa temperatura (LTD - *low temperature degradation*) e problemas de compatibilidade com a cerâmica de cobertura geralmente associados à taxa de elevação de temperatura e resfriamento durante a sinterização (Della Bona, 2009).

Kobayashi *et al.* (1981) observaram que os cristais da Y-TZP podem apresentar uma transformação lenta da fase tetragonal para monoclinica nos cristais de zircônia da superfície, em ambiente úmido e temperatura relativamente baixas (150-400°C). A transformação no

cristal é acompanhada pelo aumento de volume, provocando estresses e micro trincas nos cristais vizinhos. Esse processo de degradação da superfície é exacerbado pela presença da água. O crescimento da zona de transformação resulta em aumento do número de micro trincas, extrusão dos cristais e aumento da rugosidade superficial, o que leva à degradação da resistência do material (Della Bona, 2009).

Qualquer fator que afete a estabilidade da zircônia tetragonal pode afetar esse processo de degradação (Kelly e Denry, 2007). Entre esses fatores estão o tamanho do cristal (Heuer *et al.*, 1982), a quantidade do estabilizador (Hannink *et al.*, 2000) e a presença de tensões residuais (Deville *et al.*, 2006). Cristais de Y-TZP acima de um tamanho crítico são menos estáveis e mais suscetíveis à degradação, enquanto que cristais de tamanho menor ($<1 \mu\text{m}$) apresentam menor degradação (Heuer *et al.*, 1982). Entretanto, tamanhos muito reduzidos ($<0,2 \mu\text{m}$) restringem o aumento da tenacidade por transformação levando a uma redução das propriedades mecânicas (Hannink *et al.*, 2000 ; Borba *et al.*, 2011). Com relação ao estabilizador, quanto maior sua concentração, maior quantidade de cristais tetragonais no material, o que aumenta as chances de ocorrer transformação espontânea de alguns deles (Kelly e Denry, 2007).

2.2 Propriedades da porcelana – a questão da leucita

Apesar da superioridade do comportamento mecânico da Y-TZP, em relação às cerâmicas vítreas, a zircônia é bastante opaca. Assim, para alcançar a translucidez, cor e textura do dente natural é necessário o

recobrimento com porcelana, um material menos resistente à fratura, mas com excelentes propriedades ópticas. As porcelanas são produzidas a partir do feldspato de sódio e de potássio. Quando o feldspato de potássio é misturado com vários óxidos metálicos e queimado sob altas temperaturas pode formar leucita e uma fase vítrea que irá diminuir a viscosidade da porcelana e escoar ligeiramente. A leucita é um mineral silicato-potássio-alumínio ($K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 4SiO_2$) com maior coeficiente de expansão térmica (entre 20 e $25 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}$) que os vidros feldspáticos ($\leq 10 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}$). Quando o feldspato é aquecido a temperaturas entre 1150°C e 1530°C , sofre uma fusão incongruente para transformar cristais de leucita e um vidro amorfo (Anusavice, 2005).

A adição de leucita aproxima o coeficiente de expansão térmica da porcelana ao da zircônia e aumenta sua viscosidade, causando menor escoamento pirolástico durante a queima (Anusavice, 2005). Esse menor escoamento, ou relaxamento estrutural, da porcelana contendo leucita pode gerar tensões de menor magnitude durante seu resfriamento do que porcelanas sem leucita.

Cesar *et al.* (2005) concluíram haver uma importante correlação entre resistência à fratura da porcelana com seu conteúdo de leucita, especialmente em concentração maior que 22%. Os autores analisaram a microestrutura da porcelana e concluíram que o principal mecanismo de resistência deste material é a deflexão de trincas ao redor dos aglomerados de leucita.

Contudo, o mineral de alta expansão, leucita, está frequentemente associado ao aparecimento de microfendas espontâneas que resultam de uma diferença de expansão térmica entre a leucita e a matriz vítrea circundante. A ocorrência de micro fenda pode ser minimizada com a

redução do tamanho e distribuição homogênea de partículas de leucita (Della Bona, 2009).

2.3 Problemas clínicos das restaurações zircônia-porcelana

Apesar das vantagens estéticas e de biocompatibilidade das restaurações de zircônia-porcelana, foi evidenciado na literatura um alto índice de lascamento da porcelana de cobertura (15-62% em 3 a 5 anos), principalmente em restaurações com infraestrutura de Y-TZP (Sailer *et al.*, 2007; DeHoff *et al.*, 2008; Swain 2009; Christensen e Ploeger, 2010; Baldassarri *et al.*, 2012). O índice de lascamento é evidenciado com mais frequência nas restaurações de zircônia-porcelana do que nas restaurações metalocerâmicas (Christensen e Ploeger, 2010; Almeida JR *et al.*, 2012), que apresentam índices clínicos de lascamento ao redor de apenas 2% (Sailer *et al.*, 2007). O lascamento da porcelana de cobertura ou *chipping* pode ser considerado o problema técnico mais frequente nas restaurações totalmente cerâmicas (Sailer *et al.*, 2007; Della Bona, 2009; Christensen e Ploeger, 2010). No estudo de Håff *et al.* (2015) pontes fixas de zircônia tiveram uma taxa de sobrevivência de 94% em 13 anos. Outro estudo demonstrou sobrevivência de 83% em 7 anos para o mesmo tipo de restauração (Rinke *et al.*, 2013).

Alguns fatores potencialmente relacionados à susceptibilidade ao lascamento da cerâmica de cobertura foram previamente investigados: a condição de suporte da porcelana pela infraestrutura (Sailer *et al.*, 2007; Shirakura *et al.*, 2009; Bonfante *et al.*, 2010); a incompatibilidade térmica (Taskonak *et al.*, 2005; DeHoff *et al.*, 2006; DeHoff *et al.*, 2008;

Benetti *et al.*, 2010); a resistência de união (Ereifej *et al.*, 2011; Vigolo *et al.*, 2012) ; o ângulo de contato entre os materiais (Benetti *et al.*, 2010); a falta de resistência da porcelana (baixa tenacidade de fratura) (Quinn *et al.*, 2010); espessura inadequada de porcelana (Swain, 2009; Benetti *et al.*, 2011); baixo molhamento e resistência de união da zircônia à porcelana (Fischer, 2008; Fischer *et al.*, 2009; Benetti *et al.*, 2010); sinterização imprópria (Cheung e Darvell, 2002); taxa de resfriamento inadequada (Guazzato *et al.*, 2010; Göstemeyer *et al.*, 2010; Belli *et al.*, 2013; Benetti *et al.*, 2013; Benetti *et al.*, 2014); técnicas de aplicação da porcelana; excessiva tensão residual do sistema (Fischer, 2008; Taskonak *et al.*, 2008; Swain, 2009; Dittmer *et al.*, 2009); confecção de preparos dentários inapropriados, com redução axial insuficiente, profundidade do chanfro inadequada ou ângulos internos e externos pontiagudos (Corazza *et al.*, 2013). Entretanto, o fator da diferença de composição da porcelana utilizada no comportamento mecânico do sistema ainda não está completamente elucidado na literatura.

Um ensaio clínico randomizado que comparou o desempenho de pontes de zircônia e metal mostrou que a incidência de lascamentos pequenos foi similar para ambos os sistemas, enquanto lascamentos inaceitáveis clinicamente ocorreram apenas em sistemas de zircônia, em 8,4% dos casos em 3 anos (Sailer *et al.*, 2009). Além disso, Christensen e Ploeger (2010), em seu estudo clínico randomizado de 3 anos, concluíram que a taxa de sobrevivência de infraestrutura à base de zircônia é semelhante a de infraestruturas metálicas, mas que as restaurações totalmente cerâmicas sofreram maior número de lascamentos, trincas ou fraturas da cerâmica de cobertura. A ausência de

cristais de leucita na formulação da cerâmica de cobertura foi um fator apontado pelos autores como potencial contribuinte para a maior ocorrência de lascamentos das porcelanas recobrando zircônia.

Segundo DeHoff *et al.* (2006), a concentração de tensões residuais originadas durante o resfriamento na interface da infraestrutura e cerâmica de cobertura pode causar o aparecimento de micro fendas que se propagam em toda interface, diminuindo significativamente a resistência de união das duas camadas e causando delaminação. Além disso, o comportamento térmico entre as duas camadas tem influência das propriedades da superfície dos materiais e suas interações (Benetti *et al.*, 2010).

2.4 Compatibilidade térmica entre zircônia e porcelana

A similaridade dos coeficientes de expansão térmica dos materiais combinados em estruturas construídas em camadas é essencial para prevenção da formação de tensões de grande magnitude ou até mesmo de fratura durante aquecimento e resfriamento (DeHoff *et al.*, 2008; Benetti *et al.*, 2010).

De maneira geral, os estresses residuais em próteses multicamadas são uma sobreposição de tensões geradas durante o resfriamento e da diferença entre os CET da infraestrutura e da porcelana ($\Delta\alpha$). DeHoff e Anusavice (1998) encontraram para sistemas metalocerâmicos, uma correlação razoável entre a mensuração da deflexão e a solução de análises visco-elásticas, demonstrando que diferenças de CET positivas (α infraestrutura $>$ α porcelana = $+\Delta\alpha$) e

negativas (α infraestrutura $<$ α porcelana $= -\Delta\alpha$) resultam em estresses de compressão e de tração na interface. Para $-\Delta\alpha$, a maior contração volumétrica da porcelana durante o resfriamento pode causar fraturas espontâneas (Anusavice *et al.*, 1989). Em um cenário $+\Delta\alpha$, enquanto a infraestrutura induz compressão à porcelana na interface, estresses de tração desenvolvem-se na superfície.

A semelhança entre CET em sistemas totalmente cerâmicos é um fator mais crítico por causa da fragilidade dos materiais de infraestrutura (cerâmicas). As cerâmicas não toleram forças de tração como os metais, então a menor diferença dimensional entre porcelana e infraestrutura (menor do que 1.10^{-6} °C, conforme Swain, 2009) é recomendada para evitar tensões de tração dentro da estrutura (Anusavice, 2005; Della Bona, 2009). Quanto maior esta diferença, mais altas serão as tensões residuais dentro do sistema, especialmente na interface entre os materiais (Benetti *et al.*, 2010).

A maioria dos fabricantes fornece cerâmicas de cobertura com uma mínima diferença positiva entre os CET da zircônia e porcelana, dentro do limite máximo aceitável de 1.10^{-6} °C para diminuir as tensões no sistema. Porém, fraturas precoces da porcelana continuam ocorrendo com frequência (Almeida *et al.*, 2012; Belli *et al.*, 2013). Apesar da diferença em contração térmica parecer ser o fator dominante na formação de tensões residuais após o resfriamento, é recomendado que a compatibilidade dos sistemas cerâmicos não seja julgada apenas pelos valores do CET, mas que considerada um sistema multifatorial. Determinar comportamentos de molhabilidade, resistência de união, efeitos da taxa de resfriamento, comportamento elástico e visco-elástico dos materiais, geometria da restauração e variáveis de processamento são

formas de prever a compatibilidade (Corazza *et al.*, 2013; Belo *et al.*, 2013; Benetti *et al.*, 2013; Benetti *et al.*, 2014).

2.5 Influência do resfriamento no comportamento do sistema

Durante o processo de sinterização da cerâmica de cobertura, a restauração é aquecida a uma elevada temperatura. Neste momento, a cerâmica está no estado plástico e suas tensões são liberadas pela fluidez plástica (Swain, 2009; Zang *et al.*, 2010). Entretanto, durante o resfriamento, a cerâmica passa do estado plástico para o sólido, numa temperatura definida como temperatura de transição vítrea (T_g). Ao passar pela região de T_g, a porcelana sofre deformação elástica e viscoelástica, mas algum relaxamento estrutural ainda pode ocorrer dissipando os estresses de contração por meio do rearranjo molecular (Asaoka *et al.*, 1989). Na transição vítrea (T_g) a porcelana transforma-se em sólido e toda contração estrutural de resfriamento é armazenada na estrutura (tensões residuais).

Gradientes térmicos podem formar-se dentro da camada de porcelana devido ao resfriamento não-uniforme, que ocorre especialmente em um ciclo de resfriamento rápido (Benetti *et al.*, 2013; Meira *et al.*, 2013). Em uma restauração com infraestrutura de zircônia e cobertura de porcelana, a superfície da porcelana encontra-se livre para dissipar energia térmica, enquanto a zircônia desacelera o resfriamento do lado oposto (no interior da coroa, por exemplo), mantendo o interior da porcelana em temperaturas mais altas (DeHoff *et al.*, 1989; Benetti *et al.*, 2013). Ou seja, as superfícies resfriaram, enquanto o interior

permanece quente devido à baixa difusividade térmica da zircônia e da porcelana (Swain, 2009; Benetti *et al.*, 2013). Durante a fase elástica sob transição vítrea (T_g), a infraestrutura de zircônia mantém a porção interna da porcelana em temperaturas altas por mais tempo, resultando em maiores estresses residuais, especialmente para camadas de porcelana mais espessas (Belli *et al.*, 2013; Benetti *et al.* 2013; Benetti *et al.*, 2014). Portanto, o resfriamento lento, em coroas totalmente cerâmicas com porcelana espessa, é importante para prevenir a formação de gradientes térmicos e, assim, de tensões de grande magnitude.

Guazzato *et al.* (2010) investigou o desenvolvimento de trincas espontâneas (lascamento, ruptura) de uma variedade de porcelanas de cobertura como resultado de um estresse térmico induzido por mudanças na espessura e taxa de resfriamento. A incidência de trincas e ruptura da porcelana de cobertura aumentou com a taxa de resfriamento mais rápida e com o aumento da espessura dos espécimes em três combinações porcelana-zircônia.

Outros estudos também avaliaram o comportamento de restaurações de zircônia-porcelana submetidas ao resfriamento rápido e lento (Tan *et al.*, 2012; Belli *et al.*, 2013). Esses estudos observaram aumento da carga de fratura e sobrevivência das restaurações submetidas ao resfriamento lento.

2.6 Avaliação in- vitro

2.6.1 Resistência à flexão em 3 pontos

Tensões relacionadas com a mastigação e com diferenças na expansão térmica entre os vários componentes das restaurações também contribuem para a redução da resistência da cerâmica (Morena *et al.*, 1986; Della Bona *et al.*, 2003).

Os ensaios laboratoriais procuram simular as falhas clínicas com os objetivos de investigar as variáveis que influenciam o sucesso das próteses fixas e de avaliar novos materiais ou configurações (Borba *et al.*, 2011). Valores de resistência à fratura são frequentemente considerados indicadores do comportamento mecânico dos materiais dentários (Della Bona e Van Noort, 1995). Porém, a resistência é uma propriedade condicional e não inerente do material (Kelly, 1999). A resistência dos materiais cerâmicos é limitada pela presença de defeitos pré-existentes e pelo valor relativamente baixo de tenacidade à fratura.

Os defeitos são gerados durante o processamento (poros, inclusões) ou após a manipulação, acabamento, ou uso clínico (Quinn, 2007). Portanto, a resistência à fratura dos materiais cerâmicos é limitada pelos defeitos pré-existentes associados a um baixo valor de tenacidade à fratura (Ritter *et al.*, 1995; Della Bona, 2009).

Algumas limitações dos testes de resistência à fratura estão relacionadas com a geometria e a confecção dos corpos-de-prova, os quais possuem forma de barra ou disco monolítico que dificilmente simulam a

configuração das restaurações dentárias. Além disso, o método de confecção desses corpos-de-prova também pode ser diferente (Kelly, 1999).

Por causa da grande sensibilidade aos defeitos pré-existentes, os materiais cerâmicos são mais resistentes ao ensaio de flexão do que ao ensaio de tração. Em tração, um volume maior de material é submetido ao nível máximo de tensão. Por outro lado, em flexão, uma pequena camada da superfície (um pequeno volume relativo) é submetida à máxima tensão de tração. Portanto, geralmente são utilizados ensaios de flexão para determinar as propriedades mecânicas das cerâmicas. No ensaio de flexão em três pontos um corpo-de-prova em forma de barra é apoiado em dois suportes inferiores e a carga é aplicada no centro. A desvantagem desse método é que uma pequena superfície ou volume do corpo-de prova é submetida à máxima tensão de tração. Portanto, maiores valores de resistência à fratura podem ser obtidos. Além disso, o ensaio de flexão em três pontos é sensível ao acabamento de superfície e a presença de ângulos (cantos) no corpo-de-prova (Della Bona, 2009).

2.6.2 Fractografia

A análise fractográfica envolve a avaliação da superfície de fratura que contém marcas resultantes da interação da trinca em propagação com a microestrutura do material e as áreas de tensão. O objetivo da fractografia é determinar as causas ou fatores que levaram a uma perda de função indesejada. Portanto, é um elemento fundamental para o

planejamento e desenvolvimento de materiais (Della Bona *et al.*, 2003; Quinn, 2007; Scherrer *et al.*, 2008; Taskonak *et al.*, 2008).

Dois instrumentos importantes na análise de superfícies fraturadas são o estereomicroscópio e o microscópio eletrônico de varredura (MEV). O estereomicroscópio possibilita uma visão ampliada, natural e tridimensional da superfície de fratura. Além disso, retém toda informação de cor, rugosidade superficial e refletividade. O MEV possibilita visualizar a falha mais claramente porque tem boa profundidade de campo, alta resolução e instrumentos de análise química (Quinn, 2007; Scherrer *et al.*, 2008). Outras ferramentas, como lupas, microscópio óptico e microscópio de força atômica podem ser utilizados como acessórios de suporte da análise fractográfica. Fontes de luz clara são recomendadas para facilitar a análise de cerâmicas escuras e o uso de grandes ampliações. Iluminação direcionada pode ser obtida com guias de fibra óptica que direcionam um feixe de luz intenso na superfície de fratura, em ângulo. Iluminação vicinal ou com baixa angulação é muito efetiva para acentuar picos e depressões nas superfícies de fratura (Quinn, 2007).

Geralmente a resistência de materiais cerâmicos é verificada através de ensaios de flexão. Um sinal característico da fratura produzida por ensaios de flexão é a curva de compressão (compression curl). Em um espécime submetido à flexão existe um gradiente de tensões. À medida que a trinca se propaga da região submetida à tração em direção à região submetida à compressão, sua velocidade diminui e a trinca muda de direção. Em corpos-de-prova mais resistentes a trinca pode ramificar, criando uma curva dupla. A origem de fratura é oposta a curva de compressão (Quinn, 2007).

Uma vez que a origem da fratura foi localizada, é possível realizar uma análise fractográfica quantitativa. Essa análise pode ser utilizada para identificar o tamanho da falha ou defeito inicial, o valor e natureza da tensão de fratura, a presença de tensões residuais ou crescimento subcrítico, e para o reconhecimento de defeitos locais de processamento que podem afetar o processo de fratura (Della Bona *et al.*, 2003; Taskonak *et al.*, 2008).

Nas pesquisas *in vitro*, a causa de fratura é conhecida. Portanto, o principal objetivo da análise fractográfica é identificar falhas e estudar as interações da trinca com a microestrutura.

2.7.3 Análise de Weibull

A resistência mecânica da cerâmica é uma característica fundamental para sua utilização clínica (Fischer *et al.*, 2008; Taskonak *et al.*, 2008). No entanto, além da resistência mecânica, é importante que elas apresentem uma confiabilidade estrutural para obter sucesso clínico.

Distribuições complexas de forças estão presentes em seu uso e apenas dados de resistência não podem ser diretamente extrapolados para prever sua performance estrutural. A probabilidade de falha de uma cerâmica depende dos parâmetros experimentais que medem a distribuição de resistência e é dependente do tempo de resistência. Esses parâmetros podem ser determinados pela mensuração da resistência como uma função da taxa de tensão em um ensaio que simula a condição de uso. Para materiais frágeis à tração e resistentes à compressão, como

é o caso das cerâmicas, pode-se utilizar apropriadamente o ensaio de flexão. Assim, experimentos bem delineados em conjunção com uma análise de confiabilidade podem fornecer dados que apontem para o sucesso de uso das cerâmicas em sua aplicação clínica (Ritter *et al.*, 1995; Della Bona *et al.*, 2003; Borba *et al.*, 2011).

Sabe-se que as tensões de fratura de materiais frágeis apresentam valores dispersos, uma vez que estão relacionados aos seus defeitos internos e, assim, tendem a uma distribuição assimétrica. Dessa forma, a Distribuição de Weibull é o modelo estatístico aplicável aos materiais cerâmicos que tem se mostrado bastante adequado. Os parâmetros de Weibull (módulo de Weibull e resistência característica) determinam a distribuição da tensão de ruptura. O módulo de Weibull (m), ou parâmetro de forma, é um critério importante na determinação da confiabilidade de materiais cerâmicos, pois trata estatisticamente os valores de resistência mecânica permitindo relacionar a probabilidade acumulada de fratura do material à resistência mecânica. Quanto maior o valor de “ m ”, menos dispersos são os valores de resistência mecânica, ou seja, tem-se um material mais homogêneo e mais confiável. Já a resistência característica (σ_0), ou parâmetro de escala, representa o valor de resistência do material quando existe uma probabilidade de fratura de 63,21%. Os parâmetros de escala e de forma correspondem, respectivamente, ao valor médio e o desvio padrão de um material que segue uma distribuição Gaussiana (Della Bona *et al.*, 2003).

3. PROPOSIÇÃO

3.1 Objetivos Gerais

Analisar a influência do protocolo de resfriamento da porcelana de cobertura com e sem leucita na resistência à fratura de sistemas em infraestrutura em zircônia (Y-TZP).

3.2 Objetivos Específicos

Avaliar a influência da presença de leucita na resistência à fratura, confiabilidade e modo de fratura da porcelana em sistemas zircônia-porcelana, testando a hipótese de que restaurações com infraestrutura de zircônia recobertas com porcelana contendo leucita possuem maior resistência à fratura e confiabilidade do que quando recobertas com porcelana sem leucita.

Avaliar a influência do protocolo de resfriamento (lento ou rápido) na resistência à fratura, confiabilidade e modo de fratura de cada sistema estudado, testando a hipótese de que o protocolo de resfriamento lento resulta em maior resistência e confiabilidade que o resfriamento rápido para ambos os sistemas testados.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Para esse estudo foram utilizados corpos de prova em forma de barra, com dimensão final 1,8 mm x 4,0 mm x 16,0 mm, constituídos de duas camadas: infraestrutura de zircônia parcialmente estabilizada por ítria (Y-TZP) e porcelana de cobertura. As barras foram divididas em quatro grupos (n=30), de acordo com o tipo de porcelana de cobertura (com - VM9 ou sem leucita - PFZ) e o tipo de resfriamento (rápido ou lento). Os espécimes foram submetidos à flexão em três pontos com a camada de porcelana sob tração (para baixo) até o primeiro sinal de fratura. A resistência à fratura (em MPa), a resistência característica (σ_0) e o módulo de Weibull (m) foram calculados. Os dados de resistência foram submetidos à análise estatística por ANOVA de dois fatores e as diferenças entre os grupos foram testada por Tukey com significância de 95%. Análise fractográfica foi realizada e o modo de falha foi classificado em trinca, lascamento, delaminação ou falha catastrófica. Uma descrição de todas as etapas é apresentada a seguir.

4.1 Descrição dos materiais

Os materiais utilizados no estudo são apresentados na Tabela 1. As Figuras 1, 2 e 3 mostram as características topográficas das porcelanas.

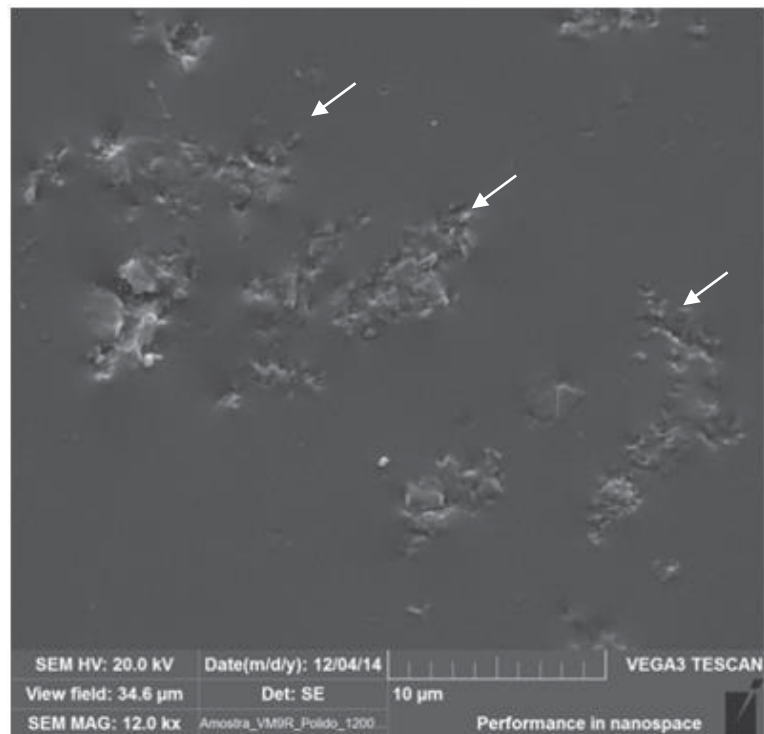


Figura 1. Características superficiais da porcelana VM9 tratada com ácido fluorídrico 2% em 15 s. Cesar et al. (2008) sugerem aglomerados de partículas (setas brancas), possivelmente cristais de leucita, imersos em uma matriz vítrea;

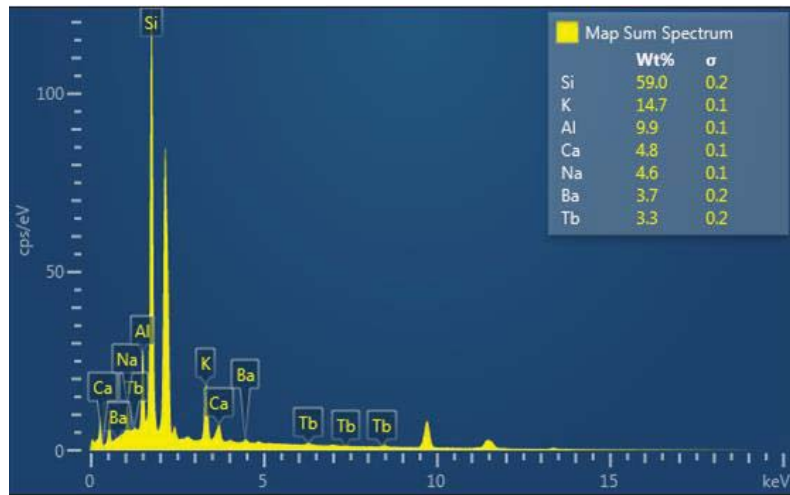


Figura 2. Análise de espectroscopia por dispersão de energia (EDS)-
composição microestrutural da Ceramco PFZ.



Figura 3. Características superficiais da porcelana Ceramco PFZ - superfície livre de aglomerados de partículas.

Tabela 1 - Descrição das cerâmicas utilizadas neste estudo.

Cerâmica	Nome comercial	Fabricante	Composição ⁺	CET* x10 ⁻⁶ °C	Tg* °C
Zircônia	Vita In-Ceram YZ Lote: 36940	VITA- Zahnfabrik, Alemanha	ZrO ₂ (5%); Y ₂ O ₃ (5%); (<3%) Al ₂ O ₃ ; (<1%) SiO ₂	10.5	-----
Porcelana com leucita	VITA VM9 Lote: 35770	VITA- Zahnfabrik, Alemanha	SiO ₂ (60-64%); Al ₂ O ₃ (13-15%); K ₂ O (7- 10%); Na ₂ O (4-6%); B ₂ O ₃ (3-5%)	9.1	510
Porcelana sem leucita	CERAMCO PFZ Lote: 14001599	DENTSPLY, EUA	SiO ₂ (60%); K ₂ O (15%); Al ₂ O ₃ (10%); Na ₂ O (4- 5%); BaO (3-4%); Tb ₂ O ₃ (3-4%).	9.4	560

*Informações disponibilizadas pelos fabricantes Vita-Zahnfabrik e Dentsply.

⁺Informações obtida pelos autores utilizando EDS.

4.2 Confeção das infraestruturas de zircônia

Foram confeccionadas 120 barras de zircônia por meio do corte de blocos cerâmicos pré-sinterizados utilizando uma cortadeira (modelo Miniton Struers, Copenhagen, Denmark) e disco diamantado (0,38mm de espessura), a uma velocidade de 250 rpm e sob refrigeração. Os blocos foram cortados em segmentos com aumento de 22% das dimensões sofre durante a sinterização. Foram confeccionadas 120 barras de zircônia por meio do corte de blocos cerâmicos pré-sinterizados utilizando uma cortadeira (modelo Miniton Struers, Copenhagen, Denmark) e disco diamantado (0,38mm de espessura), a uma velocidade de 250 rpm e sob refrigeração. Os blocos foram cortados em segmentos com aumento de 22% das dimensões sofre durante a sinterização.

Após a usinagem, lixas d'água de granulação 800 e 1000 foram utilizadas para regularizar as barras e delimitar o chanfro de duas das bordas longitudinais, de acordo com o protocolo descrito pela ISO 6872.2 (2008). As barras foram sinterizadas (forno Zyrcomat, Vita, Zahnfabrik, Alemanha) conforme as recomendações do fabricante (Tabela 2) e as dimensões finais (1,8mmx 4mmx 16mm) checadas com auxílio de um paquímetro digital (Mitutoyo Corporation, Tokyo, Japan).

Tabela 2 – Protocolo de sinterização da zircônia.

Temperatura final	1530°C
Tempo de queima	2 h
Taxa de aquecimento	25°C/min.
Tempo de resfriamento	7,5 h

4.3 Aplicação da porcelana

As barras de zircônia foram divididas em dois grupos (n=60) para aplicação de 1 mm de espessura de porcelana com ou sem leucita. Cada barra de YZ foi posicionada no interior de um molde confeccionado com silicone de condensação denso (Optosil-Comfort Putty, Heraeus, Alemanha) (Figura 4), de forma que a superfície chanfrada permanecesse fora de contato com a porcelana (voltada para o fundo da moldeira). O pó da cerâmica de cobertura foi misturado com o líquido modelador (Vita Modeling Liquid, Vita-Zahnfabrik, Alemanha) e a mistura foi depositada sobre sua superfície da zircônia.

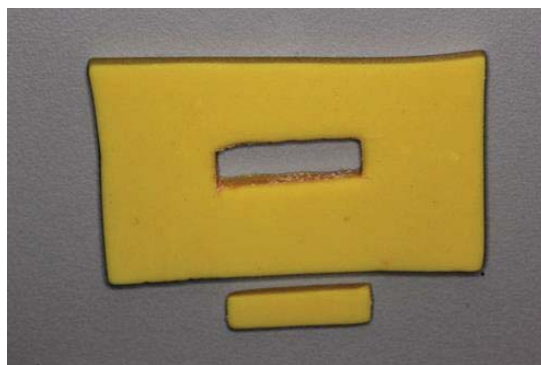


Figura 4. Molde de silicone de condensação utilizado para aplicação da cerâmica de cobertura sobre as infraestruturas de YZ.

O excesso de líquido modelador foi removido por meio de vibração e com auxílio de papel absorvente, de forma a promover a compactação do pó da cerâmica. Os espécimes foram levados a um forno de cerâmica (6000 MP, Vacumat, Vita, Alemanha) para realizar o ciclo

de sinterização, seguindo a recomendação específica do fabricante (Tabela 3).

Tabela 3 - Protocolo de sinterização recomendado pelo fabricante.*

	VM9	PFZ
Temperatura inicial (°C)	500	450
Tempo de pré-secagem (min)	6	5
Taxa de elevação de temperatura (°C/min)	55	60
Tempo de elevação de temperatura (min)	7,27	5
Temperatura final (°C)	910	930
Tempo de manutenção do vácuo (min)	7,27	5
Tempo de temperatura final (min)	1	1
Temperatura de resfriamento (°C)	600	550

*Fonte: Vita-Zahnfabrik e Dentsply.

Foram feitas duas aplicações de cerâmica para obtenção das dimensões requisitadas para o estudo. A espessura obtida após a sinterização foi medida com auxílio de um paquímetro digital em três pontos distintos da barra: extremidade direita, esquerda e porção média. As amostras foram polidas com lixas d'água de granulação 600, 800, 1000 e 1200 (Drywater, 3M, USA) em politriz (Abramin, Struers, Copenhagen, Denmark) em velocidade de 250 rpm, sob refrigeração com água. As duas bordas longitudinais da camada de cerâmica de cobertura foram chanfradas, utilizando-se um dispositivo e lixa d'água. A largura do chanfro foi padronizada em 0,1 mm como preconiza a norma ISO 6872 (2008).

Após o polimento final e glaze (Tabela 4), os espécimes foram divididos em subgrupos para realização da uma última queima (Choi *et*

al., 2011), que seguiu o protocolo de resfriamento rápido ou lento, conforme descrito a seguir.

Tabela 4 - Protocolo de glaze recomendado pelo fabricante.*

	VM9	PFZ
Temperatura inicial (°C)	500	450
Tempo de pré-secagem (min)	4	5
Taxa de elevação de temperatura (°C/min)	55	60
Tempo de elevação de temperatura (min)	5	5
Temperatura final (°C)	900	870
Tempo de manutenção do vácuo (min)	0	0
Tempo de temperatura final (min)	1	0.5
Temperatura de resfriamento (°C)	600	550

*Fonte: Vita-Zahnfabrik e Dentsply.

4.4 Protocolos de resfriamento

Os espécimes foram subdivididos em 4 grupos (n=30) de acordo com o tipo de porcelana e protocolo de resfriamento utilizado:

1. **VM9L - YZ** coberta por VM9, resfriamento lento;
2. **PFZL - YZ** coberta por CERAMCO-PFZ, resfriamento lento;
3. **VM9R - YZ** coberta por VM9, resfriamento rápido;
4. **PFZR - YZ** coberta por CERAMCO-PFZ, resfriamento rápido.

No resfriamento rápido, a câmara de queima do forno foi aberta imediatamente após o ciclo recomendado para sinterização (tempo e temperatura final recomendada pelo fabricante) e o forno foi desligado (Tabela 5). O resfriamento lento foi determinado pela manutenção da câmara do forno fechada até 50°C abaixo da temperatura de transição vítrea (Tg) da porcelana, a partir de então, aberta totalmente (com base na metodologia apresentada previamente por Tholey et al., 2011).

Tabela 5 – Temperatura de abertura da câmara do forno para os protocolos de resfriamento lento e rápido utilizados no último ciclo de sinterização (queima) dos corpos de prova.

Tg VM9: 510°C	Resfriamento	Resfriamento
	Rápido: 900°C	Lento: 460°C
Tg PFZ: 560°C	Resfriamento	Resfriamento
	Rápido: 870°C	Lento: 510°C

4.5 Teste de resistência à flexão em três pontos.

Os espécimes foram submetidos ao teste de resistência à flexão em três pontos, utilizando dispositivo acoplado à máquina de ensaios universal (EMIC DL 2000, São José dos Pinhais, PR, Brasil) e célula de carga de 500 N. O dispositivo de flexão foi posicionado em um recipiente para imersão em água a 37 °C durante o teste. As barras foram posicionadas no dispositivo de forma que a superfície da cerâmica de cobertura fosse submetida predominantemente às forças de tração durante o teste (Figura 5). O teste foi conduzido com aplicação de carga compressiva com velocidade de carregamento constante de 0,5 mm/min até o primeiro sinal de fratura (emissão de som e/ou queda no gráfico de tensão X deformação). Foi registrado o valor máximo de força (N) no instante da fratura.



Figura 5. Configuração do teste de resistência à flexão em três pontos dos espécimes cerâmicos. A cerâmica de cobertura (seta) foi posicionada na área de maior concentração de forças de tração.

A resistência à flexão dos corpos de prova de duas camadas (em MPa) foi calculada de acordo com a Equação 1 (conforme descrito por Della Bona *et al.*, 2003; Borba *et al.*, 2011; Benetti *et al.*, 2011):

$$\sigma_f = \frac{3E_tLP(E_c t_c^2 + 2E_c t_c t_t + E_t t_t^2)}{2w(E_c^2 t_c^4 + 4E_c E_t t_c^2 t_t + 6E_c E_t t_c^2 t_t^2 + 4E_c E_t t_c t_t^3 + E_t^2 t_t^4)} \quad (1)$$

Nesta equação, P é a carga máxima de fratura (N); L é a distância entre os apoios inferiores (12 mm); E_t é o módulo de elasticidade do material em tração (64 GPa para VM9 e 75 GPa para PFZ); T_t é a espessura do material sob tração (mm); E_c é o módulo de elasticidade do material em compressão (205 GPa, zircônia); T_c é a espessura do material sob compressão (mm) e w é a largura do corpo de prova (mm).

4.5.1 Análise Estatística dos dados

A comparação entre os grupos foi realizada por ANOVA de dois fatores e as diferenças entre os grupos foram testada por Tukey com significância de 95%. Foi realizada análise de Weibull para determinar a confiabilidade da cerâmica de cobertura nos grupos experimentais, por meio da estimativa da resistência característica (σ_0) e do módulo de Weibull (m).

4.5.2 Análise de fratura

A análise de fratura foi realizada sob microscopia óptica (ZTX, Ningbo, ProWay) com aumento de 40 x, com auxílio de transiluminação. O modo de falha foi classificado de acordo com a extensão da fratura em (Della Bona, 2009):

- (1) trinca – presença de trinca da superfície de tração até a interface da porcelana com a zircônia;
- (2) lascamento sem exposição da infraestrutura;
- (3) delaminação- lascamento com exposição da infraestrutura;
- (4) falha catastrófica- fratura do corpo inteiro.

5 RESULTADOS

Os resultados são apresentados na Tabela 6. A análise dos dados mostrou que não houve diferença estatística entre os grupos estudados, ou seja, a resistência à fratura do sistema YZ-VM9 foi semelhante ao sistema YZ-PFZ ($p = 0,066$). O protocolo de resfriamento aplicado não modificou a resistência à flexão dos grupos ($p = 0,718$).

Tabela 6 - Resistência característica (σ_0), módulo de Weibull (m), os intervalos de confiança (IC) e valores de média e desvio padrão de cada grupo experimental.

Grupos	Média (MPa)*	Desvio Padrão	σ_0^* (MPa)	IC$_{\sigma}$	m^*	IC$_m$
VM9L	61,1	13,8	66,5	61,8- 71,6	5	4-7
VM9R	62,9	14,2	68,4	63,1- 74,2	5	4-6
PFZL	67,1	16,9	73,5	67,6- 80	4	3-6
PFZR	67,2	16,3	73,5	65,6- 77,3	5	3-6

* não houve diferença estatística

Os valores do módulo de Weibull (m) e resistência característica (σ_0) são próximos, mostrando que as duas porcelanas são similarmente confiáveis para cobertura da zircônia (Figura 6).

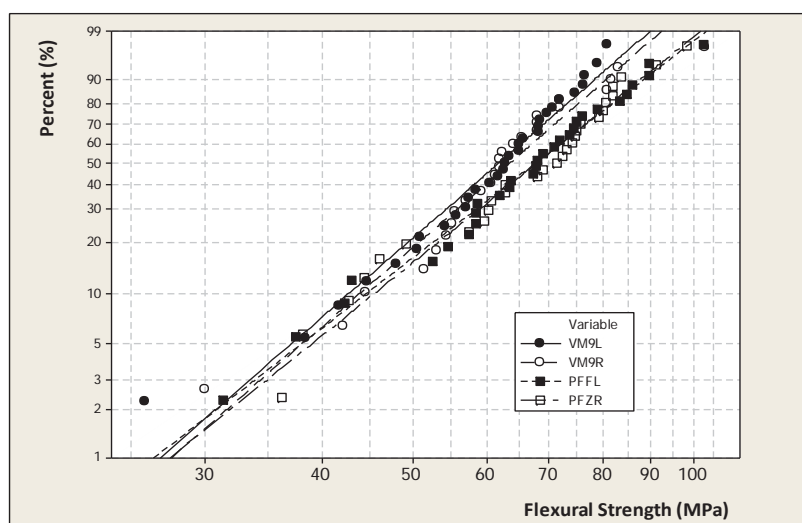


Figura 6. Gráfico de probabilidade de falha.

Com relação ao modo de falha dos corpos de prova (Figura 7), 95% das falhas foram classificadas como trinca da porcelana até a interface com a zircônia (Figura 8) e 5% como fratura do corpo inteiro (Figura 9).

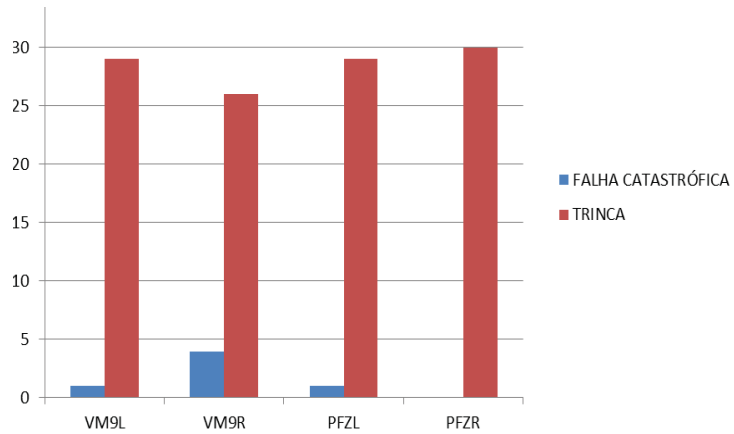


Figura 7. Modos de falha dos espécimes submetidos à flexão por três pontos. Pode-se observar que o grupo da VM9R apresentou maior número de falhas catastróficas ($n=4$, 13%), enquanto que no grupo PFZR não ocorreu este tipo de fratura. A trinca foi o modo de falha com maior número e não houve modo de falha tipo lascamento com ou sem exposição da infraestrutura.



Figura 8. Corpo de prova fraturado evidenciando a trinca na porcelana de cobertura até a interface com a infraestrutura.



*Figura 9. Corpo de prova fraturado evidenciando (falha catastrófica)-
fratura de corpo inteiro.*

6 DISCUSSÃO

Este estudo avaliou o comportamento mecânico de sistemas cerâmicos com infraestrutura de zircônia e porcelanas de cobertura com composição microestrutural diferentes. Os resultados mostraram que a resistência à fratura dos sistemas de zircônia-porcelana testados independe do tipo de porcelana de cobertura utilizada (com ou sem leucita) e do modo de resfriamento aplicado (rápido ou lento). Portanto, as hipóteses de que a presença de leucita na porcelana e o modo de resfriamento dos espécimes influenciariam o desempenho mecânico da porcelana foram rejeitadas.

6.1 Tensões transitórias e residuais

Geralmente, os materiais de infraestrutura e cobertura são estudados separadamente, fornecendo informações importantes sobre o comportamento mecânico dos componentes individuais da restauração (Cesar *et al*, 2005 e Cesar *et al*, 2008). No entanto, também é preciso ter conhecimento do comportamento desses materiais quando unidos em uma estrutura multicamadas. Investigações da estrutura em camadas fornecem informações sobre a distribuição de tensões, modo e origem de fratura, união da interface e tensões térmicas, que não são obtidas

quando os materiais são avaliados separadamente (Borba, 2011; Benetti *et al.*, 2014).

Uma vez que a combinação perfeita entre CET da infraestrutura e da porcelana é improvável, uma pequena diferença positiva ($+\Delta\alpha \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) é recomendada para evitar estresses residuais na interface e fratura espontânea ($-\Delta\alpha \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) (De Hoff *et al.*, 2008; Benetti *et al.*, 2010). O $\Delta\alpha$ entre zircônia e VM9 ($10.5 - 9.1 = 1.4 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) é semelhante ao ($\Delta\alpha$) da zircônia com a PFZ ($10.5 - 9.4 = 1.1 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$). Portanto, a magnitude de tensões geradas pela diferença de contração térmica foi semelhante, e insuficiente para causar fraturas espontâneas nos espécimes testados. Contudo, certa quantidade de tensão residual (basicamente compressiva na região da porcelana em contato com a zircônia) é esperada, o que diminui a energia necessária para a trinca propagar de maneira estável.

No entanto, a incompatibilidade térmica nem sempre é um parâmetro preditivo de distribuições de estresses residuais. Alterações na taxa de resfriamento (lenta ou rápida) podem modificar os gradientes de estresses através da espessura da porcelana independente do grau de $\Delta\alpha$ (Anusavise *et al.*, 1989). Taxas de resfriamento mais altas geralmente resultam em desenvolvimento de gradientes de temperatura dentro do corpo cerâmico (Tholey *et al.*, 2011; Benetti *et al.*, 2013).

Uma contração térmica (mudança em volume e densidade) e solidificação não uniformes são, possivelmente, geradas pelos gradientes de temperatura, e resultam no desenvolvimento de tensões (Meira *et al.*, 2013; Benetti *et al.*, 2014). Por outro lado, quando a porcelana é resfriada lentamente, a estrutura vítrea possui tempo e energia suficiente para rearranjar/reorganizar, portanto uma diferença em comportamento na faixa de temperatura da transição vítrea pode ser observada (Bansal,

Doremus, 1986). O resfriamento lento é uma prática comum para materiais que contenham matriz vítrea para prevenção de tensões residuais ou temperar o vidro termicamente.

Além da compatibilidade entre CETs, há uma recomendação de que a porcelana seja aplicada sobre a zirconia com espessura homogênea de 1 mm e submetida à resfriamento lento para evitar fratura precoce da porcelana. Esse protocolo permite que as porções interna e externa da porcelana resfriassem homogeneamente até temperaturas abaixo da T_g, possivelmente prevenindo o desenvolvimento de tensões transitórias e residuais de alta magnitude decorrentes de diferenças em volume e viscosidade originados por gradientes térmicos (Tholey *et al.*, 2011; Benetti *et al.*, 2013; Benetti *et al.*, 2014). O presente estudo seguiu essas recomendações mostrando semelhança de comportamento mecânico e confiabilidade estrutural entre os diferentes grupos após o processamento. Portanto, quando a espessura pequena de porcelana é utilizada, a presença/ausência de leucita e o protocolo de resfriamento têm menor influência no comportamento mecânico deste sistema cerâmico, sendo seguro para o uso clínico.

Em casos em que há necessidade de uma maior espessura de porcelana, o resfriamento lento seria importante, para prevenir a formação de gradientes térmicos e, assim, de tensões de grande magnitude, o que poderiam originar microtrincas no interior do material (Swain, 2009; Benetti *et al.*, 2014).

6.2 Confiabilidade estrutural dos sistemas

A resistência de fratura de materiais frágeis variabilidade de valores fundamentalmente relacionada ao número, tamanho, localização e distribuição de defeitos internos (população de defeitos), assim, os dados tendem a uma distribuição assimétrica. Dessa forma, a distribuição de Weibull é o modelo estatístico adequado aos materiais cerâmicos. Os parâmetros de Weibull (módulo de Weibull e resistência característica) determinam a distribuição da tensão de ruptura (Weibull, 1939).

A reprodutividade estatística desses parâmetros depende da variabilidade nos valores de resistência, número e intervalo das taxas de tensão utilizadas no ensaio de fadiga dinâmica, e número de corpos-de-prova. Para obter um valor confiável de módulo de Weibull (m) foi utilizado um número mínimo de 30 corpos de prova, conforme descrito por Ritter (1995). Os resultados dos valores dos módulos de Weibull (m) e resistência característica (σ) deste estudo foram muito próximos, mostrando que as duas porcelanas foram similarmente confiáveis para cobertura da zircônia.

Com relação à influência do resfriamento nas duas cerâmicas, a quantidade que um material expande/contrai durante o aquecimento/resfriamento tem uma influência direta na resistência e no modo de fratura dos sistemas (DeHoff *et al.*, 2008; Benetti *et al.*, 2014; Belli *et al.*, 2013). O protocolo lento poderia resultar em maior confiabilidade do sistema para cerâmica contendo leucita, pois a estrutura expandida da porcelana submetida ao resfriamento rápido relaxa para um volume (comprimento) menor do que durante o

resfriamento lento, por causa da contração total e grande aumento da fração de empacotamento (Denry *et al.*, 1996; Della Bona, 2009).

Contudo, a porcelana PFZ, sem leucita, poderia apresentar comportamento inverso: o resfriamento rápido produzir uma estrutura com confiabilidade estrutural ligeiramente maior que o resfriamento lento. Contudo, isso não foi confirmado pelo presente estudo.

É possível que com a remoção da leucita da composição da porcelana, maior conteúdo de óxidos modificadores de vidro (K_2O ; Al_2O_3 ; Na_2O ; BaO ; Tb_2O_3) precisaram ser adicionados à estrutura para ajustar o CET próximo ao da zircônia. A adição de óxidos modificadores também diminui a viscosidade da porcelana em temperaturas acima da T_g , permitindo que ela escoe sobre as irregularidades da superfície da zircônia. A diminuição da viscosidade (aumento da viscoelasticidade) é resultante do relaxamento estrutural da porcelana que ocorre em temperaturas elevadas e é acompanhado de maior expansão de toda estrutura durante o aquecimento e contração no resfriamento (Bansal, 1986; Weeks *et al.*, 2000; Schall *et al.*, 2007; DeHoff *et al.*, 2009).

Como a compatibilidade da porcelana e zircônia é embasada em semelhanças de CET em temperaturas abaixo da T_g , há escasso esclarecimento sobre essa compatibilidade de expansão volumétrica nas temperaturas ao redor ou acima da T_g . O CET da porcelana é linear em temperaturas abaixo da T_g e não linear ao redor e acima da T_g , pois a estrutura encontra-se expandida e em estado visco-elástico. O estudo desse comportamento térmico das porcelanas em temperaturas ao redor da T_g é importante especialmente em restaurações cerâmicas com espessuras não-homogêneas de porcelana (como ocorre frequentemente em coroas e pontes com detalhamento anatômico), pois tem influência

nas tensões transitórias e residuais do sistema (Benetti *et al.*, 2014). A porcelana sem leucita possibilita um relaxamento maior (expansão térmica) da estrutura em temperaturas próximas à T_g, especialmente durante o resfriamento lento (quando há condições para rearranjos moleculares), podendo diminuir a compatibilidade da porcelana com a zircônia na transição vítrea e, portanto, explicaria o menor m observado no presente estudo. Por outro lado, a adição de leucita aproxima o coeficiente de expansão térmica da porcelana ao da zircônia e aumenta sua viscosidade, causando menor escoamento piropástico durante a queima (Anusavice, 2005). Esse menor escoamento, ou relaxamento estrutural, da porcelana contendo leucita pode gerar tensões de menor magnitude durante seu resfriamento do que porcelanas sem leucita.

Alguns autores afirmam que o teor de leucita é fortemente influenciado pela história térmica da porcelana, como o tempo de sinterização, o número de queimas ou a velocidade de resfriamento (Denry *et al.*, 1996; Mackert *et al.*, 1991). Taskonak *et al.* (2008) estudaram o índice de cristalinidade nas porcelanas feldspáticas, e indicou a vasta predominância da fase de vidro amorfo. No entanto, observaram que a porcelana mostrou um aumento no índice de cristalinidade após o resfriamento lento. Então, as mudanças térmicas podem resultar na formação de cristais de fases de leucita nas porcelanas feldspáticas (aumento de 8,5 a 55,8%), especialmente em resfriamento lento (Mackert *et al.*, 1991; Taskonak *et al.* 2008; Tang *et al.*, 2012). No presente estudo, foi realizada a análise da superfície dos espécimes cerâmicos em MEV para avaliação presença e quantidade de cristais, contudo na cerâmica PFZ não foi encontrada fase cristalina, o que pode

indicar que o protocolo de queima não formou cristais de leucita ou formou em quantidade e tamanho insignificantes.

No entanto, devido à forte dependência do conteúdo de leucita no coeficiente de expansão térmica de porcelanas dentárias, o resfriamento lento pode produzir concentrações de cristais que são termicamente incompatíveis (Marckert *et al.*, 1991). Além disso, o volume de leucita é particularmente crítico também porque quando a porcelana feldspática dental é resfriada, a leucita sofre uma transformação da fase cúbica para tetragonal, associada com 1,2% volume de contração. Esta contração leva a formação de microtrincas nos cristais e em torno dele, assim como o desenvolvimento de estresse de compressão tangencial em torno destes cristais, podendo levar a tensões residuais internas ao material. Esse processo pode ser estabilizado pela incorporação de mais leucita em forma cúbica (Denry *et al.*, 1996).

Não foram observadas diferenças significativas da resistência característica (σ_0) entre os quatro grupos avaliados.

6.3 Modo de falha

A diferença entre o módulo de elasticidade de duas camadas cerâmicas pode resultar numa transferência significativa de tensões de tração através da interface no material com maior módulo de elasticidade. Se esse material também apresenta maior resistência e módulo de Weibull, o risco de fratura da estrutura de duas camadas pode ser reduzido. Porém, se a camada cerâmica com menor módulo de elasticidade possui melhores propriedades mecânicas, o risco de fratura

pode aumentar por causa da transferência de tensões de tração para a camada com maior distribuição de defeitos durante o carregamento (Anusavice, 2005; Della Bona *et al.*, 2003). Morena *et al.*, 1986 afirmaram que a resistência à fratura é principalmente dependente da matriz vítrea. Contudo, a literatura reporta uma tendência a aumento da tenacidade à fratura com o aumento do conteúdo de leucita (a partir de 22%, Cesar *et al.*, 2005). Estudos observaram que a trinca sofre deflexão ao encontrar um cristal de leucita e a alteração na direção de propagação resulta em diminuição no fator de intensidade de tensão na ponta da trinca. O desvio da trinca ocorre por ação de campos de tensão de tração e compressão que são induzidos na interface entre a matriz vítrea e a leucita durante o resfriamento do material por causa da diferença de CTE entre as duas fases (Cesar *et al.*, 2005; Yoshimura *et al.*, 2005). A similaridade de resultados de resistência da VM9 com a PFZ mostra que baixa concentração de leucita na porcelana não é significativa para melhor comportamento mecânico do material, em concordância com o estudo de Cesar *et al.*, em 2005.

Os resultados da análise do modo de falha das estruturas bilaminares de cerâmica realizada neste estudo mostraram que todas as fraturas originam-se a partir da superfície da porcelana de cobertura submetida à tração na porção média do espécime (região de maior tensão). O modo de falha predominante em todos os grupos foi trinca até a interface (95%), sem destacamento da porcelana da infraestrutura de zircônia. A razão para que o modo de falha tivesse o predomínio de trincas na porcelana é que a metodologia do estudo fizesse parar o teste no primeiro sinal acústico da fratura, assim, não permitindo maiores valores de carga sobre o corpo de prova.

O grupo VM9R apresentou o maior número de falhas catastróficas (n=4), indicando que as duas cerâmicas (Y-TZP + VM9) tiveram um bom comportamento de união, formando um corpo único (Della Bona, 2005). Os valores de resistência detectados nas fraturas catastróficas não foram considerados nas análises estatísticas subsequentes, pois os valores de resistência superavam os da porcelana e representam a resistência da zircônia. Além disso, o modo de falha clínico abordado pelo estudo é a fratura da porcelana e a resistência da zircônia teria pouca relação com esse tema.

6.4 Comentários finais – sugestões para novos estudos

Em comparação com a porcelana de cobertura VM9, observou-se que a CERAMCO PFZ possui um maior brilho superficial e um polimento melhor. Futuros estudos poderiam ser realizados para investigar possíveis diferenças de rugosidade superficial, de percepção estética e resistência ao desgaste dessas porcelanas.

Também, poderiam ser confeccionadas coroas dos sistemas cerâmicos estudados, para predizer, utilizando ciclagem mecânica, o comportamento da combinação de materiais ao longo do tempo.

7 CONCLUSÃO

A resistência à fratura dos sistemas de zircônia-porcelana testados independe do tipo de porcelana de cobertura utilizada (com ou sem leucita) e do modo de resfriamento aplicado (rápido ou lento). Portanto, a hipótese de que a presença de leucita na porcelana e o modo de resfriamento dos espécimes influenciariam o desempenho mecânico da porcelana foi rejeitada.

Os valores dos módulos de Weibull (m) e resistência característica (σ) deste estudo foram muito próximos, mostrando que as duas porcelanas foram similarmente confiáveis para cobertura da zircônia.

O modo de falha predominante em todos os grupos foi trinca até a interface (95%), sem destacamento da porcelana da infraestrutura de zircônia.

8 REFERÊNCIAS

- ABOUSHELIB ,M.N; REILZE, A.J, de JAGER N; KLEVERLAAN, C.J. Prestresses in bilayered all-ceramic restorations. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* v. 87, n.1, p. 139-45, 2008.
- ALMEIDA JR, A.A; ADABO, G.L; GALVÃO, B.R; LONGHINI, D. and SANTOS, C. Evaluation of mechanical properties of dental feldspathic porcelains for metal and zirconia core. *Materials Science Forum*, v. 727-728, p.1104-7,2012.
- ALMEIDA, J.R.; LONGHINI, D.; DOMINGUES, N.B.; SANTOS, C.; ADABO, G.L. Effects of extreme cooling methods on mechanical properties and shear bond strength of bilayered porcelain / 3Y-TZP specimens. *J Dent Res* v. 41, p. 356-362, 2013.
- ANUSAVICE, K. J. *Cerâmicas odontológicas*. Anusavice KJ. Philips materiais dentários. 11^a ed. Rio de Janeiro: Elsevier, p. 619-77, 2005.
- ANUSAVICE, K.J.; DEHOFF, P.H.; HOJJATIE, B.; GRAY, A. Influence of tempering and contraction mismatch on crack development in ceramic surfaces. *J Dent Res*, v. 68, p. 1182-7, 1989.
- ASAOKA, K.; KUWAYAMA, N.; TESK, J.A. Influence of tempering method on residual stress in porcelain. *J Dent Res* v.71, p. 1623-7, 1992.
- ASAOKA, K.; TESK, J.A.; Transient and residual stresses in dental porcelains as affected by cooling rates. *Dent Mater J*, v. 8, p.9-25, 1989.

- BALDASSARRI, M; STAPPERT, C.F; WOLFF, M.S, THOMPSON, V.P and ZHANG, Y. Residual stresses in porcelain-veneered zirconia prostheses. *Dent Mater*, v.25, p.207-211, 2012.
- BANSAL, N. P.; DOREMUS, R. H. Handbook of glass properties. 1986.
- BELLI, R.; FRANKENBERGER, R.; APPELT, A.; SCHMITT, J.; BARATIERI, L.N.; GREIL, P.;LOHBAUER, U. Thermal-induced residual stresses affect the lifetime of zirconia-veneer crowns. *Dent Mater*, v.29, n.2, p.181-190, 2013.
- BELO, Y.D; SONZA, Q.N; BORBA, M.; DELLA BONA, A. Yttria-stabilized tetragonal zirconia: mechanical behavior, adhesion and clinical longevity. *Cerâmica* v.59, p. 633-639, 2013.
- BENETTI, P. Fratura da porcelana em restaurações com infraestrutura de zircônia: influência de gradientes térmicos no desenvolvimento e magnitude de tensões residuais e transitórias. 2012. Tese (Doutorado) – Faculdade de Odontologia, Campus de São José dos Campos, UNESP, São Paulo, 2012.
- BENETTI, P.; DELLA BONA, A.; KELLY, R. Evaluation of thermal compatibility between core and veneer dental ceramics using shear bond strength test and contact angle measurement. *Dent Mater*, v.26, p. 743-750, 2010.
- BENETTI, P.; PELOGIA, F.; VALANDRO, L.F.; BOTTINO, M.A.; DELLA BONA, A. The effect of porcelain thickness and surface liner application on the fracture behavior of a ceramic system. *Dent Mater* v.27, p. 948-53, 2011.
- BENETTI, P; KELLY, JR; DELLA BONA, A. Analysis of thermal distributions in veneered zirconia and metal restorations during firing. *Dent Mater*, v.29 n.11, p.1166-1172, 2013.

- BENETTI, P; KELLY, JR; DELLA BONA, A. Influence of thermal gradients on stress state of veneered restorations. *Dent Mater*, V. 30, N. 5, p. 554–563, 2014.
- BONFANTE, E.A., RAFFERTY, B.; ZAVANELLI, R.A.; SILVA, N.R.; REKOW, E.D.; THOMPSON, V.P. Thermal/mechanical simulation and laboratory fatigue testing of an alternative yttria tetragonal zirconia polycrystal core-veneer all-ceramic layered crown design. *J Oral Sci*, v.118, n.2, p.202-209, 2010.
- BORBA, M. Comportamento mecânico de cerâmicas utilizadas na confecção de próteses parciais fixas. 2010. 170f. Tese (Doutorado em Ciências Odontológicas) – Faculdade de Odontologia, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2010.
- BORBA, M.; DE ARAÚJO, M.D.; FUKUSHIMA, K.A.; YOSHIMURA, H.N.; CESAR, P.F.; GRIGGS, J.A.. Effect of the microstructure on the lifetime of dental ceramics. *Dent Mater*, v. 27, p.710-721, 2011.
- BORBA, M; de ARAÚJO, M.D; de LIMA, E, YOSHIMURA, H.N, CESAR, P.F, GRIGGS, J.A, et al. Flexural strength and failure modes of layered ceramic structures. *Dent Mater*, v.27, p.1259-66, 2011.
- BURKE, F.J. TREVOR. Survival rates for porcelain laminate veneers with special reference to the effect of preparation in dentin: a literature review. *J. Esthet Restor. Dent*, v.24, p.257-265, 2012.
- CALLISTER JR, WD *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*. 5º ed. Rio de Janeiro, LTC, 2002, p.589.
- CAVALCANTI, A.N.; FOXTON, R.M.; WATSON, T.F.; OLIVEIRA, M.T.; GIANNINI, M.; MARCHI, G.M. Y-TZP Ceramics: Key concepts for clinical application. *J Dentistry*, v.34, n.3, p.344-351, 2009.

- CESAR, P.F.; SOKIA, F.N.; YOSHIMURA, H.N.; GONZAGA, C.C.; STYOPKINC, V. Influence of leucite content on slow crack growth of dental porcelains. *Dent Mater*, v. 24, p. 1114–1122, 2008.
- CESAR, P.F.; YOSHIMURA, H.N.; MIRANDA JUNIOR, W.G.; OKADA, C. Correlation between fracture toughness and leucite content in dental porcelains. *J Dent*, v.33, p.721-729, 2005.
- CHEVALIER, J.; GREMILLARD L. The tetragonal-monoclinic transformation in zirconia: lessons learned and future trends. *J Am Ceram Soc*, v.92, n.9, p.1901-1920, 2009.
- CHEVALIER, J.; OLAGNON, C.; FANTOZZI, G. Subcritical crack growth in 3Y-TZP ceramics: atatic and cyclic fatigue. *J Am Ceram Soc*, v.82, n.11, p.3129-3128, 1999.
- CHOI, J.E.; WADDELL, J.N.; SWAIN, M.V. Pressed ceramics onto zirconia. Part 2: Indentation fracture and influence of cooling rate on residual stresses. *Dent Mater*, v.27, p. 1111-1118, 2011.
- CHOI, J.E.; WADDELL, J.N.; TORR, B.; SWAIN, M.V. Pressed ceramics onto zirconia. Part 1: Comparison of crystalline phases present, adhesion to a zirconia system and flexural strength. *Dent Mater*, v. 27, p. 1204- 1212, 2011.
- CHRISTENSEN G.J.; Porcelain-fused-to-metal versus zirconia –based ceramic restorations. *J Am Dent Assoc*, v.140, p.1036-1039, 2009.
- CHRISTENSEN, R.P.; PLOEGER, B.J. A clinical comparison of zirconia, metal and alumina fixed- prosthesis frameworks veneered with layered or pressed ceramic: a three year report. *J Am Dent Assoc*, v.141, p. 1317- 1329, 2010.
- CORAZZA, P. H.; FEITOSA, S.A.; BORGES, A.L.S.; DELLA BONA, A. Influência da angulação do preparo coronário na resistência à fratura

de restaurações cerâmicas à base de Y-TZP. *Dent Mater*, v.29, n.3, p.339-47, 2013.

DE KLER, M.; DE JAGER, N.; MEEGDES & VAN DER ZEL, Influence of thermal expansion mismatch and fatigue loading on phase changes in porcelain veneered Y-TZP zirconia discs. *J Oral Rehab*, v.34, p.841-847, 2007.

DEHOFF, P.H, ANUSAVICE, K.J. Creep functions of dental ceramics measured in a beam-bending viscometer. *Dent. Mater.*, v.20, n.3, p.297-304, 2004.

DEHOFF, P.H., ANUSAVICE, K.J. Viscoelastic stress analysis of thermally compatible and incompatible metal-ceramic systems. *Dent Mater*, v.14, p. 237-45, 1998.

DEHOFF, P.H.; ANUSAVICE, K. J.; VONTIVILLU, S. B. Analysis of tempering stress in metal-ceramics disks. *J Dent Res*, v.75, p.743-751, 1996.

DEHOFF, P.H.; ANUSAVICE, K.J. Effect of visco-elastic behavior on stress development in a metal-ceramic system. *J Dent Res*, v.68, p.1223-1230, 1989.

DEHOFF, P.H.; ANUSAVICE, K.J.; GOTZEN, N. Viscoelastic finite element analysis of an all- ceramic fixed partial denture. *J. Biomech*, v.39, p.40-48, 2006.

DEHOFF, P.H.; ANUSAVISE J. Viscoelastic finite element stress analysis of the thermal compatibility of dental bilayer ceramic systems. *Int J Prosth*, v.22, p.56-61, 2009.

DEHOFF, P.H.; BARRETT, A.; LEE, R.; ANUSAVISE, K.J. Thermal compatibility of dental ceramic systems using cylindrical and spherical geometries. *Dent Mater*, v.24, p. 744-752, 2008.

DELLA BONA, A; VAN NOORT, R. Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. *J Dent Res*, v.9, p. 1591-6, 1995.

DELLA BONA, A. Bonding to ceramics: scientific evidences for clinical dentistry. *Artes Médicas*, 2009. 254p.

DELLA BONA, A. Characterizing ceramics and interfacial adhesion to resin: I- The relationship of microstructure, composition, properties and fractography. *J Appl Oral Sci* v. 13, n.1, p.1-9, 2005.

DELLA BONA, A. Characterizing ceramics and interfacial adhesion to resin: II- The relationship of surface treatment, bond strength, interfacial toughness and fractography. *J Appl Oral Sci* v. 13, n. 2, p. 101-9, 2005.

DELLA BONA, A.; BORBA, M.; PEREIRA, J.R. Próteses livres de metal em implantodontia . In: Pereira, J.R. Prótese sobre implante, São Paulo: Artes Médicas, 2012. p. 233- 245.

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

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.662-9, 2003.

DENRY ,I.; KELLY, J.R. State of the art of zirconia for dental applications .*Dent Mater.*, v.24, n.3, p.299-307, 2008.

DENRY, I.L; MACKERT JR, J.R; HOLLOWAY, J.A; ROSENSTIEL, S.F. Effect of cubic leucite stabilization on the flexural strength of feldspathic dental porcelain. *J Dent Res*, v.75, n.12, p.1928-35,1996.

DEVILLE, S.; CHEVALIER, J.; GREMILLARD, L. Influence of surface finish and residual stresses on the ageing sensitivity of biomedical grade zirconia. *Biomaterials*, v.27, n.10, p. 2186-92, 2006.

DITTMER M, BORCHERS L, STIESCH M, KOHRST, P. Stresses and distortions within zirconia-fixed dental prostheses due to the veneering process. *ActaBiomater*, v.5, n.8, p.3231-9, 2009.

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

EREIFEJ, N.; RODRIGUES, F. P.; SILIKAS, N.; WATTS, D. C. Experimental and FE shear-bonding strength at core/veneer interfaces in bilayered ceramics. *Dent Mater*, v.27, p.590-597, 2011.

FISCHER J.; GROHMANN P.; STAWARCZYK B. Effect of zirconia surface treatments on the shear strength of zirconia/veneering ceramic composites. *Dent Mater*.v.27, n.3, p.448-454, 2008.

FISCHER, J; STAWARCZYK, B; TROTTMANN, A; HAMMERLE, C.H. Impact of thermal misfit on shear strength of veneering ceramic/zirconia composites. *Dent Mater*, v.25, n.4, p. 419-23, 2009.

FLEMING, G.J, EL-LAKWAH, S.F; HARRIS, J.J; MARQUIS, P.M. The effect of core: dentin thickness ratio on the bi-axial flexure strength and fracture mode and origin of bilayered dental ceramic composites. *Dent Mater* , v.21, n.2, p.164-71, 2005.

FLEMING, G.J; DICKENS, M; THOMAS, L.J; HARRIS, J.J. The in vitro failure of all-ceramic crowns and the connector area of fixed partial dentures using bilayered ceramic specimens: the influence of core to dentin thickness ratio. *Dent Mater*, v.22, n.8, p. 771-7, 2006.

GONZAGA CC, YOSHIMURA HN, CESAR PF, MIRANDA WG, Jr. Subcritical crack growth In porcelains, glass-ceramics, and glass-infiltrated alumina composite for dental restorations. *J Mater Scien Med*, v.20, n.5, p.1017-24, 2009.

GONZAGA CC. Crescimento de trinca subcrítico em cerâmicas odontológicas: efeito do material (microestrutura) e do método de ensaio [tese]. São Paulo: Universidade de São Paulo; 2007.

GOSTEMEYER, G; JENDRAS, M; DITTMER, M.P; BACH, F.W, STIESCH, M and KOHORST, P. Influence of cooling rate on zirconia/veneer interfacial adhesion. *ActaBiomater*, v.6, p.4532-8,2010.

GUAZZATO, M.; ALBAKRYA, M.; RINGER, S.P.; SWAINA, M.V.; Strenght, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramics materials. Part II. Zirconia –based dental ceramics. *Dent Mater*, v. 20, n.5, p. 449-456, 2004.

GUAZZATO, M.; WALTON, T.R.; FRANKLIN, W.; DAVIS, G.; BOHL, C.; KLINEBERG, I. Influence of thickness and cooling rate on development of spontaneous cracks in porcelain/zirconia structures. *Aust Dent J* .v.55, p. 306–310, 2010.

HÄFF, A; LÖFA,H; GUNNEB, J.; SJÖGRENA, G.; A retrospective evaluation of zirconia-fixed partial dentures in general practices: An up to 13-year study .*Dent Mater*, v.31, p.162-70, 2015.

HANNINK, R.H.J.; KELLY P.M.; MUDDLE, B.C. Transformation toughening in zirconia- containing ceramics. *J Am Ceram Soc*, v.83, n.3, p.461-487, 2000.

HEINTZE, S.D.; ROUSSON, V. Survival of zirconia and metal-supported fixed dental prostheses: a systematic review. *Int J Prosth.*, v.23, n.6, p.493-502, 2010.

HEUER, A.H.; CLAUSSEN, N.; KRIVEN, W.M.; RUHLE, M. Stability of tetragonal ZrO₂ particles in ceramic matrices. *J Am Ceram Soc*, v.65, p.642-650, 1982.

HSUEH, C.H.; THOMPSON, G.A.; JADAAN, O.M.; WERESCZAKA, A.A.; BECHER, P.F. Analyses of layer-thickness effects in bilayered dental ceramics subjected to thermal stresses and ring-on-ring tests. *Dent Mater*, v.24, n.1, p.9-17, 2008.

International Organization for Standardization. ISO 6872: Dental Ceramics. 3° ed. Geneva: International Organization for Standardization; 2008.

KELLY, J.R. Ceramic in restorative and prosthetic dentistry. *Annu. Rev. Mater. Sci.* v.27, p.443-68, 1997.

KELLY, J.R.; DENRY I.; Stabilized zirconia as a structural ceramics: An overview. *Dent Mater*, v.24, n.3, p.289-98, 2008

KELLY, JR. Clinically relevant approach to failure testing of all-ceramic restorations. *J Prosthet Dent.* v.81, n.6, p.652-61, 1999.

KIMMICH, M.; STAPPERT C.F.J. Intraoral treatment of veneering porcelain chipping of fixed dental restorations: a review and clinical application. *J Am Dent Assoc*, v.144, n.1, p.31-44, 2013.

KOBAYASHI, K.; KOISUKA, M.; KOISUMIL, H.; KOMINE, F.; MATSUMURA, H.; SAITO, A. Effect of cooling rate on shear bond strength of veneering porcelain to a zirconia ceramic material. *J O Scien*, v.52, n.4, p.647-652, 2010.

KOBAYASHI, K.; KUWAJIMA, H.; MASAKI, T. Phase change and mechanical properties of ZrO₂- Y₂O₃ solid electrolyte after aging. *Solid State Ionics*, v.4, p.489-495, 1981.

KOENIG, V.; VANHEUSDEN, A.J.; GOFF, S.O.; MAINJOT, A.K. Clinical risk factors related to failures with zirconia-based restorations: An upto 9-year retrospective study. *J of Dent*, v. 41, p.1164-1174, 2003.

KOMINE, F; SAITO, A; KOBAYASHI, K; KOIZUKA, M; KOIZUMI, H; MATSUMURA, H. Effect of cooling rate on shear bond strength of veneering porcelain to a zirconia ceramic material. *J of O Scien*, v.52, p. 647-52, 2010.

LIN, W.S; ERCOLI, C; FENG, C; MORTON, D. The effect of core material, veneering porcelain, and fabrication technique on the biaxial flexural strength and Weibull analysis of selected dental ceramics. *J Prosth*, v.21, n.5, p.353-62, 2012.

MACKERT J.R, Jr.; EVANS, A.L. Effect of cooling rate on leucite volume fraction in dental porcelains. *J Dent Res*, v.70, n.2, p.137-9, 1991.

MACKERT JR, Jr.; TWIGGS, S.W; RUSSELL, C.M; WILLIAMS, A.L. Evidence of a critical leucite particle size for microcracking in dental porcelains. *J Dent Res*, v.80, n.6, p.1574-9, 2001.

MACKERT, J.R.; KHAJOTIA, S.S.; RUSSELL, C.M.; WILLIAM, A.L. Potential interference of leucite crystallization during porcelain thermal expansion measurement. *Dent Mater*. v.12, p. 8-12, 1996.

MARCHACK, BW; SATO S; MARCHACK, CB, WHITE SN. Complete and partial contour zirconia designs for crowns and fixed dental prostheses: a clinical report. *J Prosthet Dent*. v.106, n.3, p.145-52, 2011.

MEIRA, J.B.C.; REIS, B.R.; TANAKA, C.B.; BALLESTER, R.Y.; CESAR, P.F.; VERSLUIS, A.; SWAIN, M.V. Residual stresses in Y-TZP crowns due to changes in the thermal contraction coefficient of veneers. *Dent Mater*, v. 29, p. 594-601, 2013.

MONACO, C.; TUCCI, A.; ESPOSITO, L.; SCOTTI, R. Adhesion mechanisms at the interface between Y-TZP and veneering ceramic with and without modifier. *J. of Dent*, v. 42, p. 1473- 79, 2014.

MORENA R., LOCKWOOD, P.E., FAIRHURST, C. W. Fracture toughness of commercial dental porcelains. *Dent Mater*, v. 2, p.58-62; 1986.

OILO, M.; GJERDET, N.R.; TVINNEREIM, H.M. The firing procedure influences properties of a zirconia core ceramics. *Dent Mater*, v.24, n.4, p.471-475, 2008.

ONG, J.L; FARLEY, D.W, NORLING, B.K. Quantification of leucite concentration using Xray diffraction. *Dent Mater*, v.16, n.1, p.20-5, 2000.

PECHO, O.E. Caracterización óptica y estructural de lascerámicas en base a policristales tetragonales de zirconia estabilizados com ytria. Granada: Universidad de Granada, 2013. 253 p.

PECHO, O.E.; GHINEA, R.; IONESCU, A.M.; CARDONA, J.C.; DELLA BONA, A.; PEREZ, M. Optical behavior of dental zircônia and dentin analyzed by Kubelka–Munktheory. *Dent Mater*, v.31, p. 60–67, 2015.

PELAEZ, J.; COGOLLUDO, P.G.; SERRANO, B.; LOZANO, J.F.L.; SUÁREZ, M.J.A Four-Year Prospective Clinical Evaluation of Zirconia and Metal-Ceramic Posterior Fixed Dental Prostheses. *Int J Prosth*, v.25, p.451–458, 2012.

PICONI,C.; MACCAURO, G. Zircônia as a ceramic biomaterial. *Biomater*, v.20, n.1, p.1-25, 1999.

PREIS, V.; LETSCH, C.; HANDEL, G.; BERHR, M.; SCHENEIDER-FEYRER, S.; ROSENTRITT, M. Influence of substructure design,

veneer application technique, and firing regime on the in vitro performance of molar zirconia crowns. *Dent Mater* v. 29, p.113–121, 2013.

QUINN, G. D. Fractography of ceramics and glasses. A NIST recommended practice guide; Special Publication 960-16. National Institute of Standards and Technology, Washington, DC, 2007.

QUINN, J.B. Fracture toughness of veneering ceramics (PFM) and zirconia dental restorative mater. *J Res Inst Stand Technol.*, v.115, n.5, p.343-352, 2010.

RAIGRODSKI, A.J; HILLSTEAD, M.B; MENG, G.K; CHUNG, K.H. Survival and complications of zirconia-based fixed dental prostheses: a systematic review. *J of Prosth Dent*, v.107, p.170-7, 2012.

RINKE, S, GERSDORFF, N, LANGE, K; ROEDIGER, M. Prospective evaluation of zirconia posterior fixed partial dentures:7-year clinical results. *Int J Prosth* , v.26, p.164-71, 2013.

RITTER, JE. Critique of test methods for lifetime predictions. *Dent Mater* , v.11,n.2, p.147-51, 1995.

SAILER, I.; FEHÉR, A.; FILSER, F.; GAUCKLER, L.J.; LÜTHY, H.; HÄMMERLE, C.H.F. Five –year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures. *Int J Prosth*, v.20, p.383-388, 2007.

SAILER, I.; GOTTNERB, J; KANELB, S.; HAMMERLE, C.H. Randomized controlled clinical trial of zirconia –ceramic and metal-ceramic posterior fixed dental prostheses: a 3 year follow-up. *Int J Prosth*, v.22, p.553-560, 2009.

SAILER, I.; PJETURSSON, B.E.; ZWAHLEN, M.; HAMMERLE, C.H.A systematic review of the survival and complication rates of all-ceramic and metal-ceramic reconstructions after an observation period at

least 3 years. Part II: fixed dental prostheses. *Clin. O Impl.Res.*, v.18, n.3, p.86-96, 2007.

SAILER, I; MAKAROV, N.A; THOMA, D.S; ZWAHLEN, M.; PJETURSSON, B.E. All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? *Dent Mater*, v.31, n.6, p.603-23, 2015.

SCHALL,P.; WEITZ,D.A.; SPAEPEN, F. Structural rearrangements that govern flow in colloidal glasses. *Scienc.* v.318, p.1895-9, 2007

SCHERER, G.W. *Relaxation in glass and composites.* New York: John Wiley & Sons; 1986.

SCHERRE, SS; QUINN, GD, QUINN, JB. Fractographic failure analysis of a Procera AllCeram crown using stereo and scanning electron microscopy. *Dent Mater*, v.24, n.8, p.1107-13, 2008.

SCHIMTTER, M.; MUSSOTTER, K.; RAMELSBERG, P.; GABBERT, O.; OHLMANN, B. Clinical performance of long-span zirconia frameworks for fixed dental prostheses: 5-year results. *J Oral Rehabil* v.39, p.552–557, 2012.

SHIRAKURA, A, Lee H, GEMINIANI, A, ERCOLI, C, FENG, C. The influence of veneering porcelain thickness of all-ceramic and metal ceramic crowns on failure resistance after cyclic loading. *J Prosth Dent*, v.101, n.2, p.119-27, 2009.

STUDART, AR; FILSER, F; KOCHER, P; LÜTHY, H; GAUCKLER, LJ.Cyclic fatigue in water of veneer-framework composites for all-ceramic dental bridges. *Dent Mater*, v.23, n.2, p.177-85, 2007.

SWAIN, M.V.; Unstable cracking (chipping) of veneering porcelain on all-ceramic dental crowns and fixed partial dentures.*Acta Biomater*, v.5, p.1668-1677, 2009.

- TAN, J.P; SEDERSTROM, D; POLANSKY, J.R; McLAREN, E.A and WHITE, S.N.The use of slow heating and slow cooling regimens to strengthen porcelain fused to zirconia. *J Prosth Dent*, v.107, p.163-9, 2012.
- TANG, X; NAKAMURA, T; USAMI, H; WAKABAYASHI, K and YATANI, H. Effects of multiple firings on the mechanical properties and microstructure of veneering ceramics for zirconia frameworks. *J Dent*. v.40, p.372-80, 2012.
- TARTAGLIA, G.M.; SIDOTI, E.; SFORZA, C. Seven-year prospective clinical study on zirconia-based single crowns and fixed dental prostheses.*Clin Oral Invest*, v.19, p. 1137-1145, 2015.
- TASKONAK, B; MECHOLSKY, JJ, ANUSAVICE, KJ. Residual stresses in bilayer dental ceramics. *Biomater*, v.26, n.16, p.3235-41, 2005.
- TASKONAK, B; BORGES, G; MECHOLSK, J; ANUSAVICE, K; MOORE, B; YAN, J. The effects of viscoelastic parameters on residual stress development in a zirconia/glass bilayer dental ceramic. *Dent Mater*, v.24, n.9, p.1149-55, 2008.
- THOLEY, M.J; SWAIN, M.V and THIEL, N. Thermal gradients and residual stresses in veneered Y-TZP frameworks. *Dent Mater*. v.27, p.1102-10, 2011.
- TINSCHERT, J.; NATT, G.; HASSENPFUG, S.; SPIEKERMANN, H. Status of current CAD/CAM technology in dental medicine.*Int J Comput Dent* ,v.7, n.1, p.25-45, 2004.
- TRIWATANA P.; NAGAVIROJ, N.; TULAPORNCHAI, C. Clinical performance and failures of zirconia-based fixed partial dentures : a review literature. *J. Adv Proth*, v.4, p.76-83, 2012.

VAN NOORT, R. Introdução aos Materiais Dentários. Porto Alegre: Artmed, 2004, p.55-63.

VIGOLO, P.;MUTINELLI, S. Evaluation of zirconium-oxide-based ceramic single-unit posterior fixed dental prostheses (FDPs) generated with two CAD/CAM systems compared to porcelain –fused-to-metal single –unit posterior FDPs: a 5 – year clinical prospective study. J Prosth , v.21, p.265-269, 2012.

WEEKS, E.R.; CROCKER, J.C.; LEVITT, A.C.; SCHOPELD, A.; WEITZ, D.A. Three-dimensional direct imaging of structural relaxation near the colloidal glass transition. *Scienc.* v.287, p. 627-30, 2000.

WEIBULL, W. A statistical theory of the strength of materials. *Ing Vetensk Akad Proc.* v.151, p.1-45, 1939.

WHITE, S.N.; MIKLUS, V.G; McLAREN, E.A; L.A. LANG, L.A. Flexural strength of a layered zirconia and porcelain dental all-ceramic system. *J Prosth Dent.* v.94, p.125-31, 2005.

YOSHIMURA, H.N.; CESAR, P.F.; MIRANDA, W.G.; GONZADA, C.C.; OKADA, C.Y.; GOLDENSTEIN, H. Fracture toughness of dental porcelains evaluated by IF, SCF, and SEPB methods. *J. Am. Ceram. Soc.*, v.88, n.6, p.1680-1683, 2005.

ZHANG, Z.; ZHOU, S.; LI, W.; LI,W.; SWAIN,M. Residual stresses in fabrication of core veneered ceramic prostheses. *Adv Mater Res.* v.224, p.97-101, 2010.

ARTIGO SUBMETIDO*

.....
** Dental Materials*

Impact of leucite and cooling on the fracture strength of porcelain-zirconia specimens.

Meirelles, PD¹; Borba, M¹; Benetti, P¹

¹ University of Passo Fundo, Post-graduate Program in Dentistry, Passo Fundo, RS, Brazil

Fracture strength of porcelain-zirconia

Corresponding Author:

Paula Benetti

Campus I, BR 285, CEP 99001-970

Tel.: +55 54 81141400

email: paulabenetti@upf.br

ABSTRACT

Objective: This study investigated the influence of the cooling protocol on the fracture strength of zirconia veneered with porcelain presenting or not leucite in its composition. The tested hypotheses were: (1) zirconia system veneered by porcelain with leucite presents higher fracture strength (σ) and reliability (m), and (2) slow cooling protocol results in greater σ and m . **Method:** 120 bar-shaped specimens of zirconia were prepared (0.8 mm of thickness, 4.0 mm width). Zirconia bars were veneered with 1 mm of porcelain presenting or not leucite. Specimens were divided into four groups ($n = 30$) for fast (determined by opening the furnace chamber at sintering temperature) or slow cooling (chamber closed until it reaches the room temperature). The specimens were tested with a compressive load in 3-point bending until the first sign of fracture was detected (acoustic emission), with the porcelain surface under tension. Data were analyzed by two-way ANOVA, Tukey post-hoc test (95%) and Weibull. **Results:** Mean σ of the zirconia system veneered by porcelain containing leucite was statistically similar to the system without leucite ($p= 0.718$). Different cooling protocols had no influence on the σ of both groups ($p= 0.761$). In addition, m was also similar among groups. **Significance:** The hypotheses of the study were rejected as the presence of leucite and cooling protocols have no effect on the fracture strength and reliability of the porcelain-zirconia systems. Based on the investigation, zirconia-based restorations produced with both types of porcelains and cooling protocols could present similar mechanical performance.

Keywords: Zirconia; Porcelain; Leucite; Residual stress; Fracture strength.

1. INTRODUCTION

Porcelain-zirconia systems combine the high strength of the infrastructure ceramic and great optical characteristics (aesthetic) of the porcelain. Yttria-partially stabilized tetragonal zirconia (Y-TZP) infrastructure increases the overall restoration translucency and allows light transmission through its structure providing a more natural appearance than restorations with metallic infrastructures[1,2] .

Despite the aesthetic and biocompatibility of all-ceramic restorations, high porcelain chipping rates (15-62% over 3 to 5 years) are being reported in the literature, especially for Y-TZP restorations [3-10,12].

Some factors that are potentially related to the porcelain susceptibility to fracture were previously investigated: insufficient support of porcelain by the infrastructure [3,13,14]; ceramics thermal mismatch [4,15-17]; porcelain-zirconia bond strength [17-19]; wetting of zirconia [17,20]; low fracture strength of porcelain [21,22]; transient and residual stresses developed inside the porcelain, especially related to a thick layer and high cooling rates [5,23-31]; different techniques of porcelain veneering [32]; inappropriate dental preparations with insufficient axial reduction, depth of chamfer or inadequate internal angles and sharp external edges [33].

The study published by Christensen and Ploeger [6] raised a factor potentially related to porcelain fractures in zirconia-based restorations: the presence of leucite crystals in the porcelain

composition. The author observed that restorations made of porcelain containing leucite had a lower frequency of porcelain chipping, delaminations or major fractures.

The addition of leucite approximates the coefficient of thermal expansion (CTE) of the porcelain to the zirconia. Leucite can also increase porcelain viscosity, resulting in a minor flow during firing. Thus, the structural relaxation of the porcelain containing leucite can generate transient and residual stresses during cooling of lesser magnitude than porcelain without leucite, especially when submitted to rapid cooling. Previous studies have demonstrated that the stresses generated during firing are associated with the nucleation and crack propagation from pre-existing defects in the porcelain [31].

Therefore, the main objectives of this study are (1) to evaluate the influence of the presence of leucite in the porcelain on the fracture strength and reliability of monolithic (porcelain) and bilayer (porcelain-zirconia) specimens, testing the hypothesis that porcelain containing leucite have higher strength and reliability than porcelain without leucite; and (2) to evaluate the influence of cooling protocol (slow or fast) on the mechanical behavior of the studied materials, testing the hypothesis that the slow cooling protocol results in greater strength and reliability than fast cooling for both tested materials.

2. MATERIALS AND METHODS

The materials used in the study are presented in Table 1. Porcelain surface characteristics can be observed in Figure 1.

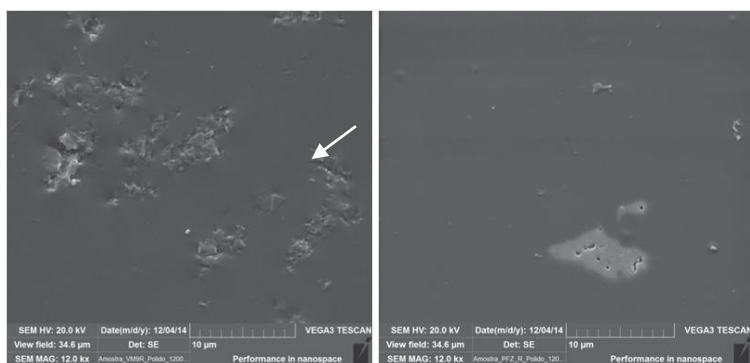


Figura 1. Características superficiais da porcelana: A- VM9 – mostrando aglomerados de partículas (setas brancas), possivelmente cristais de leucita, imersos em uma matriz vítrea; B - Ceramco PFZ - superfície livre de aglomerados de partículas.

Tabela 1 - Descrição das cerâmicas utilizadas neste estudo.

Cerâmica	Nome comercial	Fabricante	Composição**	CET* x10 ⁻⁶ oC	Tg* oC
Zircônia	Vita In-Ceram YZ Lote: 36940	VITA- Zahnfabrik, Alemanha	ZrO ₂ (5%); Y ₂ O ₃ (5%); <3% Al ₂ O ₃ ; <1% SiO ₂	10.5	----
Porcelana com leucita	VITA VM9 Lote: 35770	VITA- Zahnfabrik, Alemanha	SiO ₂ (60-64%); Al ₂ O ₃ (13-15%); K ₂ O (7- 10%); Na ₂ O (4-6%); B ₂ O ₃ (3-5%)	9.1	510
Porcelana sem leucita	CERAMCO PFZ Lote: 14001599	DENTSPLY, EUA	SiO ₂ (60%); K ₂ O (15%); Al ₂ O ₃ (10%); Na ₂ O (4- 5%); BaO (3-4%); Tb ₂ O ₃ (3-4%).	9.4	560

*Informações disponibilizadas pelos fabricantes Vita-Zahnfabrik e Dentsply.

**Informações disponibilizadas através do EDS.

2.1 Zirconia specimens

Partially-sintered zirconia CAD-CAM blocks were cut into bars (n=120) using a diamond disk (0.38mm thick) attached to a cutting machine (Miniton Struers, Copenhagen, Denmark) at 250 rpm and under water cooling. Samples were sectioned with 22% increase in the final required dimension, to compensate the ceramic sintering contraction.

After cutting, the samples were polished using metallographic sandpaper #800 and #1000. External longitudinal edges of the samples were chamfered as recommended by the ISO 6872 [34]. After polishing, the bars were sintered (Zyrcomat, Vita Zahnfabrik, Germany) according to the manufacturer's recommendations and the final dimensions (1,8mm x 4mm x 16mm) were checked with a digital caliper (Mitutoyo Corporation, Tokyo, Japan).

2.2 Porcelain Veneering

The zirconia bars were divided into two groups (n = 60) to apply 1 mm (thickness) of the porcelain containing or not leucite. Each zirconia bar was inserted inside a silicon mold (Optosil-Comfort Putty, Heraeus, Germany), with the chamfered surface placed in the bottom of the mold. Porcelain powder was mixed to the modeling liquid (Liquid Modeling Vita, Vita-Zahnfabrik, Germany) and the mixture was applied to the zirconia top surface.

The ceramic powder was compacted using vibration and the excess liquid was removed using absorbent paper. The specimens were removed from the mold and positioned in the chamber of a ceramic oven

(MP 6000, Vacumat, Vita, Germany) for sintering. To obtain the specimens required dimensions, two application of porcelain were necessary due to the sintering contraction.

The specimens were finished and polished with metallographic sand-paper #600, #800, #1000 and #1200 (Drywater, 3M, USA) using a polishing machine (Abramin, Struers, Copenhagen, Denmark) at 250 rpm under water cooling. Final dimensions were measured using a digital caliper at three different areas of the bar specimen: the right and left margins and the middle area. The two external longitudinal edges of veneering porcelain were also chamfered. The chamfer width was standardized at 0.1 mm (ISO 6872, 2008). After final polishing, the specimens were divided into subgroups for final sintering, performed with fast or slow cooling protocol, as described below.

2.4 Cooling Protocols

The specimens were divided into 4 groups (n = 30) according to the veneering porcelain (VM9 or PFZ) and cooling protocol (F- fast or S – slow).

For the fast cooling, the firing chamber of the furnace was opened immediately after the recommended cycle for sintering (final time and temperature recommended by the manufacturer) and the furnace was turned off. The slow cooling was determined by maintaining the chamber closed until the temperature was 50 °C below the glass transition temperature (T_g) of porcelain with a cooling rate of 10 °C/min [35,30]. Since the reported T_g value of VM9 is 510° C and PFZ

is 560° C (Vita and Denstply information), the oven was opened at 460 °C for VM9 and at 510 °C for PFZ.

2.5 Fracture strength test

The specimens were tested by three-point bending in a universal testing machine (EMIC DL 2000, São José dos Pinhais, PR, Brazil), using a load cell of 500 N. The specimens were immersed in water at 37 °C during the test. The porcelain of the specimens was positioned on the top of two support rollers. The compressive load was applied by a third roller, positioned on the top of zirconia side, with 0.5 mm/min loading rate until the first sign of fracture (sound emission and/or drop of load observed in the stress-strain plot). Load at fracture (N) was recorded to further calculate the flexural strength. The flexural strength of bilayer specimens (MPa) was calculated according to Equation 1 [36,37]:

$$\sigma_f = \frac{3E_tLP(E_c t_c^2 + 2E_c t_c t_t + E_t t_t^2)}{2w(E_c^2 t_c^4 + 4E_c E_t t_c^3 t_t + 6E_c E_t t_c^2 t_t^2 + 4E_c E_t t_c t_t^3 + E_t^2 t_t^4)}$$

In this equation, P is the maximum load at fracture (N); L is the distance between the lower support (12 mm); E_t is the elastic modulus of the material under tension (VM9 - 64 GPa and PFZ 75 - GPa); T_t is the thickness of the material under tension (mm); E_c is the elastic modulus of the material in compression (YZ - 205 GPa); T_c is the thickness of the material under compression (mm) and w is the width of the specimen (mm).

2.6 Statistical analysis

Flexure strength of tested groups was compared by two-way ANOVA and Tukey, with significance level of 95%. Weibull analysis was performed to determine the reliability of the porcelain, determining the characteristic strength (σ_0) and Weibull modulus (m).

2.7 Fracture Analysis

Fractured areas of the specimens were observed with a magnification of 40 x using a stereomicroscope (ZTX, Ningbo, ProWay) and transillumination to analyze the extension and propagation path of the crack. The failure mode was classified according to the fracture extension: (1) cracking – crack from the surface to porcelain-zirconia interface; (2) porcelain chipping – detachment of porcelain without exposure of zirconia; (3) delamination - chipping with exposure of zirconia; (4) catastrophic failure – crack through porcelain and zirconia.

3. RESULTS

The results are shown in Table 2. The fracture strength of the YZ-VM9 system was statistically similar to YZ-PFZ system ($p= 0.066$). The cooling protocol had no influence on the flexural strength of the groups ($p= 0.718$). The Weibull modulus (m) and characteristic strength (σ_0) were also similar among groups (Figure 2).

Tabela 2. Resistência característica (σ_0), módulo de Weibull (m), os intervalos de confiança (IC) e valores de média e desvio padrão de cada grupo experimental.

Grupos	Média (MPa)*	Desvio Padrão	σ_0^* (MPa)	IC$_{\sigma}$	m^*	IC$_m$
VM9L	61,1	13,8	66,5	61,8- 71,6	5	4-7
VM9R	62,9	14,2	68,4	63,1- 74,2	5	4-6
PFZL	67,1	16,9	73,5	67,6- 80	4	3-6
PFZR	67,2	16,3	73,5	65,6- 77,3	5	3-6

* não houve diferença estatística entre os grupos.

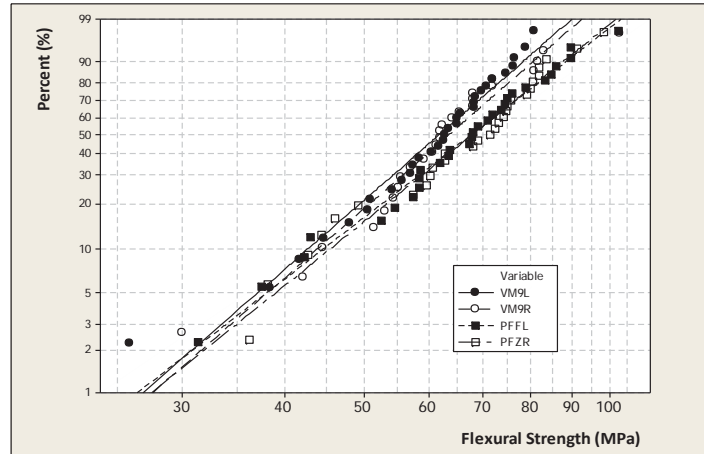


Figura 3. Probabilidade de falha para os grupos testados.

Regarding the failure mode, 95% of failures were classified as cracking of porcelain to the interface with zirconia (Figure 3). Catastrophic failure occurred in 5% of the specimens. It can be observed that the VM9R group had a higher number of catastrophic failure ($n = 4$, 13%), while in PFFL group this type of fracture did not occur.

4 DISCUSSION

This study analyzed the mechanical behavior of zirconia systems veneered with porcelain with different microstructural composition. The results showed that the fracture strength of the tested zirconia-porcelain systems was not affected by the veneering porcelain (with or without leucite) or the cooling protocol used after sintering (fast or slow), rejecting the hypotheses of the study.

4.1 Residual and transient stresses

Zirconia and porcelain materials are often studied separately, providing important information about the mechanical behavior of the individual components of a restoration [38,21]. However, the analysis of these materials combined in multilayer structures can give a significant contribution in predicting clinical performance, providing data on the origin and mode of fracture, interface quality, and distribution of residual or transient stresses, which are difficult to obtain when the materials are evaluated separately [37,31].

Since the perfect combination of zirconia and porcelain CETs (α) is unlikely to occur, a small positive difference ($+\Delta\alpha$ $10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) is recommended to avoid residual stresses at the interface and spontaneous fracture [4, 17, 26]. The $\Delta\alpha$ between zirconia and VM9 ($1.4 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) is similar to the combination of zirconia and PFZ ($\Delta\alpha= 1.1 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$). Therefore, the magnitude of stresses generated by the difference in

thermal contraction is expected to be comparable, and insufficient to cause spontaneous fracture of the tested specimens. However, a certain amount of residual stress (mainly compressive in the porcelain at the interface) is expected, which lowers the energy required to propagate the initial crack from the surface.

However, the thermal compatibility is not the exclusive predictive parameter for distribution of residual stresses. Changes of cooling rate have been demonstrated to modify the stress gradients through the porcelain [39]. Higher cooling rates are potentially related to the development of temperature gradients within the ceramic body [30, 35]. A thermal contraction (change of volume and density) and a non-uniform solidification are possibly generated by these temperature gradients, and result in the development of stresses [40, 31]. On the other hand, when the porcelain is slowly cooled, the glass structure has time and sufficient energy to rearrange/reorganize molecules, resulting in a difference in behavior at the glass transition temperature range [41]. Therefore, slow cooling is a common practice for materials containing glass matrix to prevent residual stresses.

In addition to the compatibility of CTEs, there is a recommendation that the porcelain should be applied on zirconia with homogeneous thickness of 1 mm and submitted to slow cooling to prevent premature fracture of porcelain (during the first months of clinical use). This protocol allows the inner and outer portions of the porcelain to cool homogeneously to temperatures below the T_g , preventing the development of thermal gradients and, consequently, transient and residual stresses originated from the differences in volume and viscosity of the layers with different temperatures [35, 30, 31]. This

study followed these recommendations resulting in similar mechanical behavior and structural reliability among different groups after processing. Therefore, when a 1mm-thick layer of porcelain is used, the presence/absence of leucite and the cooling protocol have negligible influence on the mechanical behavior of the ceramic system. Following this recommendations, both systems are safe and mechanically reliable for clinical use.

When a higher thickness of the porcelain is necessary, cooling the system slowly is important to prevent transient and residual stresses, which could nucleate and propagate cracks inside the porcelain until its complete fracture [5, 31].

4.2 Mechanical reliability of the systems

Brittle materials can present variability on strength values due to the number, size, location and distribution of internal defects (flaw population), resulting on an asymmetric distribution of data. The Weibull distribution is an appropriate method to analyze statistically the mechanical behavior of ceramics. The Weibull parameters (Weibull modulus, m , and characteristic strength, σ_0) can determine the probability of failure and distribution of fracture strength values [42]. The present study found no differences for m and σ_0 between the groups, showing that the porcelains were similarly reliable for veneering zirconia.

Regarding the influence of cooling on the mechanical behavior of the studied ceramics, the amount that a material expands/contracts during the heating/cooling is expected to have a direct influence on the strength and fracture mode of the systems [4, 29, 31]. The slow cooling

protocol could result in greater reliability of the system veneered with ceramics containing leucite. When submitted to fast cooling the expanded structure of the porcelain relaxes to lower volume (length) than during slow cooling, because of the higher total contraction and increase in the packing fraction (atomic packing factor) [43,44].

On the other hand, removing leucite from the porcelain composition results in a ceramic with higher content of glass-modifying oxides (K_2O , Al_2O_3 , Na_2O , BaO , Tb_2O_3) which are added to the material to adjust the CTE, approximating the value to the zirconia. The addition of modifying oxides also decreases the viscosity of the porcelain at temperatures above the T_g , allowing adequate wetting in to the irregularities of the zirconia surface. The decrease of the viscosity (increase of viscoelasticity) results from the porcelain structural relaxation, which occurs at elevated temperatures and is accompanied by expansion of the whole structure during the heating, and porcelain contraction during cooling [41,45-47]. Therefore, PFZ porcelain, without leucite, could present an opposite behavior: the rapid cooling protocol could produce a structure with slightly higher structural reliability than slow cooling. However, this was not confirmed by this study.

As the porcelain and zirconia compatibility is based on similarities between CET at temperatures below the T_g , knowledge of the compatibility of volumetric expansion at temperatures around or above the T_g is scarce. The CTE of the porcelain is linear at temperatures below the T_g and nonlinear around and above the T_g , since the structure is expanded and in viscoelastic state. The study of the thermal behavior of the porcelain at temperatures around the T_g is important, especially in ceramic restorations with non-homogeneous

thickness of porcelain (as often occurs in crowns and bridges with anatomic details) [31]. The porcelain without leucite allows a greater relaxation (thermal expansion) of the structure at temperatures around the T_g, especially during slow cooling (when there are adequate time and temperature for molecular rearrangements), which could reduce the compatibility with zirconia. Yet, the addition of leucite is responsible not only for adjusting the porcelain CET, but increases its viscosity, resulting in lower structural relaxation (flow) during firing [39]. The decrease of structural relaxation in the porcelain containing leucite could generate stresses of lower magnitude during cooling than in the porcelain without leucite. However, none of these phenomena were detected by the present study.

Some authors state that the leucite content is strongly influenced by the thermal history of porcelain, such as the time of sintering, the number of firings or the cooling rate [43, 49]. Taskonak et al. [24] studied the crystallinity in a feldspathic porcelain, and observed the predominance of amorphous glass phase, but an increase of the crystallinity index after slow cooling. Therefore, thermal changes can result in the formation of leucite crystal phase in feldspathic porcelain (increase from 8.5 to 55.8%), especially in slow cooling [24, 49, 50].

In addition, the volume of leucite is particularly critical because, when the feldspathic dental porcelain is cooled, leucite phase transform from tetragonal to cubic, promoting a 1.2% of volume contraction. This contraction can lead to microcrack formation inside and around the crystals, resulting in residual stresses in the material. This process can be stabilized adding leucite in cubic form to the porcelain composition [43].

In this study, the analysis of the porcelains surface was performed using SEM to evaluate the presence and amount of crystalline phase. Crystals were observed at VM9 surface with no signs of cracking in the surrounding area for slow or fast cooling (low residual stresses). Crystals were not found in PFZ, indicating that the cooling protocols did not originated leucite crystals in a significant amount or size in this porcelain.

4.3 Mode of failure

Fracture strength is mainly dependent on the quality of the glass matrix [51]. However, the literature reports a significant improvement of porcelain fracture toughness with an increase on the leucite content, especially above 22% [38]. Studies showed that the crack deflects when finds a leucite crystal and changes the direction of propagation resulting in a decrease of the stress intensity factor at the crack tip. The crack deflection occurs because of the action of tensile and compressive stress fields at the glass matrix and leucite interface induced during cooling as a result of the CTE differences between the two phases [38, 52]. The similar fracture strength values found for VM9 and PFZ demonstrated that the low concentration of leucite in the VM9 porcelain (7.5%) is not significant to improve the mechanical behavior of the material, which was also confirmed by Cesar et al. [38].

The results of the fracture analysis performed in this study showed that all fractures originate from the porcelain surface at the area opposed to the applied force (higher tensile stresses). The predominant failure mode for all groups was crack to the interface (95%), without detachment (delamination) of the porcelain from the zirconia. Based on

the protocol used to test the specimens, especially the interruption of the test at the first sign of fracture, this was the mode of failure mostly expected.

The catastrophic failure found in some of the groups could indicate high interface quality or bond strength between porcelain and zirconia, behaving as single body to bear the applied loads [53]. The fracture strength values obtained in catastrophic failures were not included in the subsequent statistical analyzes because the values exceeded the porcelain strength, representing mainly the strength of zirconia (not representative of the main clinical problem studied: chipping).

In comparison to VM9, a higher surface gloss and apparent better polishing were observed for PFZ, even applying the same finishing protocol for both ceramics. Future studies could investigate differences in surface roughness, esthetic perception and resistance to wear of these porcelains. Finally, the fatigue behavior of these systems could be investigated using cyclic loading, which could elucidate the behavior of these materials over time.

5 CONCLUSION

The hypotheses of the study were rejected as the presence of leucite and different cooling protocols have no effect on the fracture strength and reliability of the zirconia systems. Based on the parameters investigated, zirconia-based restorations produced with both types of porcelains and cooling protocols could present similar mechanical performance.

6 AKNOWLEDGEMENT

This investigation was partially supported by Capes (#1188699), research grant CNPq (#460094/2014-9), Vita-Zahnfabrik and Dentsply. The authors thank to Coral Dental Laboratory (Passo Fundo, RS, Brazil), particularly to Mr. Ireno de Brito.

7. REFERÊNCIAS

1. Heintze, S.D.; Rousson, V. Survival of zirconia and metal-supported fixed dental prostheses: a systematic review. *Int J Prosthodont*. 2010 Nov-Dec;23(6):493-502.
2. Pecho, O.E.; Ghinea, R.; Ionescu, A.M.; Cardona, J.C.; Della Bona, A.; Perez, M. Optical behavior of dental zircônia and dentin analyzed by Kubelka–Munktheory. *Dent Mater*. 2015 Jan;31(1):60-7.
3. Sailer, I.; Pjetursson, B.E.; Zwahlen, M.; Hammerle, C.H.A systematic review of the survival and complication rates of all-ceramic and metal-ceramic reconstructions after an observation period at least 3 years. Part II: fixed dental prostheses. *Clin Oral Implants Res* 2007;18 Suppl 3:86-96.
4. Dehoff, P.H.; Barrett, A.; Lee, R.; Anusavise, K.J. Thermal compatibility of dental ceramic systems using cylindrical and spherical geometries. *Dent Mater*. 2008 Jun;24(6):744-52.
5. Swain, M.V.; Unstable cracking (chipping) of veneering porcelain on all-ceramic dental crowns and fixed partial dentures. *Acta Biomater*. 2009 Jun;5(5):1668-77.

6. Christensen, R.P.; Ploeger, B.J. A clinical comparison of zirconia, metal and alumina fixed- prosthesis frameworks veneered with layered or pressed ceramic: a three year report. *J Am Dent Assoc.* 2010 Nov;141(11):1317-29.
7. Baldassarri, M; Stappert, C.F; Wolff, M.S, Thompson, V.P And Zhang, Y. Residual stresses in porcelain-veneered zirconia prostheses. *Dent Mater.* 2012 Aug;28(8):873-9.
8. Pelaez, J.; Cogolludo, P.G.; Serrano, B.; Lozano, J.F.L.; Suárez, M.J.A Four-Year Prospective Clinical Evaluation Of Zirconia And Metal-Ceramic Posterior Fixed Dental Prostheses. *Int J Prosthodont.* 2012 Sep-Oct;25(5):451-8.
9. Schimtter, M.; Mussotter, K.; Rammelsberg, P.; Gabbert, O.; Ohlmann, B. Clinical Performance Of Long-Span Zirconia Frameworks Forfixed Dental Prostheses: 5-Year Result. *J Oral Rehabil.* 2012 Jul;39(7):552-7.
10. Koenig, V.; Vanheusden, A.J.; Goff, S.O.; Mainjot, A.K. Clinical Risk Factors Related To Failures With Zirconia-Based Restorations: An Up To 9-Year Retrospective Study. *J Dent.* 2013 Dec;41(12):1164-74.
11. Sailer, I; Makarov, N.A; Thoma, D.S; Zwahlen, M.; Pjetursson, B.E. All-Ceramic Or Metal-Ceramic Tooth-Supported Fixed Dental Prostheses (Fdps)? *Dent Mater.* 2015 Jun;31(6):603-23.
12. Tartaglia, G.M.; Sidoti, E.; Sforza, C. Seven-Year Prospective Clinical Study On Zirconia-Based Single Crowns And Fixed Dental Prostheses. *Clin Oral Investig.* 2015 Jun;19(5):1137-45.
13. Shirakura, A.; Lee, H, Geminiani, A; Ercoli, C, Feng, C. The Influence Of Veneering Porcelain Thickness Of All-Ceramic And Metal

Ceramic Crowns On Failure Resistance After Cyclic Loading. *J Prosthet Dent*. 2009 Feb; 101 (2): 119-27.

14. Bonfante, E.A., Rafferty, B.; Zavanelli, R.A.; Silva, N.R.; Rekow, E.D.; Thompson, V.P. Thermal/Mechanical Simulation And Laboratory Fatigue Testing Of An Alternative Yttria Tetragonal Zirconia Polycrystal Core-Veneer All-Ceramic Layered Crow Design. *J Prosthodont*. 2012 Aug;21(6):433-9.

15. Taskonak, B.; Mecholsky, J.J.; Anusavice, K.J. Residual Stresses In Bilayer Dental Ceramics. *Biomaterials*. 2005 Jun;26(16):3235-41.

16. Dehoff, P.H.; Anusavice J. Viscoelastic Finite Element Analysis Of An All-Ceramic Fixed Partial Denture. *J Biomech*. 2006 ;39(1):40-8.

17. Benetti, P.; Della Bona, A.; Kelly, R. Evaluation Of Thermal Compatibility Between Core And Veneer Dental Ceramics Using Shear Bond Strength Test And Contact Angle Measurement. *Dent Mater*. 2010 Aug;26(8):743-50.

18. Ereifej, N.; Rodrigues, F. P.; Silikas, N.; Watts, D. C. Experimental And In Vitro Shear-Bonding Strength At Core/Veneer Interfaces In Bilayered Ceramics. *Dent Mater*. 2011 Jun;27(6):590-7.

19. Vigolo, P.; Mutinelli, S. Evaluation Of Zirconium-Oxide-Based Ceramic Single-Unit Posterior Fixed Dental Prostheses (Fdps) Generated With Two Cad/Cam Systems Compared To Porcelain-Fused-To-Metal Single-Unit Posterior Fdps: A 5-Year Clinical Prospective Study. *J Of Prosth* 21 (2012) 265–269.

20. Monaco, C.; Tucci, A.; Esposito, L.; Scotti, R. Adhesion Mechanisms At The Interface Between Y-Tzp And Veneering Ceramic With And Without Modifier. *J Dent*. 2014 Nov;42(11):1473-9.

21. Cesar, P.F.; Sokia, F.N.; Yoshimura, H.N.; Gonzaga, C.C.; Styopkinc, V. Influence Of Leucite Content On Slow Crack Growth Of Dental Porcelains. *Dent Mater.* 2008 Aug;24(8):1114-22.
22. Quinn, J.B. Fracture Toughness Of Veneering Ceramics (Pfm) And Zirconia Dental Restorative Mater. *J Res Natl Inst Stand Technol.* 2010 Sep;115(5):343-352.
23. Fischer J.; Grohmann P.; Stawarczyk B. Effect Of Zirconia Surface Treatments On The Shear Strength Of Zirconia/Veneering Ceramic Composites. *Dent Mater J.* 2008 May;27(3):448-54.
24. Taskonak, B; Borges, G; Mecholsk, J; Anusavice, K; Moore, B; Yan, J. The Effects Of Viscoelastic Parameters On Residual Stress Development In A Zirconia/Glass Bilayer Dental Ceramic. *Dent Mater.* 2008 Sep;24(9):1149-55.
25. Dittmer M, Borchers L, Stiesch M, Kohrst, P. Stresses And Distortions Within Zirconia-Fixed Dental Prostheses Due To The Veneering Process. *Acta Biomater.* 2009 Oct;5(8):3231-9.
26. Guazzato, M.; Walton, T.R.; Franklin, W.; Davis, G.; Bohl, C.; Klineberg, I. Influence Of Thickness And Cooling Rate On Development Of Spontaneous Cracks In Porcelain/Zirconia Structures. *Aust Dent J.* 2010 Sep;55(3):306-10.
27. Gostemeyer, G; Jendras, M; Dittmer, M.P; Bach, F.W, Stiesch, M And Kohorst, P. Influence Of Cooling Rate On Zirconia/Veneer Interfacial Adhesion. *Acta Biomater.* 2010 Dec;6(12):4532-8.
28. Benetti, P.; Pelogia, F.; Valandro, L.F.; Bottino, M.A.; Della Bona, A. The Effect Of Porcelain Thickness And Surface Liner Application On The Fracture Behavior Of A Ceramic System *Dent Mater.* 2011 Sep;27(9):948-53.

29. Belli, R.; Frankenberger, R.; Appelt, A.; Schmitt, J.; Baratieri, L.N.; Greil, P.; Lohbauer, U. Thermal-Induced Residual Stresses Affect The Lifetime Of Zirconia-Veneer Crowns. *Dent Mater.* 2013 Feb;29(2):181-90.
30. Benetti, P; Kelly, Jr; Della Bona, A. Analysis Of Thermal Distributions In Veneered Zirconia And Metal Restorations During Firing *Dent Mater.* 2013 Nov;29(11):1166-72.
31. Benetti, P.; Kelly, J.R.; Sanchez, M.; Della Bona, A. Influence Of Thermal Gradients On Stress State Of Veneered Restorations. *Dent Mater.* 2014 May;30(5):554-63.
32. Preis, V.; Letsch, C.; Handel, G.; Berhr, M.; Scheneider-Feyrer, S.; Rosentritt, M. Influence Of Substructure Design, Veneer Application Technique, And Firing Regime On The In Vitro Performance Of Molar Zirconia Crowns. *Dent Mater.* 2013 Jul;29(7):E113-21.
33. Corazza, P. H.; Feitosa, S.A.; Borges, A.L.S.; Della Bona, A. Influência Da Angulação Do Preparo Coronário Na Resistência À Fratura De Restaurações Cerâmicas À Base De Y-Tzp *Dent Mater.* 2013 Mar;29(3):339-47.
34. International Organization For Standardization. 6872 Dentistry - Ceramic Materials. In; 2008.
35. Tholey, M.J; Swain, M.V And Thiel, N. Thermal Gradients And Residual Stresses In Veneered Y-Tzp Frameworks. *Dent Mater.* 2011 Nov;27(11):1102-10.
36. Della Bona, A; Anusavice, K.J; Dehoff, P.H. Weibull Analysis And Flexural Strength Of Hot-Pressed Core And Veneered Ceramic Structures. *Dent Mater.* 2003 Nov;19(7):662-9.

37. Borba, M; De Araújo, M.D; De Lima, E, Yoshimura, H.N, Cesar, P.F, Griggs, J.A. Flexural Strength And Failure Modes Of Layered Ceramic Structures. *Dent Mater.* 2011 Dec;27(12):1259-66.
38. Cesar, P.F.; Yoshimura, H.N.; Miranda Junior, W.G.; Okada, C. Correlation Between Fracture Toughness And Leucite Content In Dental Porcelains. *J Dent.* 2005 Oct;33(9):721-9.
39. Anusavice, K.J.; Dehoff, P.H.; Hojjatie, B.; Gray, A. Influence Of Tempering And Contraction Mismatch On Crack Development In Ceramic Surfaces. *J Dent Res.* 1989 Jul;68(7):1182-7.
40. Meira, J.B.C.; Reis, B.R.; Tanaka, C.B.; Ballester, R.Y.; Cesar, P.F.; Versluis, A.; Swain, M.V. Residual Stresses In Y-Tzp Crowns Due To Changes In The Thermal Contraction Coefficient Of Veneers. *Dent Mater.* 2013 May;29(5):594-601.
41. Bansal, N.P.; Doremus R.H. *Handbook Of Glass Properties.* Orlando: Academic Press; 1986.
42. Weibull, W. A Statistical Theory Of The Strength Of Materials. *Ing Vetensk Akad Proc* 1939;151:1-45.
43. Denry, I.L; Mackert Jr, J.R; Holloway, J.A; Rosenstiel, S.F. Effect Of Cubic Leucite Stabilization On The Flexural Strength Of Feldspathic Dental Porcelain. *J J Dent Res.* 1996 Dec;75(12):1928-35.
44. Della Bona A., *Adesão Às Cerâmicas: Evidências Científicas Para O Uso Clínico.* São Paulo: Artes Médicas, 2009.
45. Weeks, E.R.; Crocker, J.C.; Levitt, A.C.; Schopeld, A.; Weitz, D.A. Three-Dimensional Direct Imaging Of Structural Relaxation Near The Colloidal Glass Transition. *Science.* 2000 Jan 28;287(5453):627-31.

46. Schall,P.; Weitz,D.A.; Spaepen, F. Structural Rearrangements That Govern Flow In Colloidal Glasses. *Science*. 2007 Dec 21;318(5858):1895-9.
47. Dehoff, P.H.; Anusavise J. Viscoelastic Finite Element Stress Analysis Of The Thermal Compatibility Of Dental Bilayer Ceramic Systems. *Int J Prosthodont*. 2009 Jan-Feb;22(1):56-61.
48. Anusavice, K.J. Phillips, *Materiais Dentários*. São Paulo: Elsevier, 2005.
49. Mackert J.R, Jr.; Evans, A.L. Effect Of Cooling Rate On Leucite Volume Fraction In Dental Porcelains. *J Dent Res*. 1991 Feb;70(2):137-9.
50. Tang, X; Nakamura, T; Usami, H; Wakabayashi, K And Yatani, H. Effects Of Multiple Firings On The Mechanical Properties And Microstructure Of Veneering Ceramics For Zirconia Frameworks. *J Dent*. 2012 May;40(5):372-80.
51. Morena R., Lockwood, P.E., Fairhurst, C. W. Fracture Toughness Of Commercial Dental Porcelains. *J Dent Res* 1986;65(7):993-7.
52. Yoshimura, H.N.; Cesar, P.F.; Miranda, W.G.; Gonzada, C.C.; Okada, C.Y.; Goldenstein, H. Fracture Toughness Of Dental Porcelains Evaluated By If, Scf, And Sepb Methods. *J Dent*. 2005 Oct;33(9):721-9.
53. Della Bona, A. Characterizing ceramics and interfacial adhesion to resin: I- The relationship of microstructure, composition, properties and fractography. *J Appl Oral Sci* v. 13, n.1, p.1-9, 2005.

