

UNIVERSIDADE DE PASSO FUNDO

Rodrigo Ottoni

**COMPORTAMENTO DE FADIGA DE UMA
CERÂMICA À BASE DE SILICATO DE
LÍTIO E ZIRCÔNIA – MÉTODO *BOUNDARY*
VS. *STAIRCASE***

Passo Fundo

2017

Rodrigo Ottoni

**COMPORTAMENTO DE FADIGA DE UMA
CERÂMICA À BASE DE SILICATO DE
LÍTIO E ZIRCÔNIA – MÉTODO *BOUNDARY*
VS. *STAIRCASE***

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 profa. Dra. Márcia Borba

Passo Fundo

2017

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 DO AUTOR

Rodrigo Ottoni nascido em 04 de julho de 1991 em Soledade-RS. Graduado em Odontologia pela Faculdade de Odontologia da Universidade de Passo Fundo – Passo Fundo, RS (2009 – 2014). Atualmente cirurgião-dentista atuando em consultório particular. Cursando especialização em Dentística Restauradora no Centro de Ensino Odontológico Meriodinal (CEOM), Passo Fundo, RS.

OFERECIMENTOS E AGRADECIMENTOS

Primeiramente gostaria de agradecer à Deus pela vida e por ter me abençoado com uma caminhada cheia de saúde e luz.

À toda minha família que sempre me apoiou em todos os momentos e que muitas vezes foram o meu descanso nos finais de semana após dias intensos de estudos. Aos meus pais Wilson e Evanir que nunca mediram esforços para me ajudar e que sempre estão comigo, vocês são o meu maior exemplo e muito do que eu sou hoje é graças a vocês. Aos meus irmãos Greice e Luiz Henrique, cunhados Elenice e Sidnei e sobrinhos Alice, Emely, Pedro Henrique e Ariel agradeço pelo carinho e companheirismo sempre, amos todos vocês.

À minha namorada Larissa por todo o apoio, amor, carinho, paciência nos momentos mais difíceis e pela ajuda em todos os momentos, te amo muito.

À minha orientadora Profa. Dra. Márcia Borba por todos os ensinamentos, paciência, organização e incentivo

durante todos os momentos deste trabalho, sem você eu não conseguiria, muito obrigado.

Aos meus colegas do mestrado pela amizade e convivência durante esses dois anos, foi muito legal passar esse tempo com vocês.

Ao Cristiano, Júlia, Kátia, Oscar, Rodrigo Alessandretti e Suzane por toda amizade, convivência durante todo esse tempo e é claro pelos almoços e jantas que sempre rendem boas risadas.

À Fabiana Pimentel por toda sua dedicação, carinho e principalmente por representar um porto seguro, uma mãe muitas vezes, com palavras especiais e iluminadas.

Ao laboratório Coral pelo auxílio à esse trabalho e pela amizade.

Ao André, Fernando e Luis, funcionários da faculdade de Engenharia Mecânica da UPF pela contribuição neste trabalho.

À agência de fomento Capes pelo suporte financeiro.

E a todos aqueles não citados que contribuíram de alguma forma para a realização deste trabalho.

SUMÁRIO

BIOGRAFIA DO AUTOR	5
OFERECIMENTOS E AGRADECIMENTOS	7
SUMÁRIO	9
LISTA DE TABELAS	11
LISTA DE FIGURAS	13
LISTA DE ABREVIATURAS	17
1. INTRODUÇÃO	23
2. REVISÃO DE LITERATURA	27
2.1 Cerâmicas.....	27
2.2 Fadiga Cíclica	43
3. PROPOSIÇÃO	49
3.1. Objetivos gerais	49
3.2. Objetivos específicos	49
4. MATERIAIS E MÉTODOS	51
4.1 Confeção dos corpos-de-prova.....	51
4.2 Ensaio de Flexão em Três Pontos e Análise de Weibull	56
4.3 Ensaio de Fadiga	58
4.3.1 Método <i>Boundary</i>	60
4.3.2 Método <i>Staircase</i>	62
4.4 Dureza Vickers.....	63
4.5 Fractografia e Espectroscopia por Dispersão de Energia (EDS) ..	64

5. RESULTADOS	67
5.1 Resistência Flexural e Microdureza	67
5.2 Fadiga – Método <i>Boundary</i>	67
5.3 Fadiga – Método <i>Staircase</i>	72
5.4 Fadiga – Estimativas de Probabilidade de Falha (P_f)	75
5.5 Análise Microestrutural	77
5.6 Análise Fractográfica	80
6. DISCUSSÃO	85
6.1 Caracterização microestrutural e mecânica da ZLS	85
6.2 Ensaio de Fadiga.....	87
6.2 Degradação da resistência mecânica	89
7. CONCLUSÕES	91
REFERÊNCIAS	93
ARTIGO A SER SUBMETIDO.....	101

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Ciclo de cristalização da ZLS.....	56
Tabela 2. Média de resistência flexural (σ_f) e microdureza (VH) acompanhadas dos desvio-padrão (DP), resistência característica (σ_0) e módulo de Weibull (m) com seus respectivos intervalos de confiança (IC 95%).	67
Tabela 3. Valores de resistência à flexão para uma probabilidade de falha de 50% ($\sigma_{50\%}$) e 5% ($\sigma_{5\%}$) dos dados de resistência à flexão em três pontos e teste de fadiga pelo método boundary (MPa).....	70
Tabela 4. Valores de resistência à flexão para uma probabilidade de falha de 50% ($\sigma_{50\%}$) obtidos com o ensaio de fadiga pelo método staircase, e respectivos desvios-padrão (DP), e pelo método boundary (MPa).	74
Tabela 5. Probabilidade de falha (%) e intervalo de confiança de 90% (IC90%) para diferentes tensões e tempos de vida utilizando os dados de fadiga.....	76

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Fluxograma do delineamento experimental do estudo.....	51
Figura 2. Blocos de ZLS (VITA Suprinity) para CAD-CAM.....	52
Figura 3. Cortadeira metalográfica.....	52
Figura 4. Corte do pino metálico do bloco.....	53
Figura 5. Corte na maior espessura do bloco.	53
Figura 6. Cortes na menor espessura do bloco.....	54
Figura 7. Corpos-de-prova posicionados no forno antes da cristalização.....	55
Figura 8. Corpos-de-prova imediatamente após o ciclo térmico.....	55
Figura 9. Corpo-de-prova posicionado no dispositivo de flexão em três pontos.	57
Figura 10. Fratura do corpo-de-prova após ensaio.....	57
Figura 11. Máquina de ciclagem mecânica utilizada no teste de fadiga.....	58
Figura 12. Barra posicionada no dispositivo com o pistão em contato na configuração de flexão em três pontos.	59
Figura 13. Dez corpos-de-prova em posição para o ensaio de fadiga com a técnica boundary.....	61
Figura 14. Um corpo-de-prova em posição para o ensaio de fadiga com a técnica staircase.....	63
Figura 15. Endentação Vickers na superfície da ZLS.....	64
Figura 16. Barras em posição para deposição do ouro.....	65

Figura 17. Condicionamento com ácido hidrofúorídrico 10% da ZLS para análise EDS.	65
Figura 18. Protocolo de fadiga pelo método boundary para 10^3 ciclos. Os corpos-de-prova marcados com um círculo azul sobreviveram ao ensaio.....	68
Figura 19. Protocolo de fadiga pelo método boundary para 10^4 ciclos. Os corpos-de-prova marcados com um círculo azul sobreviveram ao ensaio.....	69
Figura 20. Gráfico de Weibull para os dados de resistência à flexão em três pontos (cada ponto corresponde a um corpo-de-prova) e resistência à fadiga para 10^3 e 10^4 ciclos (cada ponto corresponde a 10 corpos-de-prova). O valor de a_i é a diferença entre a resistência obtida no teste de flexão e de fadiga.....	71
Figura 21. Gráfico de Weibull com os dados de resistência à fadiga para 10^3 e 10^4 ciclos ajustados a curva de resistência à flexão em três pontos.	72
Figura 22. Protocolo de fadiga pelo método staircase para 10^3 ciclos. Os corpos-de-prova marcados com um círculo azul sobreviveram ao ensaio.....	73
Figura 23. Protocolo de fadiga pelo método staircase para 10^4 ciclos. Os corpos-de-prova marcados com um círculo azul sobreviveram ao ensaio.....	74
Figura 24. Degradação da resistência após fadiga pelos métodos boundary e staircase. O ponto 1 corresponde ao ensaio de flexão em três pontos, o ponto 2 a fadiga após 10^3 ciclos e o ponto 3 após 10^4 ciclos.....	75
Figura 25. Espectro de uma amostra de ZLS com os respectivos componentes espalhados pela matrix.	78
Figura 26. Porcentagem dos componentes presentes no material.....	79
Figura 27. Espectro do zircônio mostrando que está distribuído em todo material.....	79
Figura 28. Imagem ampla da superfície de fratura de um corpo-de-prova testado em flexão em três pontos. Pode-se observar marcas como a compression curl (CC) e hackle lines (HL) indicando a origem da fratura (caixa amarela).....	81

Figura 29. A seta azul aponta para o local de origem da fratura no corpo-de-prova da imagem 28.	81
Figura 30. Imagem ampla da superfície de fratura de um corpo-de-prova testado em fadiga pelo método boundary. Pode-se observar marcas como compression curl (CC) e hackle lines (HL) indicando a origem da fratura (caixa amarela).	82
Figura 31. A seta azul aponta para o local de origem da fratura no corpo-de-prova da imagem 30.	82
Figura 32. Imagem ampla da superfície de fratura de um corpo-de-prova testado em fadiga pelo método staircase. Pode-se observar marcas como compression curl (CC) e hackle lines (HL) indicando a origem da fratura (caixa amarela).	83
Figura 33. A seta azul aponta para o local de origem da fratura no corpo-de-prova da imagem 32.	83

LISTA DE ABREVIATURAS

ZLS = Vitrocerâmica à base de silicato de lítio e zircônia.
LD = Vitrocerâmica à base de dissilicato de lítio.
Y-TZP = Zircônia tetragonal estabilizada por ítria.
CAD/CAM = *Computer aided design/computer aided manufacturing*.
LTD = *Low temperature degradation*.
SCG = *Slow crack growth*.
HF = Ácido hidrófluorídrico.
HV = Dureza Vickers.
MEV = Microscópio eletrônico de varredura.
EDS = Espectroscopia por dispersão de energia.
P = Carga de fratura.
l = Distância entre os apoios do dispositivo de flexão em três pontos
w = Largura do corpo-de-prova (mm).
b = Espessura do corpo-de-prova (mm).
i = Número de corpos-de-prova que falharam até o número pré-determinado de ciclos em σ_1 .
n = Número total de corpos-de-prova testados em σ_1 .
S = Constante escolhida para minimizar a chance de que todos ou nenhum corpo-de-prova falhem em σ_2 .
m = Módulo de Weibull.
 P_f = Probabilidade de falha.
 σ_{Pf} = Amplitude de estresse correspondente a 5% ou 50% de falha.
 σ_{th} = Estresse limite ($P_f = 0$).
 σ_0 = Resistência característica.
 σ = Resistência flexural.
IQ = Intervalo interquartil.
IC = Intervalo de confiança.
 $\sigma_{inicial}$ = Amplitude de estresse para o primeiro corpo-de-prova.
 σ_1 = Primeira amplitude estresse.
 σ_2 = Segunda amplitude de estresse.

$\sigma_{50\%}$ = Estresse para uma probabilidade de falha de 50%.
 $\sigma_{5\%}$ = Estresse para uma probabilidade de falha de 5%.
 δ = Valor de incremento de estresse.

RESUMO

Objetivo: Avaliar o comportamento de fadiga de uma cerâmica à base de silicato de lítio e zircônia (ZLS - VITA Suprinity, Vita Zahnfabrik), utilizando os métodos “*boundary*” e “*staircase*”. **Métodos:** Foram confeccionadas cento e vinte e cinco barras de cerâmica ZLS com as dimensões de 18 mm x 4 mm x 1,2 mm. Trinta corpos-de-prova foram testados em flexão em três pontos utilizando uma máquina de ensaio universal, em água destilada a 37°C. Os dados de flexão foram analisados com estatística de Weibull. Noventa e cinco barras foram submetidas aos ensaios de fadiga cíclica pelos métodos *boundary* e *staircase*. Os ensaios de fadiga foram realizados em uma máquina de ciclagem pneumática, com uma frequência de 2 Hz, em água destilada a 37°C. Dois tempos de vida foram avaliados em cada método, 10^3 e 10^4 ciclos. A dureza Vickers (HV) foi avaliada em um microdurômetro com uma carga de 4,9 N por 20 s. Foi realizada análise fractográfica e análise de EDS dos corpos-de-prova. **Resultados:** A ZLS obteve resistência flexural média de 178 MPa, módulo de Weibull de 4 e HV de 680 MPa. Após 10^3 ciclos, para ambos os métodos, houve uma degradação de 78% da resistência à flexão inicial. Não houve uma degradação significativa quando o tempo de ciclagem aumentou de 10^3 para 10^4 ciclos. Tanto para o método *staircase* como para o *boundary*, a resistência para uma probabilidade de falha de 50% ($\sigma_{50\%}$) após 10^3 ciclos foi de 39 MPa. Após 10^4 ciclos $\sigma_{50\%}$ foi de 34 MPa no método *boundary* e

37 MPa no método *staircase*. A origem das falhas foi localizada na superfície de tração dos corpos-de-prova. O EDS revelou a presença de 11,8% de zircônio na ZLS. **Conclusão:** A ZLS apresentou significativa degradação das propriedades mecânicas em fadiga. Houve uma boa concordância entre os dois métodos de fadiga investigados.

Palavras-chave: cerâmica, fadiga, projeto auxiliado por computador.

ABSTRACT¹

Aim: To evaluate the fatigue behavior of zirconia-reinforced lithium silicate ceramic (ZLS - VITA Suprinity, Vita Zahnfabrik), using the boundary and staircase methods. **Methods:** One hundred and twenty five ZLS ceramic bars with the dimensions of 18 mm x 4 mm x 1.2 mm were produced. Thirty specimens were tested for three-point bending using a universal testing machine in 37°C distilled water. Flexural strength data were analysed using Weibull statistics. Ninety five bars were subjected to cyclic fatigue using boundary and staircase methods. Fatigue tests were performed on a pneumatic cycling machine with a frequency of 2 Hz in 37°C distilled water. Two lifetimes were evaluated in each method, 10^3 and 10^4 cycles. Vickers hardness (HV) was evaluated using a microdurometer with a load of 4.9 N for 20 s. Fractographic analysis and EDS analysis of the specimens were also performed. **Results:** ZLS obtained a mean flexural strength of 178 MPa, Weibull modulus of 4 and HV of 680 MPa. After 10^3 cycles, for both methods, there was a degradation of 78% of the initial flexural strength. There was no significant degradation when the cycling time increased from 10^3 to 10^4 cycles. For both the staircase and boundary methods, the stress for a failure probability of 50% ($\sigma_{50\%}$) after 10^3 cycles was 39

¹ Fatigue behavior of zirconia-reinforced lithium silicate ceramic– boundary vs. staircase method

MPa. After 10^4 cycles $\sigma_{50\%}$ was 34 MPa in the boundary method and 37 MPa in the staircase method. The failure origin was located on the specimens surface subjected to tensile stresses. EDS revealed the presence of 11.8% of zirconium in ZLS composition. **Conclusion:** ZLS presented significant degradation of mechanical properties in fatigue. There was a good agreement between the two fatigue methods investigated.

Key words: ceramic, fatigue, CAD/CAM.

1. INTRODUÇÃO

Uma quantidade crescente de restaurações cerâmicas estão sendo usadas na odontologia restauradora tentando suprir as exigências estéticas e de biocompatibilidade. Os principais objetivos da introdução de novas cerâmicas odontológicas são a melhoria das propriedades mecânicas e da qualidade de fabricação, utilizando materiais com alto conteúdo cristalino e técnicas de fabricação como, por exemplo, o CAD/CAM (*computer aided design/computer aided manufacturing*) (LOHBAUER *et al.*, 2008; SILVA *et al.*, 2011).

A utilização da zircônia policristalina tetragonal estabilizada por ítria (Y-TZP), como infraestrutura, significou uma melhora do comportamento mecânico das restaurações totalmente cerâmicas. Devido a opacidade da Y-TZP, geralmente, é necessário um recobrimento com cerâmicas vítreas para alcançar uma estética apropriada (THOMPSON *et al.*, 2011). Entretanto, o lascamento ou delaminação da cerâmica de recobrimento tem sido reportada como a falha mais frequente em coroas unitárias cerâmicas multi-camadas usando Y-TZP (GUERLONE *et al.*, 2014; HAFF *et al.*, 2015), com taxa de falha anual de 1,84 e com sobrevivência após cinco anos de 91,2%. Uma opção, principalmente para a região anterior, seria utilizar cerâmicas parcialmente cristalinas de forma monolítica, como as vitrocerâmicas à base de dissilicato de lítio e reforçada com leucita. A literatura sugere para esse tipo de restauração

taxa anual de falha de 0,69 e sobrevivência em 5 anos de 96,6%, sendo a fratura catastrófica a falha mais frequente (SAILER *et al.*, 2015).

Assim, com o objetivo de obter uma cerâmica com boas propriedades ópticas e mecânicas para confeccionar restaurações monolíticas, foi introduzida no mercado a cerâmica à base de silicato de lítio e zircônia (ZLS - Vita Suprinity, Vita Zahnfabrick, Bad Säckingen, Alemanha) para CAD/CAM. Essa cerâmica é indicada para a fabricação de *inlays*, *onlays*, coroas parciais, facetas, coroa unitária anterior e posterior suportada por dente ou implante. Esta nova cerâmica apresenta uma microestrutura dual com uma fase muito fina de cristais de meta-silicato de lítio e dissilicato de lítio (0,5 a 0,7 μm) e uma matriz vítrea contendo zircônia. A ZLS apresenta tenacidade à fratura de 2,31 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ e resistência à flexão em três pontos de 443 MPa, módulo de Weibull de 13,41, módulo de elasticidade de 70,44 GPa e dureza de 6,53 GPa (ELSAKA & ELNAGHY, 2016). Ainda, apresenta resistência de união a cimentos resinosos entre 20 e 30 MPa (HU *et al.*, 2016; SATO *et al.*, 2016). Porém, para esta cerâmica, ainda faltam estudos utilizando metodologias que simulem de forma mais realista as condições de serviço das restaurações.

Dentre os vários testes laboratoriais disponíveis para investigar o comportamento mecânico dos materiais está o teste de fadiga que simula, o mais próximo possível, o que ocorre no ambiente oral. O processo de fadiga ocorre, no caso das cerâmicas, quando são submetidas a baixas tensões ao longo do tempo, em ambiente úmido, levando ao crescimento lento e subcrítico da trinca, até que a mesma alcance um tamanho crítico, ocasionando uma falha na estrutura. Esse processo é equivalente ao que ocorre no ambiente oral durante a

mastigação. Portanto, dados de fadiga dos materiais são importantes para a prática clínica (WISKOTT *et al.*, 1995; BARAN *et al.*, 2001; TAKANO *et al.*, 2012). Por outro lado, os testes convencionais de fadiga são demorados e requerem uma grande quantidade de corpos-de-prova. Por isso foram desenvolvidas algumas técnicas para otimizar esses testes, entre elas a “técnica *boundary*” e a “técnica *staircase*”, que são métodos acelerados de fadiga. Porém, não há muita informação na literatura para embasar o pesquisador a respeito da escolha do método mais eficiente.

Portanto, este estudo visou caracterizar o comportamento de fadiga desta nova cerâmica à base de silicato de lítio e zircônia para estimar de forma mais confiável o seu comportamento clínico. Ainda, pretende-se identificar as vantagens e limitações de cada método de fadiga.

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Cerâmicas

As cerâmicas são compostos inorgânicos com propriedades não metálicas comumente formado por elementos metálicos e não – metálicos. A cerâmica odontológica é especificamente formulada para constituir toda ou parte da restauração ou prótese dentaria. Elas possuem propriedades químicas, mecânicas, físicas e térmicas que as distinguem de outros materiais, tais como metais e polímeros (DELLA BONA, 2009; CALLISTER, 2000).

As propriedades das cerâmicas são desenvolvidas especialmente para a aplicação odontológica por meio de um controle rígido do tipo e quantidade de componentes usados na sua produção. As cerâmicas normalmente não reagem com a maioria dos líquidos, gases, substâncias alcalinas e ácidas, e também permanecem estáveis por um longo período. Portanto apresentam alta biocompatibilidade com os menores índices de aderência de placa. As cerâmicas odontológicas exibem uma resistência à flexão e tenacidade à fratura de moderada a excelente. Ainda, tem estética excelente e duradoura, e apresentam propriedades como a dureza, a densidade, a condutividade térmica e o coeficiente de expansão térmica muito semelhantes com o esmalte dentário (DELLA BONA *et al.*, 2012; ANUSAVICE, 2005; DELLA BONA, 2009; CALLISTER, 2000).

A utilização de cerâmicas em restaurações dentárias tem aumentado consideravelmente nos últimos anos. Elas têm sido usadas para a confecção de uma ampla variedade de restaurações como coroas anteriores e posteriores, facetas e lentes de contato, pinos, braquetes ortodônticos, próteses parciais fixas, *inlays*, *onlays*, implantes e pilares de implantes. Este fato se deve principalmente às propriedades já citadas, como biocompatibilidade, resistência ao desgaste e estética (AMOROSO *et al.*, 2012; ANUSAVICE, 2005).

Embora as cerâmicas sejam resistentes, elas são friáveis e podem sofrer fratura quando flexionadas ou expostas seguidamente ao calor e ao frio (ANUSAVICE, 2005; DELLA BONA, 2009). Em comparação com as cerâmicas, as ligas utilizadas em odontologia são geralmente mais fortes e resistentes às fraturas quando submetidas a diferentes tipos de tensões (ANUSAVICE, 2005). Também podem causar desgaste abrasivo dos dentes naturais antagonistas (CARVALHO *et al.*, 2014). Assim, as cerâmicas podem apresentar alguns problemas inerentes ao procedimento clínico, ao laboratório dentário e ao próprio comportamento mecânico e propriedades físicas (DELLA BONA, 2009).

Sistemas CAD/CAM (*Computer aided design/computer aided manufacturing*) foram introduzidos na Odontologia com o objetivo de automatizar a produção e padronizar a qualidade das restaurações dentárias. O primeiro sistema de CAD/CAM desenvolvido foi o CEREC (Sirona Dental Sistemas, Bensheim, Alemanha) permitindo a verificação da situação oral e fabricação digitalizada e automatizada de restaurações de cerâmica pura. O processo de produção das restaurações dentárias ocorre em três fases: (1) digitalização do preparo; (2) desenho digital da restauração (CAD) e (3) usinagem da peça (CAM). A digitalização pode

ser realizada diretamente na boca do paciente, por meio de câmeras intra-orais, ou através da digitalização do modelo do paciente. A imagem obtida é processada em um programa de computador, onde se estabelecem os limites da restauração, a anatomia e os contatos oclusais. Por fim, a restauração é produzida através do desgaste de um bloco pré-fabricado do material restaurados selecionado, através de instrumentos diamantados de corte (AHRBERG *et al.*, 2016).

As cerâmicas podem ser classificadas de acordo com a sua microestrutura em: predominante vítreas, vítreas reforçadas por partículas e policristalinas. As vítreas apresentam em sua composição uma matriz de feldspato. Esse tipo de cerâmica tem baixa resistência à fratura, mas uma excelente estética, sendo indicada a confecção de coroas unitárias, facetas, *inlays*, *onlays*, e recobrimento de infraestruturas. As cerâmicas vítreas reforçadas por partículas apresentam uma matriz vítrea e componentes cristalinos são adicionados visando melhorar propriedades mecânicas (ex: leucita, óxido de alumínio, óxido de zircônio, silicato de lítio e dissilicato de lítio). As cerâmicas policristalinas não apresentam matriz vítrea e tem componentes densamente arranjados em uma estrutura cristalina, conferindo maior tenacidade à fratura e resistência. Entretanto, têm propriedades ópticas inferiores, sendo indicadas, geralmente, para a confecção de infraestruturas de coroas unitárias e próteses parciais fixas (KELLY, 2004; KELLY, 2008; DELLA BONA, 2009).

Destaca-se como o principal tipo de cerâmica policristalina a cerâmica à base de zircônia. Este material foi empregado, inicialmente, na área médica pelos ortopedistas devido às excelentes propriedades mecânicas do material e biocompatibilidade (DELLA BONA *et al.*,

2012; GOMES *et al.*, 2008). A zircônia pode assumir três formas cristalográficas dependendo da temperatura. A estrutura é monoclinica desde a temperatura ambiente até 1.170 °C; tetragonal entre 1.170 e 2370 °C; e cúbica acima de 2.370 °C até o ponto de fusão. Durante o resfriamento, a passagem da fase tetragonal para a monoclinica é acompanhada por um aumento considerável no volume (aproximadamente 4,5%), o qual é suficiente para ocasionar a falha catastrófica do material. Portanto, são adicionados óxidos para estabilizar a fase tetragonal a temperatura ambiente, permitindo o uso como material estrutural (DELLA BONA *et al.*, 2012).

Assim, surgiu a zircônia tetragonal estabilizada por ítria (Y-TZP), que é uma zircônia com adição de óxido de ítria com o objetivo de estabilizar a fase tetragonal na temperatura ambiente, gerando um material polifásico. A estabilização na fase tetragonal é responsável pela alta tenacidade à fratura da Y-TZP. Não possui fases vítreas devido à microestrutura policristalina, o que evita o fenômeno de sua degradação ou desestabilização pela saliva e consequente aumento da propagação de trincas. Apresenta resistência à flexão maior em relação as demais cerâmicas, variando de 840 a 911 MPa, e tenacidade à fratura em torno de 6,5-7,4 MPa.m^{1/2} (GUAZZATO *et al.*, 2004; BORBA *et al.*, 2011). O módulo de elasticidade da Y-TZP é de, aproximadamente, 220 GPa e a dureza é de 12 GPa (GUAZZATO *et al.*, 2004).

Com propriedades mecânicas superiores às demais cerâmicas, a zircônia Y-TZP ampliou as indicações das próteses cerâmicas para próteses parciais fixas de mais do que três elementos em qualquer região bucal (MARTINS *et al.*, 2010; TAKANO *et al.*, 2012). Além disso, a Y-TZP também pode ser utilizada na confecção de pinos intrarradiculares,

braquetes ortodônticos, implantes dentários e pilares para implantes. (DELLA BONA *et al.*, 2012).

No entanto, a Y-TZP pode sofrer degradação em baixas temperaturas (*low temperature degradation - LTD*), sendo que este fenômeno ocorre na superfície da zircônia e pode degradar suas propriedades mecânicas. A zircônia é suscetível à degradação em ambientes com vapor d'água, umidade elevada e principalmente em ambientes aquosos, onde o efeito é mais catastrófico e ocorre em curtos períodos de tempo. Através do mesmo processo de transformação da fase tetragonal-monoclínica que melhora as propriedades da Y-TZP, pode também ocorrer a degradação dessas propriedades através do seu envelhecimento. A transformação de fase espontânea é acompanhada pelo surgimento de micro e macro trincas na superfície do material, onde a água ou o vapor d'água podem atuar sinergicamente neste mecanismo de envelhecimento (MARTINS *et al.*, 2010). Dessa forma, LTD é iniciada a partir de grãos de superfície isolados, com uma cascata posterior de eventos que gera microtrincas e estresse nos grãos vizinhos, favorecendo a penetração da água que é incorporada por meio de dissolução de ligações de Zr-O-Zr e preenchendo dos locais vazios de oxigênio, podendo resultar numa redução significativa da resistência e tenacidade da Y-TZP. Esse fenômeno também aumenta a rugosidade de superfície devido à presença de microtrincas mais extensas. Um problema que é ainda mais exacerbado quando ocorre a exposição de uma restauração a tensões cíclicas tais como mastigação (BORBA *et al.*, 2011).

Guazzato *et al.* (2004) investigaram as propriedades mecânicas e microestrutura de nove tipos de cerâmicas. Na segunda parte do estudo

foi avaliada a Y-TZP DC Zirkon, uma Y-TZP experimental, a In-Ceram Zircônia produzida pela técnica *slip-cast* e produzida por CAD-CAM. Observaram que a Y-TZP DC-Zirkon apresentou o melhor desempenho mecânico; os dois tipos de In-Ceram Zircônia tiveram resultados semelhantes e inferiores e a Y-TZP experimental teve desempenho intermediário. As superfícies da Y-TZP DC-Zirkon e da In-Ceram Zircônia produzida por CAD-CAM apresentaram uma quantidade significativa de fase monoclinica, 14% e 23% respectivamente, no entanto não houve diferença na resistência à fratura. Os autores concluíram que as cerâmicas odontológicas à base de zircônia são materiais mais fortes e mais tenazes do que as vitrocerâmica convencionais. Melhores propriedades podem ter influência positiva sobre o desempenho clínico de restaurações de cerâmica pura.

Borba *et al.* (2011) avaliaram o efeito da microestrutura nos parâmetros de Weibull e crescimento subcrítico de trincas (SCG) e no tempo de vida de três cerâmicas utilizadas como materiais para infraestrutura de próteses parciais fixas (PPF) (YZ - Vita In-Ceram YZ; IZ - Vita In-Ceram Zirconia; AL - Vita In-Ceram AL) e de duas porcelanas de recobrimento (VM7 e VM9). Corpos-de-prova em forma de barra foram confeccionados e testados em flexão em três pontos, em saliva artificial a 37 °C. Observaram que a Y-TZP e a alumina policristalina (AL) apresentaram alto teor cristalino e baixa porosidade (0,1-0,2%). A Y-TZP obteve o maior valor de resistência característica e as porcelanas apresentaram os menores valores (68-75 MPa). Exceto para a In-Ceram Zircônia e a porcelana VM7, os valores de módulo de Weibull foram semelhantes entre os materiais. A Y-TZP e a AL apresentaram a maior resistência ao SCG. Estimativas de tempo de vida

indicaram que a Y-TZP é o material com o melhor desempenho mecânico. Concluiu-se que a microestrutura influenciou o comportamento mecânico e a resistência ao SCG dos materiais estudados e, conseqüentemente, as previsões do tempo de vida clínico.

Outra cerâmica de destaque na Odontologia é classificada como parcialmente cristalina, a vitrocerâmica à base de dissilicato de lítio (LD). Essa cerâmica é composta por cristais de dissilicato de lítio ($\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$) (60 a 70% em volume) dispersos em uma matriz vítrea de forma interlaçada. O acréscimo dos cristais favoreceu as propriedades mecânicas sem comprometer as propriedades ópticas da cerâmica. Apresenta valores de resistência à flexão que variam entre 280 a 334 MPa e valor da tenacidade à fratura de, aproximadamente, $3,2 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ (BRISKI *et al.*, 2014). Já em outro estudo, usando o método de resistência a flexão em três pontos, os valores médios de resistência foram de 306 MPa, tenacidade à fratura de $2,9 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, módulo de elasticidade de 105 GPa e dureza de 5,3 GPa (GUAZZATO *et al.*, 2004).

As restaurações cerâmicas de LD podem ser fabricadas pela técnica da injeção (prensagem a quente) ou por CAD/CAM. Na técnica da injeção, um padrão de cera da infraestrutura ou da coroa a ser produzida é incluído em um molde refratário, este é inserido em um forno convencional para eliminar a cera, a 700°C por 30 minutos, criando um espaço para a vitrocerâmica preencher. Então, um conjunto formado pelo refratário, a pastilha da cerâmica e um pistão de alumina são inseridos no interior do forno, o qual introduz a cerâmica por meio de fluxo viscoso. A temperatura inicial é de 700°C e a temperatura final de 920°C para a injeção da cerâmica à base de dissilicato de lítio, a

injeção ocorre por 20 minutos em uma pressão de 5 bar (IVOCLAR VIVADENT).

A produção dos blocos para CAD/CAM passa por duas fases cristalinas: o dissilicato de lítio e o metassilicato de lítio, que ocorrem simultaneamente em um processo de dupla nucleação. No sistema CAD/CAM, o bloco usinado passa por um processo de cristalização em dois estágios. Na primeira fase os cristais de metassilicato de lítio são precipitados, resultando em uma faixa com cerca de 40% de cristais de metassilicato, e cria uma cor azul-violeta no bloco, o chamado “bloco azul”. Assim, essa precristalização permite que o bloco seja usinado facilmente, sem danos ao material ou desgaste excessivo da ponta diamantada. A cristalização final ocorre em forno específico à 850°C no vácuo, a fase de metassilicato é dissolvida e o dissilicato de lítio cristaliza e ocorre a conversão da cor azul do bloco precristalizado na cor do dente selecionado, com um tamanho de grão fino de aproximadamente 1,5 µm e 70% de cristais incorporados a matriz (FASBINDER *et al.*, 2010; REICH *et al.*, 2010).

A LD pode ser usada tanto como coroa monolítica, onde a restauração é confeccionada com uma camada do material e depois é feita a caracterização do mesmo, ou como infraestrutura para posterior recobrimento com porcelana (GUESS *et al.*, 2010). Devido à translucidez favorável, a variedade de cores e a alta resistência do material, essa cerâmica é indicada para *inlays*, *onlays*, coroas unitárias e facetas laminadas, e para infraestrutura de próteses fixas de três elementos anteriores até segundo pré-molar (AMOROSO *et al.*, 2012).

Drummond *et al.* (2000) avaliaram a resistência à flexão sob carga estática e cíclica e tenacidade à fratura de seis cerâmicas, quatro à

base de leucita, uma cerâmica feldspática e a LD. A resistência à flexão média da LD variou de 191 a 205 MPa, o que foi superior às demais cerâmicas que apresentaram valores entre 67 e 99 MPa. Quanto a tenacidade à fratura, as cerâmicas à base de leucita e feldspática variaram entre 1,1-1,9 MPa.m^{1/2} e para LD foi de 2,7 MPa.m^{1/5}. Concluíram que a LD teve resistência à flexão e tenacidade à fratura significativamente maior do que os demais materiais testados.

No primeiro estudo de Guazzato *et al.* (2004), foram avaliados o comportamento mecânico e a microestrutura de três vitrocerâmicas, IPS-Empress (reforçada com leucita), Empress 2 (LD) e uma vitrocerâmica experimental, e de uma cerâmica de alumina infiltrada com vidro (In-Ceram Alumina fabricada pela técnica do *slip-cast* e CAD-CAM). A vitrocerâmica reforçada com leucita teve a menor resistência à flexão, e os outros materiais foram superiores e semelhantes entre si. Os autores concluíram que, em geral, um aumento no teor cristalino de uma vitrocerâmica é acompanhada com um aumento da resistência à fratura e da tenacidade.

Gonzaga *et al.* (2009) compararam a tenacidade à fratura e o SCG de duas porcelanas (VM7 e d.SIGN), duas vitrocerâmicas (leucita e dissilicato de lítio) e uma cerâmica de alumina infiltrada com vidro (In-Ceram Alumina). Observaram que as cerâmicas In-Ceram Alumina e LD apresentaram maior tenacidade à fratura em comparação com a vitrocerâmica reforçada com leucita e as porcelanas. A In-Ceram Alumina apresentou a maior resistência ao SCG, seguida da LD, porcelana d.SIGN, vitrocerâmica reforçada com leucita e porcelana VM7, em ordem decrescente. Os autores concluíram que a In-Ceram Alumina e a LD apresentaram o melhor comportamento mecânico.

Silva *et al.* (2011) analisaram o desempenho *in vitro* e *in vivo* de restaurações de LD e Y-TZP. No estudo *in vitro*, coroas de LD, Y-TZP e metalocerâmicas foram submetidas a testes de fadiga pelo método *step-stress*, simulando a oclusão natural, com pistão aplicando carga deslizante sobre a cúspide disto-vestibular. Também avaliaram o desempenho clínico das restaurações de LD e Y-TZP após quatro e sete anos, respectivamente. Além disso, foi realizado um ensaio clínico controlado randomizado para analisar a perda volumétrica de esmalte dos elementos antagonistas às restaurações cerâmicas. Os resultados mostraram que as coroas de LD apresentaram maiores valores de carga até a falha por fadiga, na análise *in vitro*. Os resultados da avaliação *in vivo* mostraram que o desempenho clínico das restaurações de LD em quatro anos foi comparável à das coroas de Y-TZP em sete anos. Os resultados do ensaio clínico controlado randomizado mostraram que as coroas de LD não só eram resistentes ao desgaste, mas também desgastaram pouco a superfície do esmalte antagonista. Então, concluiu-se que as coroas de LD e Y-TZP são formas de tratamento clinicamente aceitáveis para reabilitar dentes que necessitam de restaurações com cobertura total.

Nordahl *et al.* (2015) avaliaram a resistência à fratura de coroas monolíticas de zircônia com alta e baixa translucidez e de coroas de LD. As coroas foram confeccionadas com espessuras de 0,3 mm, 0,5 mm, 0,7 mm, 1,0 mm e 1,5 mm. As coroas de LD foram produzidas em espessuras de 1,0 mm e 1,5 mm. Todas as coroas foram submetidas ao envelhecimento artificial. Constatou-se que a carga de fratura de ambas coroas de zircônia foram similares, sendo significativamente maior que

as coroas de LD. Na mesma espessura, a resistência à fratura de coroas de zircônia foi significativamente maior que coroas de LD.

Recentemente, através do CAD-CAM, foi desenvolvida uma nova técnica denominada "CAD-on" para produzir coroas unitárias e PPF utilizando uma infraestrutura de Y-TZP, uma vitrocerâmica à base de dissilicato de lítio e uma cerâmica de fusão, que é utilizada para unir as duas camadas de cerâmica. Partindo desse pressuposto, Basso *et al.* (2015) avaliaram a resistência flexural de estruturas cerâmicas monolíticas de Y-TZP (IPS e.max ZirCAD – Ivoclar Vivadent) e estruturas em três camadas CAD-on (IPS e.max ZirCAD/IPS e.max CAD Crystall./Connect/IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent). Encontraram resultados de resistência flexural semelhantes entre as configurações testadas, mas o sistema “CAD-on” apresentou valores de tenacidade à fratura maiores que a Y-TZP monolítica.

Assim, com o objetivo de unir as propriedades desejáveis do dissilicato de lítio e da zircônia, foi introduzida no mercado uma cerâmica à base de silicato de lítio reforçada com zircônia (ZLS - VITA SUPRINITY). Esta cerâmica é reforçada com 8 a 12% de zircônia. Os cristais de silicato de lítio formados são 4 a 8 vezes menores do que os cristais de dissilicato de lítio. A ZLS apresenta módulo de Weibull em torno de 8,9, o que sugere um material com qualidade uniforme e apresenta valores de resistência flexural próximos a 370 MPa. Além disso, também oferece boas características de processamento, tais como fácil usinagem e polimento. Ainda segundo o fabricante, este material possui boa translucidez, fluorescência e opalescência, proporcionando boas propriedades estéticas. Abrange uma ampla gama de indicações que

inclui coroas anteriores e posteriores, próteses sobre implante, facetas, inlays e onlays.

Segundo Kruger *et al.* (2013), a zircônia atua como agente de nucleação para o metasilicato de lítio ao gerar interfaces amorfas que induzem cristalização heterogênea. A ZLS apresenta uma microestrutura dual com uma fase muito fina de cristais de metasilicato de lítio (Li_2SiO_3) e dissilicato de lítio ($\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$) e uma matriz vítrea contendo óxido de zircônio resultando em cristais quatro a oito vezes menores de silicato de lítio (Denry & Kelly, 2014). Um estudo verificou em análise de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) que a ZLS apresenta uma estrutura cristalina fina e homogênea, enquanto a vitrocerâmica à base de dissilicato de lítio revelou finos cristais pontiagudos dispostos em uma matriz vítrea (Elsaka e Elnaghy, 2016).

Ramos *et al.* (2016) realizaram análise morfológica (SEM, EDS, XRD, FTIR) da ZLS e da LD. Os corpos-de-prova foram condicionados com ácido fluorídrico 5% por 20 s previamente às análises. Observaram para a LD picos de dissilicato de lítio e para a ZLS foram encontrados picos de monossilicato de lítio, silicato de alumínio e zircônia tetragonal (21%). Os cristais de dissilicato de lítio tinham aparência circular e, após o condicionamento da LD, ficaram largos e mais alongados. Já os cristais de silicato de lítio não foram observados antes do condicionamento da ZLS. Após o condicionamento, foram encontrados cristais de silicato de lítio de forma cilíndrica alongada e ligeiramente maiores e mais arredondados que LD, com óxido de zircônio distribuído por toda a matriz.

A microestrutura da ZLS é alcançada em dois estágios. A parte vítrea no primeiro estágio pré-cristalizado contém somente metasilicato

de lítio e é fácil de fabricar. O estágio final de cristalização, conduzindo à microestrutura dual com dissilicato de lítio, é obtida após curto período de queima a 840°C por 8 min (Denry & Kelly, 2014).

Alguns estudos avaliaram o comportamento mecânico da ZLS. Elsaka e Elnaghy (2016) avaliaram a tenacidade à fratura, a resistência flexural, o módulo de elasticidade e a dureza da ZLS e da LD. ZLS obteve maior tenacidade à fratura, resistência flexural, módulo de elasticidade e dureza do que a LD. A análise de Weibull mostrou um menor módulo de Weibull e maior resistência característica para ZLS do que LD. Assim, ZLS obteve melhor comportamento mecânico que LD. Segundo os autores, isto pode ser atribuído a incorporação de zircônia na composição de ZLS que reforça a matriz vítrea sem tornar o material mais opaco, o que lhe oferece maior resistência à fratura.

Outra investigação avaliou a susceptibilidade ao crescimento subcrítico de trincas (SCG) de quatro cerâmicas. LD e ZLS mostraram coeficientes de SCG semelhantes (n), que foram menores do que os obtidos para a cerâmica feldspática e um material híbrido. Estes resultados indicam que as diferenças microestruturais observadas entre LD e ZLS não afetaram o seu comportamento de crescimento lento de trincas. A partir da análise fractográfica, foi possível observar que as origens da fratura foram em sua maioria relacionadas com falhas estruturais nas superfícies dos materiais, e que a superfície de fratura de ZLS tem aspecto mais vítreo, enquanto que a de LD mostrou um aspecto áspero, indicando diferentes padrões de propagação de trincas desses materiais. A zircônia presente na ZLS não foi capaz de melhorar a sua resistência à fratura. Em relação ao módulo de elasticidade, LD e ZLS foram semelhantes (Ramos *et al.*, 2016).

Diferentes tratamentos de superfície e cimentos foram avaliados para identificar o melhor protocolo de adesão da ZLS. Hu *et al.* (2016) avaliaram a resistência de união de diferentes cerâmicas e cimentos resinosos, entre elas a ZLS. As cerâmicas ácido-sensíveis, como a ZLS, foram divididas em quatro grupos: Grupo I recebeu apenas polimento, silano e foram cimentadas com RelyX Unicem 2 Automix (3M/ESPE, Seefeld, Germany - RXU); Grupo II, III e IV foram condicionadas com ácido fluorídrico 5% por 60 s, silanizadas e cimentadas com RXU, MCE (Maxcem Elite, Kerr, Orange, CA, USA) e PCD (PermaFlow DC, Ultradent, South Jordan, UT, USA), respectivamente (n=10). Para as ácido-resistentes, os tratamentos de superfície foram: (1) polimento, (2) jateamento de partículas, (3) jateamento e condicionamento com ácido hidrófluorídrico 40% por 1h e cimentadas com RXU, MCE e PDC (n=10). Foram observadas diferenças significantes na rugosidade de superfície entre os materiais após os tratamentos. ZLS exibiu uma densa camada de microcristais na superfície e teve mais falhas adesivas. O ataque ácido criou uma superfície lisa com pequenas ranhuras, que pode ser atribuída a microestrutura com cristais densos e finos compactados, mas a resistência de união foi significativamente mais alta em relação as outras cerâmicas e ao grupo que recebeu polimento.

Sato *et al.* (2016) avaliaram o efeito do tratamento de superfície na resistência de união da ZLS. Blocos cerâmicos foram divididos em seis grupos de acordo com o tratamento de superfície: ácido fluorídrico 10% por 20 s (HF20); HF20 + envelhecimento (HF20tc); ácido fluorídrico por 40 s (HF40); HF40 + envelhecimento (10,000 ciclos térmicos, 5/55° C) (HF40tc); silicatização (CoJet) por 25 s, 2,5 bares, 15 mm de distância (CJ); CoJet + envelhecimento (CJtc). Todos corpos-de-

prova foram silanizados e blocos de resina composta foram cimentados com um cimento resinoso (Panavia F). Foi encontrada influência do tipo de condicionamento de superfície, do envelhecimento e da interação entre os fatores. A adesão nos grupos com HF foi estável, já para CJ o envelhecimento afetou significativamente a adesão. As falhas foram predominantemente adesivas entre a cerâmica e o cimento. A rugosidade foi alterada após o tratamento de superfície e o ângulo de contato aumentou após silanização. Assim, concluíram que o jateamento não foi eficiente no aumento da resistência de união e o ataque com ácido fluorídrico por 20 ou 40 segundos foi igualmente eficiente na adesão entre o cimento resinoso e a ZLS.

Preis *et al.* (2015) investigaram a influência do tipo de cimento (cimento de ionômero de vidro, cimento resinoso convencional e auto-adesivo) na carga de fratura e adaptação marginal de coroas de ZLS e de DL. As coroas foram tratadas com ácido fluorídrico 5% por 20 s para DL e 30 s para ZLS e silanizadas por 60 s. Foi realizada termociclagem e carregamento mecânico com dentes humanos antagonistas (TCML: 3000 x 5° C / 3000 x 55° C; 1,2 x 10⁶ ciclos, 50 N). As falhas predominantes foram fratura da coroa. Concluíram que ZLS tem alta resistência ao envelhecimento, alta carga de fratura e boa adaptação marginal. Portanto, coroas de ZLS podem ser comparadas clinicamente com coroas de DL sem restrições quanto a aplicação clínica. Todos os cimentos usados nesta pesquisa mostraram-se eficazes para a cimentação de coroas de ZLS.

Já que a ZLS foi introduzida a pouco tempo no mercado, ainda não estão disponíveis dados de estudos clínicos, apenas relatos de caso. Assim, Rinke *et al.* (2015) relataram um caso de tratamento com

restaurações cerâmicas monolíticas de ZLS usando um sistema totalmente digital. O paciente necessitava de tratamento protético nos dentes 46 (coroa unitária) e 45 (inlay), sendo os preparos confeccionados com desgaste de 1 a 1,2 mm. As restaurações foram provadas e ajustadas em boca. Para cimentação, a superfície interna das restaurações foi condicionada com ácido fluorídrico 5% por 20 s e silanizada por 60 s; nos dentes foi aplicado ácido fosfórico por 30 s, lavado por 60 s, aplicado sistema adesivo e fotoativado. A peça foi cimentada com cimento resinoso dual.

Outro caso clínico de uma coroa parcial cerâmica de ZLS sobre o segundo pré-molar inferior esquerdo foi relatado por Rinke *et al.* (2016). O preparo foi realizado com 1,0 a 1,2 mm de desgaste oclusal e 1,0 mm nas faces livres. O dente preparado, os dentes vizinhos e os antagonistas foram escaneados e a coroa foi fabricada através do sistema CAD-CAM. A coroa foi condicionada com ácido fluorídrico 5% por 30 s, que foi removido com spray de ar/água e seca; aplicado silano por 60 s, adesivo e a peça foi cimentada. Foram realizados os ajustes necessários e após duas semanas o paciente não apresentava sensibilidade e a restauração estava adequada. Segundo os autores, a ZLS oferece uma boa combinação de alta resistência e ótimas propriedades ópticas e o processamento totalmente digital das próteses diminui as chances de erro. Assim, o desenvolvimento da vitrocerâmica à base de silicato de lítio e zircônia ilustra a busca por cerâmicas que ofereçam adequada translucidez combinada com propriedades mecânicas superiores (Denry & Kelly, 2014).

2.2 Fadiga Cíclica

Fadiga é o processo de falha que ocorre quando os materiais são sujeitos a tensões ou deformações por um período de tempo. As falhas mais frequentes são fratura, perda de continuidade ou desgaste. As tensões aplicadas podem ser estáticas (constante ao longo do tempo), dinâmicas (taxas de carregamento constantes) ou cíclicas (tensão varia ao longo do tempo) (BARAN et al., 2001). Em materiais frágeis, tais como cerâmicas, carga cíclica conduz à propagação de pequenas trincas, levando a fratura em níveis relativamente baixos de tensão.

Lohbauer *et al.*, (2007) avaliaram os parâmetros de crescimento subcrítico de trincas (SCG) *in vitro* de uma vitrocerâmica reforçada com leucita e correlacionaram com observações clínicas de 12 anos de acompanhamento de um estudo clínico prospectivo. Foi desenhado um gráfico de tensão-probabilidade de falha-tempo (SPT) utilizando dados de um teste laboratorial de flexão em quatro pontos com fadiga dinâmica. Foi realizado um acompanhamento clínico por 12 anos do mesmo material. Fraturas, lascamentos e falhas marginais foram descritas. As taxas de falha foram calculadas de acordo com a estatística de sobrevivência *Kaplan-Meier*. A média de resistência à flexão inerte da vitrocerâmica reforçada com leucita foi de 134 MPa e o módulo de *Weibull* de 8,1. A taxa de sobrevivência clínica caiu de 100% (1 ano) para 93% (4 anos), 92% (8 anos) e 86% após 12 anos. A incidência de defeitos como lascamento e fraturas marginais aumentou de 1%, no início do estudo, para 7%, após 4 anos, 26%, após 8 anos, e 57%, após 12 anos. Assim, os autores concluíram que o método de fadiga dinâmica deve ser visto como uma ferramenta para avaliar materiais dentários, uma vez que simula a função dental real.

O uso de cargas cíclicas nos testes laboratoriais pode ser eficaz para estimar o comportamento mecânico das cerâmicas durante o uso clínico (TAKANO *et al.*, 2012). Assim, os ensaios de fadiga cíclica são uma alternativa aos ensaios tradicionais de teste das propriedades mecânicas dos materiais dentários, reproduzindo uma condição mais próxima do que ocorre clinicamente (WISKOTT *et al.*, 1995).

Dentre os testes de fadiga cíclica podemos citar os métodos acelerados, que foram criados para otimizar o tempo dos testes convencionais de fadiga, e são denominados como método da escada (*staircase*), técnica *boundary* e técnica *step-stress*.

Um dos métodos empregados para determinar a resistência à fadiga é o método da escada (“*staircase method*” ou “*up and down method*”). Nesse método, o número de ciclos é previamente fixado e os corpos-de-prova recebem inicialmente tensões menores do que a tensão máxima suportada pelo material em teste equivalente. Dependendo da ocorrência ou não de fratura, a tensão é aumentada ou diminuída, empregando-se incremento fixo nas fases seguintes. Então, após a realização do teste, expressões matemáticas são utilizadas para calcular a média da resistência à fadiga e o desvio padrão (COLLINS, 1993; DRUMMOND *et al.*, 2000; TAKANO *et al.*, 2012).

Alguns estudos têm utilizado o método *staircase* para verificar o comportamento de fadiga de diferentes materiais restauradores. Lohbauer *et al.* (2003) utilizaram este método para calcular o limite de fadiga de diferentes resinas compostas. Foram utilizados corpos-de-prova em forma de barra de dez diferentes tipos de resinas compostas. Para calcular a resistência inicial dos materiais foi utilizado o teste de flexão por quatro pontos. Os limites de fadiga foram determinados

utilizando o método *staircase*, por 10^5 ciclos, em água a 37° C. A resistência inicial dos materiais testados variou de 55,4 MPa a 105,2 MPa, e o degradação após fadiga variou entre 37 e 67% da resistência inicial.

Amaral *et al.*, (2016) avaliaram o efeito de dois diferentes métodos de deposição de sílica na superfície da Y-TZP na adesão e no limite de fadiga. Para todos os testes os corpos-de-prova foram em forma de disco e divididos em grupo controle, sem nenhum tratamento; grupo que recebeu silicatização (jateamento de partículas de $30\ \mu\text{m}$ de Al_2O_3 modificadas por sílica, a 10 mm de distância, durante 10 s, seguido de banho em ultra-som com álcool isopropílico por 5 min, e aplicação de silano) e grupo Glaze/HF (aplicação de camada de glaze, HF 10% por 1 min, banho em ultra-som e aplicação de sistema adesivo). Os corpos-de-prova foram submetidos a flexão biaxial e a um teste de fadiga. Foi utilizado o método *staircase* para determinar o limite de fadiga com 10^2 , 10^3 , 10^4 e 10^5 ciclos. A maior queda do limite de fadiga em relação à resistência inicial com 10^2 ciclos foi observada no grupo controle (11,4 %). A maior degradação em 10^5 ciclos ocorreu no grupo Glaze/HF (19,9 %). Já o grupo com silicatização manteve valores de limite de fadiga significativamente maiores e constantes. Em conclusão, a silicatização promoveu maiores valores de adesão, resistência flexural e valores de limite de fadiga em relação aos outros tratamentos de superfície.

Belli *et al.* (2014) realizaram um estudo sobre a degradação mecânica por fadiga, utilizando o método *staircase*, de cerâmicas e resinas compostas por 10^4 ciclos (0,5 Hz, água destilada a 37° C). Obtiveram resultados que mostraram uma maior resistência à fadiga para a Y-TZP (440 MPa) em relação a LD produzida por injeção (202 MPa) e

por CAD/CAM (120 MPa). Concluíram que materiais de resina composta utilizados para restaurações diretas apresentam boa resistência à fadiga. Resinas compostas diretas e indiretas têm mostrado performances de fadiga comparáveis. Y-TZP e LD mostraram resistência inicial e à fadiga satisfatórias, e apresentam um melhor desempenho clínico do que resinas compostas. Resinas e cerâmicas odontológicas apresentam degradação à fadiga similar em relação à resistência flexural inicial. A Y-TZP degradou 42,7%, a LD produzida com CAD-CAM 53,4% e com a técnica da injeção 29,6% para injetado. Para restaurações em cerâmica, testes de fadiga *in vitro* têm se mostrado bons indicadores da capacidade de sobrevivência *in vivo*.

Outro método é a técnica *boundary*, onde seria possível estimar a probabilidade de falha com uma maior precisão do que no método *staircase*. Na técnica *boundary* são utilizados dois grupos de corpos-de-prova, um grupo é testado com uma amplitude de estresse correspondente a alta probabilidade de falha e o outro grupo com uma amplitude de estresse correspondente a baixa probabilidade de falha, para cada tempo de vida (número de ciclos) pré-determinado. Nesta técnica, os pontos críticos são a ausência de um critério para escolher alguns parâmetros utilizados no método e de assumir uma distribuição normal dos dados de fadiga utilizando a distribuição de Weibull (MAENNIG, 1975; GRUETTER, 2005).

Vicari (2014) avaliou o comportamento mecânico de duas vitrocerâmicas, LD e reforçada por leucita (VL), submetidas ao ensaio de fadiga cíclica. A resistência a flexão em três pontos da LD (244 MPa) foi significativamente superior à VL (122 MPa). Já a VL apresentou o maior valor de módulo de Weibull. Com base nos dados iniciais de

resistência à flexão, foi definida a amplitude de estresse para o teste de fadiga do primeiro corpo-de-prova, pela técnica *boundary* (1 Hz, em água destilada a 37°C). O grupo LD foi ciclado por 10^4 e 10^5 ciclos e o grupo VL por 10^3 e 10^4 ciclos. Após a ciclagem por 10^4 ciclos, ambos os grupos apresentaram redução de aproximadamente 60% da resistência à flexão inicial. O grupo LD não degradou com o aumento dos ciclos (10^4 para 10^5), enquanto que VL teve uma diminuição de 17% da resistência quando o tempo foi aumentado de 10^3 para 10^4 . Os valores para uma probabilidade de falha de 5% foram 36 MPa para VL e 58 MPa para DL após o mesmo tempo de ciclagem (10^4 ciclos). Em conclusão, LD apresentou melhor comportamento mecânico e de fadiga do que VL. Ainda, o meio úmido durante o teste de fadiga foi significante na degradação das propriedades das cerâmicas.

Em contraste aos outros dois testes que utilizam uma tensão constante, no método *step-stress*, quando um corpo-de-prova não falha em um período de tempo ou ciclos, a tensão é aumentada, e o mesmo corpo-de-prova continua sendo testado até a fratura. Esse método apresenta algumas vantagens, como coletar os dados continuamente, sem a necessidade de repetir procedimentos com novos corpo-de-prova em maiores tempos de vida, e a facilidade de identificar as fraturas. Entretanto, apresenta algumas dúvidas em relação ao mecanismo que ocasionam no crescimento subcrítico de trincas, também quanto a precisão das estimativas de estresse correspondentes a longos tempos de vida, e o fato de que cerâmicas podem ter mais de um tipo de defeito. Esta técnica personaliza a amplitude das tensões para cada amostra e diferentes perfis de estresse podem ser utilizados para cada uma delas (NELSON, 1980; BORBA *et al.*, 2013).

Para a realização de um ensaio de fadiga, variáveis como a frequência de aplicação da carga devem ser observadas. Segundo Wiskott *et al.* (1995), os ensaios de fadiga deveriam no mínimo simular um ano em boca, o que representa 10^6 ciclos, utilizando uma frequência de 2 Hz. Segundo Po *et al.* (2011), a frequência estimada do ciclo mastigatório varia em torno de 0,94 Hz à 2,15 Hz. Segundo Lohbauer *et al.* (2008) um indivíduo realiza um milhão de ciclos mastigatórios em um ano, utilizando como base que este realiza três refeições diárias de quinze minutos, e que a frequência de mastigação é 1 Hz, sendo um ciclo por segundo.

O efeito da frequência do teste de fadiga dos materiais cerâmicos ainda apresenta certas dúvidas. Em estudo realizado por Kelly *et al.* (2010) relataram resultados semelhantes em relação a resistência à fratura de uma cerâmica à base de alumina infiltrada por vidro testada com uma frequência de 20 Hz (602 N), quando comparada a uma frequência de 2 Hz (569 N).

Rosentritt *et al.* (2006) testaram a influência da variação de diversos parâmetros de envelhecimento mecânico na carga de fratura de próteses parciais fixas (PPF) de LD. Observaram que a ciclagem térmica e mecânica reduziram significativamente a carga de fratura das PPFs. O aumento da frequência de mastigação, aumento da carga ou presença de movimento lateral da mandíbula não tiveram efeito. Concluíram que o envelhecimento artificial deve ser realizado combinando o ciclo térmico com a carga mecânica. Simulação de periodonto artificial, antagonistas e pilares de dentes humanos devem ser incluídos para atingir um envelhecimento significativo.

3. PROPOSIÇÃO

3.1. Objetivos gerais

Esse projeto tem como objetivo avaliar o comportamento de fadiga de uma cerâmica à base de silicato de lítio e zircônia comparando os métodos “*boundary*” e “*staircase*”.

3.2. Objetivos específicos

- Caracterizar a microdureza, resistência à flexão e confiabilidade de uma cerâmica à base de silicato de lítio e zircônia.

- Avaliar o comportamento de fadiga e estimar o estresse para uma probabilidade de falha de 50% da cerâmica utilizando dois métodos de ensaio de fadiga cíclica: *método boundary* e *staircase*.

- Verificar a relação entre os dados de fadiga obtidos com os métodos *boundary* e *staircase*.

Hipótese: Não há diferença nos valores de estresse para uma probabilidade de falha de 50% e no comportamento de fratura da cerâmica à base de silicato de lítio e zircônia avaliada pelos dois métodos.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Confeção dos corpos-de-prova

O delineamento experimental do estudo se encontra no fluxograma (Figura 1).

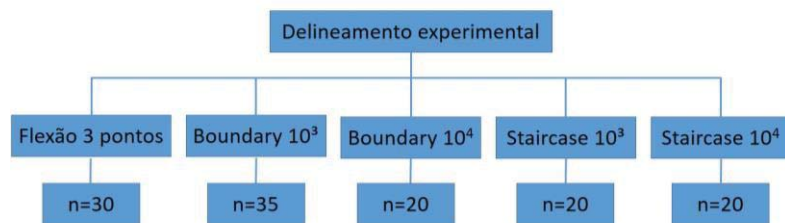


Figura 1. Fluxograma do delineamento experimental do estudo.

Foram confeccionados cento e vinte e cinco corpos-de-prova em forma de barra da cerâmica de silicato de lítio reforçada por zircônia (ZLS, VITA Suprinity). As barras foram obtidas através do corte de blocos para CAD-CAM (Figura 2) com disco diamantado em uma cortadeira metalográfica (modelo Miniton, Struers, Copenhagen, Dinamarca) (Figura 3).

Os blocos têm dimensões de 18 mm de comprimento, 14 mm de largura e 12 mm de espessura. Assim, para obter as barras com as dimensões de 18 mm x 4 mm x 1,2 mm, primeiramente foi removido o pino metálico do bloco (Figura 4). Após, o bloco foi fixado com cera

pegajosa ao suporte da máquina e foram realizados dois cortes na parte mais larga do bloco para dividi-lo em três partes de, aproximadamente, 4 mm (Figuras 5). Depois foram feitos de seis a sete cortes na parte menos espessa do bloco (Figura 6).



Figura 2. Blocos de ZLS (VITA Suprinity) para CAD-CAM.



Figura 3. Cortadeira metalográfica.



Figura 4. Corte do pino metálico do bloco.



Figura 5. Corte na maior espessura do bloco.

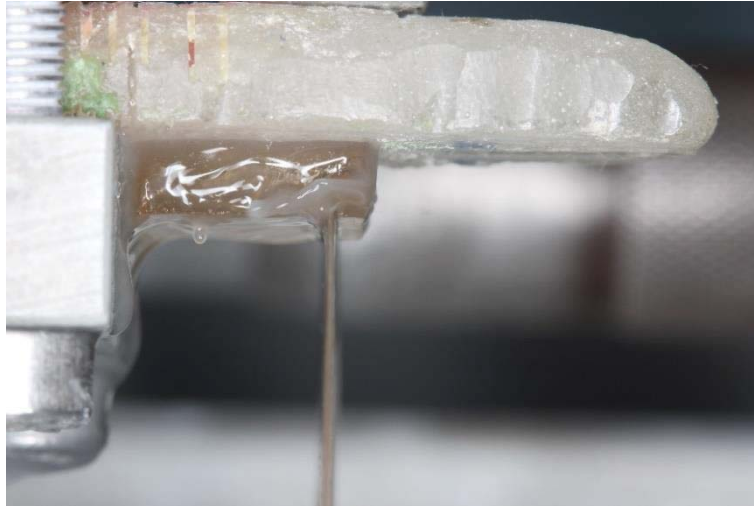


Figura 6. Cortes na menor espessura do bloco.

Após os cortes, as barras foram polidas manualmente com lixas abrasivas de granulação 280, 600, 1000 e 1200 μm e os quatro cantos foram chanfrados. Então, os corpos-de-prova foram cristalizados em forno específico (VITA Vacumat 6000 MP) (Figuras 7 e 8). O ciclo de cristalização está descrito na Tabela 1. Todos corpos-de-prova tiveram sua espessura aferida com paquímetro digital (Figura 9).

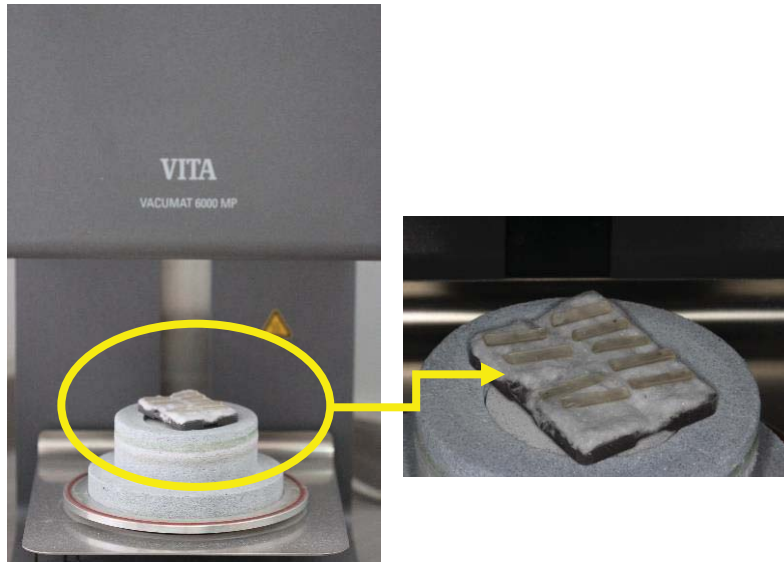


Figura 7. Corpos-de-prova posicionados no forno antes da cristalização.



Figura 8. Corpos-de-prova imediatamente após o ciclo térmico.

Tabela 1. Ciclo de cristalização da ZLS, segundo o fabricante.

Temp. inicial °C	min.	min.	°C/min.	Temp. aprox. °C	min.	VAC min.	°C final
400	4.00	8.00	55	840	8.00	8.00	680

4.2 Ensaio de Flexão em Três Pontos e Análise de Weibull

Os corpos-de-prova foram submetidos a um ensaio de resistência flexural pelo método de três pontos (n=30), utilizando uma máquina de ensaio universal (Linha DL, EMIC, modelo DL 2000, São José dos Pinhais, PR, Brasil). O dispositivo de flexão foi colocado dentro de um recipiente e imerso em água destilada mantendo uma temperatura de 37°C. Os corpos-de-prova foram posicionados sobre os dois cilindros de apoio inferiores e a carga era aplicada pelo cilindro superior (Figura 10) com uma velocidade de 0,5 mm/min até que ocorresse a fratura (Figura 11).

A carga de fratura foi registrada em Newtons e os valores de resistência a flexão (σ_f) foram determinados de acordo com a Equação 1 (ISO6872):

$$\sigma_f = \frac{3Pl}{2wb^2} \quad \text{Equação 1}$$

onde P é a carga de fratura (N), l é a distância entre os apoios (12 mm), w é a largura do corpo-de-prova (4 mm), e b é a sua espessura (1,2 mm).

O módulo de Weibull (m) e a resistência característica (σ_0) foram determinados analisando os dados de resistência à flexão de acordo com a distribuição de Weibull de dois parâmetros.



Figura 9. Corpo-de-prova posicionado no dispositivo de flexão em três pontos.



Figura 10. Fratura do corpo-de-prova após ensaio.

4.3 Ensaio de Fadiga

Os corpos-de-prova para o teste de fadiga cíclica foram testados na mesma configuração dos testes de fratura rápida (flexão em três pontos). A ciclagem mecânica foi realizada em uma máquina de ciclagem pneumática (Biopid, Biocycle, São Carlos, São Paulo, Brasil), com uma frequência de 2 Hz, em água destilada a 37° (Figura 12). Dois tempos de ciclagem foram avaliados: 10^3 e 10^4 ciclos.



Figura 11. Máquina de ciclagem mecânica utilizada no teste de fadiga.

Foram utilizados os métodos *boundary* e *staircase* para determinar a amplitude de estresse para os corpos-de-prova de fadiga (MAENNIG, 1975; GRUETTER, 2005). Foram testados quinze corpos-de-prova até que o primeiro sobrevivesse ao número de ciclos pré-

definido e as metodologias fossem aplicadas. Depois, para cada método vinte corpos-de-prova foram testados no grupo de 10^3 ciclos, e vinte para o grupo de 10^4 ciclos.

A pressão, a frequência e o número de ciclos eram programados e controlados através de uma tela de comando que acionava os pistões. Antes dos ensaios a força aplicada por cada pistão era mensurada utilizando uma célula de carga. Para cada teste, os corpo-de-prova eram posicionados sobre o dispositivo e o pistão era encostado na superfície dos mesmos e fixado para que não houvesse impacto durante a ciclagem (Figura 13).



Figura 12. Barra posicionada no dispositivo com o pistão em contato na configuração de flexão em três pontos.

4.3.1 Método *Boundary*

No método “*boundary*”, a amplitude de estresse para o teste do primeiro corpo-de-prova (σ_{initial}) foi definida de acordo com a média obtida no ensaio de flexão. Essa amplitude de estresse inicial foi reduzida utilizando um valor de $\delta = 0,04 \cdot \sigma_{\text{inicial}}$, para cada corpo-de-prova até que o primeiro corpo-de-prova sobreviveu a 10^3 ciclos. Então, metade dos corpos-de-prova foram testados nessa amplitude de estresse (σ_1) ($n=10$) (Figura 14). A amplitude de estresse para a outra metade dos corpos-de-prova (σ_2) foi calculada seguindo a Equação 2:

$$\sigma_2 = \begin{cases} \sigma_1 + S \cdot \left(1 - \frac{i}{n}\right) \cdot \sigma_1 & i < 0.5n \\ \sigma_1 - S \cdot \frac{i}{n} \cdot \sigma_1 & i \geq 0.5n \end{cases} \quad \text{Equação 2}$$

onde i é o número de corpos-de-prova que falharam até 10^3 ciclos em σ_1 , n é o número total dos corpos-de-prova testados em σ_1 , e S é uma constante escolhida para minimizar a chance de que todos ou nenhum corpo-de-prova falhe em σ_2 , sendo 0,178.

Para encontrar a probabilidade de fratura a σ_1 e σ_2 a Equação 3 usada é:

$$P_f = (i+0,1)/(n+0,2) \quad \text{Equação 3}$$

A amplitude de estresse correspondente a 50% e 5% de probabilidade de falha são calculadas por interpolação e extrapolação, respectivamente, a partir de P_{f1} e P_{f2} utilizando a Equação 4:

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

Equação 4

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

Para cada tempo de vida (10^3 e 10^4), os corpos-de-prova que sobreviveram a σ_2 foram utilizados no próximo tempo de vida de interesse, de forma que os corpos-de-prova testados em σ_2 serviram para σ_1 do próximo grupo. Uma descrição mais detalhada do método será apresentada nos resultados.

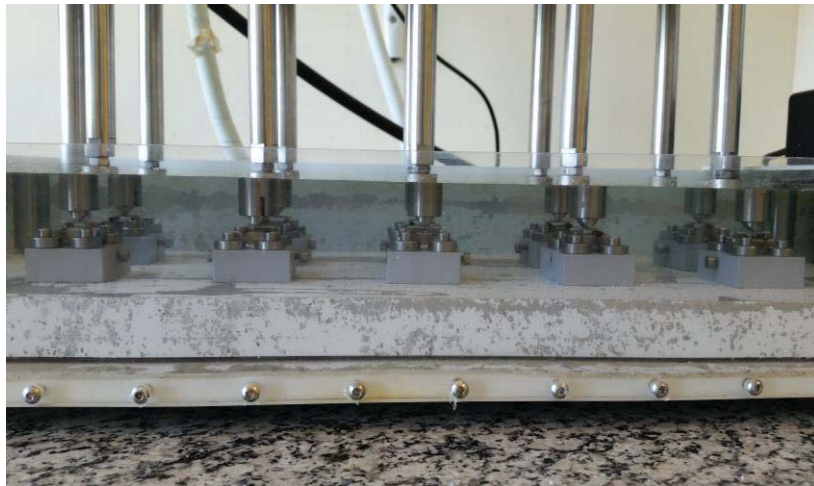


Figura 13. Dez corpos-de-prova em posição para o ensaio de fadiga com a técnica boundary.

4.3.2 Método *Staircase*

No método “*staircase*”, a amplitude de estresse para o teste do primeiro corpo-de-prova (σ_{inicial}) foi definida de acordo com o ensaio de flexão e dados de fadiga. Se após completados 10^3 ciclos o corpo-de-prova não fraturasse, a amplitude de estresse máxima no corpo-de-prova foi acrescida de 4 MPa. Se ocorresse a fratura, o mesmo valor de estresse foi subtraído. Foram testados 20 corpos-de-prova para o tempo de 10^3 ciclos e 20 para 10^4 ciclos (Figura 15).

Os cálculos de resistência à fadiga (estresse para uma probabilidade de falha de 50% - $\sigma_{50\%}$) e desvio-padrão (DP) para os dois tempos de vida seguiram as Equações 5 e 6:

$$\sigma_{50\%} = X_0 + d \left[\left(\frac{\sum in_i}{\sum n_i} \right) \pm \left(\frac{1}{2} \right) \right] \quad \text{Equação 5}$$

$$DP = 1,62d \left\{ \left[\frac{\sum n_i \sum i^2 n_i - (\sum in_i)^2}{(\sum n_i)^2} \right] + 0,029 \right\} \quad \text{Equação 6}$$

onde X_0 é o valor de estresse inicial; d é o incremento fixo de estresse crescente ou decrescente do teste (4 MPa); i é um índice de ordenação a cada valor de tensão (ex: $i=0$ corresponde ao menor valor de estresse, $i=1$ corresponde ao valor seguinte...), n_i é o número de corpos-de-prova utilizados dentro de cada amplitude de estresse.

A Equação 5 é baseada no evento menos frequente, então soma-se $\frac{1}{2}$ quando a análise é baseada nos corpos-de-prova que sobreviveram e diminui-se $\frac{1}{2}$ se foram utilizados os corpos-de-prova que falharam. No presente estudo, a sobrevivência foi o evento menos frequente, então somou-se.



Figura 14. Um corpo-de-prova em posição para o ensaio de fadiga com a técnica staircase.

4.4 Dureza Vickers

Cinco corpos-de-prova que foram testados em flexão em três pontos foram escolhidos aleatoriamente e levados ao microdurômetro (Shimadzu HMV-G 20st). Foram feitas três endentações em cada corpo-de-prova com carga de 4,9 N por 20 s. A dureza Vickers foi calculada usando a seguinte Equação 6:

$$H = 1,8544 \frac{P}{d^2} \quad \text{Equação 7}$$

onde H é a dureza (GPa), P é a carga aplicada (kg) e d é a média do comprimento da diagonal das endentações. A superfície de um corpo-de-prova com a endentação Vickers está demonstrada na Figura 16.

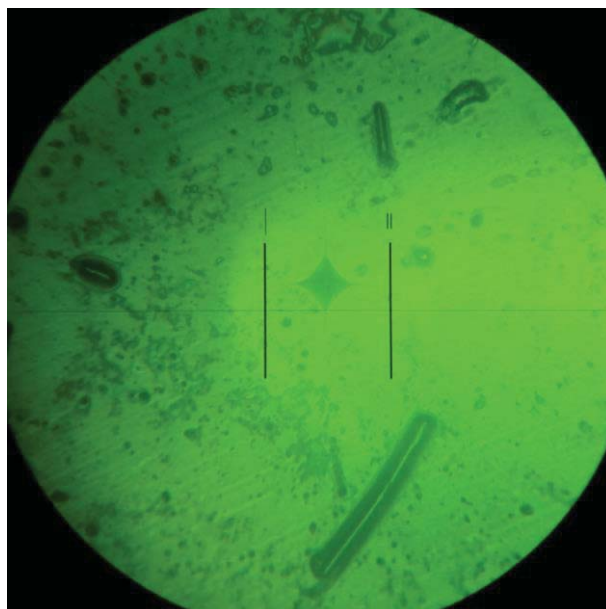


Figura 15. Endentação Vickers na superfície da ZLS.

4.5 Fractografia e Espectroscopia por Dispersão de Energia (EDS)

Após a fratura, dois corpos-de-prova testados em cada método (flexão em três pontos, fadiga pela técnica *boundary* e técnica *staircase*) foram limpos em cuba ultrassônica por 5 min com álcool e mais 5 min com água destilada. Após isso, os corpos-de-prova foram recobertos com ouro (Metalizador Quoron Q150r ES) e levados ao MEV (Tescan LM,) para uma análise mais detalhada da superfície de fratura (Figura 17).

Para a análise pelo EDS (Oxford Xmax), os corpos-de-prova foram condicionados com HF 10% por 20 segundos (Figura 18), e lavados em cuba ultrassônica como descrito anteriormente. Foi seguido o protocolo de tratamento de superfície descrito em Ramos *et al.* (2016).



Figura 16. Barras em posição para deposição do ouro.



Figura 17. Condicionamento com ácido hidrofluorídrico 10% da ZLS para análise EDS.

5. RESULTADOS

5.1 Resistência Flexural e Microdureza

Os valores de média, desvio-padrão e os parâmetros da análise de Weibull (σ_0) para os dados de resistência flexural encontram-se na Tabela 2. Os valores de média e desvio-padrão de microdureza Vickers também podem ser observados na Tabela 2.

Tabela 2. Média de resistência flexural (σ_f) e microdureza (VH) acompanhadas dos desvio-padrão (DP); valores de resistência característica (σ_0) e módulo de Weibull (m) com seus respectivos intervalos de confiança (IC 95%).

Resistência flexural						Microdureza	
σ_f (MPa)	DP (MPa)	σ_0 (MPa)	IC 95% (MPa)	m	IC 95%	VH (MPa)	DP
178	56	197	158-200	4	3-5	680	18

5.2 Fadiga – Método *Boundary*

A amplitude de estresse do primeiro corpo-de-prova ($\sigma_{inicial}$) no teste de fadiga foi determinada reduzindo-se, aproximadamente, 25% do valor da média obtido no teste de resistência à flexão, sendo 132 MPa. A amplitude de estresse foi reduzida utilizando um valor limite de 5 MPa ($\delta = 0,04 \cdot \sigma_{inicial}$) para cada corpo-de-prova até que o primeiro corpo-de-prova sobrevivesse 10^3 ciclos ($n=16$). Dez corpos-de-prova foram

testados nessa primeira amplitude de estresse (σ_1) de valor 46 MPa, sendo que 90% dos corpos-de-prova falharam ($n=10$; $i=9$). A segunda amplitude de estresse (σ_2) foi calculada de acordo com a Equação 2, sendo 40 MPa. Outros dez corpos-de-prova, foram ciclados com σ_2 e 40% falharam até 10^3 ciclos ($n=10$; $i=4$). Os corpos-de-prova que sobreviveram continuaram sendo ciclados até completar 10^4 ciclos (σ_2 para 10^3 ciclos foi utilizada como σ_1 para 10^4 ciclos) e houve falha de 70% dos corpos-de-prova ($n=10$; $i=7$). Com base nesses dados, a segunda amplitude de estresse para o tempo 10^4 ciclos foi calculada, sendo 34 MPa (Equação 2). Dez novos corpos-de-prova foram ciclados e 5 fraturaram após 10^4 ciclos ($n=10$; $i=5$). O protocolo de ciclagem pela técnica boundary pode ser visualizado nas Figuras 19 e 20.

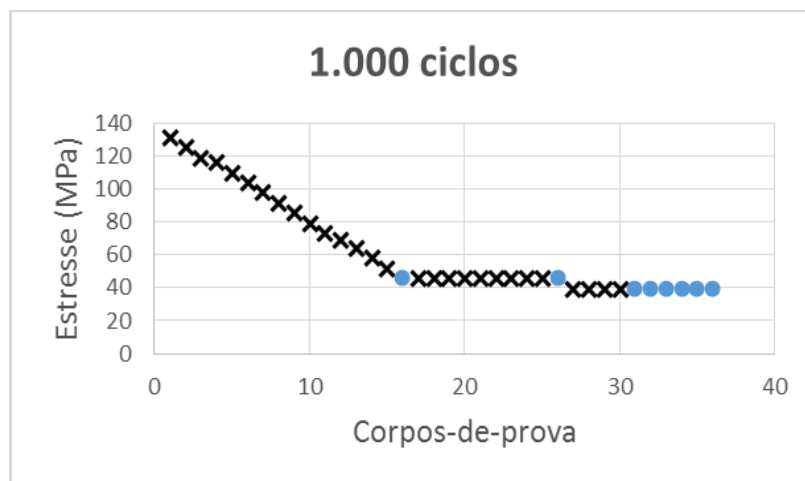


Figura 18. Protocolo de fadiga pelo método boundary para 10^3 ciclos. Os corpos-de-prova marcados com um círculo azul sobreviveram ao ensaio.

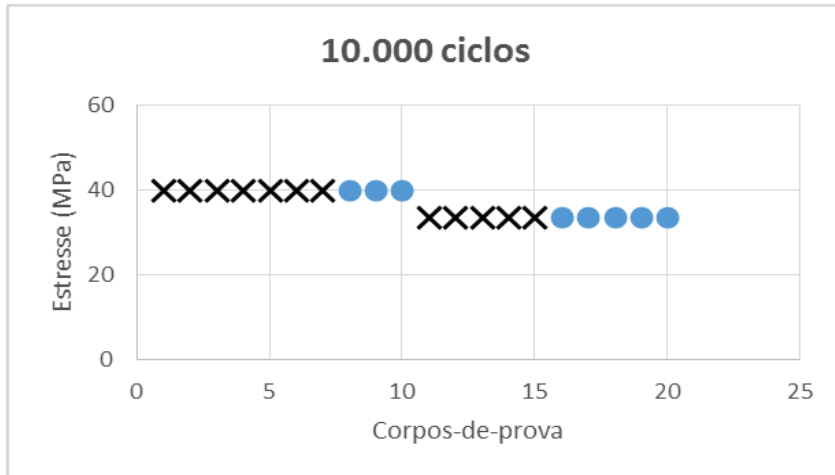


Figura 19. Protocolo de fadiga pelo método boundary para 10^4 ciclos. Os corpos-de-prova marcados com um círculo azul sobreviveram ao ensaio.

Para prever a resistência flexural para uma probabilidade de falha de 50% ($\sigma_{50\%}$) e 5% ($\sigma_{5\%}$) após 10^3 e 10^4 ciclos, foram utilizados os parâmetros de Weibull (m e σ_0) obtidos com o teste de flexão em três pontos e a curva dos dados de fadiga foi ajustada (Tabela 3). Os dados de fadiga foram ajustados para a direita no eixo x do gráfico de Weibull até alcançar a curva de resistência à flexão utilizando o valor de 1,53 (a_t) para 10^3 ciclos e 1,65 para 10^4 ciclos (Figuras 21 e 22). O valor de a_t corresponde à diferença entre os valores de resistência obtidos no teste de flexão e de fadiga. Assim, a probabilidade de falha para cada tempo de vida foi calculada de acordo com a Equação 8:

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

Equação 8

onde m é o módulo de Weibull, P_f é a probabilidade de falha (0,05 ou 0,5), σ é a amplitude de estresse correspondente a 5% ou 50% de falha, σ_{th} é o estresse limite ($P_f=0$), σ_0 é a resistência característica e a_t é o valor de ajuste da curva dos dados de fadiga.

Na Tabela 3 encontram-se os valores de $\sigma_{50\%}$ e $\sigma_{5\%}$ estimados com os dados de flexão em três pontos e fadiga com o método *boundary* por 10^3 e 10^4 ciclos. Pode-se observar uma degradação de 78% da resistência após a ciclagem por 10^3 ciclos e 80% para 10^4 ciclos.

Tabela 3. Valores de resistência à flexão para uma probabilidade de falha de 50% ($\sigma_{50\%}$) e 5% ($\sigma_{5\%}$) dos dados de resistência à flexão em três pontos e teste de fadiga pelo método boundary (MPa).

<i>Flexão três-pontos</i>		<i>10³ ciclos</i>		<i>10⁴ ciclos</i>	
<i>$\sigma_{50\%}$</i>	<i>$\sigma_{5\%}$</i>	<i>$\sigma_{50\%}$</i>	<i>$\sigma_{5\%}$</i>	<i>$\sigma_{50\%}$</i>	<i>$\sigma_{5\%}$</i>
179	93	39	20	34	18

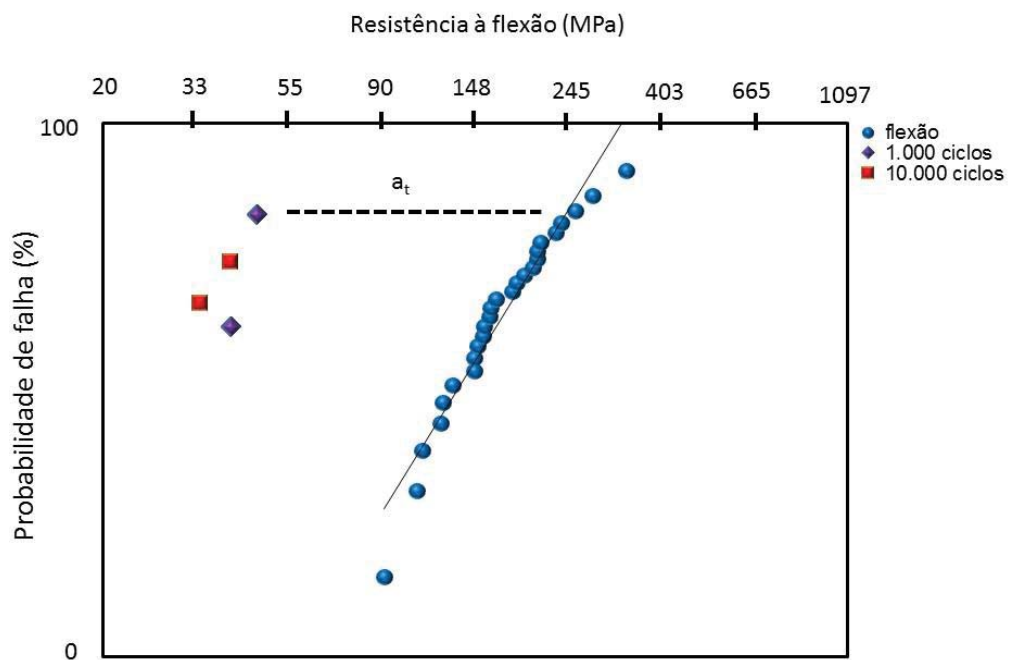


Figura 20. Gráfico de Weibull para os dados de resistência à flexão em três pontos (cada ponto corresponde a um corpo-de-prova) e resistência à fadiga para 10^3 e 10^4 ciclos (cada ponto corresponde a 10 corpos-de-prova). O valor de a_t é a diferença entre a resistência obtida no teste de flexão e de fadiga.

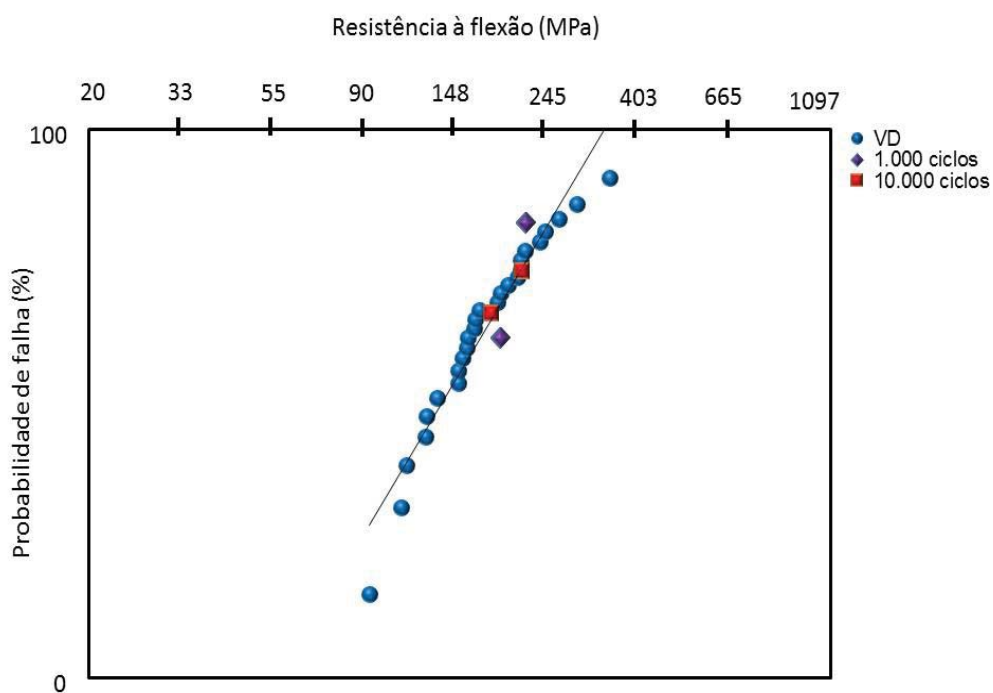


Figura 21. Gráfico de Weibull com os dados de resistência à fadiga para 10^3 e 10^4 ciclos ajustados a curva de resistência à flexão em três pontos.

5.3 Fadiga – Método Staircase

A amplitude de estresse do primeiro corpo-de-prova (σ_{inicial}) no teste de fadiga pelo método *staircase* foi de 52 MPa, utilizando como base os dados obtidos no teste de fadiga com o método *boundary*. A amplitude de estresse foi reduzida/aumentada utilizando um valor limite de 4 MPa. Foi testado um corpo-de-prova por vez. Quando o corpo-de-prova falhava antes do período pré-definido era diminuído o valor de 4

MPa e um novo corpo-de-prova era testado nesta nova amplitude de estresse. Se o corpo-de-prova sobrevivesse o período pré-definido, o valor de 4 MPa era aumentado. Foram testados 20 corpos-de-prova para cada tempo de vida, 10^3 e 10^4 ciclos. O protocolo de ciclagem pela técnica *staircase* pode ser visualizado nas Figuras 23 e 24. Foram utilizadas as Equações 5 e 6 para analisar os dados de fadiga.

Na tabela 4 encontram-se os valores de $\sigma_{50\%}$ obtidos com a técnica de fadiga *staircase* e respectivos desvios-padrão. Também foram adicionados os dados de $\sigma_{50\%}$ obtidos pela técnica *boundary*. Observa-se que os valores de $\sigma_{50\%}$ foram similares para os dois métodos de fadiga em ambos tempos de vida e que não houve uma diminuição significativa de $\sigma_{50\%}$ com o aumento do número de ciclos de 10^3 para 10^4 (Figura 25).

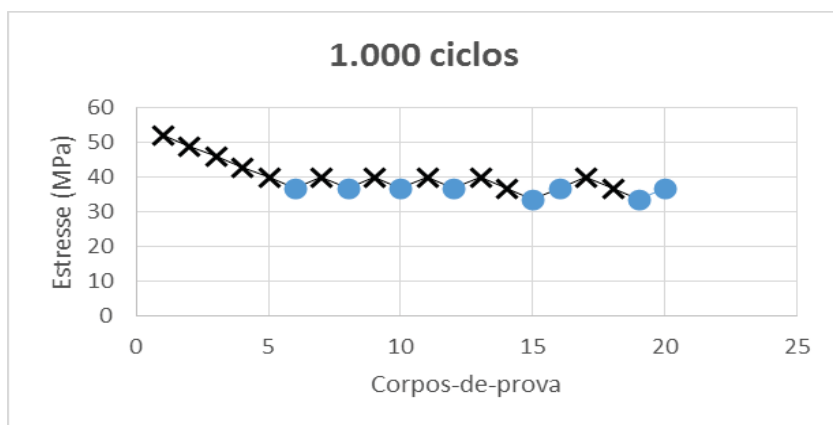


Figura 22. Protocolo de fadiga pelo método *staircase* para 10^3 ciclos. Os corpos-de-prova marcados com um círculo azul sobreviveram ao ensaio.

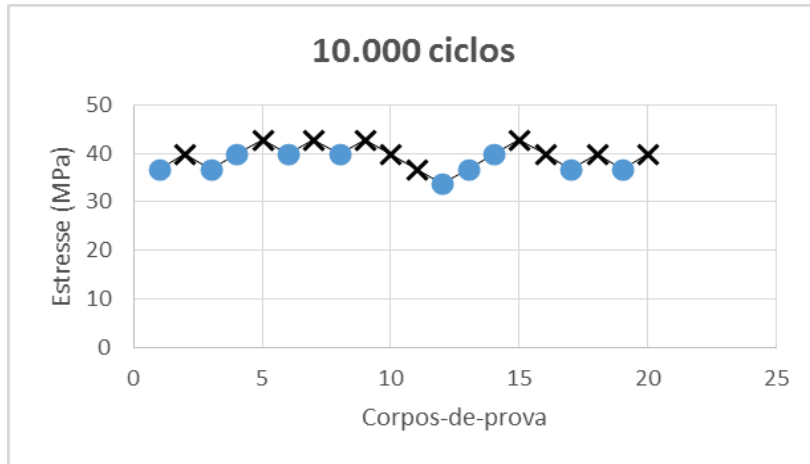


Figura 23. Protocolo de fadiga pelo método staircase para 10^4 ciclos. Os corpos-de-prova marcados com um círculo azul sobreviveram ao ensaio.

Tabela 4. Valores de resistência à flexão para uma probabilidade de falha de 50% ($\sigma_{50\%}$) obtidos com o ensaio de fadiga pelo método staircase, e respectivos desvios-padrão (DP), e pelo método boundary (MPa).

	<i>Staircase</i>		<i>Boundary</i>
	$\sigma_{50\%}$	DP	$\sigma_{50\%}$
10^3 ciclos	39	1,4	39
10^4 ciclos	37	2,8	34

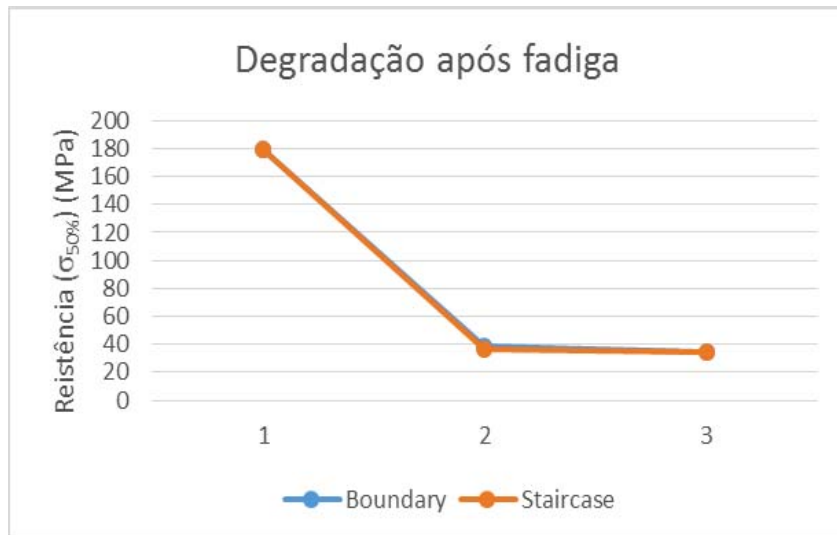


Figura 24. Degradação da resistência após fadiga pelos métodos boundary e staircase. O ponto 1 corresponde ao ensaio de flexão em três pontos, o ponto 2 a fadiga após 10^3 ciclos e o ponto 3 após 10^4 ciclos.

5.4 Fadiga – Estimativas de Probabilidade de Falha (P_f)

Os dados de fadiga foram analisados em um software de estatística (ALTA Pro 7, Reliasoft) utilizando um modelo de dano cumulativo com uma relação de tempo de vida-tensão de poder inverso (IPL – *inverse power law*) e uma distribuição de vida do tipo Logonormal. Assim, os dados de fadiga são analisados e utilizados para prever a probabilidade de falha (P_f) dos corpos-de-prova em diferentes estresses e tempos de vida, sendo uma forma alternativa de análise de dados.

Foram realizadas três análises, uma contendo apenas os dados obtidos com a técnica *boundary*; outra apenas com os dados obtidos com *staircase*, e uma terceira análise com todos os dados (dados combinados

das duas técnicas). Foi estimada a probabilidade de falha para cinco tensões diferentes nos dois tempos de vida com um intervalo de confiança de 90% (Tabela 5).

Tabela 5. Probabilidade de falha (%) e intervalo de confiança de 90% (IC90%) para diferentes níveis de estresse e tempos de vida utilizando os dados de fadiga.

Método	Tempo	18 MPa	20 MPa	30 MPa	35 MPa	40 MPa
<i>Boundary</i>	10 ³	0,07 (0; 14)	0,3 (0; 18)	14 (3; 39)	33 (18; 51)	54 (41; 67)
	10 ⁴	0,8 (0; 37)	3 (0; 44)	39 (14; 70)	64 (44; 81)	82 (68; 91)
<i>Staircase</i>	10 ³	0 (0; 0)	0 (0; 0)	0,03 (0; 4)	6 (1; 23)	56 (42; 69)
	10 ⁴	0 (0; 0)	0 (0; 0)	0,2 (0; 11)	17 (4; 44)	76 (60; 87)
<i>Combinado</i>	10 ³	0 (0; 1)	0 (0; 2)	7 (1; 21)	25 (15; 38)	51 (42; 60)
	10 ⁴	0,2 (0; 4)	1 (0; 8)	19 (6; 43)	48 (34; 63)	74 (64; 83)

Pode-se observar que, quando os dados estão combinados a precisão da análise aumenta já que os intervalos de confiança ficam menores. Existe uma similaridade nas previsões de P_f entre a análise com os dados combinados e somente da técnica *boundary*. Quando a análise é realizada apenas com os dados do método *staircase* as estimativas de P_f não são muito eficientes para baixos níveis de tensão já que os dados de fadiga, neste método, são concentrados na mediana e não em valores extremos.

Em 10^3 ciclos, observa-se que para os três métodos, uma probabilidade de falha de 51 a 56% é esperada com uma tensão de 40 MPa, o que está de acordo com as estimativas da Tabela 4, sugerindo confiabilidade dos métodos. Já em 10^4 ciclos existe um maior intervalo de confiança e as estimativas não são tão precisas.

5.5 Análise Microestrutural

As imagens da análise por EDS podem ser visualizadas nas Figuras 23, 24 e 25. Foram encontrados os seguintes componentes: oxigênio (O), térbio (Tb), zircônio (Zr), carbono (C), alumínio (Al), potássio (K) e silício (Si).

A microanálise eletrônica consiste na medida de raios-X característicos emitidos de uma região microscópica da amostra bombardeada por um feixe de elétrons. As linhas de raios-X característicos são específicas do número atômico da amostra e, o seu comprimento de onda ou sua energia podem ser utilizados para identificar o elemento que está emitindo a radiação. Espectros de raios-X podem ser obtidos para todos os elementos da tabela periódica, com exceção do hidrogênio. Entretanto, a emissão dos primeiros dez elementos de baixo número atômico consiste de bandas na região de baixa energia onde as perdas por absorção na amostra são grandes. Assim, elementos como carbono, oxigênio e nitrogênio são frequentemente encontrados, pois estão em grande quantidade por estarem livres no ar, já outros elementos na faixa dos dez primeiros não estão presentes em grande quantidade, por exemplo, o lítio que não foi encontrado nesta análise.



Figura 25. Espectro de uma amostra de ZLS com os respectivos componentes espalhados pela matrix.

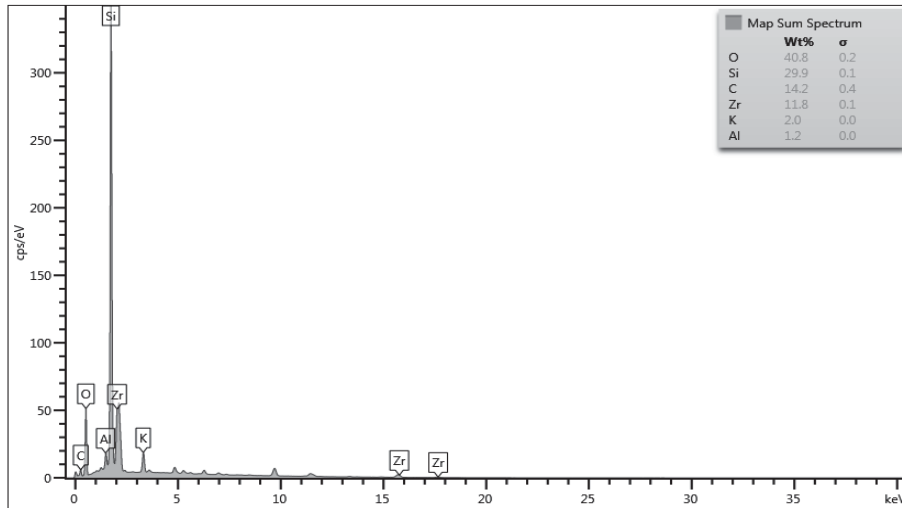


Figura 26. Porcentagem dos componentes presentes no material.

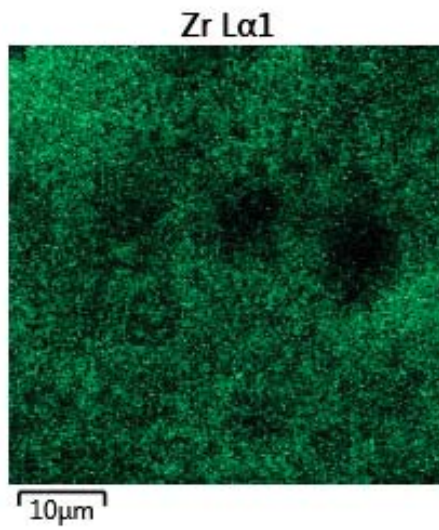


Figura 27. Espectro do zircônio mostrando que está distribuído em todo material.

5.6 Análise Fractográfica

Observou-se que a origem das falhas estava na superfície do corpo-de-prova, localizada na área de máxima concentração de tensões de tração, entre os dois pontos de apoio durante o teste de flexão. Durante o teste, a trinca se propaga dessa região de tração para a região oposta do corpo-de-prova, onde encontra tensões de compressão, e produz uma marca denominada *compression curl*, seguido da fratura da estrutura. A *compression curl* foi identificada nos corpos-de-prova sugerindo que o teste foi executado de forma adequada. Na região oposta a *compression curl* está localizada a origem da trinca.

Outras marcas podem ser encontradas como a área de espelho (*mirror*), que é uma porção lisa ao redor da trinca inicial, seguida por *mist hackle*, que são marcas de propagação da trinca com aparência fibrosa, e as *hackle lines*, que são linhas mais definidas e indicam a direção da propagação da trinca (QUINN, 2007). Nos corpos-de-prova analisados foi possível detectar somente as *hackle lines* indicando a origem da fratura. Esse mesmo padrão de fratura foi encontrado para os corpos-de-prova testados em flexão em três pontos e em fadiga (Figuras 29 a 34).

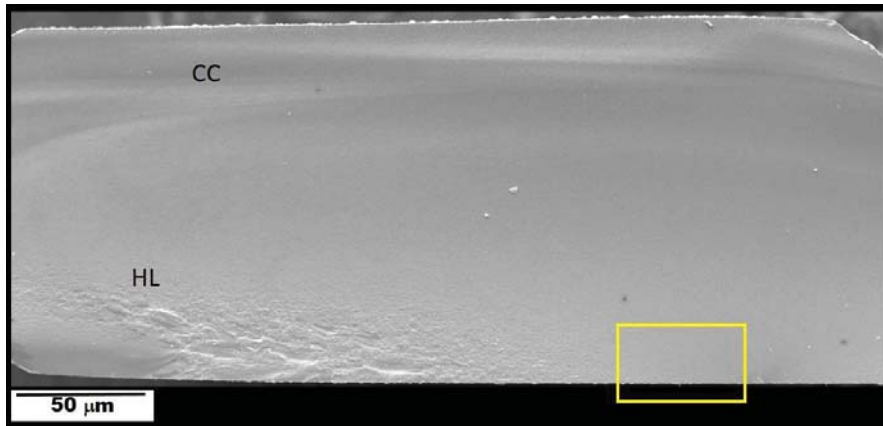


Figura 28. Imagem ampla da superfície de fratura de um corpo-de-prova testado em flexão em três pontos. Pode-se observar marcas como a compression curl (CC) e hackle lines (HL) indicando a origem da fratura (caixa amarela).

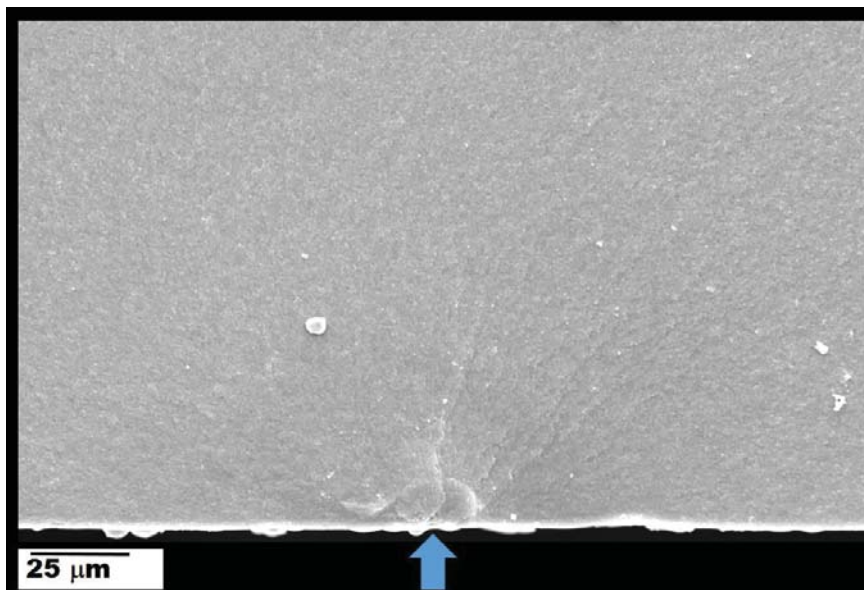


Figura 29. A seta azul aponta para o local de origem da fratura no corpo-de-prova da imagem 28.

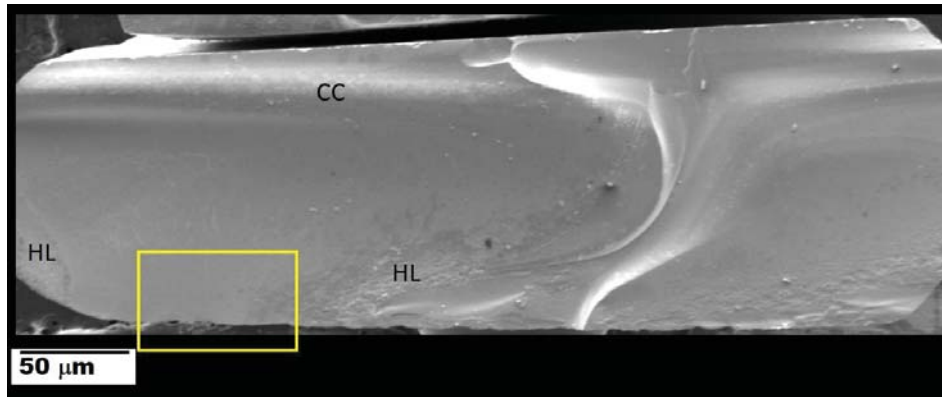


Figura 30. Imagem ampla da superfície de fratura de um corpo-de-prova testado em fadiga pelo método boundary. Pode-se observar marcas como compression curl (CC) e hackle lines (HL) indicando a origem da fratura (caixa amarela).

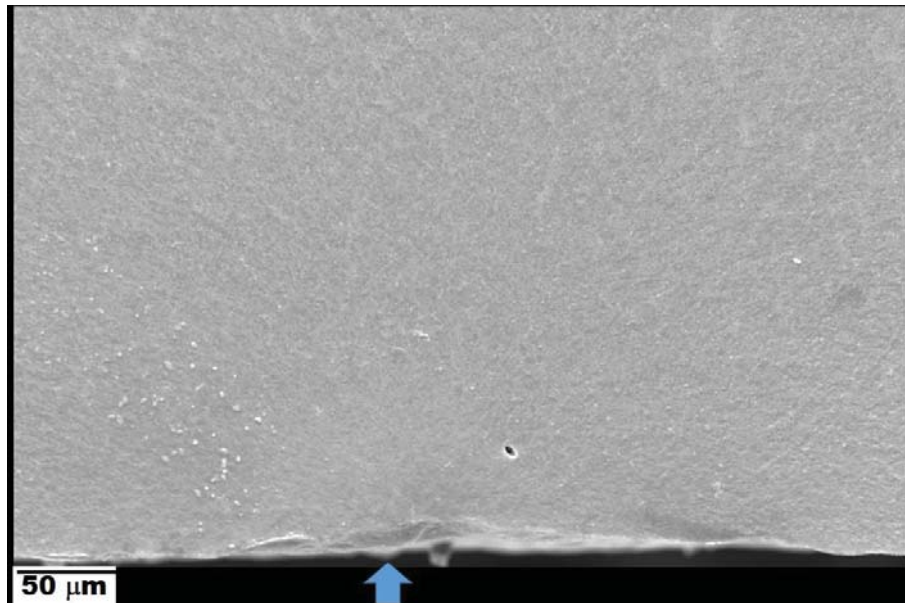


Figura 31. A seta azul aponta para o local de origem da fratura no corpo-de-prova da imagem 30.

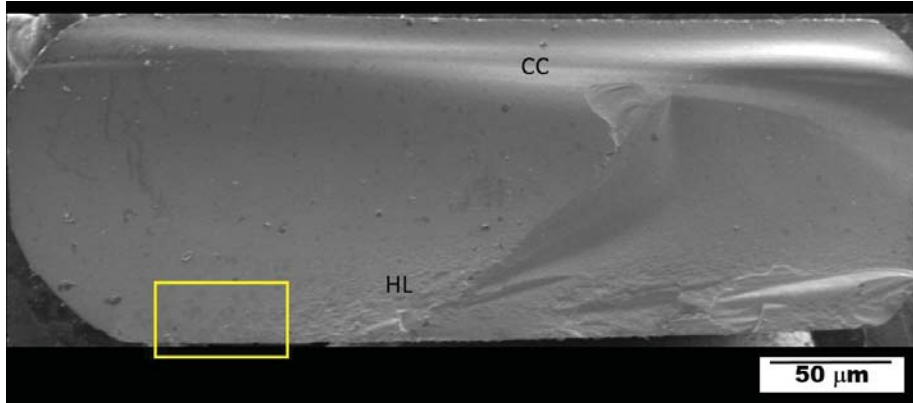


Figura 32. Imagem ampla da superfície de fratura de um corpo-de-prova testado em fadiga pelo método staircase. Pode-se observar marcas como compression curl (CC) e hackle lines (HL) indicando a origem da fratura (caixa amarela).

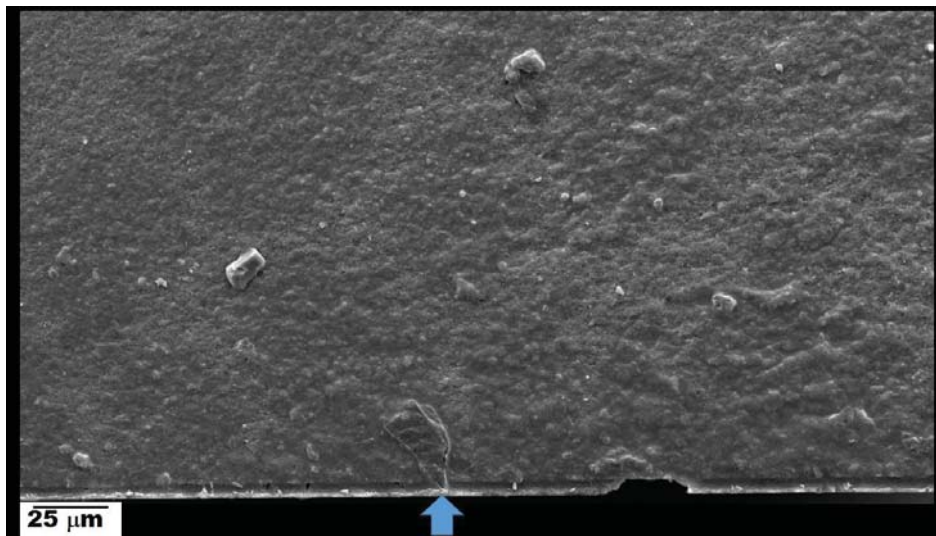


Figura 33. A seta azul aponta para o local de origem da fratura no corpo-de-prova da imagem 32.

6. DISCUSSÃO

6.1 Caracterização microestrutural e mecânica da ZLS

Segundo o fabricante, a ZLS é composta por cristais de silicato de lítio e reforçada com 8 a 12% de zircônia. A análise em EDS realizada no presente estudo possibilita identificar os elementos constituintes do material e estimar sua proporção, porém não é possível identificar as fases cristalinas presentes. Com relação à composição, foi detectado grande volume de oxigênio (O), carbono (C) e silício (Si), elementos geralmente encontrados nas fases vítreas das cerâmicas. A análise em EDS mostrou ainda que o material apresenta 11,8 % de zircônio e este elemento está distribuído de forma homogênea no material. Este valor está de acordo com o relatado pelo fabricante. Ramos *et al.* (2016) utilizaram difração por raios X (XRD) e encontraram uma proporção maior de zircônia, aproximadamente 21%.

No presente estudo, a ZLS apresentou resistência à flexão de 179 MPa. Esse valor é inferior ao relatado na literatura e pelo fabricante (370 MPa). Elsaka & Elnaghy (2016) encontraram para a ZLS um valor de resistência à flexão em três pontos de 443 MPa. Ramos *et al.* (2016) relataram uma resistência à flexão biaxial de 217 MPa. Já os valores de microdureza foram similares aos reportados na literatura (Elsaka & Elnaghy, 2016).

Porém, cabe ressaltar que a resistência mecânica é uma propriedade extrínseca do material, porque que depende de fatores como o modo de fabricação e a geometria do corpo-de-prova, o método e as condições ambientais do ensaio mecânico. Existem muitas diferenças metodológicas entre os estudos que limitam as comparações. Dos estudos acima citados, apenas a investigação de Elsaka & Elnaghy (2016) utilizaram o ensaio de flexão em três pontos.

Esses fatores também influenciam o módulo de Weibull, que representa a distribuição de defeitos do material. O módulo de Weibull encontrado na literatura foi diferente, variando entre 10 e 13, o que indicava um material com qualidade uniforme (Elsaka & Elnaghy, 2016; Ramos et al., 2016). Já no presente estudo, um módulo mais baixo foi encontrado ($m=4$), sugerindo uma grande variabilidade dos dados.

A literatura busca comparar as propriedades mecânicas da ZLS com a LD levando em conta que suas indicações clínicas são similares. Porém, a resistência flexural encontrada no presente estudo é inferior aos valores reportados na literatura para a LD produzida por CAD-CAM, que foram em torno de 250 MPa (Vicari & Borba, 2014; Belli *et al.*, 2014). Este comportamento inferior da ZLS pode ser atribuído a sua matriz extremamente vítrea e pelo reforço insuficiente da zircônia, que não contribui para o aumento das propriedades mecânicas. Vicari & Borba (2014) utilizaram o mesmo método de fabricação e metodologia do presente estudo e encontraram para a LD módulo de Weibull de 4,6, muito próximo ao valor encontrado para a ZLS.

As falhas dos corpos-de-prova ocorreram a partir da região com maior concentração de tensões de tração, a superfície cerâmica em contato com os dois apoios inferiores durante o teste. A trinca teve

origem em um defeito de superfície e se propagou em direção a área de compressão, sendo possível localizar uma *compression curl* na região em contato com o pistão aplicador da carga. Em coroas monolíticas produzidas com cerâmicas vítreas, como a ZLS, as falhas geralmente têm origem na superfície interna das mesmas, em áreas com maior concentração de tensões de tração, onde existe uma falha na cimentação ou onde se encontra um grande defeito no material que pode atuar como um ponto concentrador de tensão (Sailer *et al.*, 2015).

6.2 Ensaio de Fadiga

Foi realizado o ensaio de fadiga cíclica em água destilada a 37° C considerando a susceptibilidade das cerâmicas SCG e a degradação da resistência à fratura na presença de umidade. A frequência de 2 Hz foi escolhida considerando que este valor está na faixa da frequência mastigatória que varia entre 1 e 3 Hz (LOHBAUER *et al.*, 2008; WISKOTT *et al.*, 1995).

Protocolos de ciclagem mais longos do que os usados no presente estudo são indicados para os testes laboratoriais. Sugere-se ciclagem de, pelo menos, 10⁶ ciclos, que simularia um ano de uso clínico das restaurações, aproximadamente (LOHBAUER *et al.*, 2008). Porém, as condições de teste utilizadas foram mais agressivas, sendo que o corpo-de-prova estava submetido à flexão em três pontos. As restaurações têm geometria complexa e são aderidas a um substrato, dificilmente são submetidas à flexão na mesma configuração do teste utilizado. Portanto, os tempos de 10³ e 10⁴ ciclos permitiriam obter uma caracterização inicial do comportamento de fadiga dessa cerâmica.

Foram utilizados dois métodos acelerados de fadiga, o *boundary* e o *staircase*. Para ambos foi utilizada, aproximadamente, a mesma quantidade de corpos-de-prova. Porém, quando consideramos o tempo de teste, o método *staircase* é mais demorado, pois os corpos-de-prova são testados individualmente com variações de carga a cada falha ou sobrevivência dos mesmos. Os dados obtidos com o método *staircase* permitem estimar o ponto central da amostra, ou seja, a resistência para uma probabilidade de 50% de falha (limite de fadiga). Também é possível estimar o desvio padrão (COLLINS, 1993).

Já no método *boundary*, pode-se testar um maior número de corpos-de-prova em uma mesma amplitude de estresse e mesmo número de ciclos. O método *boundary* também permite estimar pontos nas extremidades da distribuição, como para uma probabilidade de falha de 5%, possibilitando maior precisão nas estimativas de resistência na faixa de interesse clínico (MAENNIG *et al.*, 1975). Apesar dessas diferenças metodológicas, ambos testes chegaram em valores similares de resistência para uma probabilidade de falha de 50%, o que sugere uma boa confiabilidade para os dois métodos.

Para analisar os dados de fadiga podem ser utilizados os cálculos correspondentes aos respectivos métodos ou pode-se lançar mão de modelos matemáticos fornecidos por um software de confiabilidade. Quando os dados dos dois métodos foram combinados para a análise, a precisão das previsões de probabilidade de falha aumentou (menor intervalo de confiança). Isto ocorre por causa do número maior de dados e abrangência de diferentes níveis de estresse. A técnica *boundary* também envolve o teste dos corpos-de-prova em uma faixa ampla de estresse, o que favoreceu as estimativas de probabilidade de falha

realizadas com o software. Por outro lado, analisando somente os dados obtidos com a técnica *staircase* perde-se precisão nas faixas de tensão que estão distantes da mediana de resistência à fadiga.

Foi estimada uma probabilidade de falha de 51 a 56% dos corpos-de-prova com um estresse de 40 MPa após 10^3 ciclos, o que está de acordo com as estimativas obtidas com os modelos matemáticos dos métodos *staircase* e *boundary* e sugere uma boa confiabilidade. Porém, para menores valores de probabilidade de falha e maiores tempo de vida a precisão e confiabilidade diminuem.

6.2 Degradação da resistência mecânica

As cerâmicas odontológicas sofrem degradação da resistência quando submetidas a fadiga cíclica por diferentes tempos, e isto está ligado à composição e microestrutura, com a ocorrência de mecanismos distintos, sendo a corrosão o processo que mais reduz a resistência à fratura e a vida clínica do material (BELLI *et al.*, 2014). Acredita-se que haja uma degradação de aproximadamente 15% desta propriedade quando os testes são feitos em água, já que a umidade favorece o crescimento subcrítico de trincas (DRUMMOND *et al.*, 2000).

Neste estudo foram encontrados valores em torno de 78% de degradação da resistência após 10^3 ciclos, para ambos os métodos, em relação a resistência inicial (flexão em três pontos), mas não houve aumento significativo da degradação após 10^4 ciclos. Belli *et al.* (2014) utilizaram o método *staircase* e encontraram uma degradação de 53% para a LD após 10^4 ciclos. Vicari & Borba (2014) utilizando o método *boundary* encontraram 60% de degradação para a LD. Ambos os estudos

também não observaram aumento significativo da degradação da resistência das cerâmicas com o aumento do tempo de ciclagem.

Lohbauer *et al.* (2003) utilizaram o método *staircase* para calcular o limite de fadiga de diferentes resinas compostas, por 10^5 ciclos, em água a 37° C. A degradação após fadiga variou entre 37 e 67% da resistência inicial. Amaral *et al.*, (2016) utilizaram o mesmo método para estimar o limite de fadiga de uma cerâmica Y-TZP utilizando 10^2 a 10^5 ciclos, onde, assim como neste estudo, houve uma degradação inicial (11,4%) mais relevante em um número menor de ciclos, mas com o aumento dos ciclos a degradação teve um aumento pouco significativo (15,8%).

Como os corpos-de-prova utilizados foram em forma de barra, a extrapolação para a clínica fica limitada, apesar do teste ter sido feito em umidade, temperatura e frequência mastigatória semelhantes ao ambiente oral. A análise de Weibull mostrou que o material apresenta uma baixa confiabilidade tendo maior chance de apresentar diferentes tipos de defeitos na sua estrutura e a análise de fadiga após 10^4 ciclos mostrou uma probabilidade de falha de 48% para 35 MPa e 74% para 40 MPa. Tendo em vista estes dados, as indicações da ZLS podem ser limitadas e não atender ao que o fabricante relata, sendo mais aconselhável utilizá-la em regiões com menor carga mastigatória, como para restaurações estéticas em regiões anteriores.

7. CONCLUSÕES

A vitrocerâmica à base de silicato de lítio e zircônia apresentou degradação significativa das propriedades mecânicas em fadiga. Houve uma boa concordância entre os dois métodos de fadiga investigados, pois ambos resultaram em valores semelhantes de resistência à fadiga e degradação da vitrocerâmica.

REFERÊNCIAS

AHRBERG, D.; LAUER, H. C.; AHRBERG, M.; WEIGL, P. Evaluation of fit and efficiency of CAD/CAM fabricated all-ceramic restorations based on direct and indirect digitalization: a double-blinded, randomized clinical trial. *Clin Oral Invest*, v. 20, n. 2, p. 291-300, 2016.

AMARAL, M. CESAR, P. F.; BOTTINO, M. A.; LOHBAUER, U.; VALANDRO, L. F. Fatigue behavior of Y-TZP ceramic after surface treatments. *J Mech Behav Biomed Mater*, v. 57, p. 149-156, 2016.

AMOROSO, A. P.; FERREIRA, M. B.; TORCATO, L. B.; PELLIZZER, E. P.; MAZARO, J. V. Q.; GENNARI FILHO, H. Cerâmicas odontológicas: propriedades, indicações e considerações clínicas. *Revista Odontológica de Araçatuba*, v. 33, n. 2, p. 19-25, Julho/Dezembro, 2012.

ANUSAVICE K. J. Phillips- Materiais Dentários. 11ª ed. Rio de Janeiro: Elsevier Editora Ltda.; 2005. 800p.

BARAN, G.; BOBERICK, K.; MCCOOL, J. Fatigue of restorative materials. *Crit Rev Oral Biol Med*. v. 12, n. 4, p. 350-360, 2001.

BASSO, G.R.; MORAES, R.R.; BORBA, M.; GRIGGS, J.A.; DELLA BONA, A. Flexural strength and reliability of monolithic and trilayer ceramic structures obtained by the CAD-on technique. *Dent Mat*, v. 31, n. 12, p. 1453-1459, 2015.

BELLI, R.; GEINZER, E.; MUSCHWECK, A.; PETSCHERT, A.; LOHBAUER, U. Mechanical fatigue degradation of ceramics versus resin composites for dental restorations. *Dent Mat*, v. 30, n. 4, p. 424-432, 2014.

BISKRI, Z. E.; RACHED, H.; BOUCHEAR, M.; RACHED, D. Computacional study of structural, elastic and electronic properties of lithium disilicate (Li₂Si₂O₅) glass-ceramic. *J Mech Behav Biomed Mater*, v. 32, p. 345-350, 2014.

BORBA, M.; CESAR, P.F.; GRIGGS, J.A.; DELLA BONA, A. Step-stress analysis for predicting dental ceramic reliability. *Dent Mater*, v. 29, n. 8, p. 913-918, 2013.

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

CALLISTER, W.D.Jr. Ciência e engenharia de materiais: uma introdução. 5ª ed. Rio de Janeiro: LTC, 2000.

CARVALHO, A.O.; BRUZI, G.; GIANNINI, M.; MAGNE, P. Fatigue resistance of CAD/CAM complete crowns with a simplified cementation process. *J Prosthet Dent*, v. 111, n. 4, p. 310-317, 2014.

COLLINS, J. A. Staircase or up-and-down methods. In: __. *Failure of Material in Mechanical Design*. 2. Ed. New York: John Wiley & sons, p. 383-390, 1993.

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

DELLA BONA, A.; BORBA, M.; PEREIRA, J. R. Próteses livres de metal em implantodontia. In: *Prótese sobre implante*. 1 ed. São Paulo: Editora Artes Médicas Ltda., 2012, p. 233-246.

DENRY, I.; KELLY, J. R. Emerging ceramic-based materials for dentistry. *J Dent Res*, v. 93, n. 12, p. 1235-1242, 2014.

DRUMMOND, J.L.; KING, T.J.; BAPNA, M.S.; KOPERSKI, R.D. Mechanical property evaluation of pressable restorative ceramics. *Dent Mat*, v. 16, n. 3, p. 226-233, 2000.

ELSAKA, S.E.; ELNAGHY, A.M. Mechanical properties of zirconia reinforced lithium silicate glass-ceramic. *Dent Mater*, v. 32, n. 7, p. 908 – 914, 2016.

FASBINDER, D. J.; DENNISON, J. B.; HEYS, D.; NEIVA, G. A clinical evaluation of chairside lithium disilicate CAD/CAM crowns: a two-year report. *J Am Dent Assoc*, v. 141, sup. 2, 2010.

GOMES, E. A.; ASSUNÇÃO, W. G.; ROCHA, E. P.; SANTOS P. H. Cerâmicas odontológicas: o estado atual. *Cerâmica*. V. 54, p. 319-325, 2008.

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

GUAZZATO, M.; ALBAKRY, M.; RINGER, S. P.; SWAIN, M. V. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part 1. Pressable and alumina glass-infiltrated ceramics. *Dent Mat*, v. 20, n. 5, p. 441-448, 2004.

GUERLONE, E.; MANDELLI, F.; CAPARRÈ, P.; PANTALEO, G.; TRAINI, T.; FERRINI, F. A 3 years retrospective study of survival for zirconia-based single crowns fabricated from intraoral digital impressions. *J Dent*, v. 42, n. 9, p. 1151-1155, 2014.

GUESS, P. C.; ZAVANELLI, R. A.; SILVA, N. R.; BONFANTE, E. A.; COELHO, P. G.; THOMPSON, V. P. Monolithic CAD/CAM lithium disilicate versus veneered Y-TZP crowns: comparison of failure modes and reliability after fatigue. v. 23, n. 5, p. 434-442, 2010.

HAFF, A.; LOF, H.; GUNNE, J.; SJOGREN, G.; A retrospective evaluation of zirconia –fixed partial dentures in general practices: an up to 13-year study. *Dent Mater*, v. 31, n. 2, p. 162, 170, 2015.

HU, M.; WEIGER, R.; FISCHER, J. Comparison of two test designs for evaluating the shear bond strength of resin composite cements. *Dent Mater*, v. 32, n. 2, p. 223-232, 2016.

Ivoclar-Vivadent. <http://www.ivoclarvivadent.com>.

JOSHI, G. V.; DUAN, Y.; DELLA BONA, A.; HILL, T.J.; ST JOHN, K.; GRIGGS, J.A. Contributions of stress corrosion and cyclic fatigue to subcritical crack growth in a dental-ceramic. *Dental Materials*, v. 30, n. 8, p. 884-890, 2014.

KELLY, J.R. Dental ceramics: current thinking and trends. *The Dental Clinics of North America*, v. 48, n. 2, p. 513-530, 2004.

KELLY, R. Dental ceramics. What is this stuff anyway? *JADA*. v. 139, n. 4, p.4S-7S, 2008.

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

LAMEIRA, D.P.; SILVA, W.A.B.; SILVA, F.A.; SOUZA, G.M. Fracture strength of aged monolithic and bilayer zirconia-based crowns. *BioMed Res Int*, 418641, 2015.

LAN, T.; LIU, P.; CHOU, M.; LEE, H. Fracture resistance of monolithic zirconia crowns with different occlusal thicknesses in implant prostheses. *J Prosthet Dent*, v.15, 2015.

LOHBAUER, U.; VON DER HORST, T.; FRANKENBERGER, R.; KRAMERA, N.; PETSCHT, A. Flexural fatigue behavior of resin composite dental restoratives. *Dent Mater*, v. 19, n. 5, p. 435-440, 2003.

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

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

MARTINS, L.M.; LORENZONI, F.C.; FARIAS, B.C.; LOPES, L.D.S.; BONFANTE, G.; RUBO, J.H. Comportamento biomecânico das cerâmicas odontológicas: revisão. *Cerâmica*, v. 56, p.148-155, 2010.

NELSON, W. Accelerated life testing – step-stress model and data analyses. *IEEE Trans on Reliability* R-29, p.103-8, 1980.

NORDAHL, N.; STEYERN, P.V.V.; LARSSON, C. Fracture strength of ceramic monolithic crown systems of different thickness. *J Oral Science*, v. 57, n. 3, p. 255-261, 2015.

PO, J.M.C.; KIESER, J.A.; GALLO, L.M.; TÉSENYI, A.J.; HERBISON, P.; FARELLA, M. Time-frequency analysis of chewing activity in the natural environment. *Journal of Dental Research*, v. 90, n. 10, p. 1206, 1210, 2011.

PREIS, V.; BEHR, M.; HAHNEL, S.; ROSENTRITT, M. Influence of cementation on in vitro performance, marginal adaptation and fracture resistance of CAD/CAM fabricated ZLS molar crowns. *Dent Mater*. v. 31, n. 11, p. 1363-1369, 2015.

RAMOS, N.C.; CAMPOS, T.M.; PAZ, I.S.; MACHADO, J.P.; BOTTINO, M.A.; CESAR, P.F.; MELO, R.M. Microstructure characterization and SGG of newly engineered dental ceramics. *Dent Mater*, v. 32, n. 7, p. 870 – 878, 2016.

RAMOS, G.F.; MONTEIRO, E.B.C.; BOTTINO, M.A.; ZHANG, Y.; MELO, R.M. Failure probability of three designs of zirconia crowns. *Int J Periodontics Rest Dent*, v. 35, n. 6, p. 843-849 2015.

REICH, S.; FISCHER, S.; SOBOTTA, B.; KLAPPER, H. U.; GOZDOWSKI, S. A preliminary study on the short-term efficacy of chairside computer-aided design/computer-assisted manufacturing-generated posterior lithium disilicate crowns. *Int J Prosthodont*, v. 23, n. 3, p. 214-216, 2010.

RINKE, S.; RODIGER, M.; ZIEBOLZ, D.; SCHMIDT, A.K.; Fabrication of zirconia-reinforced lithium silicate ceramic restorations using a complete digital workflow. *Case Rep Dent*. 2015.

RINKE, S.; PABEL, A.K.; RODIGER, M.; ZIEBOLZ, D. Chairside fabrication of an all-ceramic partial crown using a zirconia-reinforced lithium silicate ceramic. *Case Rep Dent*, 2016.

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

SATO, T.P.; ANAMI, L.C.; MELO, R.M.; VALANDRO, L.F.; BOTTINO, M.A. Effects of surface treatments on the bond strength between resin cement and a new zirconia-reinforced lithium silicate ceramic. *Oper Dent*. v. 41, n. 3, 284-292, 2016.

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

SILVA, N.R.F.A.; THOMPSON, V.P.; VALVERDE, G.B., COELHO, P.G.; POWERS, JM. FARAH, J.W.; ESQUIVEL-UPSHAW, J. Comparative reliability analyses of zirconium oxide and lithium disilicate restorations in vitro and in vivo. *J Am Dent Assoc*, v. 142, n. 2, p. 4s-9s, 2011.

TAKANO, T.; TASAKA, A.; YOSHINARI, M.; SAKURAI, K. Fatigue strength of Ce-TZP/Al₂O₃ nanocomposite with diferente surfaces. *J Dent Res*, v. 91, n. 8, p. 800-804, 2012.

THOMPSON, J. Y.; STONER, B. R.; PIASCIK, J. R.; SMITH, R. Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: where are we now? *Dent Mater*, v. 27, n. 1, p. 71-82, 2011.

VICARI, C. B. Comportamento mecânico de cerâmicas parcialmente cristalinas submetidas à fadiga cíclica. 2014. 188 f. Dissertação (Mestrado em Odontologia – Área de Concentração em Clínica Odontológica) – Faculdade de Odontologia, Universidade de Passo Fundo, 2014.

WISKOTT, H.W.; NICHOLLS, J.I.; BELSER, U.C. Stress fatigue: basic principles and prosthodontic implications. *Int J Prosthodont*. v. 8, n. 2, p. 105-116, 1995.

YOSHINARI, M.; DÉRAND T. Fracture strength of all-ceramic crowns.
Int J Prosthodont. v. 7, n. 4, p.329-38, 1994.

ARTIGO A SER SUBMETIDO

Artigo a ser submetido ao Periódico *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*

Título: Comportamento de fadiga de uma cerâmica à base de silicato de lítio e zircônia – método *boundary vs. Staircase*

Otoni, R¹, Borba, M¹

¹ Faculdade de Odontologia, Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Universidade de Passo Fundo, RS, Brazil.

Autor correspondente:

Nome: Márcia Borba

Endereço: Faculdade de Odontologia, Universidade de Odontologia, Universidade de Passo Fundo, Campus 1, BR 285, Km 171, São José / Passo Fundo/RS / CEP: 99052-900.

Telefone: (01155) 54-3316-8395

Email: marciaborba@upf.br; marcia_borb@hotmail.com

Título curto: Métodos de fadiga para teste de uma cerâmica odontológica

RESUMO

Objetivo: Avaliar o comportamento de fadiga de uma cerâmica à base de silicato de lítio e zircônia (ZLS, VITA Suprinity, Vita Zahnfabrik), utilizando os métodos “*boundary*” e “*staircase*”.

Métodos: Foram confeccionadas cento e vinte e cinco barras de cerâmica ZLS com as dimensões de 18 mm x 4 mm x 1,2 mm. Trinta corpos-de-prova foram testados em flexão em três pontos utilizando uma máquina de ensaio universal, em água destilada a 37°C. Os dados de flexão foram analisados com estatística de Weibull. Noventa e cinco barras foram submetidas aos ensaios de fadiga cíclica pelos métodos *boundary* e *staircase*. Os ensaios de fadiga foram realizados em uma máquina de ciclagem pneumática, com uma frequência de 2 Hz, em água destilada a 37°C. Dois tempos de vida foram avaliados em cada método, 10^3 e 10^4 ciclos. A dureza Vickers (HV) foi avaliada em um microdurômetro com uma carga de 4,9 N por 20 s. Foi realizada análise fractográfica e análise de EDS dos corpos-de-prova.

Resultados: A ZLS obteve resistência flexural média de 178 MPa, módulo de Weibull de 4 e HV de 680 MPa. Após 10^3 ciclos, para ambos os métodos, houve uma degradação de 78% da resistência à flexão inicial. Não houve uma degradação significativa quando o tempo de ciclagem aumentou de 10^3 para 10^4 ciclos. Tanto para o método *staircase* como para o *boundary*, a resistência para uma probabilidade de falha de 50% ($\sigma_{50\%}$) após 10^3 ciclos foi de 39 MPa. Após 10^4 ciclos $\sigma_{50\%}$

foi de 34 MPa no método *boundary* e 37 MPa no método *staircase*. A origem das falhas foi localizada na superfície de tração dos corpos-de-prova. O EDS revelou a presença de 11,8% de zircônio na ZLS.

Significância clínica: A ZLS apresentou significativa degradação das propriedades mecânicas em fadiga. Houve uma boa concordância entre os dois métodos de fadiga investigados.

Palavras-chave: cerâmica, fadiga, projeto auxiliado por computador.

ABSTRACT²

Aim: To evaluate the fatigue behavior of zirconia-reinforced lithium silicate ceramic (ZLS - VITA Suprinity, Vita Zahnfabrik), using the boundary and staircase methods.

Methods: One hundred and twenty five ZLS ceramic bars with the dimensions of 18 mm x 4 mm x 1.2 mm were produced. Thirty specimens were tested for three-point bending using a universal testing machine in 37°C distilled water. Flexural strength data were analysed using Weibull statistics. Ninety five bars were subjected to cyclic fatigue using boundary and staircase methods. Fatigue tests were performed on a pneumatic cycling machine with a frequency of 2 Hz in 37°C distilled water. Two lifetimes were evaluated in each method, 10³ and 10⁴ cycles. Vickers hardness (HV) was evaluated using a microdurometer with a

² Fatigue behavior of zirconia-reinforced lithium silicate ceramic– boundary vs. staircase method

load of 4.9 N for 20 s. Fractographic analysis and EDS analysis of the specimens were also performed.

Results: ZLS obtained a mean flexural strength of 178 MPa, Weibull modulus of 4 and HV of 680 MPa. After 10^3 cycles, for both methods, there was a degradation of 78% of the initial flexural strength. There was no significant degradation when the cycling time increased from 10^3 to 10^4 cycles. For both the staircase and boundary methods, the stress for a failure probability of 50% ($\sigma_{50\%}$) after 10^3 cycles was 39 MPa. After 10^4 cycles $\sigma_{50\%}$ was 34 MPa in the boundary method and 37 MPa in the staircase method. The failure origin was located on the specimens surface subjected to tensile stresses. EDS revealed the presence of 11.8% of zirconium in ZLS composition.

Conclusion: ZLS presented significant degradation of mechanical properties in fatigue. There was a good agreement between the two fatigue methods investigated.

Key words: ceramic, fatigue, CAD/CAM.

INTRODUÇÃO

Uma quantidade crescente de restaurações cerâmicas estão sendo usadas na odontologia restauradora tentando suprir as exigências estéticas e de biocompatibilidade. Os principais objetivos da introdução de novas cerâmicas odontológicas são a melhoria das propriedades mecânicas e da qualidade de fabricação, utilizando materiais com alto conteúdo cristalino e técnicas de fabricação como, por exemplo, o

CAD/CAM (*computer aided design/computer aided manufacturing*) (1, 2).

A utilização da zircônia policristalina tetragonal estabilizada por ítria (Y-TZP), como infraestrutura, significou uma melhora do comportamento mecânico das restaurações totalmente cerâmicas. Devido a opacidade da Y-TZP, geralmente, é necessário um recobrimento com cerâmicas vítreas para alcançar uma estética apropriada (3). Entretanto, o lascamento ou delaminação da cerâmica de recobrimento tem sido reportada como a falha mais frequente em coroas unitárias cerâmicas multi-camadas usando Y-TZP (4, 5), com taxa de falha anual de 1,84 e com sobrevivência após cinco anos de 91,2%. Uma opção, principalmente para a região anterior, seria utilizar cerâmicas parcialmente cristalinas de forma monolítica, como as vitrocerâmicas à base de dissilicato de lítio e reforçada com leucita. A literatura sugere para esse tipo de restauração taxa anual de falha de 0,69 e sobrevivência em 5 anos de 96,6%, sendo a fratura catastrófica a falha mais frequente (6).

Assim, com o objetivo de obter uma cerâmica com boas propriedades ópticas e mecânicas para confeccionar restaurações monolíticas, foi introduzida no mercado a cerâmica à base de silicato de lítio e zircônia (ZLS - Vita Suprinity, Vita Zahnfabrick, Bad Säckingen, Germany) para CAD/CAM. Essa cerâmica é indicada para a fabricação de *inlays*, *onlays*, coroas parciais, facetas, coroa unitária anterior e posterior suportada por dente ou implante. Esta nova cerâmica apresenta uma microestrutura dual com uma fase muito fina de cristais de meta-silicato de lítio e dissilicato de lítio (0,5 a 0,7 μm) e uma matriz vítrea contendo óxido de zircônia. A ZLS apresenta tenacidade à fratura de

2,31 MPa.m^{1/2} e resistência à flexão em três pontos de 443 MPa, módulo de Weibull de 13,41, módulo de elasticidade de 70,44 GPa e dureza de 6,53 GPa (7). Ainda, apresenta resistência de união a cimentos resinosos entre 20 e 30 MPa (8, 9). Porém, para esta cerâmica, ainda faltam estudos utilizando metodologias que simulem de forma mais realista as condições de serviço das restaurações.

Dentre os vários testes laboratoriais disponíveis para investigar o comportamento mecânico dos materiais está o teste de fadiga que simula, o mais próximo possível, o que ocorre no ambiente oral. O processo de fadiga ocorre, no caso das cerâmicas, quando são submetidas a baixas tensões ao longo do tempo, em ambiente úmido, levando ao crescimento lento e subcrítico da trinca, até que a mesma alcance um tamanho crítico, ocasionando uma falha na estrutura. Esse processo é equivalente ao que ocorre no ambiente oral durante a mastigação. Portanto, dados de fadiga dos materiais são importantes para a prática clínica (10-12). Por outro lado, os testes convencionais de fadiga são demorados e requerem uma grande quantidade de corpos-de-prova. Por isso foram desenvolvidas algumas técnicas para otimizar esses testes, entre elas a “técnica *boundary*” e a “técnica *staircase*”, que são métodos acelerados de fadiga. Porém, não há muita informação na literatura para embasar o pesquisador a respeito da escolha do método mais eficiente.

Portanto, este estudo visou caracterizar o comportamento de fadiga desta nova cerâmica à base de silicato de lítio e zircônia para estimar de forma mais confiável o seu comportamento clínico. Ainda, identificar as vantagens e limitações de cada método de fadiga. A hipótese testada é de que não há diferença nos valores de estresse para

uma probabilidade de falha de 50% e no comportamento de fratura da cerâmica à base de silicato de lítio e zircônia avaliada pelos dois métodos.

MATERIAIS E MÉTODOS

Confecção dos corpos-de-prova

Foram confeccionados cento e vinte e cinco corpos-de-prova em forma de barra da cerâmica de silicato de lítio reforçada por zircônia (ZLS, VITA Suprinity) (1,2 mm x 4,0 mm x 18,0 mm). As barras foram obtidas através do corte de blocos para CAD-CAM com disco diamantado em uma cortadeira metalográfica (modelo Miniton, Struers, Copenhagen, Denmark).

Após os cortes, as barras foram polidas manualmente com lixas abrasivas de granulação 280, 600, 1000 e 1200 μm e os quatro cantos foram chanfrados. Então, os corpos-de-prova foram cristalizados em forno específico (VITA Vacumat 6000 MP).

Ensaio de Flexão em Três Pontos e Análise de Weibull

Os corpos-de-prova foram submetidos a um ensaio de resistência flexural pelo método de três pontos ($n=30$), utilizando uma máquina de ensaio universal (Linha DL, EMIC, modelo DL 2000, São José dos Pinhais, PR, Brasil) com velocidade de 0,5 mm/min. O teste foi

realizado em água destilada mantendo uma temperatura de 37°C. A carga de fratura foi registrada em Newtons e os valores de resistência a flexão (σ_f) foram determinados de acordo com a Equação 1 (ISO6872):

$$\sigma_f = \frac{3Pl}{2wb^2} \quad \text{Equação 1}$$

onde P é a carga de fratura (N), l é a distância entre os apoios (12 mm), w é a largura do corpo-de-prova (4 mm), e b é a sua espessura (1,2 mm).

O módulo de Weibull (m) e a resistência característica (σ_0) foram determinados analisando os dados de resistência à flexão de acordo com a distribuição de Weibull de dois parâmetros.

Ensaio de Fadiga

Os corpos-de-prova para o teste de fadiga cíclica foram testados na mesma configuração dos testes de fratura rápida (flexão em três pontos). A ciclagem mecânica foi realizada em uma máquina de ciclagem pneumática (Biopid, Biocycle, São Carlos, São Paulo, Brasil), com uma frequência de 2 Hz, em água destilada a 37°. Dois tempos de ciclagem foram avaliados: 10^3 e 10^4 ciclos.

Foram utilizados os métodos *boundary* e *staircase* para determinar a amplitude de estresse para os corpos-de-prova de fadiga (13). Foram testados quinze corpos-de-prova até que o primeiro sobrevivesse ao número de ciclos pré-definidos e as metodologias fossem aplicadas. Depois, para cada método vinte corpos-de-prova foram testados no grupo de 10^3 ciclos, e vinte para o grupo de 10^4 ciclos.

A pressão, a frequência e o número de ciclos eram programados e controlados através de uma tela de comando que acionava os pistões.

Antes dos ensaios a força aplicada por cada pistão era mensurada utilizando uma célula de carga. Para cada teste, os corpo-de-prova eram posicionados sobre o dispositivo e o pistão era encostado na superfície dos mesmos e fixado para que não houvesse impacto durante a ciclagem.

Método *Boundary*

No método “*boundary*”, a amplitude de estresse para o teste do primeiro corpo-de-prova (σ_{initial}) foi definida de acordo com a média obtida no ensaio de flexão. Essa amplitude de estresse inicial foi reduzida utilizando um valor de $\delta = 0,04 \cdot \sigma_{\text{inicial}}$, para cada corpo-de-prova até que o primeiro corpo-de-prova sobreviveu a 10^3 ciclos. Então, metade dos corpos-de-prova foram testados nessa amplitude de estresse (σ_1) ($n=10$). A amplitude de estresse para a outra metade dos corpos-de-prova (σ_2) foi calculada seguindo a Equação 2:

$$\sigma_2 = \begin{cases} \sigma_1 + S \cdot \left(1 - \frac{i}{n}\right) \cdot \sigma_1 & i < 0.5n \\ \sigma_1 - S \cdot \frac{i}{n} \cdot \sigma_1 & i \geq 0.5n \end{cases} \quad \text{Equação 2}$$

onde i é o número de corpos-de-prova que falharam até 10^3 ciclos em σ_1 , n é o número total dos corpos-de-prova testados em σ_1 , e S é uma constante escolhida para minimizar a chance de que todos ou nenhum corpo-de-prova falhe em σ_2 , sendo 0,178.

Para encontrar a probabilidade de fratura a σ_1 e σ_2 a Equação 3 usada é:

$$P_f = (i+0,1)/(n+0,2) \quad \text{Equação 3}$$

A amplitude de estresse correspondente a 50% e 5% de probabilidade de falha são calculadas por interpolação e extrapolação, respectivamente, a partir de P_{f1} e P_{f2} utilizando a Equação 4:

$$\sigma_{P_f} = \exp \left[\frac{1}{m} \ln \ln \left(\frac{1}{1-P_f} \right) + \ln \sigma_0 \right] + \sigma_{th} \quad \text{Equação 4}$$

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

Para cada tempo de vida (10^3 e 10^4), os corpos-de-prova que sobreviveram a σ_2 foram utilizados no próximo tempo de vida de interesse, de forma que os corpos-de-prova testados em σ_2 serviram para σ_1 do próximo grupo. Uma descrição mais detalhada do método será apresentada nos resultados.

Método *Staircase*

No método “*staircase*”, a amplitude de estresse para o teste do primeiro corpo-de-prova ($\sigma_{inicial}$) foi definida de acordo com o ensaio de flexão e dados de fadiga. Se após completados 10^3 ciclos o corpo-de-prova não fraturasse, a amplitude de estresse máxima no corpo-de-prova foi acrescida de 4 MPa. Se ocorresse a fratura, o mesmo valor de estresse foi subtraído. Foram testados 20 corpos-de-prova para o tempo de 10^3 ciclos e 20 para 10^4 ciclos.

Os cálculos de resistência à fadiga ($\sigma_{50\%}$) e desvio-padrão (DP) para os dois tempos de vida seguiram as Equações 5 e 6:

$$\sigma_{50\%} = X_0 + d \left[\left(\frac{\sum in_i}{\sum n_i} \right) \pm \left(\frac{1}{2} \right) \right] \quad \text{Equação 5}$$

$$DP = 1,62d \left\{ \left[\frac{\sum n_i \sum i^2 n_i - (\sum in_i)^2}{(\sum n_i)^2} \right] + 0,029 \right\} \quad \text{Equação 6}$$

onde X_0 é o valor de estresse inicial; d é o incremento fixo de estresse crescente ou decrescente do teste (4 MPa); i é um índice de ordenação a cada valor de tensão (ex: $i=0$ corresponde ao menor valor de estresse, $i=1$ corresponde ao valor seguinte...), n_i é o número de corpos-de-prova utilizados dentro de cada amplitude de estresse.

A Equação 5 é baseada no evento menos frequente, então soma-se $\frac{1}{2}$ quando a análise é baseada nos corpos-de-prova que sobreviveram e diminui-se $\frac{1}{2}$ se foram utilizados os corpos-de-prova que falharam. No presente estudo, a sobrevivência foi o evento menos frequente, então somou-se.

Dureza Vickers

Cinco corpos-de-prova que foram testados em flexão em três pontos foram escolhidos aleatoriamente e levados ao microdurômetro (Shimadzu HMV-G 20st). Foram feitas três endentações em cada corpo-de-prova com carga de 4,9 N por 20 s. A dureza Vickers foi calculada usando a seguinte Equação 6:

$$H = 1,8544 \frac{P}{d^2} \quad \text{Equação 7}$$

onde H é a dureza (GPa), P é a carga aplicada (kg) e d é a média do comprimento da diagonal das endentações.

Fractografia e Espectroscopia por Dispersão de Energia (EDS)

Após a fratura, dois corpos-de-prova testados em cada método (flexão em três pontos, fadiga pela técnica *boundary* e técnica *staircase*) foram limpos em cuba ultrassônica por 5 min com álcool e mais 5 min com água destilada. Após isso, os corpos-de-prova foram recobertos com ouro (Metalizador Quoron Q150r ES) e lavados ao MEV (Tescan LM,) para uma análise mais detalhada da superfície de fratura.

Para a análise pelo EDS (Oxford Xmax), os corpos-de-prova foram condicionados com HF 10% por 20 segundos, e lavados em cuba ultrassônica como descrito anteriormente. Foi seguido o protocolo de tratamento de superfície descrito em estudo anterior (14).

RESULTADOS

Resistência Flexural e Microdureza

Os valores de média, desvio-padrão e os parâmetros da análise de Weibull (σ_0) para os dados de resistência flexural encontram-se na Tabela 1. Os valores de média e desvio-padrão de microdureza Vickers também podem ser observados na Tabela 1.

Tabela 1. Média de resistência flexural (σ_f) e microdureza (VH) acompanhadas dos desvio-padrão (DP); valores de

resistência característica (σ_0) e módulo de Weibull (m) com seus respectivos intervalos de confiança (IC 95%).

Resistência flexural						Microdureza	
σ_f (MPa)	DP (MPa)	σ_0 (MPa)	IC 95% (MPa)	m	IC 95%	VH (MPa)	DP
178	56	197	158-200	4	3-5	680	18

Fadiga – Método *Boundary*

A amplitude de estresse do primeiro corpo-de-prova (σ_{inicial}) no teste de fadiga foi determinada reduzindo-se, aproximadamente, 25% do valor da média obtido no teste de resistência à flexão, sendo 132 MPa. A amplitude de estresse foi reduzida utilizando um valor limite de 5 MPa ($\delta = 0,04 \cdot \sigma_{\text{inicial}}$) para cada corpo-de-prova até que o primeiro corpo-de-prova sobrevivesse 10^3 ciclos ($n=16$). Dez corpos-de-prova foram testados nessa primeira amplitude de estresse (σ_1) de valor 46 MPa, sendo que 90% dos corpos-de-prova falharam ($n=10$; $i=9$). A segunda amplitude de estresse (σ_2) foi calculada de acordo com a Equação 2, sendo 40 MPa. Outros dez corpos-de-prova, foram ciclados com σ_2 e 40% falharam até 10^3 ciclos ($n=10$; $i=4$). Os corpos-de-prova que sobreviveram continuaram sendo ciclados até completar 10^4 ciclos (σ_2 para 10^3 ciclos foi utilizada como σ_1 para 10^4 ciclos) e houve falha de 70% dos corpos-de-prova ($n=10$; $i=7$). Com base nesses dados, a segunda amplitude de estresse para o tempo 10^4 ciclos foi calculada, sendo 34 MPa (Equação 2). Dez novos corpos-de-prova foram ciclados e

5 fraturaram após 10^4 ciclos ($n=10$; $i=5$). O protocolo de ciclagem pela técnica boundary pode ser visualizado nas Figuras 1 e 2.

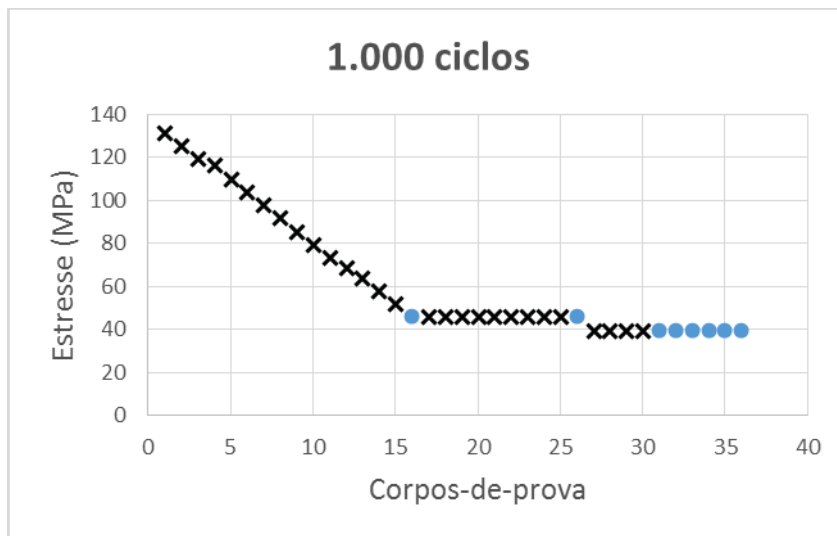


Figura 1. Protocolo de fadiga pelo método boundary para 10^3 ciclos. Os corpos-de-prova marcados com um círculo azul sobreviveram ao ensaio.

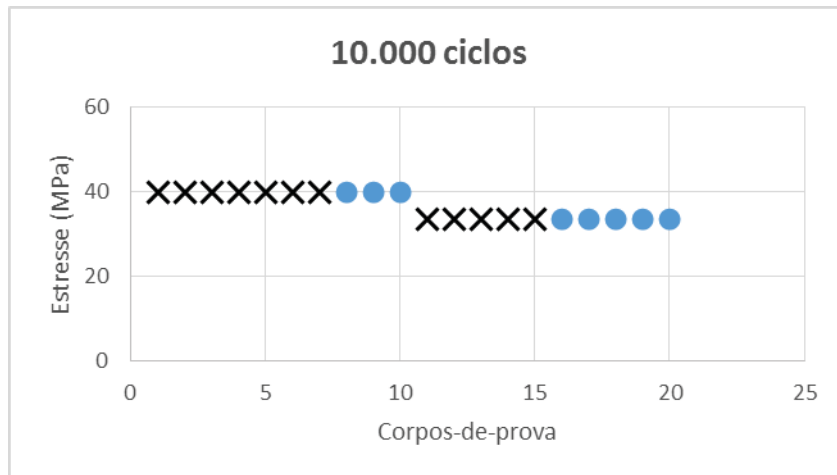


Figura 2. Protocolo de fadiga pelo método boundary para 10^4 ciclos. Os corpos-de-prova marcados com um círculo azul sobreviveram ao ensaio.

Para prever a resistência flexural para uma probabilidade de falha de 50% ($\sigma_{50\%}$) e 5% ($\sigma_{5\%}$) após 10^3 e 10^4 ciclos, foram utilizados os parâmetros de Weibull (m e σ_0) obtidos com o teste de flexão em três pontos e a curva dos dados de fadiga foi ajustada (Tabela 2). Os dados de fadiga foram ajustados para a direita no eixo x do gráfico de Weibull até alcançar a curva de resistência à flexão utilizando o valor de 1,53 (a_t) para 10^3 ciclos e 1,65 para 10^4 ciclos. O valor de a_t corresponde à diferença entre os valores de resistência obtidos no teste de flexão e de fadiga. Assim, a probabilidade de falha para cada tempo de vida foi calculada de acordo com a Equação 8:

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

Equação 8

onde m é o módulo de Weibull, P_f é a probabilidade de falha (0,05 ou 0,5), σ é a amplitude de estresse correspondente a 5% ou 50% de falha, σ_{th} é o estresse limite ($P_f=0$), σ_0 é a resistência característica e a_t é o valor de ajuste da curva dos dados de fadiga.

Na Tabela 2 encontram-se os valores de $\sigma_{50\%}$ e $\sigma_{5\%}$ estimados com os dados de flexão em três pontos e fadiga com o método *boundary* por 10^3 e 10^4 ciclos. Pode-se observar uma degradação de 78% da resistência após a ciclagem por 10^3 ciclos e 80% para 10^4 ciclos.

Tabela 2. Valores de resistência à flexão para uma probabilidade de falha de 50% ($\sigma_{50\%}$) e 5% ($\sigma_{5\%}$) dos dados de resistência à flexão em três pontos e fadiga pelos métodos boundary e staircase (MPa) (desvio padrão – DP).

	Flexão três pontos	Boundary		Staircase			
		10^3 ciclos	10^4 ciclos	10^3 ciclos	DP	10^4 ciclos	DP
$\sigma_{50\%}$	179	39	34	39	1,4	37	2,8
$\sigma_{5\%}$	93	20	18	*	*	*	*

*Não calculado.

5.3 Fadiga – Método *Staircase*

A amplitude de estresse do primeiro corpo-de-prova (σ_{inicial}) no teste de fadiga pelo método *staircase* foi de 52 MPa, utilizando como base os dados obtidos no teste de fadiga com o método *boundary*. A amplitude de estresse foi reduzida/aumentada utilizando um valor limite de 4 MPa. Foi testado um corpo-de-prova por vez. Quando o corpo-de-prova falhava antes do período pré-definido era diminuído o valor de 4 MPa e um novo corpo-de-prova era testado nesta nova amplitude de estresse. Se o corpo-de-prova sobrevivesse o período pré-definido, o valor de 4 MPa era aumentado. Foram testados 20 corpos-de-prova para cada tempo de vida, 10^3 e 10^4 ciclos. O protocolo de ciclagem pela técnica *staircase* pode ser visualizado nas Figuras 3 e 4. Foram utilizadas as Equações 5 e 6 para analisar os dados de fadiga.

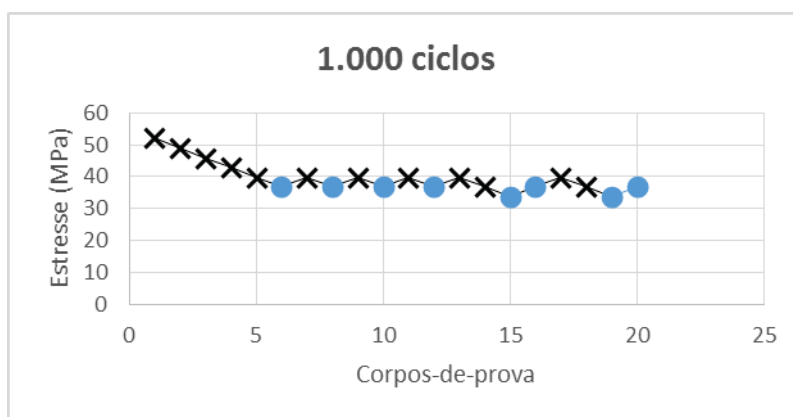


Figura 3. Protocolo de fadiga pelo método *staircase* para 10^3 ciclos. Os corpos-de-prova marcados com um círculo azul sobreviveram ao ensaio.

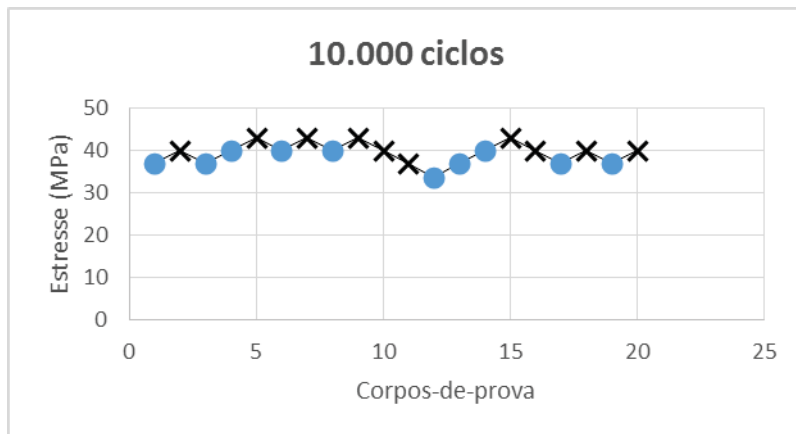


Figura 4. Protocolo de fadiga pelo método staircase para 10^4 ciclos. Os corpos-de-prova marcados com um círculo azul sobreviveram ao ensaio.

Na tabela 2 encontram-se os valores de $\sigma_{50\%}$ obtidos com a técnica de fadiga *staircase* e respectivos desvios-padrão. Observa-se que os valores de $\sigma_{50\%}$ foram similares para os dois métodos de fadiga em ambos tempos de vida e que não houve uma diminuição significativa de $\sigma_{50\%}$ com o aumento do número de ciclos de 10^3 para 10^4 (Figura 5).

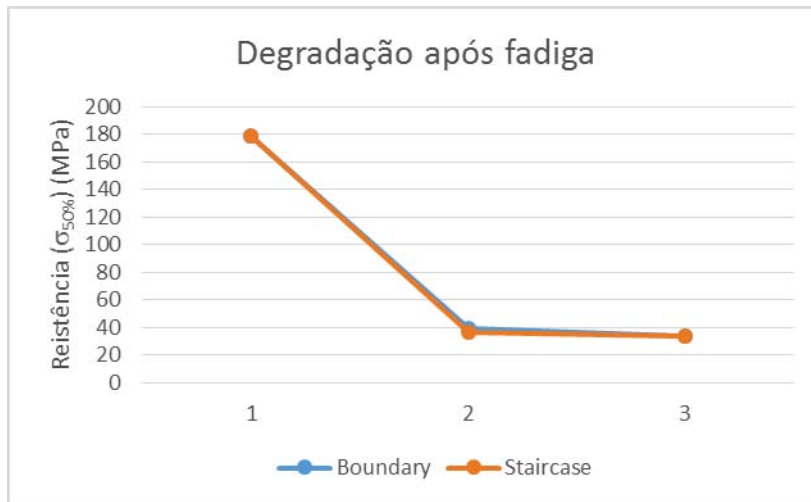


Figura 5. Degradação da resistência após fadiga pelos métodos boundary e staircase. O ponto 1 corresponde ao ensaio de flexão em três pontos, o ponto 2 a fadiga após 10^3 ciclos e o ponto 3 após 10^4 ciclos.

Fadiga – Estimativas de Probabilidade de Falha

Os dados de fadiga foram analisados em um software de estatística (ALTA Pro 7, Reliasoft) utilizando um modelo de dano cumulativo com uma relação de tempo de vida-tensão de poder inverso (IPL – *inverse power law*) e uma distribuição de vida do tipo Logonormal. Assim, os dados de fadiga são analisados e utilizados para prever a probabilidade de falha dos corpos-de-prova em diferentes estresses e tempos de vida, sendo uma forma alternativa de análise de dados.

Foram realizadas três análises, uma contendo apenas os dados obtidos com a técnica boundary; outra apenas com os dados obtidos com

staircase, e uma terceira análise com todos os dados (dados combinados das duas técnicas). Foi estimada a probabilidade de falha (P_f) para cinco tensões diferentes nos dois tempos de vida com um intervalo de confiança de 90% (Tabela 3).

Tabela 3. Probabilidade de falha (%) e intervalo de confiança de 90% (IC90%) para diferentes níveis de estresse e tempos de vida utilizando os dados de fadiga.

Método	Tempo	18 MPa	20 MPa	30 MPa	35 MPa	40 MPa
Boundary	10^3	0,07 (0; 14)	0,3 (0; 18)	14 (3; 39)	33 (18; 51)	54 (41; 67)
	10^4	0,8 (0; 37)	3 (0; 44)	39 (14; 70)	64 (44; 81)	82 (68; 91)
Staircase	10^3	0 (0; 0)	0 (0; 0)	0,03 (0; 4)	6 (1; 23)	56 (42; 69)
	10^4	0 (0; 0)	0 (0; 0)	0,2 (0; 11)	17 (4; 44)	76 (60; 87)
Combinado	10^3	0 (0; 1)	0 (0; 2)	7 (1; 21)	25 (15; 38)	51 (42; 60)
	10^4	0,2 (0; 4)	1 (0; 8)	19 (6; 43)	48 (34; 63)	74 (64; 83)

Pode-se observar que, quando os dados estão combinados a precisão da análise aumenta já que os intervalos de confiança ficam menores. Existe uma similaridade nas previsões de P_f entre a análise com os dados combinados e somente da técnica *boundary*. Quando a análise é realizada apenas com os dados do método *staircase* as estimativas de P_f não são muito eficientes para baixos níveis de tensão já que os dados de

fadiga, neste método, são concentrados na mediana e não em valores extremos.

Em 10^3 ciclos, observa-se que para os três métodos, uma probabilidade de falha de 51 a 56% é esperada com uma tensão de 40 MPa, o que está de acordo com as estimativas da Tabela 2, sugerindo confiabilidade dos métodos. Já em 10^4 ciclos existe um maior intervalo de confiança e as estimativas não são tão precisas.

Análise Microestrutural

As imagens da análise por EDS podem ser visualizadas nas Figuras 6, 7, 8. Foram encontrados os seguintes componentes: oxigênio (O), térbio (Tb), zircônio (Zr), carbono (C), alumínio (Al), potássio (K) e silício (Si).

A microanálise eletrônica consiste na medida de raios-X característicos emitidos de uma região microscópica da amostra bombardeada por um feixe de elétrons. As linhas de raios-X característicos são específicas do número atômico da amostra e, o seu comprimento de onda ou sua energia podem ser utilizados para identificar o elemento que está emitindo a radiação. Espectros de raios-X podem ser obtidos para todos os elementos da tabela periódica, com exceção do hidrogênio. Entretanto, a emissão dos primeiros dez elementos de baixo número atômico consiste de bandas na região de baixa energia onde as perdas por absorção na amostra são grandes. Assim, elementos como carbono, oxigênio e nitrogênio são freqüentemente encontrados, pois estão em grande quantidade por

estarem livres no ar, já outros elementos na faixa dos dez primeiros não estão presentes em grande quantidade, por exemplo, o lítio que não foi encontrado nesta análise.

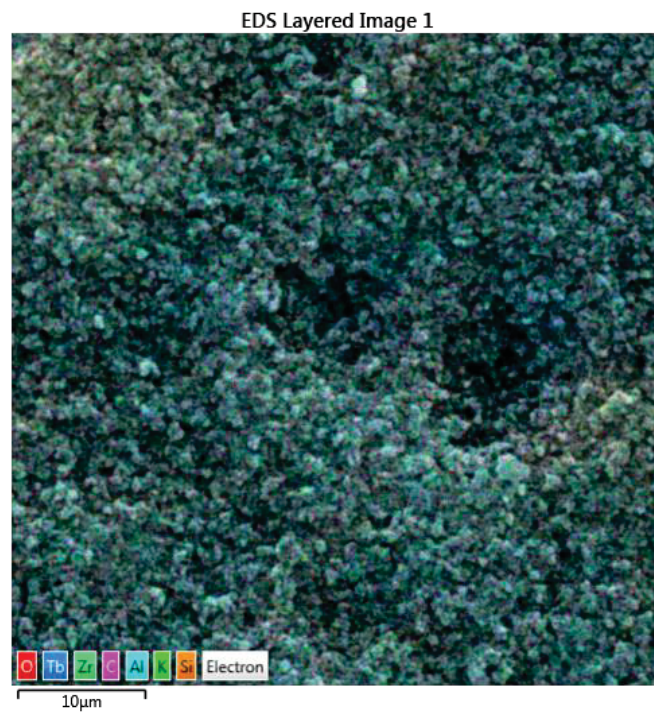


Figura 6. Espectro de uma amostra de ZLS com os respectivos componentes espalhados pela matrix.

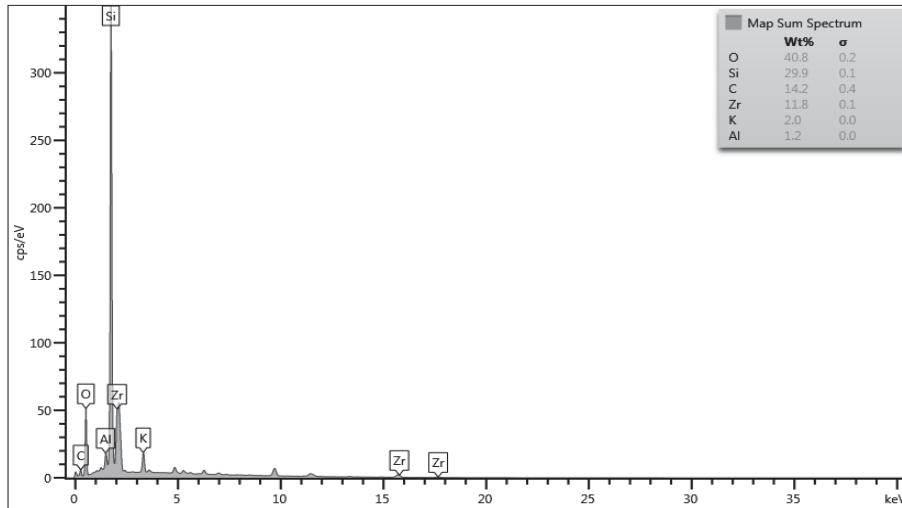


Figura 7. Porcentagem dos componentes presentes no material.

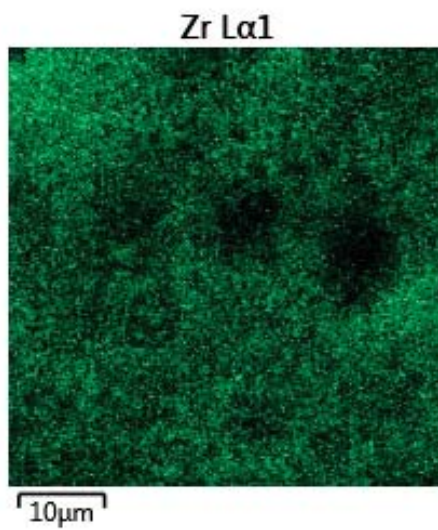


Figura 8. Espectro do zircônio mostrando que esta distribuído em todo material.

Análise Fractográfica

Observou-se que a origem das falhas estava na superfície do corpo-de-prova, localizada na área de máxima concentração de tensões de tração, entre os dois pontos de apoio durante o teste de flexão. Durante o teste, a trinca se propaga dessa região de tração para a região oposta do corpo-de-prova, onde encontra tensões de compressão, e produz uma marca denominada *compression curl*, seguido da fratura da estrutura. A *compression curl* foi identificada nos corpos-de-prova sugerindo que o teste foi executado de forma adequada. Na região oposta a *compression curl* está localizada a origem da trinca. Também foi possível detectar *hackle lines* indicando a origem da fratura. Esse mesmo padrão de fratura foi encontrado para os corpos-de-prova testados em flexão em três pontos e em fadiga (Figuras 9 e 10).

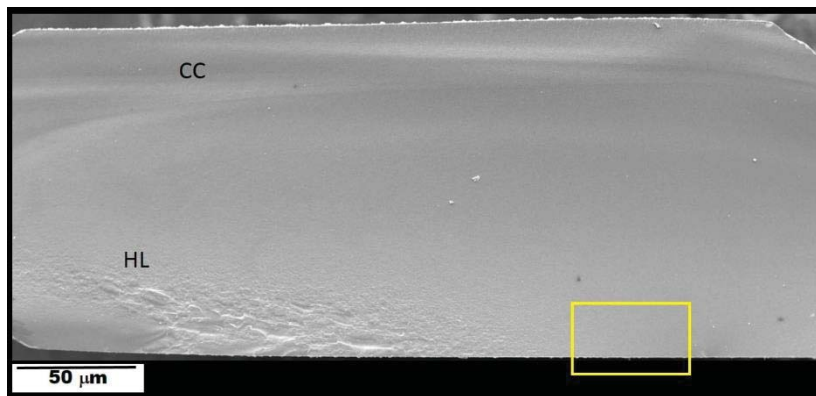


Figura 9. Imagem ampla da superfície de fratura de um corpo-de-prova testado em flexão em três pontos. Pode-se observar marcas como a

compression curl (CC) e hackle lines (HL) indicando a origem da fratura (caixa amarela).

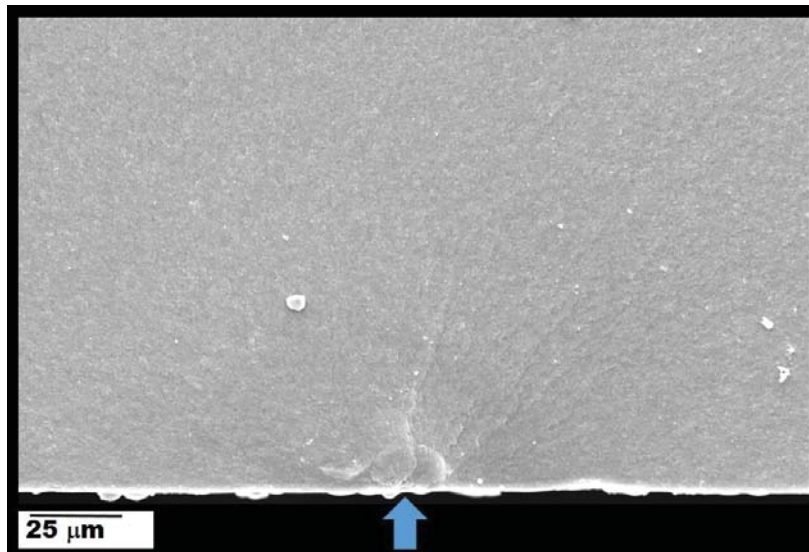


Figura 10. A seta azul aponta para o local de origem da fratura no corpo-de-prova da imagem 28.

DISCUSSÃO

Segundo o fabricante, a ZLS é composta por cristais de silicato de lítio e reforçada com 8 a 12% de zircônia. A análise em EDS realizada no presente estudo possibilita identificar os elementos constituintes do material e estimar sua proporção, porém não é possível identificar as fases cristalinas presentes. Com relação à composição, foi detectado

grande volume de oxigênio (O), carbono (C) e silício (Si), elementos geralmente encontrados nas fases vítreas das cerâmicas. A análise em EDS mostrou ainda que o material apresenta 11,8 % de zircônio e este elemento está distribuído de forma homogênea no material. Este valor está de acordo com o relatado pelo fabricante. Entretanto, outro estudo encontrou uma proporção maior de zircônia, aproximadamente 21% (14).

No presente estudo, a ZLS apresentou resistência à flexão de 179 MPa. Esse valor é inferior ao relatado na literatura e pelo fabricante (370 MPa) (7, 14). Já os valores de microdureza foram similares aos reportados na literatura (7). Quanto ao módulo de Weibull, que representa a distribuição de defeitos do material. O módulo de Weibull encontrado na literatura foi diferente, variando entre 10 e 13, o que indicava um material com qualidade uniforme (7, 14). No presente estudo, um módulo mais baixo foi encontrado ($m=4$), sugerindo uma grande variabilidade dos dados.

As falhas dos corpos-de-prova ocorreram a partir da região com maior concentração de tensões de tração, a superfície cerâmica em contato com os dois apoios inferiores durante o teste. A trinca teve origem em um defeito de superfície e se propagou em direção a área de compressão, sendo possível localizar uma *compression curl* na região em contato com o pistão aplicador da carga. Em coroas monolíticas produzidas com cerâmicas vítreas, como a ZLS, as falhas geralmente têm origem na superfície interna das mesmas, em áreas com maior concentração de tensões de tração, onde existe uma falha na cimentação ou onde se encontra um grande defeito no material que pode atuar como um ponto concentrador de tensão (6).

Foi realizado o ensaio de fadiga cíclica em água destilada a 37° C considerando a susceptibilidade das cerâmicas ao crescimento subcrítico de trincas e a degradação da resistência à fratura na presença de umidade. A frequência de 2 Hz foi escolhida considerando que este valor está na faixa da frequência mastigatória que varia entre 1 e 3 Hz (1, 12).

Foram utilizados dois métodos acelerados de fadiga, o *boundary* e o *staircase*. Para ambos foi utilizada, aproximadamente, a mesma quantidade de corpos-de-prova. Porém, quando consideramos o tempo de teste, o método *staircase* é mais demorado, pois os corpos-de-prova são testados individualmente com variações de carga a cada falha ou sobrevivência dos mesmos. Os dados obtidos com o método *staircase* permitem estimar o ponto central da amostra, ou seja, a resistência para uma probabilidade de 50% de falha (limite de fadiga). Também é possível estimar o desvio padrão (15).

Já no método *boundary*, pode-se testar um maior número de corpos-de-prova em uma mesma amplitude de estresse e mesmo número de ciclos. O método *boundary* também permite estimar pontos nas extremidades da distribuição, como para uma probabilidade de falha de 5%, possibilitando maior precisão nas estimativas de resistência na faixa de interesse clínico (13). Apesar dessas diferenças metodológicas, ambos testes chegaram em valores similares de resistência para uma probabilidade de falha de 50%, o que sugere uma boa confiabilidade para os dois métodos.

Para analisar os dados de fadiga podem ser utilizados os cálculos correspondentes aos respectivos métodos ou pode-se lançar mão de modelos matemáticos fornecidos por um software de confiabilidade. Quando os dados dos dois métodos foram combinados para a análise, a

precisão das previsões de probabilidade de falha aumentou (menor intervalo de confiança). Isto ocorre por causa do número maior de dados e abrangência de diferentes níveis de estresse. A técnica *boundary* também envolve o teste dos corpos-de-prova em uma faixa ampla de estresse, o que favoreceu as estimativas de probabilidade de falha realizadas com o software. Por outro lado, analisando somente os dados obtidos com a técnica *staircase* perde-se precisão nas faixas de tensão que estão distantes da mediana.

Foi estimada uma probabilidade de falha de 51 a 56% dos corpos-de-prova com um estresse de 40 MPa após 10^3 ciclos, o que está de acordo com as estimativas obtidas com os modelos matemáticos de *staircase* e *boundary* e sugere uma boa confiabilidade. Porém, para menores valores de probabilidade de falha e maiores tempo de vida a precisão e confiabilidade diminuem.

Neste estudo foram encontrados valores em torno de 78% de degradação da resistência após 10^3 ciclos, para ambos os métodos, em relação a resistência inicial (flexão em três pontos), mas não houve aumento significativo da degradação após 10^4 ciclos. Estudo utilizou o método *staircase* e encontraram uma degradação de 53% para a LD após 10^4 ciclos (16). Outro estudo utilizou o método *boundary* encontraram 60% de degradação para a LD. Ambos os estudos também não observaram aumento significativo da degradação da resistência das cerâmicas com o aumento do tempo de ciclagem(17).

Estudo utilizou o método *staircase* para calcular o limite de fadiga de diferentes resinas compostas, por 10^5 ciclos, em água a 37°C . A degradação após fadiga variou entre 37 e 67% da resistência inicial (1). Outro estudo utilizou o mesmo método para estimar o limite de

fadiga de uma cerâmica Y-TZP utilizando 10^2 a 10^5 ciclos, onde, assim como neste estudo, houve uma degradação inicial (11,4%) mais relevante em um número menor de ciclos, mas com o aumento dos ciclos a degradação teve um aumento pouco significativo (15,8%) (18).

Como os corpos-de-prova utilizados foram em forma de barra, a extrapolação para a clínica fica limitada, apesar do teste ter sido feito em umidade, temperatura e frequência mastigatória semelhantes ao ambiente oral. A análise de Weibull mostrou que o material apresenta uma baixa confiabilidade tendo maior chance de apresentar defeitos na sua estrutura e a análise de fadiga após 10^4 ciclos mostrou uma probabilidade de falha de 48% para 35 MPa e 74% para 40 MPa. Tendo em vista estes dados, as indicações da ZLS podem ser limitadas e não atender ao que o fabricante relata, sendo mais aconselhável utilizá-la em regiões com menor carga mastigatória, como para restaurações estéticas em regiões anteriores.

CONCLUSÕES

A vitrocerâmica à base de silicato de lítio e zircônia apresentou degradação significativa das propriedades mecânicas em fadiga. Houve uma boa concordância entre os dois métodos de fadiga investigados, pois ambos resultaram em valores semelhantes de resistência à fadiga e degradação da vitrocerâmica.

REFERÊNCIAS

1. Lohbauer U, Kramer N, Petschelt A, Frankenberger R. Correlation of in vitro fatigue data and in vivo clinical performance of a glassceramic material. *Dental materials* : official publication of the Academy of Dental Materials. 2008;24(1):39-44.
2. Silva NR, Thompson VP, Valverde GB, Coelho PG, Powers JM, Farah JW, et al. Comparative reliability analyses of zirconium oxide and lithium disilicate restorations in vitro and in vivo. *Journal of the American Dental Association*. 2011;142 Suppl 2:4S-9S.
3. Thompson JY, Stoner BR, Piascik JR, Smith R. Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: where are we now? *Dental materials* : official publication of the Academy of Dental Materials. 2011;27(1):71-82.
4. Gherlone E, Mandelli F, Cappare P, Pantaleo G, Traini T, Ferrini F. A 3 years retrospective study of survival for zirconia-based single crowns fabricated from intraoral digital impressions. *Journal of dentistry*. 2014;42(9):1151-5.

5. Haff A, Lof H, Gunne J, Sjogren G. A retrospective evaluation of zirconia-fixed partial dentures in general practices: an up to 13-year study. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2015;31(2):162-70.
6. Sailer I, Makarov NA, Thoma DS, Zwahlen M, Pjetursson BE. All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part I: Single crowns (SCs). *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2015;31(6):603-23.
7. Elsaka SE, Elnaghy AM. Mechanical properties of zirconia reinforced lithium silicate glass-ceramic. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2016;32(7):908-14.
8. Hu M, Weiger R, Fischer J. Comparison of two test designs for evaluating the shear bond strength of resin composite cements. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2016;32(2):223-32.
9. Sato TP, Anami LC, Melo RM, Valandro LF, Bottino MA. Effects of Surface Treatments on the Bond Strength Between Resin Cement and a New Zirconia-

reinforced Lithium Silicate Ceramic. Operative dentistry. 2016;41(3):284-92.

10. Baran G, Boberick K, McCool J. Fatigue of restorative materials. Critical reviews in oral biology and medicine : an official publication of the American Association of Oral Biologists. 2001;12(4):350-60.

11. Takano T, Tasaka A, Yoshinari M, Sakurai K. Fatigue strength of Ce-TZP/Al₂O₃ nanocomposite with different surfaces. Journal of dental research. 2012;91(8):800-4.

12. Wiskott HW, Nicholls JI, Belser UC. Stress fatigue: basic principles and prosthodontic implications. The International journal of prosthodontics. 1995;8(2):105-16.

13. Maennig W. Statistical planning and evaluation of fatigue tests. A survey of recent results. International Journal of Fracture. 1975;11(1 %@ 1573-2673):123-9.

14. Ramos Nde C, Campos TM, Paz IS, Machado JP, Bottino MA, Cesar PF, et al. Microstructure characterization and SCG of newly engineered dental ceramics. Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials. 2016;32(7):870-8.

15. Collins JA. Staircase or up-and-down methods. 1 ed. design Fomim, editor. New York: 1; 1993 1993. 700 p.
16. Belli R, Geinzer E, Muschweck A, Petschelt A, Lohbauer U. Mechanical fatigue degradation of ceramics versus resin composites for dental restorations. Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials. 2014;30(4):424-32.
17. Vicari AB. Comportamento mecânico de cerâmicas parcialmente cristalinas submetidas à fadiga cíclica [Mestrado]. Faculdade de odontologia: Universidade de Passo Fundo; 2014.
18. Amaral M, Cesar PF, Bottino MA, Lohbauer U, Valandro LF. Fatigue behavior of Y-TZP ceramic after surface treatments. Journal of the mechanical behavior of biomedical materials. 2016;57:149-56.