

UNIVERSIDADE DE PASSO FUNDO

Yuri Dal Bello

**TENACIDADE DE FRATURA DA
INTERFACE ADESIVA
CERÂMICA-COMPÓSITO**

Passo Fundo

2013

Yuri Dal Bello

**TENACIDADE DE FRATURA DA
INTERFACE ADESIVA CERÂMICA-
COMPÓSITO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Faculdade de Odontologia da UPF, para a obtenção do título de Mestre em Odontologia – área de concentração em Clínica Odontológica, sob orientação do prof. Dr. Álvaro Della Bona.

Passo Fundo

2013

ATA DE APROVAÇÃO DA BANCA

FICHA CATALOGRÁFICA

AGRADECIMENTOS

À Deus,

Aos meus pais Devanir e Dirce Dal Bello exemplos de luta, dedicação e honestidade. Obrigado por terem me mostrado o caminho correto. Obrigado por tudo.

Aos meus irmãos Glauber e Suelen, e também a Sheila e ao Luiz Guilherme (“Guigo”) por terem me trazido alegria e companhia durante estes dois anos.

A Daiane Morin por todo o companherismo, amizade, luta e dedicação de todos estes anos.

Ao meu orientador Prof. Doutor Álvaro Della Bona (“Chefe”). Obrigado por toda ajuda dada, pela amizade, pelos conhecimentos transmitidos e pela paciência e compreensão com que me conduziu ao longo deste tempo.

A professora Dileta Ceccheti e Jason Griggs pelo auxílio na análise estatística deste trabalho.

Aos meus colegas André, Bethânia, Bruno, Caroline, Gustavo, Cláudio, Michele, Queli e Rafael.

Aos professores do PPGOdonto UPF Vinícius Rosa, Márcia Borba, Mateus Flores, Eduardo Dall’Magro, Bruno Carlini, Micheline Trentin,

Maria Salete Linden, Luciana dos Santos. E a todos os demais professores desta instituição.

A Universidade de Passo Fundo por ter feito parte de toda a minha formação profissional. A CAPES pelo auxílio dado para que este projeto se tornasse concreto. A Universidade Federal de Pelotas pelo acolhimento e ajuda no desenvolvimento deste trabalho.

A todos os funcionários da FOUPF e todas as pessoas que participaram no desenvolvimento desta pesquisa. Muito Obrigado!

“.....histórias..nossas histórias....dias de luta...dias de glória”

SUMÁRIO

LISTA DE TABELAS	xi
LISTA DE FIGURAS.....	xii
LISTA DE ABREVIATURAS.....	xiv
RESUMO.....	17
ABSTRACT ¹	19
1 INTRODUÇÃO.....	21
2 REVISÃO DE LITERATURA	25
2.1 Características estruturais das cerâmicas.....	25
2.2 Cerâmica feldspática.....	26
2.3 Cimentação de restaurações cerâmicas.....	27
2.3.1 Condicionamento ácido da cerâmica	28
2.3.2 Agentes de união- Silanos	29
2.3.3 Monômero Fosfatado- MDP.....	30
2.3.4 Cimentos Resinosos	31
2.4 Reparo de restaurações cerâmicas	33
2.5 Resistência adesiva e metodologia de teste.....	34
2.6 Fractografia	37
2.7 Tenacidade de Fratura (K_{Ic}) e Tenacidade Aparente de Fratura (K_A)	39
2.8 Análise de Weibull	43
3 PROPOSIÇÃO.....	45
4 MATERIAIS E MÉTODOS	47
4.1 Determinação da Resistência de união	55
4.2 Determinação da Tenacidade Aparente de Fratura (K_A).....	56
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	61
5.1 Teste de Microtração	61
5.2 Tenacidade Aparente de Fratura	74
6 CONCLUSÕES.....	81
REFERÊNCIAS.....	83
APÊNDICES	97
ARTIGO SUBMETIDO.....	101

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Materiais e respectivos fabricantes, que foram usados nesse estudo.....	47
Tabela 2 – Composição química dos materiais utilizados na pesquisa. .	48
Tabela 3 – Resistência média à microtração (σ) e desvio padrão (DP), resistência característica (σ_0) e módulo de Weibull (m) dos grupo sem (¥) e com (Ð) indentação.....	62
Tabela 4 – Intervalos de confiança (IC) do módulo de Weibull (m) e estresse (MPa) correspondente a probabilidade de falha de 5% ($\sigma_{5\%}$) dos grupos sem (¥) e com (Ð) indentação.....	69
Tabela 5 – Valores de resistência adesiva (σ) e desvio padrão(DP), tamanho do defeito inicial (c) e DP, número de amostras mensuradas e tenacidade aparente de fratura (K_A) dos grupos experimentais.....	76

LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Desenho esquemático de detalhes típicos de superfícies fraturadas de materiais friáveis. As regiões não estão desenhadas na escala de tamanho correta. Adaptado de Mecholsky (1993).	41
Figura 2 – Blocos de MII sinterizados	48
Figura 3 – Bloco de MII cortado.....	49
Figura 4 – ác. hidrófluorídrico aplicado na cerâmica feldspática.....	49
Figura 5 – Aplicação de silano com MDP.	50
Figura 6 – Silano (S) aplicado após o condicionamento ácido (HF).	50
Figura 7 – Confeção dos blocos de Z3 em molde de silicone.	51
Figura 8 – Cimento RelyX U100 (U) utilizado na cimentação dos CPs.	52
Figura 9 – Cimento Panavia F 2.0 (P) utilizado na cimentação dos CPs.	52
Figura 10 - Cimento sendo espatulado previamente à cimentação.	52
Figura 11 – Aplicação do cimento no bloco cerâmico.	52
Figura 12 – Posicionamento do bloco de resina composta.....	52
Figura 13 – Aplicação do peso sobre os blocos cimentados.	52
Figura 14 - Organização esquemática dos tratamentos de superfície e cimentos resinosos aplicados para cada grupo experimental para teste de microtração (sem indentação).	53
Figura 15 - Organização esquemática dos tratamentos de superfície e os cimentos resinosos aplicados para cada grupo experimental no teste de tenacidade aparente de fratura (K_A). I (indentação).	53
Figura 16 – Corte de um bloco MII/Z3.	54
Figura 17 – Microbarras de MII/Z3 após o corte.	54
Figura 18 – Defeito introduzido na região adesiva formada pela cerâmica (MII), cimento resinoso (CR) e resina composta (Z3).	57
Figura 19 – Mensuração do defeito crítico em uma amostra após a fratura (Magnificação = 300x).	60

Figura 20 – Presença de resíduo sobre a superfície	65
cerâmica após a limpeza com jato ar/água.....	65
Figura 21 - Gráfico de Weibull demonstrando a probabilidade de falha (%) em relação ao estresse (MPa) para os grupos não indentados.....	70
Figura 22 - Intervalos de confiança de 95% para os parâmetros σ_0 (Eta) e m (Beta) para os grupos não indentados.....	71
Figura 23 - Gráfico de Weibull demonstrando a probabilidade de falha (%) em relação ao estresse (MPa) nas amostras indentados.....	72
Figura 24 - Intervalos de confiança de 95% para os parâmetros σ_0 (Eta) e m (Beta) para os grupos indentados.....	73

LISTA DE ABREVIATURAS

A	= Área de união.
CP	= Corpos de prova.
E	= Módulo de elasticidade.
g	= grama.
GPa	= GigaPascal.
H	= Dureza.
HF	= Ácido hidrófluorídrico.
MDP	= Monômero fosfatado (<i>10-methacryloxydecyl dihydrogen phosphate</i>).
μm	= micrômetro.
min	= minuto.
mm	= milímetro.
MPa	= MegaPascal.
MPS	= Silano (<i>3-methacryloxypropyl trimethoxy silane</i>).
mW/cm^2	= miliwatt por centímetro quadrado.
MII	= VITA Mark II ® (VITA Zahnfabrik, Alemanha) (cerâmica parcialmente cristalina composta por feldspato e uma matriz vítrea – porcelana feldspática).
P	= Cimento resinoso (Panavia F 2.0, Kuraray, Japão).
PA	= Pasta de alumina (1 μm).

psi	= Libra por polegada quadrada.
rpm	= rotações por minuto.
s	= segundo.
SiC	= Carbetto de silício.
SM	= Silano + MDP.
U	= Cimento resinoso (RelyX U 100, 3M ESPE, EUA).
Y	= Fator geométrico e de localização relacionado ao defeito crítico (adimensional).
Z3	= Resina composta (cor A3) (Filtek Z350, 3M ESPE, EUA).
≥	= Maior ou igual.
μTBS	= Teste de resistência adesiva por microtração.
σ_o	= Resistência característica.
σ	= Resistência.
m	= Módulo de Weibull.
K_A	= Tenacidade aparente de fratura.
K_{Ic}	= Fator de intensidade de estresse crítico em Modo I (tenacidade de fratura).
η	= Constante de calibragem.
$MPa.m^{1/2}$	= Intensidade de estresse vezes a raiz quadrada do comprimento da trinca.
Anova	= Análise de variância.
I	= Indentação.

Tenacidade de fratura da interface adesiva cerâmica-compósito

Yuri Dal Bello¹

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar a tenacidade aparente de fratura (K_A) e a resistência à microtração (σ) de interfaces adesivas cerâmica feldspática/resina composta, testando a hipótese de que K_A e σ são afetados pelo tratamento da superfície cerâmica. Dezesesseis blocos de cerâmica feldspática (MII- Vita Mark II) foram tratados com ácido hidrofúorídrico (HF), silano (S), silano + MDP (SM) ou combinações destes. Foram utilizados os cimentos resinosos Panavia F 2.0 ou RelyX U 100 para união da MII com uma resina composta. Os blocos cerâmica-cimento-compósito foram cortados em formato de micro-barras. Todas as amostras foram testadas sob tração, sendo que algumas receberam uma indentação do tipo Vickers na interface adesiva (9,8 N; 10 s) para a indução de um defeito controlado. Os valores σ e do defeito crítico (c) foram usados para calcular a K_A ($K_A = Y \sigma c^{1/2}$). Os valores de σ foram analisados estatisticamente usando *two-way* Anova e Tukey ($\alpha= 0,05$) e Weibull. *One-way* Anova e Tukey ($\alpha= 0,05$) foram usados para os valores de K_A . A associação de HF e silano resultou nos maiores valores de m . Os resultados de σ e K_A foram influenciados pelo tratamento da superfície cerâmica.

Palavras-chave: Tenacidade; Cerâmica; Fratura; Adesão.

¹ Aluno de Pós-Graduação em Odontologia UPF.

ABSTRACT¹

The objective of this study was evaluate the apparent interfacial fracture toughness (K_A) and microtensile bond strength (σ) of the ceramic/resin adhesion zone, testing the hypothesis that K_A and σ are affected by the ceramic surface treatment. Sixteen blocks of feldspatic ceramic (MII- Vita Mark II), were surface-treated with hydrofluoric acid (HF), silane (S), silane + MDP (SM) or combinations. We used Panavia F 2.0 or RelyX U 100 resin cements were used for cementation with resin blocks. The ceramic-cement-resin blocks were cut to fabricate bar-shaped specimens, which were tested in tension (σ). For K_A , the specimens were indented (9,8 N; 10 s) with a Vickers indenter in the adhesive interface and loaded to failure in tension. Values of σ and the critical crack size (c) were used to calculate K_A ($K_A = Y \sigma c^{1/2}$). The σ values were statistically analyzed using two-way Anova, Tukey ($\alpha=0.05$) and Weibull. One-way Anova and Tukey ($\alpha=0.05$) were used for K_A . The association of HF and silane produced the highest values of m . The results of σ and K_A were influenced by the ceramic surface treatment.

Key words: Ceramic; Toughness; Fracture; Adhesion.

¹ Fracture toughness of the ceramic-composite adhesive interface

1 INTRODUÇÃO

O uso das cerâmicas como material dentário estrutural está baseado na biocompatibilidade, na baixa densidade, nos altos valores de dureza, na inércia química, e nas características tribológicas típicas desses materiais. Tais materiais são empregados na confecção de coroas totais, restaurações parciais, pinos intra-canais, facetas e próteses parciais fixas sendo que a cimentação destas peças pode ser realizada de forma adesiva através do uso de sistemas adesivos ou ainda, de forma não-adesiva, com a utilização dos cimentos ditos convencionais. Desta forma, um dos maiores objetivos da pesquisa e desenvolvimento de cerâmicas é produzir materiais cerâmicos fortes e resistentes à fratura que possam oferecer um uso odontológico confiável (BLATZ *et al.*, 2007; DELLA BONA, 2009).

A descoberta de que a maioria das cerâmicas dentárias poderiam ser condicionadas com ácidos criando uma adesão micro-mecânica às resinas levou ao desenvolvimento das restaurações cerâmicas adesivas (HUSSAIN *et al.*, 1979; HORN, 1983). Esse conceito foi ampliado para reparar as restaurações cerâmicas fraturadas na cavidade oral. Porém, o reparo de uma restauração cerâmica é um desafio clínico com pouca documentação a respeito da sobrevida clínica em longo prazo. Ambas as

situações adesivas seriam mais previsíveis se a tenacidade de fratura da interface adesiva fosse conhecida (DELLA BONA *et al.*, 2006).

O sucesso clínico de procedimentos adesivos depende da qualidade e durabilidade da adesão entre o adesivo e o aderente. A qualidade desta adesão depende dos mecanismos adesivos que são controlados pelo tratamento superficial do substrato (aderente), que promove uma adesão micro-mecânica e/ou química com o adesivo, e pelo grau de molhamento do adesivo sobre o aderente. Os procedimentos odontológicos adesivos normalmente resultam em mais do que uma interface adesiva e a resistência de união do sistema tem sido aferido por protocolos tradicionais de testes de resistência. Porém, esses testes produzem uma grande variabilidade nos valores de resistência, especialmente, para restaurações cerâmicas unidas á materiais resinosos. (DELLA BONA e VAN NOORT, 1995; PAMEIJER *et al.*, 1996; CHADWICK *et al.*, 1998; LEIBROCK *et al.*, 1999; DELLA BONA *et al.*, 2000; VALANDRO *et al.*, 2006; BOSCATO *et al.*, 2007; DELLA BONA *et al.*, 2007; TANAKA *et al.*, 2008; DELLA BONA, 2009).

Na busca por uma metodologia de testes que produza uma distribuição de estresse uniforme na interface adesiva, vários pesquisadores examinaram sistemas adesivos similares sob diferentes configurações de teste (DELLA BONA e VAN NOORT, 1995; KITASAKO *et al.*, 1995; CARDOSO *et al.*, 1998; SCHREINER *et al.*, 1998; DELLA BONA *et al.*, 2000; DELLA BONA *et al.*, 2006; DELLA BONA *et al.*, 2007; MOHARAMZADEH *et al.*, 2008; TANAKA *et al.*, 2008). Estes estudos sugerem que um teste de tração é o mais apropriado para avaliar a resistência de interfaces adesivas devido à maior

uniformidade na distribuição dos estresses na zona de adesão. Contudo, os testes de tração requerem um meticoloso alinhamento dos corpos de prova para minimizar o risco de flexão e a conseqüente formação de outros tipos de tensões (DELLA BONA, 2009).

Tenacidade é a capacidade de um material absorver energia antes de fraturar ou, ainda, a quantidade de energia de deformação elástica e plástica que um material suporta até a sua fratura. A tenacidade de fratura é a capacidade do material de resistir à propagação de um defeito pré-existente, ou a energia requerida para a propagação de um defeito existente (CALLISTER, 2002; ANUSAVICE 2005; DELLA BONA, 2009).

A mecânica de fratura permite quantificar a relação entre as propriedades dos materiais como a tenacidade (*toughness*), o nível de estresse, a presença de defeitos capazes de produzir fraturas catastróficas, e o mecanismo de propagação dos defeitos (*cracks*). Outra maneira de avaliar a integridade da adesão é estimar o valor de K_A (tenacidade aparente de fratura) da zona adesiva pela introdução de um defeito controlado na interface adesiva. O valor de K_A reflete a habilidade de um material resistir à propagação de um defeito instável na interface adesiva (MECHOLSKY Jr. e BARKER, 1984; TAM e PILLAR, 1993; DELLA BONA, 2005a; DELLA BONA, 2005b; DELLA BONA *et al.*, 2006; MOHARAMZADEH *et al.*, 2008; DELLA BONA, 2009).

Assim, esse estudo utiliza a mecânica de fratura e os princípios de fractografia para avaliar a tenacidade aparente de fratura em

interfaces adesivas (K_A) validando metodologia proposta anteriormente (DELLA BONA *et al.*, 2006).

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Características estruturais das cerâmicas

Estruturalmente as cerâmicas podem ser divididas em vidros amorfos, cerâmicas parcialmente cristalinas (com alto ou baixo teor de vidro) e policristalinas (sem conteúdo vítreo) (DELLA BONA, 2009). Os materiais com melhores propriedades óticas, ou seja, que reproduzem melhor a característica de translucidez da estrutura dental são aqueles predominantemente vítreos, enquanto os materiais com melhores propriedades mecânicas, como resistência e tenacidade, são cerâmicas com maior conteúdo cristalino. Isso demonstra que a microestrutura e a composição química das cerâmicas exercem influência em propriedades como a resistência e a tenacidade desses materiais (DELLA BONA e ANUSAVICE, 2002; QUINN *et al.*, 2003; KELLY e BENETTI, 2011).

Em relação à sensibilidade ao condicionamento com ácidos as cerâmicas podem ser classificadas em dois grandes grupos: as cerâmicas ácido-sensíveis, como as cerâmica feldspáticas (exemplo: VITA Mark II®, Vita Zahnfabrik, Alemanha) e as cerâmicas ácido-resistentes, com

alto conteúdo cristalino (exemplo: In-Ceram YZ®, Vita Zahnfabrik, Alemanha) e as cerâmicas policristalinas (Y-TZP) (DELLA BONA e ANUSAVICE, 2002; DELLA BONA, 2009).

Em relação ao emprego clínico de restaurações cerâmicas, estudos demonstram que estes biomateriais apresentam características como resistência e longevidade clínica aceitáveis para o uso clínico (MANICONE *et al.*, 2007; DELLA BONA e KELLY, 2008).

2.2 Cerâmica feldspática

Os feldspatos de sódio e o de potássio são minerais naturais empregados na fabricação de cerâmicas odontológicas sendo que, quando o feldspato de potássio é elevado à altas temperaturas pode formar leucita, que é um mineral com alto coeficiente de expansão térmica (ANUSAVICE e PHILLIPS, 2005). A matriz vítrea é formada basicamente pela união silício-oxigênio (Si-O) onde cada átomo de silício se une a 4 átomos de oxigênio formando uma configuração tetragonal (PILATHADKA e VAHALOVA, 2007).

A cerâmica Mark II (Vita Zahnfabrik, Alemanha) é um material composto de aproximadamente 30 vol% de partículas de feldspato (4 µm) dispersas em uma matriz vítrea (CHARLTON *et al.*, 2008). De acordo com o fabricante, este material é produzido através de um processo de sinterização a 1170°C gerando um material com resistência

flexural em torno de 150 Mpa. Além disso, apresenta um módulo de elasticidade próximo à 63 GPa, dureza Vickers em torno de 5,5 GPa, e tenacidade de fratura de 1,7 – 2,2 MPa•m^{1/2}, sendo indicada na confecção de coroas unitárias anteriores e posteriores, inlays, onlays e coroas parciais (CHARLTON *et al.*, 2008; DELLA BONA, 2009; VITA ZAHNFABRIK, 2013). Estas características permitem que este material apresente um desgaste semelhante ao esmalte dentário (AL-HIYASAT *et al.*, 1999). Em relação à união com os materiais resinosos, apesar dos vários tratamentos de superfície existentes, o condicionamento ácido seguido da aplicação de silano parece ser o tratamento mais amplamente utilizado neste tipo de material cerâmico classificado como ácido sensível (JARDEL *et al.*, 1999; DELLA BONA e ANUSAVICE, 2002).

2.3 Cimentação de restaurações cerâmicas

Com o objetivo de produzir uma união adesiva consistente entre cerâmicas ácido-sensíveis e materiais resinosos, como por exemplo, a cimentação de uma faceta cerâmica ácido sensível, alguns tratamentos de superfície são propostos para as superfícies cerâmicas, dentre os mais utilizados e amplamente aceitos estão o condicionamento ácido e a silanização (PHOENIX e SHEN, 1995; JARDEL *et al.*, 1999; MATINLINNA e VALLITU, 2007). Apesar disso, ainda existem divergências sobre o tratamento da superfície cerâmica que produz os

melhores resultados de união (BLATZ *et al.*, 2007; DELLA BONA e KELLY, 2008; TANAKA *et al.*, 2008; CHEN *et al.*, 2011).

2.3.1 Condicionamento ácido da cerâmica

O condicionamento ácido efetivo da superfície cerâmica é considerado essencial para a união adesiva das cerâmicas ácido-sensíveis (DELLA BONA e ANUSAVICE, 2002). Esta ação foi proposta com o objetivo de introduzir retenção mecânica na superfície do material (JARDEL *et al.*, 1999), pois quando a porcelana é tratada com ácido hidrofúorídrico (HF) a matriz vítrea e os limites entre as fases da cerâmica são atacados ocorrendo alterações topográficas, levando à alteração na energia de superfície e melhorando o molhamento da superfície pelos agentes de união (PHOENIX e SHEN, 1995; DELLA BONA e ANUSAVICE, 2002; DELLA BONA *et al.*, 2002; DELLA BONA *et al.*, 2004a; LUNG e MATINLINNA, 2012). Porém, o padrão de alteração promovido é dependente de variáveis como o tipo e a concentração do ácido, o tempo de condicionamento e também da microestrutura do material cerâmico (DELLA BONA e ANUSAVICE, 2002; NAVES *et al.*, 2010). Os ácidos normalmente utilizados no condicionamento são aqueles à base de flúor, dentre estes, existe o ácido hidrofúorídrico, o bifluoreto de amônio e o fluorfosfato acidulado, sendo o hidrofúorídrico o mais comumente utilizado (DELLA BONA e ANUSAVICE, 2002; DELLA BONA, 2009).

Della Bona e Anusavice (2002) realizaram um estudo com 15 cerâmicas dentais, incluindo cerâmicas feldspáticas. Os materiais cerâmicos foram condicionados com ácido hidrófluorídrico (HF) a 9,6% por 2 min, bifluoreto de amônio (ABF) a 10% por 1 min e fluorfosfato acidulado (APF) a 4% por 2 min. Os resultados demonstraram que o HF produziu os efeitos mais agressivos nas superfícies cerâmicas, o ABF produziu defeitos lineares e o APF demonstrou formação de depósitos sobre os materiais. Um outro estudo avaliou a resistência de união de uma cerâmica feldspática submetida ao condicionamento com HF a 9,6% em tempos de 30 s, 30 + 30 s, 60 s, 60 + 60 s, 120 s e 180 s. Os autores concluíram que o condicionamento por 120 s com ácido hidrófluorídrico gel a 9,6% mostrou adequada resistência de união da cerâmica com um material resinoso (GÜLER *et al.*, 2006).

2.3.2 Agentes de união- Silanos

Os agentes de união silano fazem parte de um grupo de compostos orgânicos que promovem adesão entre matrizes orgânicas e inorgânicas, como por exemplo, a união entre adesivos e cerâmicas. Os silanos possuem, na sua composição básica, átomos de sílica, além de dois grupamentos ativos: um organofuncional (ex. vinyl, epoxy e amino) que permite a união com a matriz orgânica e o outro é um hidrolisável (ex. methoxy, ethoxy) que reage com a matriz inorgânica como, por exemplo, a sílica presente na matriz cerâmica ou depositada através da silicatização (MATINLINNA *et al.*, 2007; DELLA BONA, 2009). Na

união às cerâmicas, os silanos sofrem hidrólise na presença de água, ocorrendo formação dos grupos silanóis que por sua vez se unem, através de reação de condensação, à sílica presente na superfície cerâmica formando uma rede siloxano (SUN *et al.*, 2000; MATINLINNA *et al.*, 2004; MATINLINNA e VALLITU, 2007; THOMPSON *et al.*, 2011). Portanto, estes agentes de união são efetivos em promover adesão nos materiais à base de sílica como as porcelanas, porém, o uso somente destes agentes de união como tratamento de superfície para as cerâmicas vítreas parece não ser suficiente para produzir uma adequada união adesiva, porém, a associação com ácido hidrofúorídrico tem demonstrado bons resultados de união (DELLA BONA *et al.*, 2006; LUNG e MATINLINNA, 2012).

2.3.3 Monômero Fosfatado- MDP

O MDP é um monômero fosfatado que possui a capacidade de se unir quimicamente com óxidos metálicos (KERN e WEGNER, 1998; YOSHIDA *et al.*, 1999). Desta forma, o MDP age sobre os óxidos metálicos presentes na superfície promovendo união entre o material resinoso e a estrutura cerâmica (YOSHIDA *et al.*, 2006).

Apesar de apresentar bons resultados de resistência adesiva em condições secas, tem sido relatado que este material é instável hidrolítica e termicamente quando comparado à rede de siloxano produzida pelos

agentes de união silanos. Isso pode ser explicado pelo fato de que o MDP apresenta monômeros hidrofílicos na sua composição que são tidos como hidroliticamente instáveis. Desta forma, tem sido proposto a associação do MDP a agentes silanos para obter bons resultados de adesão em condições secas e de envelhecimento (YOSHIDA *et al.*, 2006; TANAKA *et al.*, 2008).

2.3.4 Cimentos Resinosos

O objetivo de uma cimentação adesiva é alcançar uma união química e micromecânica entre o adesivo e o aderente. Desta forma, os cimentos resinosos (adesivos) são normalmente utilizados para a cimentação de restaurações cerâmicas por proporcionarem um selamento marginal e um aumento na resistência à fratura quando comparados com cimentos convencionais (BLATZ *et al.*, 2008). Entre os vários cimentos resinosos existentes, o Panavia F 2.0® e o RelyX U100® são cimentos frequentemente utilizados por pesquisadores e clínicos. O Panavia F 2.0 é um cimento universal dual composto por estruturas orgânicas e inorgânicas como sílica, grupamentos hidrofílicos e hidrofóbicos, monômeros dimetacrilatos, além do MDP (DIAS DE SOUZA *et al.*, 2011). O Panavia F 2.0 é utilizado na cimentação de restaurações cerâmicas, metálicas e a base de resina e apresenta um módulo de elasticidade em torno de 6,9 GPa e dureza aproximada de 0,72 GPa (NAKAMURA *et al.*, 2010; FLURY *et al.*, 2011).

O RelyX U100® é um cimento resinoso auto-adesivo composto por grupamentos dimetacrilatos, metacrilato ester fosfórico, sílica, hidróxido de cálcio e, diferentemente do Panavia F 2.0, não apresenta MDP na composição. O RelyX U100 e o RelyX Unicem são quimicamente idênticos diferindo apenas na forma de apresentação do produto (VIOTTI *et al.*, 2009). Desta forma, é atribuída ao RelyX Unicem de presa dual, um módulo de elasticidade de 7,9 GPa e dureza em torno de 0,71 GPa (NAKAMURA *et al.*, 2010; FLURY *et al.*, 2011).

Estudos avaliando a resistência de união destes dois cimentos estão relacionados à cerâmicas com alto conteúdo cristalino, ou seja, cerâmicas ácido-resistentes, e, nestes estudos os cimentos parecem se comportar de forma equivalente (ERNST *et al.*, 2005; PIWOWARCZYK *et al.*, 2005; FERRACANE *et al.*, 2011) Apesar disso, é demonstrado que a resistência flexural do cimento Panavia F 2.0 é superior ao Unicem (PIWOWARCZYK e LAUER, 2003; NAKAMURA *et al.*, 2010) e, apesar de não haver diferença estatística, os valores médios de sorção de água e expansão do cimento Unicem foram maiores que o Panavia F 2.0 (NAKAMURA *et al.*, 2010). Adicionalmente, é atribuído ao cimento RelyX Unicem (U100) uma baixa capacidade de molhamento devido ao tamanho de suas partículas e alta viscosidade no momento da aplicação o que dificulta o íntimo contato do cimento com a cerâmica (MIRMOHAMMADI *et al.*, 2010).

2.4 Reparo de restaurações cerâmicas

Apesar dos esforços no desenvolvimento de restaurações cerâmicas com desempenho clínico aceitável, falhas nas restaurações cerâmicas podem ocorrer sendo que a fratura é apontada como o principal motivo destas falhas (KELLY, 1999; BEIER *et al.*, 2012). Estas fraturas podem ser produzidas em situações adversas como, por exemplo, impacto, fadiga mastigatória e por defeitos presentes na estrutura do material (LIOBEL *et al.*, 1992; DELLA BONA, 2009; BEIER *et al.*, 2012).

Devido às características dos materiais cerâmicos, quando uma fratura ocorre em uma restauração desta natureza, o preenchimento da área fraturada com o mesmo material não pode ser realizado (LIOBEL *et al.*, 1992). Além disso, em caso de pequenas fraturas a substituição de toda a restauração gera desconforto para o paciente, exige tempo e trabalho do profissional além de gerar custos adicionais ao paciente (ÖZCAN, 2002). Desta forma, o reparo de restaurações cerâmicas fraturadas com a utilização de resina composta tornou-se uma alternativa com custo e complexidade técnica relativamente baixos (BLUM *et al.*, 2011). Além disso, estudos sugerem que estes reparos podem aumentar a longevidade clínica das cerâmicas fraturadas (LATTA e BARKMEIER, 2000; KUMBULOGLU *et al.*, 2003). Apesar disso, ainda existe pouca informação em relação a sobrevida clínica destes trabalhos à longo prazo (DELLA BONA e KELLY, 2008).

2.5 Resistência adesiva e metodologia de teste

Materiais e procedimentos usados para reparar restaurações fraturadas com resina composta e para cimentar adesivamente restaurações indiretas com resina de cimentação, são baseados em resultados de testes de resistência à adesão que exibem uma grande variabilidade nos resultados quantitativos e qualitativos, tais como o padrão das fraturas (DELLA BONA e VAN NOORT, 1995; PAMEIJER *et al.*, 1996; CHADWICK *et al.*, 1998; LEIBROCK *et al.*, 1999; DELLA BONA *et al.*, 2000; DELLA BONA *et al.*, 2003; VALANDRO *et al.*, 2006; BOSCATO *et al.*, 2007; TANAKA *et al.*, 2008; DELLA BONA, 2009). Os testes de resistência ao cisalhamento, ainda muito comuns na literatura, freqüentemente produzem fraturas longe da zona adesiva, podendo induzir a conclusões errôneas sobre a qualidade da adesão (DELLA BONA e NORTHEAST, 1994; DELLA BONA e VAN NOORT, 1995; VERSLUIS *et al.*, 1997; CHADWICK *et al.*, 1998; DELLA BONA e VAN NOORT, 1998).

Para testar a integridade de uma interface adesiva podemos submeter uma zona de união a várias condições de carga para controlar a propagação da fratura ao longo da interface ou no interior da zona de adesão. Análises dos testes de resistência à adesão tem revelado muitos problemas associados com os tipos de testes mais comuns, sugerindo uma falta de credibilidade dos resultados em acessar o comportamento adesivo de materiais odontológicos (ANUSAVICE *et al.*, 1980; ANUSAVICE, 1983; VAN NOORT *et al.*, 1989; BAN e ANUSAVICE,

1990; DELLA BONA e VAN NOORT, 1995; DEHOFF *et al.*, 1995; VERSLUIS *et al.*, 1997; DELLA BONA, 2005a; DELLA BONA, 2005b; STAMATACOS-MERCER e HOTTEL, 2005; DELLA BONA *et al.*, 2007).

Na busca por um método que produza uma distribuição uniforme de estresses ao longo da interface, pesquisadores avaliaram sistemas adesivos similares submetidos a diferentes tipos de testes de adesão (CARDOSO *et al.*, 1998; DELLA BONA e VAN NOORT, 1995; KITASAKO *et al.*, 1995; SCHREINER *et al.*, 1998; DELLA BONA *et al.*, 2000; DELLA BONA *et al.*, 2006; DELLA BONA *et al.*, 2007; TANAKA *et al.*, 2008; BRAGA *et al.*, 2010). Esses estudos sugerem que os testes de resistência à adesão por tração são mais apropriados para avaliar a integridade das interfaces adesivas devido à maior uniformidade de distribuição de estresses na interface.

Como demonstrado por análise de estresse por elemento finito (FEA), a não uniformidade de distribuição de estresse na interface adesiva gerada durante testes convencionais de resistência à adesão por tração e cisalhamento pode provocar a origem da fratura a partir de defeitos na interface ou em áreas do substrato com alto estresse localizado (VAN NOORT *et al.*, 1989, VAN NOORT *et al.*, 1991; DELLA BONA e VAN NOORT, 1995; BRAGA *et al.*, 2010). Um teste de tenacidade à fratura (fracture toughness) da interface adesiva pode ser usado para promover o início da fratura nessa interface (DELLA BONA *et al.*, 2006).

O teste de resistência à adesão por microtração, ou simplesmente teste de microtração, é um teste de tração cujos corpos de prova tem uma área de adesão reduzida. Esse teste foi desenvolvido como uma tentativa para eliminar a distribuição não-uniforme de estresse na interface adesiva e para minimizar a influência dos defeitos nessa interface (BETAMAR *et al.*, 2007). Esse teste tem sido usado para medir a resistência adesiva entre compósitos e tecidos dentários (SANO *et al.*, 1994; PASHLEY *et al.*, 1995; SCHREINER *et al.*, 1998; PHRUKKANON *et al.*, 1998; CARDOSO *et al.*, 1998; SHONO *et al.*, 1999a; SHONO *et al.*, 1999b; PASHLEY *et al.*, 1999; D'ARCANGELO *et al.*, 2009; CARVALHO *et al.*, 2009; BRAGA *et al.*, 2010), entre compósitos e cerâmicas (DELLA BONA *et al.*, 2000; DELLA BONA *et al.*, 2003; VALANDRO *et al.*, 2006; DELLA BONA *et al.*, 2007; DELLA BONA, 2009) e entre compósitos (RODRIGUES *et al.*, 2009).

Em um estudo de resistência à adesão por microtração da união entre cerâmica e resina composta, a fractografia foi usada para identificar o defeito crítico inicial, e os autores sugeriram que a tenacidade de fratura na interface adesiva (interfacial fracture toughness), que é considerada uma propriedade mais significativa do que resistência à adesão, poderia ser verificada aplicando-se princípios de mecânica de fratura (DELLA BONA *et al.*, 2000).

2.6 Fractografia

A fractografia é a ciência que estuda superfícies fraturadas utilizando princípios para relacionar, quantitativamente, o estresse da fratura, a natureza do estresse, e a quantidade de estresse residual relativo ao defeito inicial e topografia adjacente (MANDELBROT *et al.*, 1984; FRÉCHETTE, 1990; CALLISTER Jr, 2002; QUINN, 2007). A análise fractográfica quantitativa de superfícies fraturadas de materiais fráveis mostra que existem marcas características na superfície que são auto-semelhantes (repetitivas) e invariáveis em qualquer escala (magnitude). Existem três regiões características ao redor da origem da fratura de materiais fráveis como os vidros e as cerâmicas (Figura 1). A primeira (mirror) é relativamente lisa e representa a região da trinca que propaga a partir da origem da fratura. A trinca acelera de próximo a zero até a velocidade terminal dentro desta região, a segunda (mist) é onde ocorre a formação de pequenos sulcos ou entalhes radiais na superfície de fratura que resulta na formação de uma região com aspecto rugoso ou nebuloso, e a terceira (hackle) apresenta características bastante grosseiras e representa a região onde ocorre a ramificação macroscópica da trinca principal (MECHOLSKY, 1995a; WEST *et al.*, 1999; DELLA BONA *et al.*, 2003; DELLA BONA *et al.*, 2004b; QUINN, 2007).

As avaliações fractográficas e do modo de fratura produzem uma análise mais compreensiva e importante dos mecanismos que controlam o tempo de sobrevivência dos sistemas adesivos às cerâmicas odontológicas. Isso sugere que a qualidade da adesão não deveria ser

unicamente examinada com base nos valores dos testes de resistência à adesão (DELLA BONA *et al.*, 2004a).

O modo de fratura é um aspecto importante dos testes de resistência à adesão, embora este parâmetro não seja normalmente avaliado e reportado. Uma inspeção detalhada das superfícies de fratura pode indicar o modo de fratura da zona de adesão ou material adjacente. O comportamento da fratura na interface adesiva dependerá do nível de estresse, da distribuição dos defeitos, das propriedades dos materiais, e dos efeitos do ambiente em que os materiais se encontram. Desta maneira, a caracterização da superfície de fratura combinada com análises de parâmetros mecânicos da fratura são de grande importância para compreender e prever a confiabilidade de uma interface adesiva (CHEN e MECHOLSKY, 1993; DELLA BONA *et al.*, 2004b). Uma interpretação cuidadosa do modo de fratura é fundamental para evitar conclusões inadequadas sobre a utilidade do teste de microtração e dos fenômenos da zona de adesão. Muitos estudos de resistência de adesão à dentina usando testes de microtração incluíram uma análise dos modos de fratura baseada em observações microscópicas (ARMSTRONG *et al.*, 1998; PHRUKKANON *et al.*, 1998; PHRUKKANON *et al.*, 1999; SANO *et al.*, 1994; SHONO *et al.*, 1999a; SHONO *et al.*, 1999b; YOSHIKAWA *et al.*, 1999; TANUMIHARJA *et al.*, 2000; NAKAJIMA *et al.*, 2000). Esses pesquisadores fundamentaram suas classificações na localização onde ocorreu a fratura no substrato. Não obstante, uma compreensão dos conceitos de mecânica de fratura e a análise dos eventos da fratura, com base na fractografia, reduziria o risco de interpretação inadequada do fenômeno de fratura, como, por exemplo, a

inferência de que a resistência da interface adesiva excede a resistência coesiva da cerâmica quando a fratura inicia-se em cerâmica e não na interface adesiva (DELLA BONA e VAN NOORT, 1995). Portanto, uma classificação dos modos de fratura com base em princípios de fractografia, deveria auxiliar os investigadores na correta interpretação dos fenômenos da fratura (DELLA BONA *et al*, 2003; DELLA BONA *et al*, 2004b; DELLA BONA, 2005a; DELLA BONA, 2009).

2.7 Tenacidade de Fratura (K_{Ic}) e Tenacidade Aparente de Fratura (K_A)

A tenacidade de fratura ou *fracture toughness* (K_{Ic}) reflete a habilidade de um material em resistir a propagação de um defeito instável. Existe uma vasta literatura sobre as várias técnicas usadas para medir a tenacidade à fratura de cerâmicas (HERTZBERG, 1996; DELLA BONA, 2009).

A fratura de materiais fráveis, como a cerâmica, representa um processo complexo (GRIFFITH, 1921; WEST *et al.*, 1999). O processo de fratura cria pelo menos duas novas superfícies com topografia e textura distintas que podem ser caracterizadas através dos princípios fractográficos. A análise fractográfica quantitativa (fractografia) aplica os princípios de mecânica de fratura (*fracture mechanics*) à topografia observada nas superfícies fraturadas de materiais fráveis. Existem informações específicas e quantitativas que podem ser obtidas nas

superfícies de fratura, tais como: (1) a identificação do tamanho e local do defeito originário ou crítico (c) da fratura; (2) o estado de estresse da falha; (3) o efeito do estresse por corrosão; (4) o conhecimento de anomalias de fabricação que afetam o processo de fratura; e (5) o cálculo de tenacidade de fratura (K_c - *fracture toughness*) (MECHOLSKY, 1995a). Outra maneira de verificar a resistência da união entre materiais é estimar a tenacidade “aparente” de fratura na interface adesiva ou *apparent interfacial fracture toughness* (K_A) promovendo o início da fratura na interface adesiva (DELLA BONA *et al.*, 2006). O valor de K_A reflete a habilidade de um material resistir à propagação de um defeito (crack) instável na interface adesiva (MECHOLSKY e BARKER, 1984; TAM e PILLAR, 1993). Na prática, não há uma definição de como medir a tenacidade de fratura (K_{Ic}) na interface adesiva. Contudo, podemos conduzir testes de tração nos quais um defeito específico é a origem da fratura (ANSTIS *et al.*, 1981) e K_A pode ser calculado a partir do tamanho do defeito (c), do valor da resistência à adesão por tração (σ_a), e de um fator geométrico apropriado (Y) (DELLA BONA *et al.*, 2006).

Os valores de K_c tem sido muito utilizados para caracterizar a resistência à fratura de materiais fráveis (ANSTIS *et al.*, 1981; CHANTIKUL *et al.*, 1981; KELLY, 1995; SCHERRER *et al.*, 1998; SCHERRER *et al.*, 1999). A resistência a fratura de cerâmicas é geralmente controlada pelo Modo I de fratura (modo de abertura, ou carga de tração). Irwin (1957) definiu a fratura no momento que a intensidade do estresse em Modo I (K_I) alcança um valor crítico ($K_I \geq K_{Ic}$). O fator de intensidade de estresse crítico (K_{Ic}), ou *fracture*

toughness em Modo I é, na maioria dos casos, uma constante do próprio material e, portanto, é uma medida da resistência do material, como por exemplo, a resistência à propagação da fratura. Dessa forma, K_{Ic} pode, frequentemente, ser determinado usando-se a equação de Griffith-Irwin:

$$K_{Ic} = Y \sigma_a c^{1/2} \quad \text{Equação (1)}$$

Onde Y é um fator geométrico que leva em consideração o local e geometria do defeito e da carga (RANDALL, 1966), σ_a é o estresse aplicado, e “c” corresponde ao raio de um defeito equivalente a um semicírculo para um defeito semi-elíptico de semi-eixo menor “a” e semi-eixo maior “b” (Fig. 1) (MECHOLSKY *et al.*, 1978; MECHOLSKY, 1995b). Substituindo K_{Ic} por K_A na equação 1, obtém-se a tenacidade aparente de fratura na interface adesiva (DELLA BONA *et al.*, 2006).

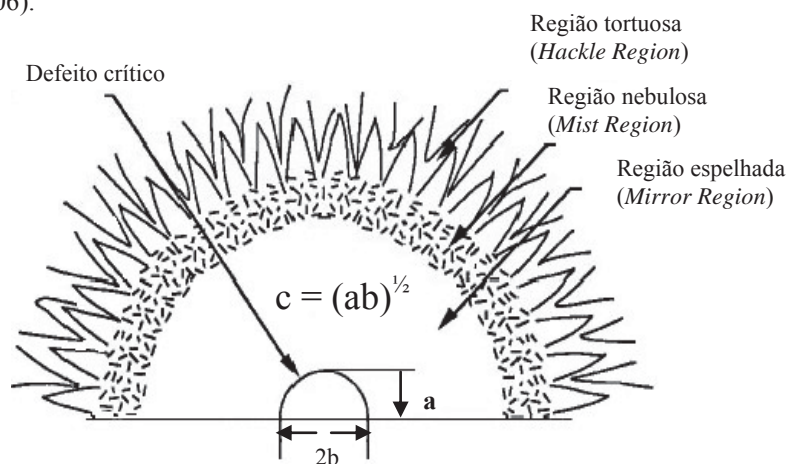


Figura 1- Desenho esquemático de detalhes típicos de superfícies fraturadas de materiais frágeis. As regiões não estão desenhadas na escala de tamanho correta. Adaptado de Mecholsky (1993).

Esta metodologia inovadora foi definida para determinar a tenacidade aparente de fratura (K_A) na interface adesiva de um sistema cerâmico-resinoso (DELLA BONA *et al.*, 2006). Contudo, essa metodologia precisa ser validada através da sua utilização com outros sistemas e interfaces adesivas.

A validação de um método é o processo para confirmar que os procedimentos analíticos utilizados por uma metodologia específica são adequados para o uso pretendido. Os métodos precisam ser validados ou revalidados: antes de serem colocados sob uso rotineiro; há qualquer momento que as condições propostas pelo método se alterem; ou ainda, quando o próprio método original é modificado para outra utilização (DELLA BONA, 2009). A validação de metodologias tem recebido uma considerável atenção na literatura, em comitês industriais e por agências regulatórias. O guia 25 sobre interpretação de normas ISO inclui um capítulo sobre validação de metodologias contendo uma lista de parâmetros para o adequado processo de validação (EURACHEM, 1993). O presente projeto foi desenvolvido com base nesses parâmetros, que nesse caso são basicamente, a adequada caracterização de todo material envolvido no processo e a equiparação dos resultados originais com outros sistemas e testes similares.

2.8 Análise de Weibull

A análise de Weibull foi proposta por Waloddi Weibull para analisar e prever o comportamento de falha dos materiais, ou seja, está relacionada com a confiabilidade estrutural dos materiais oferecendo previsões sobre o tempo de falha das amostras (QUINN e QUINN, 2010). Essa análise relaciona a resistência característica (σ_0), que é probabilidade de falha de 63,21% dos corpos de prova, e o módulo de Weibull (m), que reflete a distribuição dos defeitos no material (VAN DER ZWAAG, 1989).

3 PROPOSIÇÃO

Os objetivos deste trabalho foram:

1- Determinar a resistência à microtração da interface adesiva entre cerâmica feldspática e resina composta.

2- Determinar a tenacidade aparente de fratura (K_A) da interface adesiva cerâmica feldspática e resina composta.

3- Testar a hipótese de que o sistema de condicionamento ácido na superfície do aderente (MII) seguido da aplicação do silano aumenta a resistência à microtração e a tenacidade aparente de fratura (K_A) da união com a resina composta.

4- Usar princípios de fractografia e mecânica de fratura para identificar e mensurar os defeitos críticos dos corpos de prova; e

5- Validar metodologia de tenacidade aparente de fratura utilizada por Della Bona et al. (2006).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Os materiais (Tabela 1) utilizados nesse experimento foram adquiridos pelos pesquisadores junto aos fabricantes.

Tabela 1 - Materiais e respectivos fabricantes, que foram usados nesse estudo.

MATERIAL	FABRICANTE	LOTE
MII – VITA Mark II	VITA Zahnfabrik, Bad Sachingen, Alemanha	22861
HF – Ac. Hidrofluorídrico 10%	FGM, Joinville, SC, Brasil	270612
S - RelyX Ceramic Primer	3M ESPE, St. Paul, MN, EUA	1RY
AF-Ácido fosfórico 40%	Kuraray Medical Inc., Sakazu, Okayama, Japão	437BA
U - RelyX U100	3M ESPE, St. Paul, MN, EUA	1136200079
P - Panavia F 2.0	Kuraray Medical Inc., Sakazu, Okayama, Japão	359AA
SM – Clearfil Ceramic Primer	Kuraray Medical Inc., Sakazu, Okayama, Japão	006AA
Z3 - Filtek Z350	3M ESPE, Sumaré, SP, Brasil	9 AK

Os blocos de MII já sinterizados (Figura 2) (10 mm x 12 mm x 15 mm) foram polidos com papel abrasivo (SiC) com granulação de 240 até 1200, seguido de acabamento com pasta de alumina (1 μ m) e limpeza com ác. fosfórico a 37% por 30 s.



Figura 2 – Blocos de MII sinterizados

Tabela 2 – Composição química dos materiais utilizados na pesquisa.

Produto	Composição
RelyX U 100	Pasta base: ésteres do ácido fosfórico metacrilato, dimetacrilato de trietilenoglicol, sílica silanizada. Pasta catalisadora: dimetacrilato, sílica silanizada, p-toluenosulfonato de sódio e hidróxido de cálcio.
Panavia F 2.0	Pasta A: sílica coloidal, bisfenol A polietoxi dimetacrilato, 10-mecriloiloxidecil dihidrogênio fosfato, dimetacrilato hidrofóbico e hidrofílico, peróxido de benzoila e canforoquinona Pasta B: vidro de Bário silanizado, óxido de titânio silanizado, fluoreto de sódio, sílica coloidal, bisfenol A polietoxi dimetacrilato, dimetacrilato hidrofílico e hidrofóbico, n',n'-dietanol-p-toluidina, sulfinato de sódio, 2,4,6-trisopropil benzeno.
RelyX ceramic primer	3-metacriloxipropil trimetoxi silano Etanol 70 - 80% Água 20 - 30% pH 4,6
Clerafil ceramic primer	3-metacriloxipropil trimetoxi silano 10-metacriloloiloxidecil dihidrogênio fosfato Etanol 80% pH 3
Filtek Z 350	Bisfenol glicidil metacrilato (bis-GMA), uretano dimetacrilato (UDMA), trietilglicol dimetacrilato (TEGMA)
Vita Mark II	Dióxido de silício (SiO ₂) 56-64 wt%, óxido de alumínio (Al ₂ O ₃) 20-23 wt%, óxido de sódio 6-9 wt%, óxido de potássio 6-8 wt%, óxido de cálcio 0,3-0,6 wt% e dióxido de titânio 0,0-0,1 wt%.

Dezesseis (16) blocos da cerâmica feldspática (MII) (Figura 2) foram divididos randomicamente em 4 grupos e tratados com um dos procedimentos que segue:

HF- Ácido Hidrofluorídrico a 10% – Aplicação de uma camada do ácido na superfície cerâmica por um período de 2 min seguida de lavagem com spray ar/água por 1 min e secagem com jato de ar puro por 5 s. (Figuras e 4).

SM- Silano com MDP - Aplicação do SM na superfície do material. Após aguardar 3 min para a evaporação do solvente o remanescente foi seco com jato de ar puro (Figura 5).

HF + S – Aplicação do HF como descrito acima seguida da aplicação de S. Foi aguardado 3 min para evaporação do solvente e realizado secagem com jato de ar puro (Figura 6).

HF + SM – Segue o descrito anteriormente para cada material.



Figura 3 – Bloco de MII cortado.



Figura 4 – ác. hidrofluorídrico aplicado na cerâmica feldspática.



Figura 5 – Aplicação de silano com MDP.



Figura 6 – Silano (S) aplicado após o condicionamento ácido (HF).

Blocos de resina composta microhíbrida (Z3), foram fabricados com o auxílio de um molde de silicone de condensação (Silon 2 APS, Dentsplay, Petrópolis, RJ, Brasil) (Figura 7). O Z3 foi inserido no molde em camadas de 2 mm e fotopolimerizado (Ultralux, Dabi Atlante, Ribeirão Preto, SP, Brasil) com intensidade luminosa $\geq 450\text{mW/cm}^2$ durante 20 s por camada. A aferição da intensidade do fotopolimerizador foi realizada com um radiômetro modelo 100 (Demetron Reseach Corp.) antes da polimerização de cada bloco de resina composta.

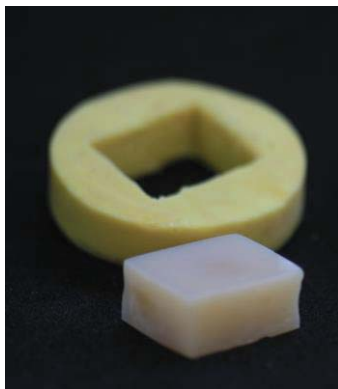


Figura 7 – Confeção dos blocos de Z3 em molde de silicone.

Aos blocos cerâmicos, tratados como descrito anteriormente, foi aplicado os cimentos resinosos (U ou P) (Figuras 8 e 9) (Tabela 1). Depois de dispensar quantidades iguais de cada pasta, o cimento foi misturado e aplicado sobre as superfícies cerâmicas tratadas. Um bloco de Z3 foi posicionado sobre o cimento resinoso e um peso de 750 g (AMARAL *et al.*, 2006) aplicado sobre os blocos durante 5 min (Figuras 10 a 13). Durante este tempo o excesso de cimento foi removido e a fotopolimerização (Ultralux) realizada por todos os lados do bloco, na altura da interface adesiva, por 40 s em cada lado do bloco após a aplicação de barreira para impedir o contato com o oxigênio.



Figura 8 – Cimento RelyX U100 (U) utilizado na cimentação dos CPs.



Figura 9 – Cimento Panavia F 2.0 (P) utilizado na cimentação dos CPs.

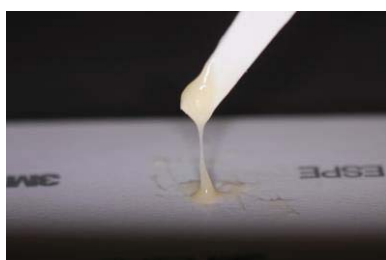


Figura 10 - Cimento sendo espatulado previamente à cimentação.



Figura 11 – Aplicação do cimento no bloco cerâmico.



Figura 12 – Posicionamento do bloco de resina composta.

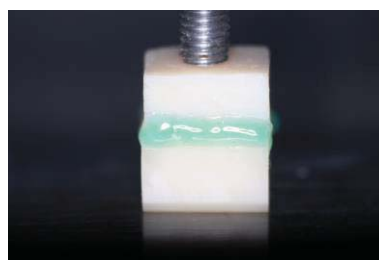


Figura 13 – Aplicação do peso sobre os blocos cimentados.

Assim, os grupos experimentais foram organizados como mostrado nas Figuras 14 e 15.

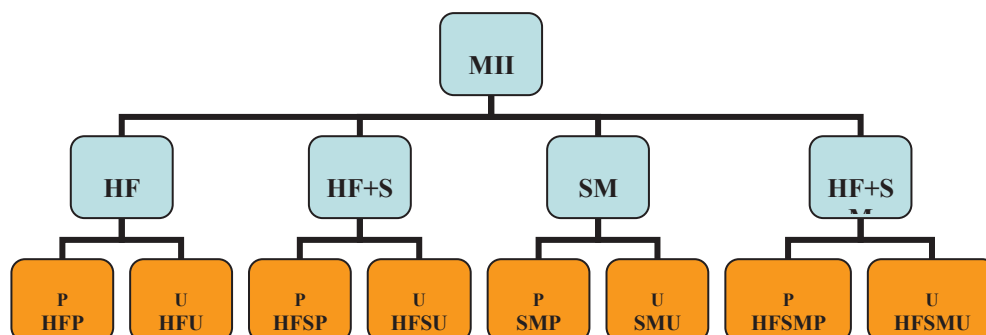


Figura 14 - Organização esquemática dos tratamentos de superfície e cimentos resinosos aplicados para cada grupo experimental para teste de microtração (sem indentação).

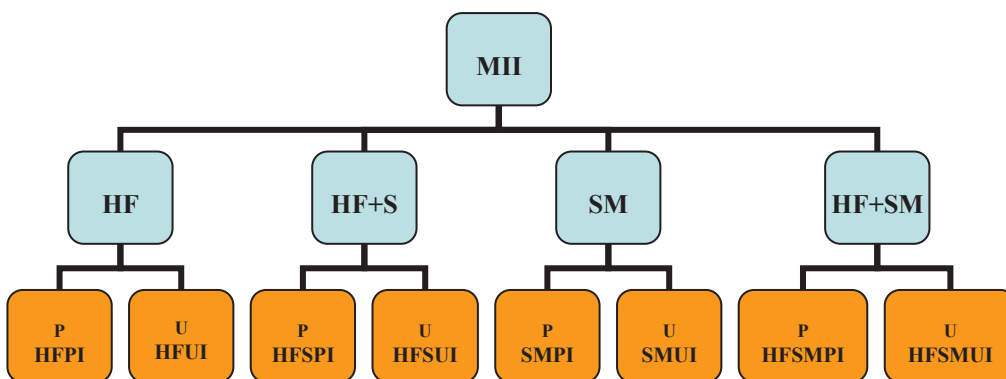


Figura 15 - Organização esquemática dos tratamentos de superfície e os cimentos resinosos aplicados para cada grupo experimental no teste de tenacidade aparente de fratura (K_A). I (indentação).

Todos os blocos permaneceram em estufa a 37°C, por 7 dias, até o procedimento de corte para fabricação dos CPs em forma de barras.

Os blocos de cerâmica/resina construídos como descrito anteriormente foram incluídos em resina acrílica e posteriormente cortados em uma máquina de corte (Miniton, Struers, Copenhagen, Dinamarca) usando disco de diamante com velocidade de 200 rpm. Em um primeiro corte longitudinal foi obtido fatias de aproximadamente 1 mm de espessura. O bloco fatiado foi girado 90° e um segundo corte produziu os CPs em forma de barra, com secção transversal de, aproximadamente, 1 mm² (Figuras 16 e 17). Os CPs localizados na periferia dos blocos foram descartados restando, desta forma, aproximadamente 80 amostras por grupo. Estes CPs foram examinados em estereomicroscópio (ZTX ZOOM, Instrumento ótico Co. de Nigbo Wason Ltda., Nigbo/Zhejiang, China) em aumento de 40x para verificar possíveis defeitos, que em caso positivo foram descartados do experimento.

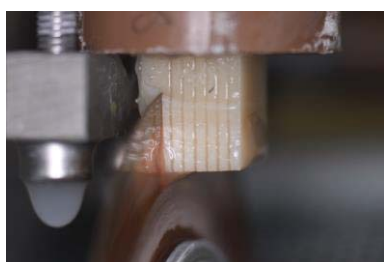


Figura 16 – Corte de um bloco MII/Z3.



Figura 17 – Microbarras de MII/Z3 após o corte.

O critério de rejeição de CP incluía a presença de qualquer defeito ou desunião do CP antes do teste. Os CPs não sofreram qualquer tipo de preparo, ajuste ou polimento após o procedimento de corte com o disco de diamante, descrito previamente. Essa atitude de preservar o CP de qualquer preparo adicional parece colocar menos estresse na zona de união, pois alguns estudos de microtração que usaram essa técnica conseguiram mensurar valores muito baixos de resistência à adesão (PASHLEY *et al.*, 1999; DELLA BONA *et al.*, 2000). Além disso, o desgaste/polimento de materiais (resinosos e cerâmicos) com diferentes módulos de elasticidade produziria desgastes diferenciados entre os materiais e, conseqüentemente, áreas de estresse diferenciadas que poderiam direcionar/facilitar a fratura (DELLA BONA, 2009).

4.1 Determinação da Resistência de união

No teste de microtração cada CP foi fixado com cola à base de cianocrilato (Zapit, Dental Ventures of America Inc., Corona, CA, EUA) às garras lisas e paralelas do aparelho adaptador. Uma carga de tração com velocidade de 1 mm/min, e uma célula de carga de 100 N, foram usadas na máquina de testes (EMIC DL-500, São José dos Pinhais, PR, Brasil) até a falha dos CPs. A cola de cianocrilato cobriu toda a superfície das duas extremidades dos CPs, aumentando a área de adesão entre esses e as garras de aço inoxidável do adaptador, mas sem atingir a

interface adesiva (CARDOSO *et al.*, 1998; SHONO *et al.*, 1999; DELLA BONA *et al.*, 2000; DELLA BONA *et al.*, 2003).

A área de união (A) de todos os CPs foi medida individualmente imediatamente após o teste usando um paquímetro digital (Digimatic caliper, Mitutoyo Co., Kawasaki, Japan). Os valores de resistência (MPa) de união foram obtidos utilizando a equação 2.

$$\sigma = F/A \quad \text{Equação (2)}$$

Onde F é a força medida em Newtons no momento da falha e A é a área da interface adesiva (mm²).

Os valores de resistência adesiva (em MPa) foram calculados e analisados estatisticamente usando Anova de dois fatores (tratamento de superfície e presença de defeito induzido) e Tukey ($\alpha=0,05$).

4.2 Determinação da Tenacidade Aparente de Fratura (K_A)

CPs foram penetrados na interface adesiva com um penetrador Vickers (Pantec HVS-10, série 13708, São Paulo, SP, Brasil) (Figura 18) com um tempo de penetração de 10 s e uma carga de 9,8 N e, posteriormente, testados sob tração. A função do penetrador Vickers foi de induzir um defeito controlado na interface adesiva do CP de maneira similar àquela descrita por Marshall e Lawn (1985) (DELLA BONA *et al.*, 2006).

Um estudo preliminar foi realizado para determinar a carga (P) do penetrador necessária para induzir o defeito controlado. As cargas do ensaio piloto ficaram entre 4.9 N e 29.4 N. As cargas foram selecionadas com base nos resultados colocados na forma de gráfico $P/c^{3/2}$ versus P, onde c é a dimensão do *crack* radial/medial do defeito produzido pelo penetrador (ANSTIS *et al.*, 1981). A carga selecionada para este estudo foi de 9,8 N (1 Kg) por 10 s baseado no estudo de Della Bona, et al., 2006.

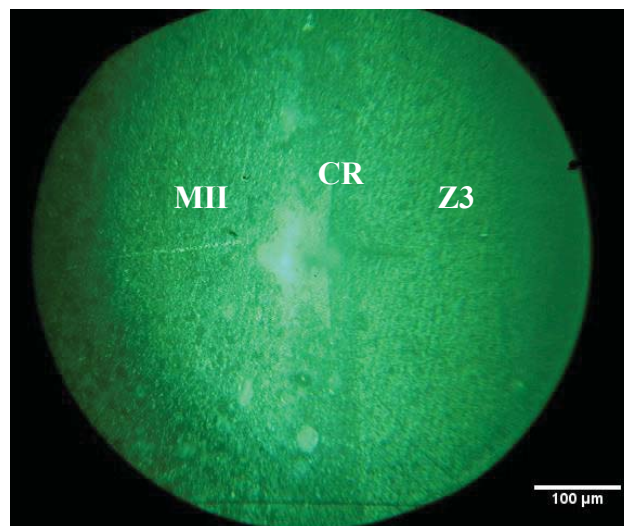


Figura 18 – Defeito introduzido na região adesiva formada pela cerâmica (MII), cimento resinoso (CR) e resina composta (Z3).

A avaliação de K_C , ou K_A neste caso, requer conhecimento da relação E/H (ANSTIS *et al.*, 1981), a partir da qual a equação adequada para o cálculo de tenacidade é selecionada.

O módulo de elasticidade (E) e a dureza (H) dos materiais foram considerados como a seguir:

P: E = 6,9 GPa, e H = 0,72 GPa (NAKAMURA *et al.*, 2010; FLURY *et al.*, 2011).

U: E = 7,9 GPa e H = 0,71 = GPa (NAKAMURA *et al.*, 2010; FLURY *et al.*, 2011).

Z3: E = 13,6 GPa (BAEK *et al.*, 2012), e H = 0,65 GPa (LEE *et al.*, 2012).

MII: E = 63 GPa, e H = 5,5 GPa (CHARLTON *et al.*, 2008).

É possível determinar a K_C de qualquer material de comportamento estável numa margem de erro de 30 à 40%. Nesse contexto, alguma imprecisão nos valores de E/H é, de fato, pouco importante, uma vez que essa relação varia entre 10 e 50 para muitas cerâmicas. Portanto, a substituição da constante de calibragem $\eta (E/H)^{1/8}$ por uma constante de valor médio tal como: $\eta = 0.59 [(E/H)^{1/8}] = 0.88$ não adicionaria mais do que 10% de erro na avaliação de K_A em materiais cujos parâmetros elástico/plástico são totalmente desconhecidos (CHANTIKUL *et al.*, 1981). No caso deste estudo, a constante de calibragem deverá estar em concordância com estes valores, uma vez que $\eta P = 0.83$, $\eta U = 0.86$, $\eta Z3 = 0.81$, $\eta MII = 0.84$.

O defeito induzido pelo penetrador Vickers nas interfaces adesivas (Figura 18) dos CPs teve 24 h para crescer e estabilizar em ar controlado à 23°C e umidade à 50% (capela de fluxo) antes do teste de microtração que foi realizado de acordo com o proposto por Della Bona et al. (2006).

O teste de microtração para cada CP foi realizado como descrito anteriormente em uma máquina de ensaios universal à uma velocidade de 1 mm/min e célula de carga de 100 N. Após o teste de microtração, as superfícies fraturadas foram cobertas com uma camada de ouro-paládio por 30 s sob vácuo de 50 mTorr e corrente de 45 mA (Denton Vacuum Desk II, no. de série 41878, Denton Vacuum Inc., NJ, EUA). As superfícies de fratura foram analisadas em microscopia eletrônica de varredura (MEV) (JXA 6400 Electron Probe Microanalyzer, no. de série SM150041-174, Jeol, Ltd, Tóquio, Japão) para a determinação do defeito crítico (Figura 19). Os valores de K_A foram calculados utilizando a equação 1 de acordo com Newman e Raju (1981) (Apêndice 1) e posteriormente analisados estatisticamente usando one-way Anova e Tukey ($\alpha=0,05$).

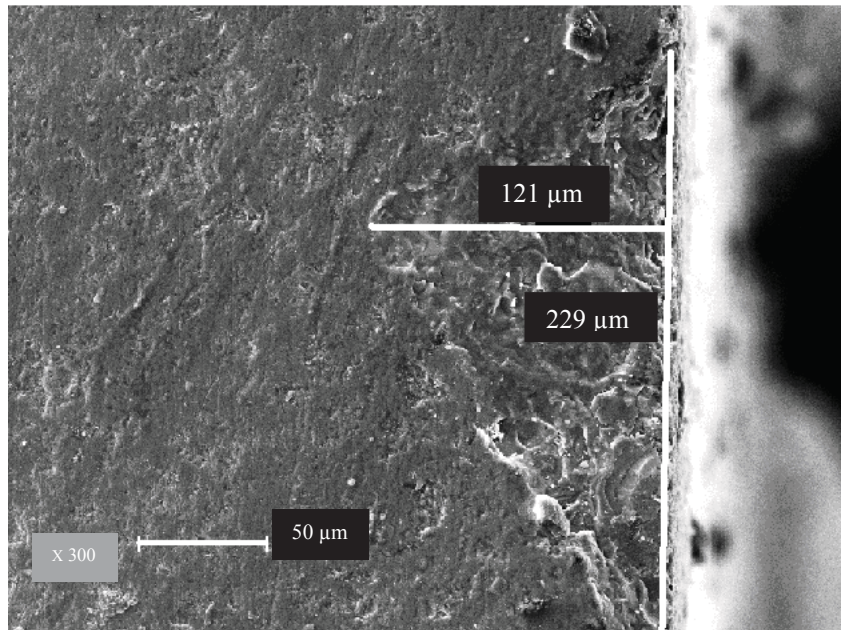


Figura 19 – Mensuração do defeito crítico em uma amostra após a fratura (Magnificação = 300x).

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Teste de Microtração

Neste estudo, foram utilizadas amostras no formato de microbarras (barras com $A \approx 1 \text{ mm}^2$) sem qualquer tratamento após a fabricação para não gerar estresse adicional na interface adesiva, além do fato de se tratarem de materiais com dureza e tamanho de partícula diferentes (DELLA BONA *et al.*, 2000; BETAMAR *et al.*, 2007).

A Tabela 3 apresenta os resultados obtidos no teste de microtração dos grupos estudados, os quais foram submetidos à análise estatística de Anova de dois fatores e Tukey ($p < 0,05$).

Tabela 3 – Resistência média à microtração (σ) e desvio padrão (DP), resistência característica (σ_0) e módulo de Weibull (m) dos grupos sem (F) e com (E) indentação.

Grupos ^F	$\sigma \pm DP^{\dagger}$ (MPa)	σ_0 (MPa)	m	n	Grupos ^E	$\sigma \pm DP^{\dagger}$ (MPa)	σ_0 (MPa)	m	n
HFP	20,23 ± 6,9 ^{Aa}	22,7	3,4	20	HFPi	20,38 ± 5,5 ^{Aa}	22,1	3,8	20
HFSF	13,25 ± 4,0 ^{Bb}	15,0	3,8	20	HFSFi	19,26 ± 5,8 ^{Abd}	20,9	3,7	20
SMP	7,35 ± 3,1 ^{Bcd}	8,1	2,5	20	SMPi	16,77 ± 5,0 ^{Abd}	18,3	3,7	17
HFSMP	13,82 ± 4,6 ^{Bb}	16,0	3,7	20	HFSMPi	17,08 ± 2,8 ^{Abd}	18,5	7,0	20
HFU	10,23 ± 3,9 ^{Bbc}	11,2	2,7	20	HFUi	20,38 ± 5,0 ^{Aa}	20,3	5,0	20
HFSU	11,70 ± 4,3 ^{Bb}	13,4	3,1	20	HFSUi	16,46 ± 3,2 ^{Abd}	18,2	6,2	20
SMU	5,26 ± 3,6 ^{Ad}	5,6	1,5	20	SMUi	7,36 ± 4,7 ^{Ac}	8,8	1,8	15
HFSMU	12,98 ± 3,4 ^{Ab}	14,1	4,0	20	HFSMUi	15,18 ± 4,8 ^{Ab}	14,6	3,4	20

[†] Letras maiúsculas iguais não representam diferença estatística horizontalmente ($p < 0,05$)
 Letras minúsculas iguais não representam diferença estatística dentro da coluna ($p < 0,05$)

Analisando os resultados da Tabela 3, em relação às amostras sem defeito induzido (penetração) é possível verificar que o HFP, que recebeu condicionamento ácido seguido do cimento Panavia F 2.0, foi estatisticamente superior aos demais grupos. Além disso, nos grupos em que não foi aplicado HF (SMP e SMU) os valores de resistência de união e do módulo de weibull foram os mais baixos. Já nos grupos que receberam penetração, apesar de não demonstrar diferença estatística com os grupos (HFSPI; SMPI; HFSMPI; HFSUI) os grupos HFPI e HFUI apresentaram as maiores médias de resistência de união, demonstrando que o condicionamento ácido da superfície de cerâmicas ácido-sensíveis é um passo importante na união com materiais resinosos, concordando com outros autores e justificando, desta forma, a utilização do condicionamento ácido neste tipo de material (PHOENIX e SHEN, 1995; JARDEL *et al.*, 1999; DELLA BONA *et al.*, 2006). Resultados semelhantes foram apresentados por Doucet *et al.* (2008) utilizando uma metodologia que emprega a penetração de amostras. Os autores verificaram não ter benefício com aplicação de silano após o condicionamento ácido de uma cerâmica feldspática. Exceção feita ao grupo HFSMUI que foi estatisticamente inferior aos grupos com ácido e cimento (HFPI; HFUI) parecendo haver uma incompatibilidade entre um silano ácido SM (pH = 3) e um cimento com componentes ácidos como o RelyX U 100.

Nos grupos sem defeito induzido, onde houve a combinação entre ácido hidrófluorídrico e silano (HFSP; HFSMP; HFSU; HFSMU) os valores de resistência de união foram estatisticamente inferiores ao grupo com condicionamento ácido e Panavia (HFP), rejeitando

parcialmente a hipótese deste estudo. Estes resultados apresentaram-se, em parte, de forma controversa a maioria da literatura que relata uma ação sinérgica entre agente de união silano e condicionamento ácido (DELLA BONA *et al.*, 2006; MATINLINNA e VALLITU, 2007). Apesar disso, os valores foram estatisticamente superiores aos grupos SMP e SMU.

Não há uma evidência que justifique os menores valores encontrados para os grupos que associaram silano e ácido (HFSP; HFSMP; HFSU; HFSMU) comparados ao grupo HFP. Porém, acredita-se que a aplicação do silano, sem o uso de calor e sem fricção para auxiliar na evaporação do solvente, pode resultar no preenchimento das irregularidades produzidas pelo ácido, diminuindo a área de contato com o cimento, como reportado por Della Bona *et al.*, 2004a. Outra possível explicação pode estar associada a presença de resíduo na superfície cerâmica. Esse resíduo, produto da ação do HF, poderia ser removido em banho sônico, melhorando a limpeza da superfície cerâmica após o condicionamento ácido (MAGNE e CASCIONE, 2006). A Figura 20 mostra a presença de resíduos na superfície cerâmica após a limpeza com jato de ar/água e secagem com ar. É possível que a presença de resíduos possa ter dificultado a ação do silano e a penetração do adesivo-cimento na superfície cerâmica. Contudo, em alguns casos não houve diferença estatística dos grupos com ácido + silano em relação aos grupos com ácido apenas (Tabela 3).

A quantidade de resíduos também pode ter sido gerada pelo tempo de condicionamento (HF) que no nosso estudo foi de 2 minutos, que é o tempo máximo sugerido pelo fabricante do ácido para uma

cerâmica feldspática e foi o tempo ideal apresentado em um estudo com uma cerâmica feldspática (GÜLER *et al.*, 2006). Apesar disso, utilizando a cerâmica MII, um estudo demonstrou que o tempo ideal de condicionamento foi de 120 s usando ácido hidrófluorídrico à 5%, e no presente estudo a concentração foi de 10% (CHEN *et al.*, 1998). Desta forma, o tempo de condicionamento pode ter gerado uma quantidade excessiva de resíduos, não removida totalmente na limpeza realizada.

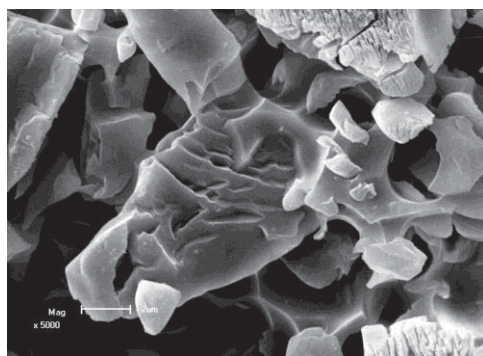


Figura 20 – Presença de resíduo sobre a superfície cerâmica após a limpeza com jato ar/água.

Contudo, nos parece coerente a não utilização de outra forma de limpeza que não o jato ar/água para limpeza da superfície condicionada visto que se pretende simular um procedimento clínico usual, desta forma, o uso do jato ar/água é clinicamente mais relevante.

Apesar da combinação HF-silano ter produzido, em alguns grupos, valores de σ inferiores a aplicação do HF somente, o módulo de

Weibull (m) foi maior nos grupos combinando HF-silano (HFSMP: 4,0; HFSP: 3,8; HFSMP: 3,7; HFSMPI: 7,0 e HFSUI: 6,2). Os menores valores de m foram para SMU (1,5) e SMUI (1,8) onde foi aplicado somente silano previamente ao cimento (Tabela 3). Resultados similares também foram apresentados no estudo de Della Bona *et al.* (2006) onde a aplicação de silano somente, resultou nos valores mais baixos de união. Além disso, nos grupos SMPI e SMUI houve perda de grande número de amostras no momento da indução do defeito, provavelmente pela ausência de um embricamento mecânico adequado, como ocorre quando aplicado o HF. Este fato gerou uma redução do n nos referidos grupos em relação aos demais (Tabela 3).

Com exceção de HFP, houve aumento dos valores médios de resistência de união (σ) e resistência característica (σ_0) em todos os grupos penetrados, com diferença estatística em relação a resistência de união em cinco deles (HFSP x HFSPi; SMP x SMPI; HFSMP x HFSMPI; HFU x HFUI, HFSU x HFSUI). Além disso, com exceção dos grupos HFSP e HFSMU, todos os outros apresentaram aumento no valor do módulo de Weibull (m) quando o CP foi penetrado (Tabela 3). Isso pode ser explicado pela seleção das amostras, pois para o teste de microtração as amostras foram avaliadas em estereomicroscópio com aumento de 40x antes do teste, porém, aquelas em que foi aplicado o penetrador Vickers, durante o posicionamento das amostras foi possível avaliar a interface adesiva em um aumento de 200x (Figura 18), o que resultou na exclusão de algumas amostras em todos os grupos, mesmo após a seleção em estereomicroscópio. Além disso, nas amostras não penetradas é provável a ocorrência da fratura a partir de defeitos de

canto, os quais requerem uma carga de fratura menor àquela necessária ao defeito introduzido no centro da superfície adesiva como foi o caso do nosso estudo em que o defeito foi introduzido no centro da interface (Figura 18).

Os gráficos de Weibull, os intervalos de confiança e a probabilidade de falha de 5% dos grupos experimentais estão representados na Tabela 4 e Figuras 21 a 24. A Figura 21 representa o gráfico de Weibull das amostras não penetradas. Quanto mais vertical a curva que representa o grupo mais uniforme é a distribuição dos defeitos e maior é o valor de m . Assim, é possível verificar que a curva do grupo SMU se mostra mais inclinada que a dos demais grupos e, conseqüentemente, demonstra o menor valor de m (1,5). A Figura 22 apresenta os intervalos de confiança dos grupos não indentedos sendo os valores apresentados na Tabela 4. É possível verificar que o grupo SMU apresentou os menores valores no intervalo de confiança, intersectando-se apenas com o grupo SMP. Nos grupos que receberam a introdução de um defeito controlado na interface adesiva (Tabela 4; Figuras 23 e 24) é possível verificar novamente que o grupo SMUI apresentou os menores valores de intervalo de confiança, sendo estatisticamente diferente dos demais grupos.

Na Tabela 4 estão descritos os intervalos de confiança (IC) do módulo de Weibull (m) e os valores de estresse correspondente a uma probabilidade de falha de 5% ($\sigma_{5\%}$) para os grupos experimentais. Nos grupos não indentedos podemos verificar que os menores valores foram apresentados pelo grupo SMU e SMP, ou seja, nos grupos em que não houve aplicação de HF. O Grupo SMU apresentou um valor mínimo de 0,3 MPa e o SMP 1,5 MPa demonstrando valores baixos para $\sigma_{5\%}$.

Extrapolando para uma situação clínica, poderíamos ter falha de uma restauração cerâmica com uma carga mastigatória bastante baixa. O grupo HFP apresentou o maior valor médio de $\sigma_{5\%}$ seguido dos grupos HFSP e HFSMU. Nas amostras indentadas o grupo SMUI apresentou os menores valores de $\sigma_{5\%}$ (0,7 – 3,8) seguido do grupo HFSMUI e do grupo SMPI. Os grupos que apresentaram os maiores valores de $\sigma_{5\%}$ foram HFUI e HFSMPI.

Tabela 4 – Intervalos de confiança (IC) do módulo de Weibull (m) e estresse (MPa) correspondente a probabilidade de falha de 5% (G5%) dos grupos sem (X) e com (D) indentação.

Grupos ^Y	IC	G5%	Grupos ^D		
			IC	G5%	
HFP	2,3 – 5,0	6,4 – 14,2	HFP1	2,7 – 5,4	7,3 – 14,2
HFSP	2,7 – 5,4	4,9 – 9,7	HFSP1	2,5 – 5,3	6,4 – 13,4
SMP	1,8 – 3,6	1,5 – 4,2	SMP1	2,5 – 5,5	5,5 – 12,1
HFSPMP	2,6 – 5,4	5,0 – 10,3	HFSPMP1	4,9 – 9,9	10 – 14,5
HFU	2,0 – 3,9	2,4 – 6,0	HFU1	3,4 – 7,4	9,4 – 16,2
HFU1	2,1 – 4,4	3,3 – 7,8	HFU1	4,4 – 8,8	9,2 – 13,9
SMU	1,0 – 2,1	0,3 – 1,8	SMU1	1,2 – 2,7	0,7 – 3,8
HFSMU	2,8 – 5,8	4,9 – 9,4	HFSMU1	2,4 – 4,9	4,8 – 10,4

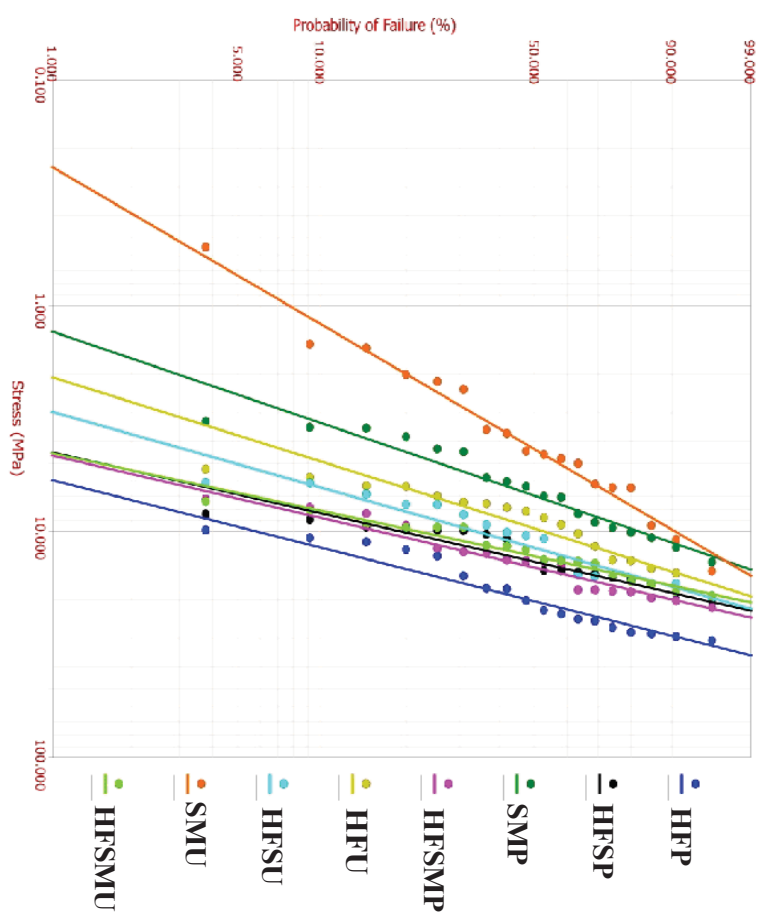


Figura 21 – Gráfico de Weibull demonstrando a probabilidade de falha (%) em relação ao estresse (MPa) para os grupos não indentados.

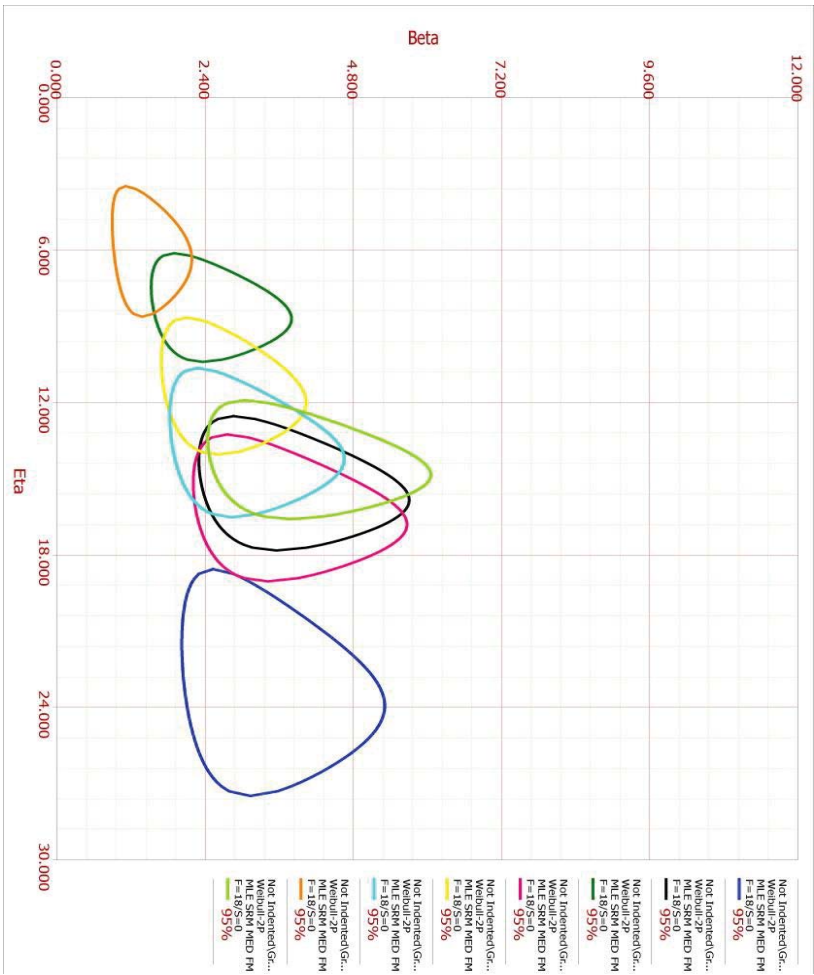


Figura 22 – Intervalos de confiança de 95% para os parâmetros σ_0 (Eta) e m (Beta) para os grupos não indentados.

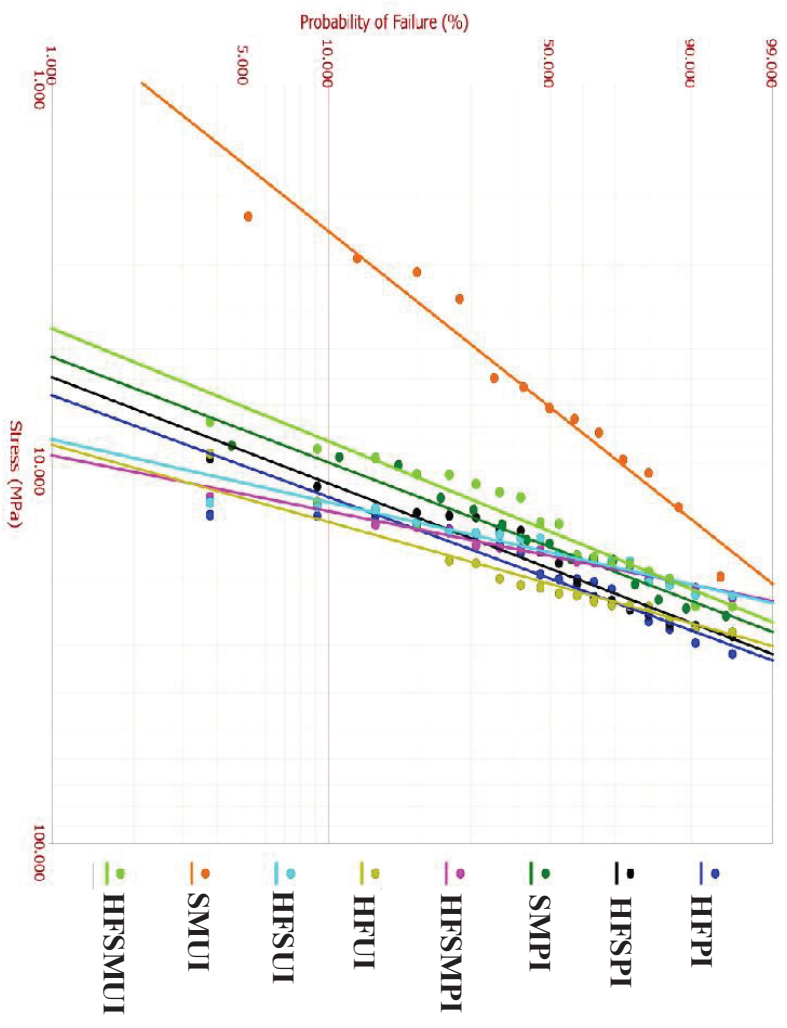


Figura 23 – Gráfico de Weibull demonstrando a probabilidade de falha (%) em relação ao estresse (MPa) nas amostras indetadas.

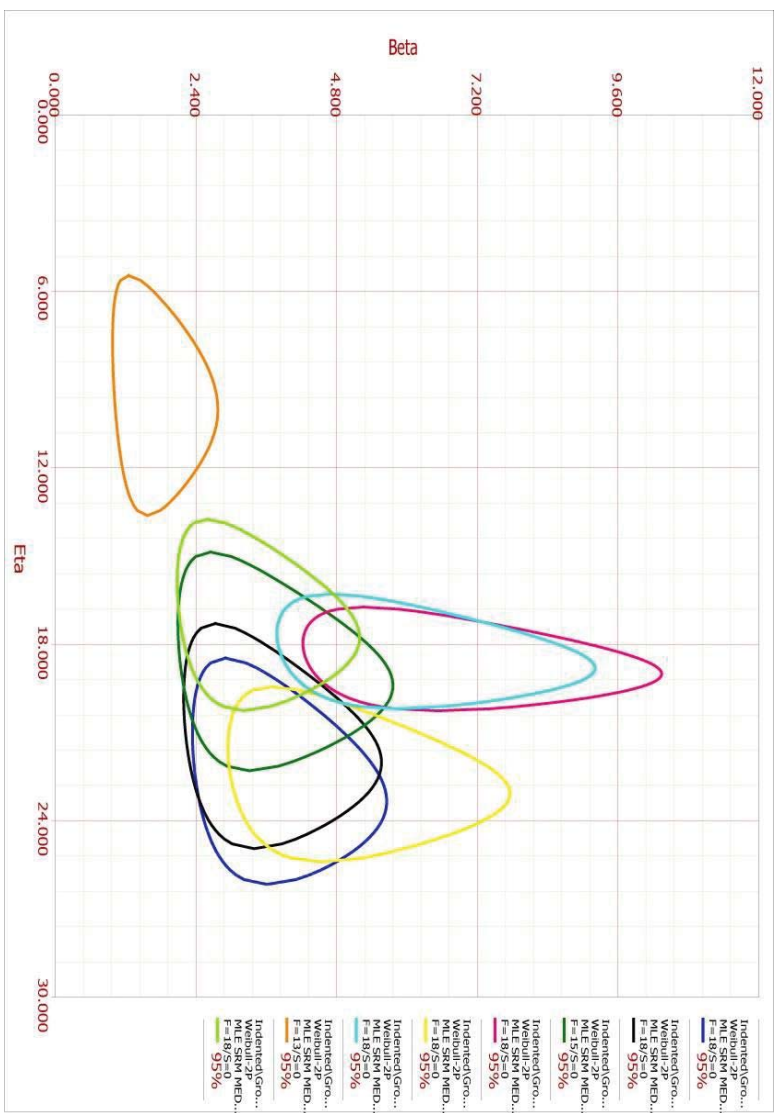


Figura 24 – Intervalos de confiança de 95% para os parâmetros σ_0 (Eta) e m (Beta) para os grupos indenatados.

O teste de microtração apresentado por Sano et al., em 1994, tornou-se amplamente aceito pela comunidade científica e frequentemente utilizado para avaliação da resistência de união em interfaces adesivas por haver uma distribuição mais uniforme de tensões na interface de união (DELLA BONA e VAN NOORT, 1995; SALZ e BOCK, 2010). O primeiro estudo usando teste de microtração para avaliar a interface adesiva entre cerâmica e resina composta foi publicado em 2000 (DELLA BONA *et al.*, 2000). Porém, assim como o teste de cisalhamento, o teste de microtração sofre influência de fatores relevantes como a geometria da amostra, condição de carregamento e presença e tamanho de defeitos na interface adesiva podendo gerar variabilidade nos valores de resistência, especialmente, para restaurações cerâmicas unidas á materiais resinosos (DEHOFF *et al.*, 1995; VERSLUIS *et al.*, 1997; DELLA BONA, 2005a; DELLA BONA, 2005b; STAMATACOS-MERCER e HOTTEL, 2005; DELLA BONA *et al.*, 2007; SALZ e BOCK, 2010).

5.2 Tenacidade Aparente de Fratura

A tenacidade de fratura ou *fracture toughness* (K_{Ic}) reflete a habilidade de um material em resistir a propagação de um defeito instável (HERTZBERG, 1996; DELLA BONA, 2009) e K_A reflete a habilidade de um material resistir à propagação de um defeito (*crack*) instável na interface adesiva (DELLA BONA *et al.*, 2006). A tenacidade é considerada uma forma mais confiável do que as metodologias de teste

normalmente empregadas para avaliação da resistência adesiva dos materiais (MECHOLSKY e BARKER, 1984; TAM e PILLAR, 1993; DELLA BONA *et al.*, 2006; HOOSHMAND, *et al.*, 2012).

A Tabela 5 apresenta os resultados do teste de tenacidade de fratura interfacial (K_A) que foi realizado a partir dos resultados de microtração obtidos com as amostras indentadas (Tabela 3) nas quais as amostras receberam um defeito controlado na interface adesiva com um penetrador Vickers.

Tabela 5 – Valores de tenacidade aparente de fratura (K_A) dos grupos experimentais

Grupos [‡]	$\sigma \pm DP^{\ddagger}$ (MPa)	c = a.b (µm)	n	$K_A \pm DP^{\ddagger}$ (MPa . m ^{3/2})
HFPI	20,38 ± 5,5	13953 ± 4652	11	0,24 ± 0,07 ^A
HFSPI	19,26 ± 5,8	12690 ± 3314	9	0,22 ± 0,09 ^{AB}
SMPi	16,77 ± 5,0	10357 ± 1971	9	0,18 ± 0,05 ^{AB}
HFSMPi	17,08 ± 2,8	13058 ± 2364	8	0,21 ± 0,03 ^{AB}
HFUI	20,38 ± 5,0	12955 ± 4314	8	0,24 ± 0,05 ^A
HFSU	16,46 ± 3,2	10949 ± 2571	9	0,20 ± 0,02 ^{AB}
SMUI	7,36 ± 4,7	8982 ± 3314	4	0,05 ± 0,03 ^C
HFSMUI	15,18 ± 4,8	10878 ± 4621	8	0,14 ± 0,05 ^B

[‡] valores e grupos apresentados na tabela 3

[†] Letras diferentes representam diferença estatística na coluna (p < 0,05)

Os valores de K_A apresentados (Tabela 5) demonstram que os grupos experimentais que usaram apenas ácido hidrófluorídrico como tratamento de superfície (HFPI e HFUI) apresentaram valores de K_A estatisticamente superiores aos grupos SMUI e HFSMUI. Desta forma, conforme mencionado anteriormente, parece haver algum prejuízo a adesão quando o silano com características ácidas, SM (pH 3)(LUNG e MATINLINNA, 2012) e o cimento U, que também apresenta componentes ácidos na sua formulação, são utilizados conjuntamente. Adicionalmente, quando o cimento U foi associado com um silano menos ácido, S (pH 4,6) (LUNG e MATINLINNA, 2012) em relação à SM, o valor de K_A (HFSUI) foi estatisticamente semelhante aos maiores valores de K_A reportados.

Embora não tenha sido considerado o fator cimento na análise estatística, é possível inferir através dos valores médios de K_A que o cimento Panavia F 2.0 teve um comportamento mais regular em relação ao cimento U100, principalmente quando este último foi associado ao silano de outro fabricante (SM - Kuraray). De acordo com o fabricante (3M ESPE), o cimento U100 deve ser utilizado após a aplicação do HF e do agente de união silano (HFSUI), o qual apresentou um valor estatisticamente semelhante ao grupo com ácido (HFPI e HFUI). Desta forma, os baixos valores de m , σ_0 , σ e de K_A apresentados pelo grupo SMUI não deveriam ser preocupantes, visto que o fabricante do cimento não recomenda a aplicação de silano somente ou desse tipo de silano.

Já o fabricante do Panavia F 2.0 (KURARAY) não recomenda a aplicação de ácido hidrófluorídrico e sim o jateamento da superfície cerâmica com partículas de alumina de 30 a 50 μm com pressão de 14 –

28 psi seguida da limpeza com ácido fosfórico e silano sobre a superfície antes da cimentação de uma restauração. Apesar disso, um estudo avaliando a resistência à microtração de uma cerâmica feldspática após diferentes tratamentos de superfície, verificou que o condicionamento com ácido hidrofúorídrico foi superior ao jateamento de superfície com partículas de alumina (50 μm) (AKYIL *et al.*, 2011). Resultados semelhantes também foram apresentados em outros estudos (KATO *et al.*, 2000; YADAV *et al.*, 2010). Além disso, no presente estudo não houve diferença estatística para os valores de K_A entre os diferentes grupos cimentados com Panavia F 2.0, concordando com a indicação do fabricante de que não é necessário a aplicação de ácido hidrofúorídrico previamente à cimentação. Porém, isto deve ser visto com cautela pois, para o teste de microtração (Tabela 3), os maiores valores de m foram demonstrados pelos grupos com a utilização do HF e silano seguido dos grupos com HF somente, sendo que os grupos com silano e cimento apresentaram valores baixos desta propriedade.

Podemos verificar ainda, um relacionamento positivo entre os valores de resistência das amostras indentadas e os valores de K_A porém, esta relação (ranqueamento) não se mostra tão próxima quando avaliados os valores de resistência de união sem a indentação, assim, apesar do teste de microtração ser empregado com amostras pequenas com o objetivo de apresentar o menor número e tamanho de defeitos, a introdução de um defeito controlado parece ter produzido valores mais confiáveis das propriedades avaliadas, além disso, foi possível verificar que a metodologia proposta pode ser aplicada para avaliação da

tenacidade interfacial de fratura das interfaces adesivas avaliadas no presente estudo.

6 CONCLUSÕES

Dentro das limitações deste estudo é possível concluir que:

1 - Apesar de apresentar os maiores valores de m , a aplicação do silano após o ácido não resultou em aumento na σ e K_A , quando comparado com o uso de HF apenas, rejeitando parcialmente a hipótese do estudo.

2 - A introdução de um defeito controlado na interface adesiva aumentou os valores médios de resistência adesiva (σ), resistência característica (σ_0) e módulo de Weibull (m) da maioria dos grupos experimentais.

3 - A metodologia para avaliação de tenacidade aparente de fratura interfacial proposta por Della Bona et al., (2006) mostrou-se adequada para avaliar interfaces adesivas entre porcelana e resina.

REFERÊNCIAS

AKYIL, M.Ş.; YILMAZ, A.; BAYINDIR, F.; DUYMUŞ, Z. Y. Microtensile bond strength of resin cement to a feldspathic ceramic. *Photomed Laser Surg*, v. 29, n. 3, p. 197-203, 2011.

AL-HIYASAT, A.S.; SAUNDERS, W.P.; SMITH, G.M. Three-body wear associated with three ceramics and enamel. *J Prosthet Dent*, v. 82, n. 4, p. 476-481, 1999.

AMARAL, R.; ÖZCAN, M.; VALANDRO, L. F.; BOTTINO, M. A.; Microtensile Bond strength of a resin cement to glass infiltrated zirconium-reinforced ceramic: The effect of surface conditioning. *Dent Mater*, v. 22, p. 283-290, 2006.

ANSTIS, G.R.; CHANTIKUL, P.; LAWN, B.R.; MARSHAL, D.B. A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, direct crack measurements. *J Am Cer Soc.*, v. 64, n. 9, p. 533-538, 1981.

ANUSAVICE, K.J.; DEHOFF, P.H.; FAIRHURST, C.W. Comparative evaluation of ceramic-metal bond tests using finite element stress analysis. *J Dent Res*, v. 59, n. 3, p. 608-613, 1980.

ANUSAVICE, K.J. Screening tests for metal-ceramic systems. In: McLEAN, J.W. *Dental ceramics: Proceedings of the First International Symposium on Ceramics*. Chicago, Quintessence Publishing Co., 1983. p. 371-414.

ANUSAVICE, K.J.; PHILLIPS, R.W. *Phillips materiais dentários*. Rio de Janeiro: Elsevier, 2005. 764p.

ARMSTRONG, S.R.; BOYER, D.B.; KELLER, J.C. Microtensile bond strength testing and failure analysis of two dentin adhesives. *Dent Mater*, v. 14, n. 1, p.44-50, 1998.

BAN, S.; ANUSAVICE, K.J. Influence of test method on failure stress of brittle dental materials. *J Dent Res*, v. 69, n. 12, p.1791-1799, 1990.

BETAMAR, N.; CARDEW, G.; VAN NOORT, R. Influence of specimen designs on the microtensile bond strength to dentin. *J Adhes Dent*, v. 9, n. 2, p. 159-168, 2007.

BEIER, U.S.; KAPFERER, I.; DUMFAHRT, H. Clinical long-term evaluation and failure characteristics of 1,335 all-ceramic restorations. *Int J Prosthodont*, v. 25, n. 1, p. 70-78, 2012.

BLATZ, M.; CHICHE, G.; HOLST, S.; SADAN, A. Influence of surface treatment and simulated aging on bond strengths of luting agents to zirconia. *Quintessence Int*, v. 38, n. 9, p. 745-753. 2007.

BLATZ, M.B.; OPPEL, S.; CHICHE, G.; HOLST, S.; SADAN, A. Influence of cementation technique on fracture strength and leakage of alumina all-ceramic crowns after cyclic loading. *Quintessence Int*, v. 39, n. 1, p. 23-32, 2008.

BLUM, I.R.; JAGGER, D.C.; WILSON, N.H. Defective dental restorations: to repair or not to repair? part 2: All-ceramics and porcelain fused to metal systems. *Dent Update*, v. 38, n. 3, p. 150-2, 154-6, 158, 2011.

BOSCATO, N.; DELLA BONA, A.; CURY, A.A.D.B. Influence of ceramic pre-treatments on tensile bond strength and mode of failure of resin bonded to ceramics. *Am J Dent*, v. 20, n. 2, p. 103-108. 2007.

BRAGA, R.R.; MEIRA, J.B.; BOARO, L.C.; XAVIER, T.A. Adhesion to tooth structure: a critical review of "macro" test methods. *Dent Mater*, v. 26, n. 2, p. e38-49, 2010.

CALLISTER Jr, W. D. *Ciência e Engenharia de Materiais: uma introdução*. 5. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2002. 408p.

CARDOSO, P.E.C.; BRAGA, R.R.; CARRILHO, M.R.O. Evaluation of micro-tensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems. *Dent Mater*, v. 14, n. 6, p. 394 -398, 1998.

CARVALHO, F.G.; GONÇALVES, L.S.; CARLO, H.L.; SOARES, C.J.; CORRER-SOBRINHO, L.; PUPPIN-RONTANI, R.M. Influence of sterilization method on the bond strength of caries-affected dentin. *Braz Oral Res*, v. 23, n. 1, p. 11-16, 2009.

CHADWICK, R.G.; MASON, A.G.; SHARP, W. Attempted evaluation of three porcelain repair systems - what are we really testing? *J Oral Rehabil*, v. 25, n. 8, p. 610-615. 1998.

CHANTIKUL, P.; ANSTIS, G.R.; LAWN, B.R.; MARSHALL, D.B.A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: II, strength method. *J Am Cer Soc.*, v. 64, n. 9, p.539-543, 1981.

CHARLTON, D.G.; ROBERTS, H.W.; TIBA, A. Measurement of select physical and mechanical properties of 3 machinable ceramic materials. *Quintessence Int*, v. 39, n. 7, p. 573-579, 2008.

CHEN, Z.; MECHOLSKY Jr, J.J. Control of strength and toughness of ceramic/metal laminates using interface design. *J Mater Res*, v. 8, n. 9, p. 2362-2369, 1993.

CHEN, J.H.; MATSUMURA, H.; ATSUTA, M. Effect of different etching periods on the bond strength of a composite resin to a machinable porcelain. *J Dent*, v. 28, n. 1, p. 53 -58, 1998.

CHEN, L.; SUH, B.I.; KIM, J.; TAY, F.R. Evaluation of silica-coating techniques for zirconia bonding. *Am J Dent*, v. 24, n. 2, p. 79-84, 2011.

D'ARCANGELO, C.; DE ANGELIS, F.; D'AMARIO, M.; ZAZZERONI, S.; CIAMPOLI, C.; CAPUTI, S. The influence of luting systems on the microtensile bond strength of dentin to indirect resin-based composite and ceramic restorations. *Oper Dent*, v. 34, n. 3, p.328-336, 2009.

DEHOFF, P.H.; ANUSAVICE, K.J.; WANG, Z. Three-dimensional finite element analysis of the shear bond test. *Dent Mater*, v. 11, n. 2, p. 126-131, 1995.

DELLA BONA, A.; NORTHEAST, S. E. Shear bond strength of resin bonded ceramic after different try-in procedures. *J Dent*, v. 22, n. 2, p.103-107, 1994.

DELLA BONA, A.; VAN NOORT, R. Shear versus tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. *J Dent Res*, v. 74, n. 9, p.1591-1596, 1995.

DELLA BONA, A.; VAN NOORT, R. Ceramic surface preparations for resin bonding: a SEM study. *Am J Dent*, v. 11, n. 6, p. 276-280, 1998.

DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, K.J.; SHEN, C. Microtensile strength of composite bonded to hot-pressed ceramics. *J Adhes Dent*, v. 2, n. 4, p. 305-313, 2000.

DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, K.J. Microstructure, composition and etching topography of dental ceramics. *Int J Prosthodont*, v. 15, n. 2, p. 159-167, 2002.

DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, K.J.; HOOD, J.A.A. Effect of ceramic surface treatment on tensile bond strength to a resin cement. *Int J Prosthodont*, v. 15, n. 3, p. 248-253, 2002.

DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, K. J.; MECHOLSKY Jr, J. J. Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. *Dent Mater*, v. 19, n. 8, p. 693-700, 2003.

DELLA BONA, A.; SHEN, C.; ANUSAVICE, K.J. Work of adhesion of resin on treated lithia disilicate-based ceramic. *Dent Mater*, v. 20, n. 4, p. 338-344, 2004a.

DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, K.J.; MECHOLSKY Jr, J.J. Fracture behavior of lithia disilicate- and leucite-based ceramics. *Dent Mater*, v. 20, n. 10, p. 956-62, 2004b.

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

DELLA BONA, A. Characterizing ceramics and the interfacial adhesion to resin: II- the relationship of surface treatment, bond strength, interfacial. *J Appl Oral Sci*, v. 13, n. 2, p. 101-109, 2005b.

DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, K.J.; MECHOLSKY Jr, J.J. Apparent interfacial fracture toughness of resin-ceramic systems. *J Dent Res*, v. 85, n. 11, p. 1037-1041, 2006.

DELLA BONA, A.; BORBA, M.; BENETTI, P.; CECCHETTI, D. Effect of surface treatments on the bond strength of a zirconia-reinforced ceramic to composite resin. *Braz Oral Res*, v. 21, n. 1, p. 10-15, 2007.

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

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

DIAS DE SOUZA, G.M.; THOMPSON, V.P.; BRAGA R.R. Effect of metal primers on microtensile Bond strength between zircônia and resin cements. *J Prosthet Dent*, v. 105, n. 5, p. 296-303, 2011.

DOUCET, S.T.A.; VERNIER, B.; COLON, P.; PICARD, B. Adhesion between dental ceramic and bonding resin: quantitative evaluation by Vickers indenter methodology. *Dent Mater*, v. 24, n. 1, p. 45-49, 2008.

ERNST, C.P.; COHNEN, U.; TENDER, E.; WILLERSHAUSEN, B. In vitro retentive strength of zirconium oxide ceramic crowns using different luting agents. *J Prosthet Dent*, v. 93, n. 6, p. 551-558, 2005.

EURACHEM Guidance Document No. 1/WELAC Guidance Document No. WGD 2: Accreditation for chemical laboratories: Guidance on the interpretation of the EN 45000 series of standards and ISO/IEC Guide 25, 1993.

FERRACANE, J.L.; STANSBURY, J.W.; BURKE, F.J. Self-adhesive resin cements chemistry, properties and clinical considerations. *J Oral Rehabil*, v. 38, n. 4, p. 295-314, 2011.

FLURY, S.; PEUTZFELDT, A.; LUSSI, A. The effect of polymerization procedure on Vickers hardness of dual-curing resin cements. *Am J Dent*, v. 24, n. 4, p. 226-232, 2011.

FRÉCHETTE, V. D. *Failure analysis of brittle materials*. Westerville: American Ceramic Society, 1990. 136p.

GRIFFITH, A.A. The phenomena of rupture and flow in solids. *Philos Trans R Soc (London)*, v. 221, p. 163-198, 1921.

GÜLER, A.U.; YILMAZ, F.; YENISEV, M.; GÜLER, E.; URAL, C. Effect of acid etching time and a self-etching adhesive on the shear bond strength of composite resin to porcelain. *J Adhes Dent*, v. 8, n. 1, p. 21-25, 2006.

HERTZBERG, R.W. *Deformation and fracture mechanics of engineering materials*. 4^a ed. New York: J. Wiley & Sons, 1996. 786p.

HOOSHMAND, T.; ROSTAMI, G.; BEHROOZIBAKHSH, M.; FATEMI, M.; KESHVAD, A.; VAN NOORT R. Interfacial fracture toughness of different resin cements bonded to a lithium disilicate glass ceramic. *J Dent*, v. 40, n. 2, p. 139-145, 2012.

HORN, H.R. Porcelain laminate veneers bonded to etched enamel. *Dent Clin North Am*, v. 27, n. 4, p. 671-684, 1983.

HUSSAIN, M.A.; BRADFORD, E.W.; CHARLTON, G. Effect of etching on the strength of a luminous porcelain jacket crown. *Br Dent J*, v. 147, n. 4, p. 89-90, 1979.

IRWIN, G.R. Analysis of stresses and strains near the end of crack transversing a plate. *J Appl Mech*, v. 24, p. 361-364, 1957.

JARDEL, V.; DEGRANGE, M.; PICARD, B.; DERRIEN, G. Surface energy of etched ceramic. *Int J Prosthodont*, v. 12, n. 5, p. 415-418, 1999.

KATO, H.; MATSUMURA, H.; ATSUTA, M. Effect of etching and sandblasting on bond strength to sintered porcelain of unfilled resin. *J Oral Rehabil*, v. 27, n. 2, p. 103-110, 2000.

KELLY, J.R. Perspectives on strength. *Dent Mater*, v. 11, n. 2, p.103-110, 1995.

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

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

KERN, M.; WEGNER, S.M. Bonding to zircônia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater*, v. 14, p. 64-71, 1998.

KITASAKO, Y.; BURROW, M.F.; NIKAIDO, T.; HARADA, N.; INOKOSHI, S.; YAMADA, T.; TAKATSU, T. Shear and tensile bond testing for resin cement evaluation. *Dent Mater*, v. 11, n. 5, p. 298-304, 1995.

KUMBULOGLU, O.; USER, A.; TOKSAVUL, S.; VALLITTU, P.K. Intra-oral adhesive systems for ceramic repairs: a comparison. *Acta Odontol Scand*, v. 61, n. 5, p. 268-272, 2003.

KURARAY. *Dual Cure Dental Adhesive System PANA VIA F 2.0*. Instructions for use. Disponível em: <http://www.panavia-dental.eu/images/pdf/PANA VIA_F_20_engl.pdf>. Acesso em: 13 fev. 2013.

LATTA, M.A.; BARKMEIER, W.W. Approaches for intraoral repair of ceramic restorations. *Compend Contin Educ Dent*, v. 21, n. 8, p. 642-644, 2000.

LEIBROCK, A.; DEGENHART, M.; BEHR, M.; ROSENTRITT, M.; HANDEL, G. *In vitro* study of the effect of thermo- and load-cycling on the bond strength of porcelain repair systems. *J Oral Rehabil*, v. 26, n. 2, p. 130-137, 1999.

LIORBELL, A.; NICHOLLS, J.I.; KOIS, J.C.; DALY, C.H. Fatigue life of porcelain repair systems. *Int J Prosthodont*, v. 5, n. 3, p. 205-213, 1992.

LUNG, C.Y.K.; MATINLINNA, J.P. Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry: An overview. *Dent Mater*, v. 28, n. 5, p. 467-477, 2012.

MAGNE, P.; CASCIONE, D. Influence of post-etching cleaning and connecting porcelain on the microtensile bond strength of composite resin to feldspathic porcelain. *J Prosthet Dent*, v. 96, n. 5, p. 354-361, 2006.

MANDELBROT, B.B.; PASSOJA, D.E.; PAULLEY, A.J. Fractal character of metals. *Nature*, v. 308, p. 721-722, 1984.

MANICONE, P.F.; IOMMETTI, P.R.; RAFFAELLI, R. An overview of zirconia ceramics: Basic properties and clinical applications. *J Dent*, v. 35, n. 11, p. 819-826, 2007.

MARSHALL, D.B.; LAWN, B.R. Surface Flaws in Glass. In: KURKJIAN, C.R, ed. *Strength of Glass*. New York: Plenum Press. 1985.

MATINLINNA, J.P.; LASSILA, L.V.; OZCAN, M.; YLI-URPO, A.; VALLITTU, P.K. An introduction to silanes and their clinical applications in dentistry. *Int J Prosthodont*, v. 17, n. 2, p. 155-164, 2004.

MATINLINNA, J.P.; LASSILA, L.V.J.; VALLITTU, P.K. Pilot evaluation of resin composite cement adhesion to zirconia using a novel silane system. *Acta Odontol Scand*, v. 65, n. 1, p. 44-51, 2007.

MATINLINNA, J.P.; VALLITTU, P.K. Bonding of resin composite to etchable ceramic surfaces- an insight review of the chemical aspects on surface conditioning. *J Oral Rehabil*, v. 34, n. 8, p. 622-630, 2007.

MECHOLSKY Jr. J.J.; FREIMAN, S.W.; RICE, R.W. Fractographic analysis of ceramics. In: STRAUSS, B.M.; CULLEN, W.H. eds. *Fractography in Failure Analysis*, ASTM STP 645. Philadelphia: American Society for Testing and Materials, p. 363-379, 1978.

MECHOLSKY Jr. J.J.; BARKER, L.M. A chevron-notched specimen for fracture toughness measurements of ceramic-metal interfaces. *ASTM STP* 855, p. 324-336, 1984.

MECHOLSKY Jr. J.J. Quantitative fracture surface analysis of glass materials. In: SIMMONS, C.J.; El-BAYOUMI, O. eds. *Experimental Techniques of Glass Science*. Westerville: *Am Cer Soc.*, p. 483-520, 1993.

MECHOLSKY, J.J. Jr. Fractography: determining the sites of fracture initiation. *Dent Mater*, v. 11, n. 2, p. 113-116, 1995a.

MECHOLSKY, J.J.Jr. Fracture mechanics principles. *Dent Mater*, v. 11, n. 2, p. 111-112, 1995b.

MIRMOHAMMADI, H.; ABOUSHELIB, M.N.; SALAMEH, Z.; FEILZER, A.J.; KLEVERLAAN, C.J. Innovations in bonding to zirconia based ceramics: Part III. Phosphate monomer resin cements. *Dent Mater*, v. 26, n. 8 , p. 786-792, 2010.

MOHARAMZADEH, K.; HOOSHMAND, T.; KESHVAD, A.; VAN NOORT, R. Fracture toughness of a ceramic-resin interface. *Dent Mater*, v. 24, n. 2, p. 172-7, 2008.

NAKAJIMA, M.; SANO, H.; URABE, I.; TAGAMI, J.; PASHLEY, D. H. Bond strengths of single-bottle dentin adhesives to caries-affected dentin. *Oper Dent*, v. 25, n. 1, p. 2-10, 2000.

NAKAMURA, T.; WAKABAYASHI, K.; KINUTA, S.; NISHIDA, H.; MIYAMAE, M.; YATANI, H. Mechanical properties of new self-adhesive resin-based cement. *J Prosthodont Res*, v. 54, n. 2, p. 59-64, 2010.

NAVES, L.Z.; SOARES, C.J.; MORAES, R.R.; GONÇALVES, L.S.; SINHORETI, M.A.; CORRER-SOBRINHO, L. Surface/interface morphology and Bond strength to glass ceramic etched for different periods. *Oper Dent*, v. 35, n. 4, p. 420-427, 2010.

NEWMAN, J.C.; RAJU I.S. An empirical stress- intensity factor equation for surface crack. *Eng Fract Mech*, v. 15, p. 185-192, 1981.

ÖZCAN, M. The use of chairside silica coating for different dental applications: a clinical report. *J Prosthet Dent*, v. 87, n. 5, p. 469-472, 2002.

PAMEIJER, C.H.; LOUW, N.P.; FISCHER, D. Repairing fractured porcelain: how surface preparation affects shear force resistance. *J Am Dent Assoc*, v. 127, n. 2, p. 203-209, 1996.

PASHLEY, D.H.; SANO, H.; CIUCCHI, B.; YOSHIYAMA, M.; CARVALHO, R. M. Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. *Dent Mater*, v. 11, n. 2, p. 117-125, 1995.

PASHLEY, D.H.; CARVALHO, R.M.; SANO, H.; NAKAJIMA, M.; YOSHIYAMA, M.; SHONO, Y.; FERANADES, C.A.; TAY, F. The microtensile bond test: a review. *J Adhes Dent*, v. 1, n. 4, p. 299-309, 1999.

PHONENIX, R.D.; SHEN, C. Characterization of treated porcelain surfaces via dynamic contact angle analysis. *Int J Prosthodont*, v. 8, n. 2, p. 187-194, 1995.

PHRUKKANON, S.; BURROW, M.F.; TYAS, M.J. Effect of cross-sectional surface area on bond strengths between resin and dentin. *Dent Mater*, v. 14, n. 2, p. 120-128, 1998.

PHRUKKANON, S.; BURROW, M.F.; TYAS, M.J. The effect of dentine location and tubule orientation on the bond strengths between resin and dentine. *J Dent*, v. 27, n. 4, p. 265-74, 1999.

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

PILATHADKA, S.; VAHALOVA, D. Contemporary all-ceramic materials ceramic materials, part-1. *Acta Medica (Hradec Kralove)*, v. 50, n. 2, p. 101-104, 2007.

PIWOWARCZYK, A.; LAUER, H.C. Mechanical properties of luting cements after water storage. *Oper Dent*, v. 28, n. 5, p. 535-542, 2003.

PIWOWARCZYK, A.; LAUER, H.C.; SORENSEN, J.A. The shear bond strength between luting cements and zirconia ceramics after two pre-treatments. *Oper Dent*, v. 30, n. 3, p. 382-388, 2005.

QUINN, J.B.; SUNDAR, V.; LLOYD, I.K. Influence of microstructure and chemistry on the fracture toughness of dental ceramics. *Dent Mater*, v. 19, n. 7, p. 603-611, 2003.

QUINN, G.D. *Fractography of ceramics and glasses*. Washington: NIST, 2007. 546p.

QUINN, J. B.; QUINN, G. D. A practical and systematic review of Weibull statistics for reporting strengths of dental materials. *Dent Mater*, v. 26, n. 2, p. 135-147, 2010.

RANDALL, P.N. Plain strain crack toughness testing of high strength metallic materials. In: BROWN Jr. W.F.; STRAWLEY, J.E. eds. ASTM STP 410. Philadelphia: *Am Soc Test Mater*, p. 88-126, 1966.

RODRIGUES, S.A. Jr.; FERRACANE, J.L.; DELLA BONA, A. Influence of surface treatments on the bond strength of repaired resin composite restorative materials. *Dent Mater*, v. 25, n. 4, p. 442-51, 2009.

SALZ, U.; BOCK, T. Testing adhesion of direct restorations to dental hard tissue – a review. *J Adhes Dent*, v. 12, n. 5, p. 343-371, 2010.

SANO, H.; SHONO, T.; SONODA, H.; TAKATSU, T.; CIUCCHI, B.; CARVALHO, R.; PASHLEY, D.H. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength- Evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater*, v. 10, n. 4, p. 236-240, 1994.

SCHERRER, S.S.; DENRY, I.L.; WISKOTT, H.W. Comparison of three fracture toughness testing techniques using a dental glass and a dental ceramic. *Dent Mater*, v. 14, n. 4, p. 246-255, 1998.

SCHERRER, S.S.; KELLY, J.R.; QUINN, G.D., XU, K. Fracture toughness (K_{IC}) of a dental porcelain determined by fractographic analysis. *Dent Mater*, v. 15, n. 5, p. 342-348, 1999.

SCHREINER, R.F.; CHAPPELL, R.P.; GLAROS, A.G.; EICK, J.D. Microtensile testing of dentin adhesives. *Dent Mater*, v. 14, n. 3, p. 194-201, 1998.

SHONO, Y.; OGAWA, T.; TERASHITA, M.; CARVALHO, R.M.; PASHLEY, E.; PASHLEY, D.H. Regional measurement of resin-dentin bonding as an array. *J Dent Res*, v. 78, n. 2, p. 699-705, 1999a.

SHONO, Y.; TERASHITA, M.; SHIMADA, J.; KOZONO, Y.; CARVALHO, R. M.; RUSSELL, C.M.; PASHLEY, D.H. Durability of resin-dentin bonds. *J Adhes Dent*, v. 1, n. 3, p. 211-218, 1999b.

STAMATACOS-MERCER, C.; HOTTEL, T.L. The validity of reported tensile bond strength utilizing non-standardized specimen surface areas. An analysis of in vitro studies. *Am J Dent*, v. 18, n. 2, p. 105-108, 2005.

SUN, R.; SUANSUWAN, N.; KILPATRICK, N.; SWAIN, M. Characterization of tribochemically assisted bonding of composite resin to porcelain and metal. *J Dent*, v. 28, n. 6, p. 441-445, 2000.

TAM, L.E.; PILLAR, R.M. Fracture toughness of dentin/ resin-composite adhesive interfaces. *J Dent Res*, v. 72, n. 5, p. 953-959, 1993.

TANAKA, R.; FUJISHIMA, A.; SHIBATA, Y.; MANABE, A.; MIYAZAKI, T. Cooperation of phosphate monomer and silica modification on zirconia. *J Dent Res*, v. 87, n. 7, p. 666-770, 2008.

TANUMIHARJA, M.; BURROW, M.F.; TYAS, M.J. Microtensile bond strengths of seven dentin adhesive systems. *Dent Mater*, v. 16, n. 3, p. 180-187, 2000.

THOMPSON, J.; STONER, B.; PIACIK, 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.

VALANDRO, L.F.; ÖZCAN, M.; BOTTINO, M.C.; SCOTTI, R.; BOTTINO, M.A.; DELLA BONA, A. Bond strength of a resin cement to high-alumina and zirconia-reinforced ceramics: the effect of surface conditioning. *J Adhes Dent*, v. 8, n. 3, p. 175-181, 2006.

VAN DER ZWAAG, S. The concept of filament strength and Weibull modulus. *JTEVA*, v. 17, n. 5, p. 292-298, 1989.

VAN NOORT, R.; NOROOZI, S.; HOWARD, I.C.; CARDEW, G.A. critique of bond strength measurements. *J Dent*, v. 17, n. 2, p. 61-67, 1989.

VAN NOORT, R.; CARDEW, G.E.; HOWARD, I.C.; NOROOZI, S. The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. *J Dent Res*, v. 70, n. 5, p. 889-893, 1991.

VERSLUIS, A.; TANTBIROJN, D.; DOUGLAS, W.H. Why do shear bond tests pull out dentin? *J Dent Res*, v. 76, n. 6, p. 1298-1307, 1997.

VIOTTI, R.G.; KASAZ, A.; PENA C.E.; ALEXANDRE, R.S.; ARRAIS, C.A.; REIS, A.F. Microtensile bond strength of new self-adhesive luting agents and conventional multistepsystems. *J Prosthet Dent*, v. 102, n. 5, p. 306-312, 2009.

VITA ZAHNFABRIK. VITABLOCS[®] Mark II for CEREC[®]/inLab[®]. Disponível em: <<https://www.vita-zahnfabrik.com/en/VITABLOCS-Mark-II>>. Acesso em: 13 fev. 2013.

WEST, J.K.; MECHOLSKY Jr. J.J.; HENCH, L.L. The application of fractal and quantum geometry to brittle fracture. *J Non-Cryst Solids*, v. 260, n. 1-2, p. 99-108, 1999.

YADAV, S.; UPADHYAY, M.; BORGES, G.A.; ROBERTS, W.E. Influence of ceramic (feldspathic) surface treatments on the micro-shear bond strength of composite resin. *Angle Orthod*, v. 80, n. 4, p. 577-582, 2010.

YOSHIDA, K.; KAMADA, K.; ATSUTA, M. Adhesive primers for bonding cobalt–chromium alloy to resin. *J Oral Rehab*, v. 26, p. 475-478, 1999.

YOSHIDA, K.; TSUO, Y.; ATSUTA, M. Bonding of dual-cured resin cement to zirconia ceramic using phosphate acid ester monomer and zirconate coupler. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. v.77, n. 1, p. 28-33, 2006.

YOSHIKAWA, T.; SANO, H.; BURROW, M.F.; TAGAMI, J.; PASHLEY, D.H. Effects of dentin depth and cavity configuration on bond strength. *J Dent Res*, v. 78, n. 4, p. 898-905, 1999.

3 M ESPE. *Technical Product Profile: RelyX Unicem*. Disponível em: <<http://multimedia.3m.com/mws/mediawebsserver>>. Acesso em: 13 fev. 2013.

APÊNDICES

APÊNDICE 1 - Fórmulas utilizadas para a determinação de K_{Ic} de acordo com Newman e Raju (1981) para amostras submetidas a tração. Válido para $a/c < 1$.

b (mm)	= largura da interface adesiva em milímetros.
h (m)	= altura da interface adesiva em metros
d (μm)	= superfície em micras.
a (m)	= metade da profundidade do defeito crítico em metros.
c (m)	= metade da largura do defeito crítico em metros.
a/c	= metade da profundidade do defeito crítico em metros/ metade da largura do defeito crítico em metros.
S	= resistência do corpo de prova em MPa.
M	$= 1 + (0,05 / (0,11 + a/c^{1,5})) * \Lambda * \Lambda + (0,29 / (0,23 + a/c^{1,5})) * \Lambda * \Lambda * \Lambda * \Lambda$
Λ	$= (0,5 * 2a) / (0,95 * 2a + d)$
Q	$= \text{RAIZ}(1 + 1,464 * a/c^{1,65})$
Ss sides	$= (\text{RAIZ}(1 / \text{COS}((3,1415926 * c) / (0,001 * b)))) * (1 - \Lambda * \Lambda * \Lambda * \Lambda * (\text{RAIZ}(2,6 - 2 * \Lambda)) / (1 + 4 * \Lambda)) * (\text{RAIZ}(a/c))$
Sd depth	$= (\text{RAIZ}(1 / \text{COS}((3,1415926 * c) / (0,001 * b)))) * (1 - \Lambda * \Lambda * \Lambda * \Lambda * (\text{RAIZ}(2,6 - 2 * \Lambda)) / (1 + 4 * \Lambda))$
Ys sides	$= (Ss/Q) * M * \text{RAIZ}(3,1415926)$
Yd depth	$= (Sd/Q) * M * \text{RAIZ}(3,1415926)$

KIcs surface = $Y_s * S * \text{RAIZ}(a)$

KIcd depth = $Y_d * S * \text{RAIZ}(a)$

KIc = $\text{SE}(\text{KIcs} > \text{KIcd} ; \text{KIcs}, \text{KIcd})$

ARTIGO SUBMETIDO

Periódico: *CERÂMICA*

Título: Zircônia tetragonal estabilizada por ítria: comportamento mecânico, adesão e longevidade clínica

Yuri Dal Bello¹
Queli Nunes Sonza¹
Márcia Borba²
Álvaro Della Bona³

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

²Doutora em Odontologia, área de concentração Materiais Dentários (FO-USP, São Paulo, Brasil). Professora do Programa de Graduação e Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia da Universidade de Passo Fundo, BR286, Bairro São José, Cidade Passo Fundo, RS, Brasil, CEP 99052-900.

³Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais (Universidade da Flórida, FL, EUA). Professor Titular do Programa de Graduação e Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia da Universidade de Passo Fundo, BR286, Bairro São José, Cidade Passo Fundo, RS, Brasil, CEP 99052-900.

Resumo

A zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (Y-TZP) vem sendo amplamente empregada na Odontologia como material de infraestrutura (IE) de coroas e próteses parciais fixas devido às suas características mecânicas como alta resistência e tenacidade à fratura. O objetivo desta revisão de literatura é buscar evidências em estudos *in vitro* e *in vivo* a respeito do comportamento mecânico, adesão e

longevidade clínica de próteses fixas confeccionadas com IE de Y-TZP. Foram obtidos artigos, na base de dados online *Medline/Pubmed*, seguindo a seguinte combinação de palavras-chaves: zircônia tetragonal estabilizada por ítria (“Y-TZP”), adesão (“adhesion”; “bonding”), propriedades mecânicas (“mechanical properties”), estudos clínicos (“long-term clinical trials”), longevidade (“longevity”). A busca abrangeu os anos de 1990 a 2012. De acordo com a literatura, a Y-TZP apresenta propriedades mecânicas superiores às demais cerâmicas odontológicas devido a um mecanismo de tenacificação associado à transformação de fase cristalina (*transformation toughening*). Ainda, a silicatização associada à silanização tem sido indicada como o tratamento de superfície mais adequado para cimentação adesiva de IE em Y-TZP, além do uso de um cimento resinoso contendo monômeros fosfatados (MDP). Nos estudos clínicos, a Y-TZP tem mostrado altas taxas de sucesso como IE de coroas unitárias e PPFs. Apesar do comportamento mecânico e de união da Y-TZP não estarem completamente esclarecidos, estudos apontam resultados promissores em relação a aplicação clínica deste material.

Palavras-chave: Zircônia. Cerâmicas dentais.

Title: *Yttria-stabilized tetragonal zirconia: mechanical behavior, adhesion and clinical longevity*

Abstract

Yttrium stabilized tetragonal zirconia polycrystal (Y-TZP) has been widely used in Dentistry as framework material for dental crowns and fixed partial dentures (FPDs) due to its mechanical characteristics, such as high fracture strength and toughness. The objective of this literature review is to search for scientific evidence concerning the mechanical behavior, adhesion and clinical longevity of Y-TZP-based restorations. Literature was obtained from online Medline/Pubmed database using the following key-words combination: Y-TZP; adhesion; bonding; mechanical properties; long-term clinical trials; longevity. Articles from 1990 to 2012 were searched. According to the literature, Y-TZP-based ceramic shows superior mechanical properties when compared to other dental ceramics due to a crystal phase transformation toughening mechanism. In addition, silica coating associated with silanization is recommended as the most successful surface treatment for Y-TZP adhesive cementation, and the use of a MDP-containing resinous cement

system. According to the clinical studies, Y-TZP has high success rates when used as framework material for single crowns and FPDs. Although the mechanical and adhesive behavior of Y-TZP is not completely understood, studies show Y-TZP as a promising ceramic for clinical application.

Key-words: Zirconia. Dental Ceramics.

Introdução

O uso das cerâmicas como material de substituição da estrutura dentária está baseado em características favoráveis como alta biocompatibilidade, altos valores de dureza, inércia química e suas características estéticas [1]. Estruturalmente, estes materiais podem ser divididos em vidros amorfos, cerâmicas parcialmente cristalinas (com alto ou baixo teor de vidro) e cerâmicas policristalinas (sem conteúdo vítreo) [1-3].

As cerâmicas policristalinas, como a zircônia tetragonal estabilizada por ítria (Y-TZP), podem ser utilizadas como componentes para implantes dentários, como infraestrutura para coroas unitárias e próteses parciais fixas totalmente cerâmicas na região anterior e posterior, como braquetes ortodônticos e pinos intraradiculares [1]. O uso da Y-TZP como material de infraestrutura para próteses fixas totalmente cerâmicas foi impulsionado pela introdução da tecnologia CAD-CAM (*computer aided design - computer aided machining*) na Odontologia. Essa cerâmica apresenta um comportamento mecânico superior ao observado pelas demais cerâmicas odontológicas, sendo atualmente o material de escolha para a confecção de restaurações submetidas a alta concentração de tensões. Além das diferenças estruturais, a Y-TZP apresenta algumas características adesivas e mecânicas diferentes dos vidros amorfos e das cerâmicas parcialmente cristalinas [1, 2]. Desta forma, os objetivos da presente revisão de literatura são descrever as características mecânicas e adesivas da Y-TZP e apresentar dados de longevidade das próteses totalmente cerâmicas confeccionadas com este material.

Métodos

A estratégia de pesquisa envolveu uma busca de artigos, na língua inglesa, a partir da base de dados online *Medline/Pubmed*, utilizando a seguinte combinação de palavras-chaves: zircônia tetragonal estabilizada por ítria (“Y-TZP”), “AND” adesão (“adhesion”;

“bonding”), “OR” propriedades mecânicas (“mechanical properties”), “OR” estudos clínicos (“long-term clinical trials”), “OR” longevidade (“longevity”). A busca abrangeu os anos de 1990 a 2012. Alguns artigos anteriores ao ano de 1990 foram incluídos devido a sua relevância para a pesquisa.

Revisão de Literatura

Devido à grande quantidade de informações obtidas, a presente revisão de literatura foi dividida em tópicos: (1) comportamento mecânico; (2) adesão; (3) longevidade clínica.

1. Comportamento mecânico

As cerâmicas policristalinas à base de zircônia podem ser classificadas em três tipos de acordo com a sua microestrutura: FSZ (*fully stabilized zirconia*), PSZ (*partially stabilized zirconia*) e TZP (*tetragonal zirconia polycrystals*). Na FSZ, a zircônia se encontra em sua forma cúbica, sendo geralmente obtida adicionando-se grandes quantidades de estabilizadores (mais de 8 mol% de óxido de ítrio). A PSZ é constituída de partículas nanométricas nas formas monoclinica ou tetragonal que são precipitadas na matriz de zircônia cúbica. Esses materiais são geralmente obtidos por meio de adição de óxido de cálcio ou magnésio. A TZP é o tipo de cerâmica à base de zircônia mais utilizado para aplicação odontológica e é constituída predominantemente pela fase tetragonal, embora possa conter pequenas quantidades de fase cúbica secundária, e geralmente é estabilizada com óxido de ítrio (3%-6% em peso), dando origem à Y-TZP (zircônia tetragonal estabilizada com ítria) [4].

O comportamento mecânico dos materiais à base de zircônia está associado com um aumento de tenacidade por transformação de fase (*transformation toughening*). A zircônia pode assumir três formas cristalográficas dependendo da temperatura. A estrutura é monoclinica desde a temperatura ambiente até 1170°C, tetragonal entre 1170°C e 2370°C e cúbica acima de 2370°C até o ponto de fusão [4, 5]. Com o objetivo de estabilizar a fase tetragonal à temperatura ambiente são adicionados óxidos à zircônia pura como os óxidos de cálcio (CaO), de magnésio (MgO), de ítrio (Y₂O₃) ou de cério (CeO₂). Quando este material estabilizado é submetido a tensões (ex: mastigação, desgaste e polimento), ocorre uma transformação da fase cristalina tetragonal para monoclinica. Como a forma monoclinica ocupa um volume de 3 a 5% maior do que os cristais tetragonais, o resultado final é geração de

tensões de compressão e nucleação de micro-trincas (*microcrack toughening*) ao redor do defeito, impedindo que a trinca se propague e leve à fratura do material. Esse mecanismo é o principal responsável pelo fato da Y-TZP ser a cerâmica odontológica que apresenta as melhores propriedades mecânicas [6].

A confecção de próteses dentárias utilizando a cerâmica Y-TZP foi impulsionada pela introdução da tecnologia CAD-CAM na Odontologia. Esta cerâmica é indicada como material de infraestrutura de próteses fixas porque apresenta alta resistência à fratura e opacidade, devido a seu alto conteúdo cristalino, e deve ser recoberta com uma cerâmica vítrea translúcida para produzir uma restauração com cor e forma semelhante à estrutura dental. Para a confecção de infraestruturas de Y-TZP existem blocos parcialmente sinterizados, que são submetidos a um processo de sinterização final após a usinagem da infraestrutura, e blocos densamente sinterizados por meio de prensagem isostática a quente (*hot isostatic pressing* - HIP). Quando os blocos parcialmente sinterizados são utilizados, a infraestrutura é usinada com um tamanho, aproximadamente, 20% maior do que o tamanho final desejado, para compensar a contração de sinterização. A usinagem de blocos densamente sinterizados pode produzir restaurações com melhor adaptação, porém esse processo é demorado e envolve grande desgaste dos instrumentos. Já o uso de blocos parcialmente sinterizados aumenta a eficiência do processo de usinagem [7].

Para aplicação odontológica, a microestrutura da cerâmica Y-TZP é composta por cristais equiaxiais com diâmetro entre 0,2 a 0,5 μm , dependendo da temperatura de sinterização [8, 9]. Esse sistema cerâmico apresenta valores médios de resistência à flexão variando entre 700 e 1500 MPa e tenacidade à fratura entre 4,4 e 9,4 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ [8, 10-18]. Foram reportados, para a Y-TZP, valores de dureza ao redor de 12 GPa e módulo de elasticidade entre 220 e 240 GPa [8, 10]. Tinschert et al. (2000 e 2007) relataram um valor alto de módulo de Weibull para a Y-TZP (18,4). Entretanto, outros estudos encontraram valores mais baixos de módulo de Weibull, variando entre 10 e 16 [13-15, 17, 19].

Apesar da Y-TZP apresentar um mecanismo de tenacificação que eleva suas propriedades mecânicas, este mesmo mecanismo pode resultar em um comportamento indesejável: a degradação das propriedades mecânicas em baixa temperatura (*low temperature degradation- LTD*) [9, 20]. Foi observado em um estudo que os cristais da Y-TZP podem apresentar uma transformação lenta da fase tetragonal para monoclinica nos cristais de zircônia da superfície, em ambiente

úmido e temperaturas relativamente baixas (150-400°C). A transformação ocorre através de um processo de nucleação e crescimento dos cristais e é acompanhada pelo aumento de volume, provocando tensões e micro-trincas nos cristais vizinhos. Esse processo de degradação da superfície é exacerbado pela presença de água. O crescimento da zona de transformação resulta em aumento do número de micro-trincas, extrusão dos cristais e aumento da rugosidade superficial, o que leva à degradação da resistência. Qualquer fator que afete a estabilidade da zircônia tetragonal pode afetar esse processo de degradação [4, 9]. Entre esses fatores estão o tamanho do cristal [22, 23], a quantidade de estabilizador [5] e a presença de tensões residuais [15, 24-26].

Cristais de Y-TZP acima de um tamanho crítico são menos estáveis e mais susceptíveis à degradação, enquanto que cristais de tamanho menor ($< 1 \mu\text{m}$) apresentam menor degradação [22]. Entretanto, tamanhos muito reduzidos ($< 0,2 \mu\text{m}$) restringem o aumento da tenacidade por transformação levando a uma redução das propriedades mecânicas [23]. O processo de sinterização interfere diretamente no tamanho dos cristais, sendo que altas temperaturas e longo tempo de sinterização resultam em maior tamanho de cristal [9].

A diminuição na concentração de estabilizador pode resultar em menor estabilidade dos cristais tetragonais, gerando zonas de nucleação para transformação espontânea da fase tetragonal para monoclinica [5, 9].

Tensões residuais podem ser introduzidas durante o processamento das restaurações. Estudos investigaram o efeito da usinagem, alterações térmicas, e dos procedimentos de acabamento e polimento no comportamento mecânico da cerâmica Y-TZP e encontraram resultados controversos [15, 25, 26]. Os procedimentos de usinagem e acabamento podem induzir uma camada de tensões de compressão na superfície da cerâmica melhorando as propriedades mecânicas do material. No entanto, também podem produzir defeitos profundos que ultrapassam essa camada de compressão, aumentando a susceptibilidade à degradação em baixas temperaturas [15, 25, 26]. O tratamento térmico da Y-TZP com temperaturas entre 900 e 1000°C pode induzir a transformação reversa da fase monoclinica para tetragonal. Por isso, sugere-se que a sinterização da camada de porcelana sobre a infraestrutura da Y-TZP possa provocar essa reversão de fase, resultando na liberação das tensões de compressão presentes na

superfície cerâmica e, conseqüentemente, na diminuição da resistência à fratura [16].

2. Adesão

Como relatado acima, o aumento do conteúdo cristalino na microestrutura das cerâmicas tem uma relação direta com um aumento nos valores de propriedades mecânicas, como resistência e tenacidade à fratura. Porém, este aumento no conteúdo cristalino e, conseqüentemente, redução do conteúdo vítreo, tornaram as cerâmicas policristalinas resistentes ao condicionamento ácido, ou seja, o condicionamento ácido não produz alterações topográficas suficientes para proporcionar uma união adesiva adequada [10, 27, 28]. Assim, com o objetivo de alcançar uma união adesiva consistente entre cerâmicas ácido-resistentes, como a Y-TZP, e materiais resinosos, alguns tratamentos de superfície são propostos para as superfícies cerâmicas. Entre os tratamentos de superfície mais utilizados estão o jateamento de superfície com partículas de alumina [15, 29, 30], a silanização [31, 32], a silicatização [27, 30, 33] e o uso de um monômero fosfatado (*10-methacryloxydecyl dihydrogen phosphate* - MDP) que pode estar presente no cimento resinoso ou ainda associado ao agente de união silano [34, 35].

O jateamento com partículas de alumina tem por objetivo limpar, aumentar a rugosidade superficial e ativar a superfície jateada [15]. Este procedimento é motivo de discussão entre autores, pois alguns estudos atribuem características positivas a este procedimento, determinando que o jateamento iniciaria uma transformação de fase na zircônia resultando na formação de estresse compressivo na superfície do material, restringindo a propagação da fratura na ponta da trinca [15, 29], enquanto outros afirmam que o impacto das partículas jateadas pode criar defeitos na superfície cerâmica gerando áreas de concentração de estresse que pode conduzir à falha do material [36, 37]. Um estudo demonstrou que o polimento, o jateamento e os tratamentos para LTD não degradaram significativamente a resistência da Y-TZP, além disso, o jateamento aumentou a resistência à flexão das amostras [38]. Porém, os resultados indicaram menor confiabilidade para o grupo jateado em relação ao desempenho clínico. Os autores sugerem que em condições clínicas o jateamento pode desenvolver áreas de estresse na superfície cerâmica diminuindo a resistência do material ao longo do tempo. Por outro lado, outra investigação afirmou que o jateamento com pressões

relativamente baixas associadas a *primers* adesivos podem ser empregadas para minimizar possíveis danos à superfície cerâmica [39] .

Os agentes de união silano são compostos que possuem na sua composição básica átomos de sílica, além de dois grupamentos ativos: um organofuncional (ex. vinyl, epoxy e amino) que permite a união com a matriz orgânica e o outro é um hidrolisável (ex. methoxy, ethoxy) que reage com a matriz inorgânica como, por exemplo, a sílica [1, 40] . Na união às cerâmicas, os silanos formam grupos silanóis que por sua vez se unem, através de reação de condensação, à sílica presente na superfície cerâmica formando uma rede siloxano [31, 32, 41] . Porém, a aplicação de silano somente, na superfície de cerâmicas com alto conteúdo cristalino e policristalinas, tem demonstrado valores considerados baixos de adesão, já que a quantidade de sílica disponível para a reação com o silano, nesse tipo de material, é baixo ou praticamente inexistente [31, 42] . Apesar disso, estudos demonstram que a associação com a silicatização produz valores considerados aceitáveis de tal propriedade [27, 30, 33, 43] .

A silicatização é um método de deposição de sílica na superfície de substratos como metais, cerâmicas e compósitos através de uma ação triboquímica, ou seja, uma união química obtida através da utilização de energia cinética. Esta união ocorre através do jateamento destas partículas modificadas por sílica que produzem uma alteração na topografia da superfície além da formação de uma camada de sílica que pode penetrar até 15 μm no substrato. Uma vez formada esta camada, topograficamente irregular, de sílica, os agentes de união silano podem ser aplicados de modo a formar uma união química entre cerâmica e o material resinoso [30, 40, 44] .

Outra opção de tratamento de superfície é o uso de agentes que contenham um monômero fosfatado como o MDP, que possui a capacidade de se unir quimicamente com óxidos metálicos [34] . Esta característica permite que o MDP seja utilizado para o tratamento de superfícies cerâmicas que apresentam, por exemplo, zircônia na composição, visto que o zircônio é um elemento químico da família dos metais [1] . Desta forma, o MDP age sobre os óxidos metálicos presentes na superfície promovendo união entre o material resinoso e a estrutura cerâmica [35] . Estudos demonstram que este componente promove uma união adequada em condições secas, porém, é instável hidrolítica e termicamente. Desta forma, tem sido proposta a aplicação deste componente em associação com agentes de união silanos com o objetivo de obter bons resultados de adesão em condições secas e de

envelhecimento em ambiente úmido. Além do MDP, existem outros monômeros que apresentam afinidade por óxidos metálicos e que podem estar presentes nos agentes de união silanos como o VBATDT (*6-(4-vinylbenzyl-n-propyl) amino-1,3,5-triazine-2,4-dithione*), MEPS (*thiophosphoric methacrylate*) e MTU-6 (*6-methacryloyloxyhexyl-2-thiouracil-5-carboxylate*) [35, 45].

Portanto, o tratamento de superfície das cerâmicas policristalinas não está totalmente estabelecido e gera controvérsias entre pesquisadores e clínicos, apesar disso, a silicatização associada à silanização parece demonstrar bons resultados de união adesiva para estas cerâmicas [43, 46, 47]. Porém, a dúvida maior está em torno da estabilidade de união por longos períodos, pois, alguns estudos determinam esta união como sendo estável [45, 48] enquanto outros demonstram instabilidade na interface adesiva devido ao desprendimento das partículas de sílica da superfície cerâmica [42, 49]. Um estudo recente avaliou a resistência de união da cerâmica Y-TZP com diferentes tratamentos de superfície. Foram utilizados a silicatização, silano contendo MDP, jateamento com alumina e um *primer* metálico. Após termociclagem e estocagem em água por 60 dias os resultados demonstraram que a silicatização promoveu os melhores resultados de união [50].

O sucesso clínico de restaurações cerâmicas está fortemente associado ao preparo da estrutura dentária e ao procedimento de cimentação. Existem vários tipos de cimentos que podem ser utilizados para a cimentação de estruturas cerâmicas tais como cimentos de ionômero de vidro convencionais, ionômero de vidro modificado por resina, cimento de fosfato de zinco e cimentos resinosos convencionais e auto-adesivos [46]. Desta forma, a cimentação pode ser realizada de forma adesiva através do uso de sistemas adesivos ou de forma não-adesiva com a utilização de cimentos que atuam somente através do embricamento mecânico como é o caso do cimento de fosfato de zinco [1, 51].

Os cimentos resinosos normalmente utilizados apresentam, na sua composição, monômeros como bis-GMA (*bisphenol glycidil methacrylate*), 4-META com metil metacrilato (4-META/MMA), UDMA (*urethane dimethacrylate*), TEGMA (*triethyleneglycol dimethacrylate*) ou MDP (*10-methacryloxydecyl dihydrogen phosphate*) associados a partículas inorgânicas que diminuem o coeficiente de expansão térmica e a contração de polimerização [43, 52]. De acordo com a polimerização, estes podem ser divididos em cimentos

quimicamente ativados, fotopolimerizáveis e duais. Os cimentos resinosos são frequentemente utilizados para a cimentação de restaurações cerâmicas por proporcionarem um selamento marginal e um aumento na resistência à fratura quando comparados com a cimentação não-adesiva [53].

Uma investigação demonstrou que o cimento de fosfato de zinco, ionômero de vidro convencional e ionômero de vidro modificado por resina não apresentaram união estável com a zircônia, sendo que os melhores resultados de união foram alcançados com um cimento resinoso auto-adesivo [46]. Outros estudos com diferentes metodologias também avaliaram a união entre as cerâmicas com alto conteúdo cristalino cimentadas com materiais resinosos com e sem a presença de monômeros fosfatados [34, 35]. Outros monômeros com afinidade por óxidos metálicos também podem estar presentes nos cimentos resinosos como o grupo anidrido presente no monômero 4-META e o metacrilato ester fosfórico [34, 35, 54].

3. Longevidade clínica

A longevidade de restaurações cerâmicas é variável e dependente de fatores relevantes como o tipo de material cerâmico, o processo de fabricação, a espessura do conector, bem como das condições do preparo da estrutura dentária e da cimentação da peça protética [46, 55, 56]. Estudos que avaliaram a longevidade da Y-TZP tem demonstrado resultados clínicos interessantes.

Com relação à extensão da prótese, coroas unitárias apresentam resultados clínicos mais satisfatórios do que PPFs. Um estudo que acompanhou 18 PPFs e 50 coroas unitárias com infraestrutura de Y-TZP por um período de 3 anos observou oito falhas de caráter técnico ou biológico, sendo que todas ocorreram nas PPFs [57].

Embora não existam muitos resultados disponíveis com coroas unitárias, estudos demonstram longevidade significativa de estruturas de Y-TZP. Coroas com infraestrutura em zircônia em dentes anteriores severamente destruídos foram avaliadas e após um período de acompanhamento de 3 anos um índice de sobrevida de 100% foi verificado [58]. Outro estudo avaliou 102 coroas em dentes anteriores e posteriores. Em um período médio de avaliação de 20,9 meses os autores não verificaram nenhuma fratura em infraestrutura [59]. Da mesma forma, outra investigação clínica não relatou nenhuma fratura da infraestrutura a base de zircônia nem cárie secundária em um período 3 anos [60].

Em relação às PPFs, estudos com acompanhamento de 3 anos demonstram índices consideráveis de sobrevida de estruturas de zircônia. Trinta e quatro próteses parciais fixas foram acompanhadas e verificou-se que todas as infraestruturas de Y-TZP permaneceram intactas, havendo apenas lascamento da cerâmica de cobertura em dois casos [61]. Resultados semelhantes foram encontrados por Peláez et al.[62] (2012) e também por Beuer *et al.*[63] (2009) que verificaram um índice de sobrevida de 90% para as PPFs (infraestrutura e cerâmica de cobertura) e de 95,2% para as infraestruturas de zircônia.

Em um acompanhamento de 5 anos, verificou-se um índice de sobrevida de 74% quando a cerâmica Y-TZP foi utilizada como infraestrutura de próteses com 3 elementos. Os autores observaram como responsáveis pelas falhas fatores como a cárie secundária (21,7%) e o lascamento da porcelana (15,3%) [64]. Outro estudo com acompanhamento mais longo, de 10 anos, reportou um índice de sucesso de 91,5% para as infraestruturas a base de zircônia, observando apenas 3 fraturas. Por outro lado, o índice de sobrevida das PPFs foi de 67%. Segundo os autores, a fratura da cerâmica de cobertura, deficiência marginal e cárie secundária foram as falhas verificadas [65].

Uma revisão de literatura avaliando a desempenho clínico de PPFs com infraestrutura de zircônia verificou um índice de sobrevida de 73,9% - 100% entre 2 - 5 anos de avaliação estando entre as principais causas de falha a fratura da cobertura de porcelana, fratura da infraestrutura e cárie secundária [66].

A fratura da infraestrutura de Y-TZP é difícil de ocorrer, sendo mais comum nas PPFs [67], porém, a fratura da cerâmica de cobertura é um problema comum, sendo que os índices reportados podem chegar a 50% em avaliações de 1 a 2 anos enquanto que em restaurações metalocerâmicas os índices são consideravelmente inferiores [9, 56, 68]. Um estudo clínico que avaliou restaurações metalocerâmicas e totalmente cerâmicas, em um período de três anos, demonstrou um índice de sobrevida de 100% para os dois grupos, porém, foram relatados 25% de pequenas fraturas na cerâmica de cobertura de restaurações totalmente cerâmicas e 19% nas metalocerâmicas [69]. Alguns motivos são apontados como possíveis responsáveis por essas falhas nas restaurações totalmente cerâmicas, como problemas na união e na compatibilidade térmica entre infraestrutura e cerâmica de cobertura, falta de um suporte uniforme para a cerâmica de cobertura e redução dos dopantes estabilizadores (ex: ítria) que podem resultar em alterações nas fases da zircônia ou em expansão térmica local anisotrópica [1, 69, 70]. Em

relação à extensão das PPFs, um estudo no estudo verificou que próteses de 4 e 5 elementos apresentaram uma probabilidade 4,9 vezes maior para o lascamento da cerâmica de cobertura do que próteses de 3 elementos [65].

Considerações Finais

A Y-TZP apresenta propriedades mecânicas superiores às demais cerâmicas odontológicas devido a um mecanismo de tenacificação associado à transformação de fase cristalina (*transformation toughening*). Entretanto, este mesmo mecanismo pode resultar na degradação das propriedades mecânicas em baixa temperatura da Y-TZP (*low temperature degradation- LTD*). Fatores como o tamanho do cristal, a quantidade de estabilizador e a presença de tensões residuais podem estar envolvidos com esse mecanismo de degradação. Porém, não existe um consenso na literatura de como esses fatores afetam as propriedades mecânicas da Y-TZP.

A Y-TZP é uma cerâmica ácido-resistente, o que influencia diretamente o protocolo de cimentação adesiva de restaurações com essa cerâmica na infraestrutura. Alguns tratamentos de superfície foram propostos para melhorar a união com o cimento resinoso, mas ainda existem controvérsias entre pesquisadores e clínicos. Apesar disso, a silicatização associada à silanização parece demonstrar bons resultados de união adesiva para estas cerâmicas. Além disso, é recomendado o uso de um cimento resinoso à base de MDP.

Baseado nos estudos clínicos analisados, a cerâmica Y-TZP parece ser adequada para a fabricação de infraestruturas de coroas unitárias e PPFs. A quantidade de fratura do material de infraestrutura não é significativo, sendo que os modos de falha mais observados foram cárie secundária e lascamento da camada de porcelana. Apesar disso, estudos clínicos com maior tempo de acompanhamento são necessários para compreender melhor o comportamento de cerâmicas a base de zircônia.

Referências

- [1] A. Della Bona. Bonding to ceramics: scientific evidences for clinical dentistry. 1 Ed., Artes Médicas, São Paulo (2009) 254.
- [2] J.R. Kelly, P. Benetti. Ceramic materials in dentistry: historical evolution and current practice. Aust Dent J, **56 Suppl 1** (2011) 84.

- [3] J.B. Quinn, V. Sundar, I.K. Lloyd. Influence of microstructure and chemistry on the fracture toughness of dental ceramics. *Dent Mater*, **19** (2003) 603.
- [4] J. Chevalier, L. Gremillard. The tetragonal-monoclinic transformation in zirconia: lessons learned and future trends. *J Am Ceram Soc*, **92** (2009) 1901.
- [5] R.H.J. Hannink, P.M. Kelly, B.C. Muddle. Transformation toughening in zirconia-containing ceramics. *J Am Ceram Soc*, **83** (2000) 461.
- [6] J.R. Kelly, I. Denry. Stabilized zirconia as a structural ceramic: An overview. *Dent Mater*, **24** (2008) 289.
- [7] J. Tinschert, G. Natt, S. Hassenpflug, H. Spiekermann. Status of current CAD/CAM technology in dental medicine. *Int J Comput Dent*, **7** (2004) 25.
- [8] M. Borba, M.D. de Araujo, K.A. Fukushima, H.N. Yoshimura, P.F. Cesar, J.A. Griggs, et al. Effect of the microstructure on the lifetime of dental ceramics. *Dent Mater*, **27** (2011) 710.
- [9] I. Denry, J.R. Kelly. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater*, **24** (2008) 299.
- [10] M. Guazzato, M. Albakry, S.P. Ringer, M.V. Swain. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater*, **20** (2004) 449.
- [11] J. Tinschert, D. Zvez, R. Marx, K.J. Anusavice. Structural reliability of alumina-, feldspar-, leucite-, mica- and zirconia-based ceramics. *J Dent*, **28** (2000) 529.
- [12] J. Tinschert, G. Natt, H. Spiekermann, K.A. Schulze. Lifetime of Alumina and Zirconia Ceramics Used for Crown and Bridge Restorations. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater* **80B** (2007) 317.
- [13] H. Yilmaz, C. Aydin, B.E. Gul. Flexural strength and fracture toughness of dental core ceramics. *J Prosthet Dent*, **98** (2007) 120.
- [14] R.G. Luthardt, M. Holzhueter, O. Sandkuhl, V. Herold, J.D. Schnapp, E. Kuhlisch, et al. Reliability and properties of ground Y-TZP-zirconia ceramics. *J Dent Res*, **81** (2002) 487.
- [15] T. Kosmac, C. Oblak, P. Jevnikar, N. Funduk, L. Marion. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. *Dent Mater*, **15** (1999) 426.

- [16] M. Oilo, N.R. Gjerdet, H.M. Tivnereim. The firing procedure influences properties of a zirconia core ceramic. *Dent Mater*, **24** (2008) 471.
- [17] S. Liu, I. Chen. Fatigue of yttria-stabilized zirconia: I, fatigue damage, fracture origins, and lifetime prediction. *J Am Ceram Soc*, **74** (1991) 1197.
- [18] B. Taskonak, J. Yan, J.J. Mecholsky, Jr., A. Sertgoz, A. Kocak. Fractographic analyses of zirconia-based fixed partial dentures. *Dent Mater*, **24** (2008) 1077.
- [19] E.C. Teixeira, J.R. Piascik, B.R. Stoner, J.Y. Thompson. Dynamic fatigue and strength characterization of three ceramic materials. *J Mater Sci Mater Med*, **18** (2007) 1219.
- [20] C. Piconi, G. Maccauro. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*, **20** (1999) 1.
- [21] K. Kobayashi, H. Kuwajima, T. Masaki. Phase change and mechanical properties of ZrO_2 - Y_2O_3 solid electrolyte after aging. *Solid State Ionics*, **4** (1981) 489.
- [22] A.H. Heuer, N. Claussen, W.M. Kriven, M. Ruhle. Stability of tetragonal ZrO_2 particles in ceramic matrices. *J Am Ceram Soc*, **65** (1982) 642.
- [23] B.A. Cottom, M.J. Mayo. Fracture toughness of nanocrystalline ZrO_2 -3mol% Y_2O_3 determined by Vickers indentation. *Scripta Mater*, **34** (1996) 809.
- [24] S. Deville, J. Chevalier, L. Gremillard. Influence of surface finish and residual stresses on the ageing sensitivity of biomedical grade zirconia. *Biomaterials*, **27** (2006) 2186.
- [25] M. Guazzato, L. Quach, M. Albakry, M.V. Swain. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of Y-TZP dental ceramic. *J Dent*, **33** (2005) 9.
- [26] J.W. Kim, N.S. Covell, P.C. Guess, E.D. Rekow, Y. Zhang. Concerns of hydrothermal degradation in CAD/CAM zirconia. *J Dent Res*, **89** (2010) 91.
- [27] A. Della Bona, M. Borba, P. Benetti, D. Cecchetti. Effect of surface treatments on the bond strength of a zirconia-reinforced ceramic to composite resin. *Braz Oral Res*, **21** (2007) 10.
- [28] A. Della Bona, K.J. Anusavice. Microstructure, composition, and etching topography of dental ceramics. *Int J Prosthodont*, **15** (2002) 159.
- [29] A.R. Curtis, A.J. Wright, G.J. Fleming. The influence of surface modification techniques on the performance of a Y-TZP dental ceramic. *J Dent*, **34** (2006) 195.

- [30] A. Della Bona, T.A. Donassollo, F.F. Demarco, A.A. Barrett, J.J. Mecholsky, Jr. Characterization and surface treatment effects on topography of a glass-infiltrated alumina/zirconia-reinforced ceramic. *Dent Mater*, **23** (2007) 769.
- [31] J.Y. Thompson, B.R. Stoner, J.R. Piascik, R. Smith. Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: where are we now? *Dent Mater*, **27** (2011) 71.
- [32] J.P. Matinlinna, L.V. Lassila, M. Ozcan, A. Yli-Urpo, P.K. Vallittu. An introduction to silanes and their clinical applications in dentistry. *Int J Prosthodont*, **17** (2004) 155.
- [33] L.F. Valandro, M. Ozcan, M.C. Bottino, M.A. Bottino, R. Scotti, A.D. Bona. Bond strength of a resin cement to high-alumina and zirconia-reinforced ceramics: the effect of surface conditioning. *J Adhes Dent*, **8** (2006) 175.
- [34] M. Kern, S.M. Wegner. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater*, **14** (1998) 64.
- [35] K. Yoshida, Y. Tsuo, M. Atsuta. Bonding of dual-cured resin cement to zirconia ceramic using phosphate acid ester monomer and zirconate coupler. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, **77** (2006) 28.
- [36] Y. Zhang, B.R. Lawn, K.A. Malament, P. Van Thompson, E.D. Rekow. Damage accumulation and fatigue life of particle-abraded ceramics. *Int J Prosthodont*, **19** (2006) 442.
- [37] M. Uo, G. Sjogren, A. Sundh, M. Goto, F. Watari, M. Bergman. Effect of surface condition of dental zirconia ceramic (Denzir) on bonding. *Dent Mater J*, **25** (2006) 626.
- [38] H.P. Papanagiotou, S.M. Morgano, R.A. Giordano, R. Pober. In vitro evaluation of low-temperature aging effects and finishing procedures on the flexural strength and structural stability of Y-TZP dental ceramics. *J Prosthet Dent*, **96** (2006) 154.
- [39] M. Kern, A. Barloi, B. Yang. Surface conditioning influences zirconia ceramic bonding. *J Dent Res*, **88** (2009) 817.
- [40] J.P. Matinlinna, L.V. Lassila, P.K. Vallittu. Pilot evaluation of resin composite cement adhesion to zirconia using a novel silane system. *Acta Odontol Scand*, **65** (2007) 44.
- [41] A. Della Bona, C. Shen, K.J. Anusavice. Work of adhesion of resin on treated lithia disilicate-based ceramic. *Dent Mater*, **20** (2004) 338.
- [42] L. Chen, B.I. Suh, J. Kim, F.R. Tay. Evaluation of silica-coating techniques for zirconia bonding. *Am J Dent*, **24** (2011) 79.

- [43] M. Ozcan, C. Cura, L.F. Valandro. Early bond strength of two resin cements to Y-TZP ceramic using MPS or MPS/4-META silanes. *Odontology*, **99** (2011) 62.
- [44] T.T. Heikkinen, L.V. Lassila, J.P. Matinlinna, P.K. Vallittu. Effect of operating air pressure on tribochemical silica-coating. *Acta Odontol Scand*, **65** (2007) 241.
- [45] R. Tanaka, A. Fujishima, Y. Shibata, A. Manabe, T. Miyazaki. Cooperation of phosphate monomer and silica modification on zirconia. *J Dent Res*, **87** (2008) 666.
- [46] A. Piwowarczyk, H.C. Lauer, J.A. Sorensen. The shear bond strength between luting cements and zirconia ceramics after two pre-treatments. *Oper Dent*, **30** (2005) 382.
- [47] H.L. de Castro, P.H. Corazza, A. Paes-Junior Tde, A. Della Bona. Influence of Y-TZP ceramic treatment and different resin cements on bond strength to dentin. *Dent Mater*, **28** (2012) 1191.
- [48] M.B. Blatz, G. Chiche, S. Holst, A. Sadan. Influence of surface treatment and simulated aging on bond strengths of luting agents to zirconia. *Quintessence Int*, **38** (2007) 745.
- [49] D.M. Qeblawi, C.A. Munoz, J.D. Brewer, E.A. Monaco, Jr. The effect of zirconia surface treatment on flexural strength and shear bond strength to a resin cement. *J Prosthet Dent*, **103** (2010) 210.
- [50] P. Cristoforides, R. Amaral, L.G. May, M.A. Bottino, L.F. Valandro. Composite resin to yttria stabilized tetragonal zirconia polycrystal bonding: comparison of repair methods. *Oper Dent*, **37** (2012) 263.
- [51] M.B. Blatz. Adhesive cementation of high-strength ceramics. *J Esthet Restor Dent*, **19** (2007) 238.
- [52] I.B. Lee, C.M. Um. Thermal analysis on the cure speed of dual cured resin cements under porcelain inlays. *J Oral Rehabil*, **28** (2001) 186.
- [53] M.B. Blatz, S. Oppes, G. Chiche, S. Holst, A. Sadan. Influence of cementation technique on fracture strength and leakage of alumina all-ceramic crowns after cyclic loading. *Quintessence Int*, **39** (2008) 23.
- [54] M. Ozcan, S. Kerckdijk, L.F. Valandro. Comparison of resin cement adhesion to Y-TZP ceramic following manufacturers' instructions of the cements only. *Clin Oral Investig*, **12** (2008) 279.
- [55] A. Della Bona, J.R. Kelly. The clinical success of all-ceramic restorations. *J Am Dent Assoc*, **139 Suppl** (2008) 8S.
- [56] V.C. Bachhav, M.A. Aras. Zirconia-based fixed partial dentures: a clinical review. *Quintessence Int*, **42** (2011) 173.

- [57] F. Beuer, M. Stimmelmayer, W. Gernet, D. Edelhoff, J.F. Guh, M. Naumann. Prospective study of zirconia-based restorations: 3-year clinical results. *Quintessence Int*, **41** (2010) 631.
- [58] J. Schmitt, M. Wichmann, S. Holst, S. Reich. Restoring severely compromised anterior teeth with zirconia crowns and feather-edged margin preparations: a 3-year follow-up of a prospective clinical trial. *Int J Prosthodont*, **23** (2010) 107.
- [59] C.E. Poggio, R. Dosoli, C. Ercoli. A retrospective analysis of 102 zirconia single crowns with knife-edge margins. *J Prosthet Dent*, **107** (2012) 316.
- [60] A. Ortorp, M.L. Kihl, G.E. Carlsson. A 3-year retrospective and clinical follow-up study of zirconia single crowns performed in a private practice. *J Dent*, **37** (2009) 731.
- [61] R.J. Crisp, A.J. Cowan, J. Lamb, O. Thompson, N. Tulloch, F.J. Burke. A clinical evaluation of all-ceramic bridges placed in patients attending UK general dental practices: three-year results. *Dent Mater*, **28** (2012) 229.
- [62] J. Pelaez, P.G. Cogolludo, B. Serrano, J.F. Lozano, M.J. Suarez. A prospective evaluation of zirconia posterior fixed dental prostheses: three-year clinical results. *J Prosthet Dent*, **107** (2012) 373.
- [63] F. Beuer, D. Edelhoff, W. Gernet, J.A. Sorensen. Three-year clinical prospective evaluation of zirconia-based posterior fixed dental prostheses (FDPs). *Clin Oral Investig*, **13** (2009) 445.
- [64] I. Sailer, A. Feher, F. Filser, L.J. Gauckler, H. Luthy, C.H. Hammerle. Five-year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures. *Int J Prosthodont*, **20** (2007) 383.
- [65] C. Sax, C.H. Hammerle, I. Sailer. 10-year clinical outcomes of fixed dental prostheses with zirconia frameworks. *Int J Comput Dent*, **14** (2011) 183.
- [66] P. Triwatana, N. Nagaviraj, C. Tulapornchai. Clinical performance and failures of zirconia-based fixed partial dentures: a review literature. *J Adv Prosthodont*, **4** (2012) 76.
- [67] B. Al-Amleh, K. Lyons, M. Swain. Clinical trials in zirconia: a systematic review. *J Oral Rehabil*, **37** (2010) 641.
- [68] C. Larsson, P. Vult von Steyern, B. Sunzel, K. Nilner. All-ceramic two- to five-unit implant-supported reconstructions. A randomized, prospective clinical trial. *Swed Dent J*, **30** (2006) 45.
- [69] I. Sailer, J. Gottnerb, S. Kanelb, C.H. Hammerle. Randomized controlled clinical trial of zirconia-ceramic and metal-ceramic posterior

fixed dental prostheses: a 3-year follow-up. *Int J Prosthodont*, **22** (2009) 553.

[70] D.-J. Kim. Effect of Ta₂O₅, Nb₂O₅, and HfO₂ alloying on the transformability of Y₂O₃ stabilized tetragonal ZrO₂. *J Am Ceram Soc*, **73** (1990) 115-20.

CARTA DE SUBMISSÃO

Cerâmica

Recebimento de artigo para publicação na revista Cerâmica.

Número de referência: **1730 (citar sempre este número)**

O artigo

Título: Zircônia tetragonal estabilizada por ítria: comportamento mecânico, adesão e longevidade clínica

Autores: Yuri Dall Belo, Queli Nunes Sonza, Márcia Borba, Álvaro Della Bona

foi recebido em 27/12/2012

Uma decisão com respeito à publicação na revista Cerâmica será comunicada assim que recebermos a(s) resposta(s) do(s) relator(es).

Agradecemos a colaboração.

R. Muccillo
Editor

