

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DE MINAS GERAIS
PROGRAMA DE MESTRADO ACADÊMICO EM ODONTOLOGIA

Avaliação da resistência de união entre um sistema cerâmico de zircônia e dois sistemas de porcelana de cobertura

ANDRÉIA SALVADOR DE CASTRO

Belo Horizonte – MG

2008

Andréia Salvador de Castro

Avaliação da resistência de união entre um sistema cerâmico de zircônia e dois sistemas de porcelana de cobertura

Dissertação apresentada ao Programa de Mestrado Acadêmico da Faculdade de Odontologia da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, como requisito parcial à obtenção do grau de Mestre em Clínicas Odontológicas, com ênfase em Prótese Dentária.

Orientador: Prof. Dr. Wellington Corrêa Jansen

Co-orientador: Prof. Dr. Perrin Smith Neto

Belo Horizonte - MG

2008

FICHA CATALOGRÁFICA
Elaborada pela Biblioteca da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais

C355a Castro, Andréia Salvador de
Avaliação da resistência de união entre um sistema cerâmico de zircônia e dois sistemas de porcelana de cobertura / Andréia Salvador de Castro. Belo Horizonte, 2008.
66f. : Il.

Orientador: Wellington Corrêa Jansen
Co-orientador: Perrin Smith Neto
Dissertação (Mestrado) - Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais. Programa de Pós-Graduação em Odontologia

1. Cerâmica. 2. Resistência ao cisalhamento. 3. Zircônio. I. Jansen, Wellington Corrêa. II. Smith Neto, Perrin. III. Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais. Programa de Pós-Graduação em Tratamento da Informação Espacial. IV. Título.

CDU: 616.314:615.46

DEDICATÓRIA

*Dedico este trabalho à minha família e meus
amigos.
Devo a vocês o que sou e a felicidade pela
conquista.*

AGRADECIMENTOS

Aos Professores Guilherme Senna F. Azevedo e José Pedercini Horta pelo voto de confiança.

Ao meu orientador, Prof.Dr. Wellington Côrrea Jansen, pelos conhecimentos transmitidos, invejável senso de pesquisa e paciência.

Ao meu co-orientador, Prof. Dr. Perrin Smith, pela disponibilidade e agradável convívio.

Ao Prof. Dr Paulo Isais Seraidarian, pelo apoio e ensinamentos como professor e ser humano.

Ao Prof. Dr Marcos Dias Lanza, por estar sempre pronto a ajudar e pelos conhecimentos adquiridos.

Aos novos amigos, Betânia Lessa, Fernanda, Frederico Ribas, Frederico Marques, Gustavo e Marcos Daniel.

Ao meu pai, Alexandre, Flaviano, Fabrício e ao fofo do Bruno, por estarem ao meu lado.

A minha mãe e amiga, pela dedicação e amor.

As minhas cunhadas, Andressa, Anna Patrícia e Cristiani, pelo carinho e apoio.

A tia Anísia, pelo amor, confiança e carinho.

Nada de poder;

Um pouquinho de saber;

E o máximo possível de sabor....

(Rubem Alves)

RESUMO

Restaurações ceramo/porcelanas devido a sua estética, biocompatibilidade e resistência têm sido usadas em substituição as de metal/cerâmicas com frequência, e o desenvolvimento de infra-estruturas, com alta resistência como a de Zircônia, ampliaram o seu campo de atuação para pontes fixas posteriores. A resistência ao estresse da frágil porcelana de cobertura e sua união com a infra-estrutura cerâmica é que determinam a longevidade destas restaurações no meio bucal. O propósito deste trabalho foi avaliar a resistência de união entre uma infra-estrutura de zircônia e diferentes tipos de porcelana de cobertura. Foram confeccionados 20 corpos de prova divididos em 4 grupos (n=5): Grupo 1- Ceramill/E-Max Ceram prensada; Grupo2- Ceramill/Ceramco PFZ prensada; Grupo 3- Ceramill/Ceramco PFZ prensada/Ceramco PFZ estratificada; Grupo 4- Ceramill/E-Max Ceram prensada/E-Max vítrea. As porcelanas foram aplicadas de forma prensada (Grupo 1 e 2) e prensada/estratificada (Grupo 3 e 4). Os corpos de prova foram submetidos ao ensaio de cisalhamento através de uma matriz de aço em máquina de ensaio universal. Foram encontrados os seguintes valores médios de resistência de união (MPa): Grupo1=14,43; Grupo2=18,53; Grupo 3=23,23; Grupo4=15,63. A análise de variância (ANOVA) detectou efeito significativo do fator porcelana sobre a resistência de união ($p=0,02$). O fator modo de aplicação ($p=0,228$) e a interação porcelana x modo de aplicação ($p=0,467$) não foram significativos. O teste de Tukey indicou que a porcelana Ceramco teve maior resistência de união que IPS-Emax. O tipo de porcelana de cobertura influenciou a resistência de união com a cerâmica enquanto o modo de sua aplicação não teve efeito sobre essa propriedade.

Palavras-chave: cerâmica, resistência de união, zircônia

ABSTRACT

Restorations ceramo/porcelains due its aesthetic one, biocompability, resistance have been used in substitution of fused metal porcelains frequently, and the infrastructure development, with high resistance as of zircônia, had extended its field of performance for posterior fixed bridges. The porcelain's strength under stress and their bonding to porcelain substructure will determine the longevity of this restorations at oral environment. The purpose of this work was to determine the bond strength of zircônia substructure and different types of covering it. Twenty samples were made and divided of test in 4 groups had been confeccioned (n=5): Grupo 1- Ceramill/E-Max pressed Ceram; Grupo2- pressed Ceramill/Ceramco PFZ; Grupo 3- pressed Ceramill/Ceramco PFZ/estratificada Ceramco PFZ; Grupo 4- Ceramill/E-Max glass Ceram prensada/E-Max. The porcelains had been applied of form press-on way (Grupo 1 and 2) and press-on/layered (Grupo 3 and 4). The samples had been submitted to the shear test through a steel matrix in machine of universal . The following values average of union resistance had been found (MPa): Grupo1=14,43; Grupo2=18,53; Grupo 3=23,23; Grupo4=15,63. The variance analysis (ANOVA) detected significant effect of the factor porcelain on the union resistance ($p=0,02$). The factor application way ($p=0,228$) and the interaction porcelain x application way ($p=0,467$) had not been significant. The test of Tukey indicated that the Ceramco porcelain had greater union resistance that IPS-Emax. The type of covering porcelain influenced the resistance of union with ceramics while the way of its application did not have effect on this property.

Word-key: ceramic, shear bond, zircônia, strenght

LISTA DE SÍMBOLOS

μ - micrometro
N- Newton
m- módulo Weibull
MPa - mega Pascal
GPa - giga Pascal
 $^{\circ}\text{C}$ - graus centígrados

LISTA DE ABREVIATURAS

c - cúbica
CAD - Computer Aided Design
CAM - Computer Aided Manufacturing
CET - Coeficiente de Expansão Térmica
m - monoclinica
MEV - Microscopia eletrônica de varredura
MTBS - Teste de resistência a micro-tração
MEF - Método dos Elementos Finitos
SBS - Teste de resistência ao cisalhamento
t - tetragonal
Y-TZP - Zircônia estabilizada com óxido de Ítrio

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	11
1.1 Objetivos do Estudo.....	14
2 REVISÃO DE LITERATURA.....	15
2.1 Considerações Sobre Zircônio/Zircônia	15
2.2 Revisão de Resistência de União Cerâmica/porcelana	18
3 MATERIAL E MÉTODOS.....	34
3.1 Preparação dos Corpos de prova.....	35
3.2 Teste de Resistência de União.....	37
3.3 Análise Estatística.....	38
4 ARTIGO.....	39
5 CONCLUSÃO.....	49
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	50
ANEXO.....	53

1- INTRODUÇÃO

Cerâmicas desenvolvidas por meio de novas tecnologias têm permitido a confecção de infra-estruturas com propriedades mecânicas e estéticas satisfatórias, tornando as mesmas uma opção às infra-estruturas metálicas para as restaurações odontológicas (KELLY *et al.*, 1996; RAIGRODSKI, 2004). As restaurações totalmente cerâmicas vêm sendo usadas em próteses fixas unitárias e em pontes fixas proporcionando uma melhor estética, preservação da cor natural dos tecidos moles, baixo potencial alergênico e biocompatibilidade (RAIGRODSKI, 2004; MANICONE *et al.*, 2007; PIWOWARCZYK *et al.*, 2005; STUDART *et al.*, 2007).

Vários materiais podem ser usados para confecção de infra-estruturas cerâmicas, tais como cerâmica reforçada com leucita, cerâmica infiltrada de vidro, dissilicato de Lítio, alumina e zircônia (RAIGRODSKI, 2004).

O uso da cerâmica de zircônia, que apresenta estabilidade dimensional, resistência mecânica e dureza, além de propriedades mecânicas similares ao aço inoxidável, foi introduzido na área biomédica para resolver o problema da fragilidade da alumina e o conseqüente potencial de falhas de implantes na ortopedia. Mais tarde, teve sua aplicação descoberta pela comunidade odontológica e emergiu na indústria dental devido às suas propriedades mecânicas e estéticas (PICONI & MACCAURO, 1999; CHEVALIER, 2006; MANICONE *et al.*, 2007; PIWOWARCZYK *et al.*, 2005).

A capacidade média de suportar carga pode variar entre os materiais cerâmicos: 282 N (dissilicato de Lítio); 518 N (alumina) e 755 N (zircônia) (LUTHY, 2005). Valores de resistência à tração e à compressão da zircônia podem ser bem altos, respectivamente, 900-1200 MPa e 2000 MPa, e o estresse clínico é muito bem tolerado por ela (De JAGER *et al.*, 2006; MANICONE *et al.*, 2007). O esforço necessário para a mastigação e deglutição é de 5 a 364 N e a força máxima registrada durante a oclusão dos dentes é de 569N (VAN DER BILT *et al.*, 2008). Restaurações de óxido de zircônio têm, portanto, um largo campo de utilização, podendo a infra-estrutura de zircônia ser usada em pontes fixas que se estendem à região de molares (STUDART *et al.*, 2007).

O Y-TZP (zircônia estabilizada com óxido de Ítrio) tem sido aplicado para pinos pré-fabricados para fixação intra-radicular, braquetes para ortodontia e, com a introdução da tecnologia CAD/CAM, para prótese fixa posterior e anterior, implantes e pilares (MANICONE *et al.*, 2007; DE KLER *et al.*, 2007; PIWOWARCZYK *et al.*, 2005; Al-DOHAN *et al.*, 2004).

Há diversos sistemas cerâmicos reforçados com zircônia disponíveis no mercado internacional. Entre eles existem diferenças quanto à composição e fabricação, criando diferenças significativas nas propriedades físicas. Para assegurar a ótima combinação com a aplicação clínica desejada é preciso tomar cuidado na seleção do sistema zircônia. Algumas cerâmicas desse material apresentam uma resistência de 900 MPa, enquanto outras exibem valores de resistência de 1100 MPa (MANICONE *et al.*, 2007).

Vários estudos têm avaliado as propriedades da infra-estrutura de cerâmica e da porcelana de cobertura separadamente. Porém, um conhecimento da influência dessas propriedades no conjunto infra-estrutura/porcelana se faz necessário, para estimar a durabilidade das restaurações no meio bucal. Fabricantes e pesquisadores têm focado no aumento da resistência da infra-estrutura, enquanto a união entre elas não tem sido adequadamente considerada (MANICONE *et al.*, 2007; ABOUSHELIB, 2007). A resistência à fratura e à tenacidade oferecidas pelos sistemas cerâmica/porcelana podem ser limitados pela presença da porcelana de cobertura, que é o ponto de maior fragilidade do conjunto, por apresentar menor resistência (MANICONE, *et al.*, 2007; ABOUSHELIB *et al.*, 2005; GUAZZATO *et al.*, 2004a; GUAZZATO, *et al.*, 2004b.)

Os resultados de estudos que avaliaram a união infra-estrutura/porcelana indicam que vários fatores podem influenciá-la, entre eles, a diferença de coeficiente de expansão térmica, o ângulo de contato entre infra-estrutura/porcelana de cobertura, a superfície final da infra-estrutura e cor da mesma. Também influenciam a união desses materiais o tipo de porcelana de cobertura, o método de aplicação, o uso ou não do *liner*, a localização da porcelana, a formação de bolhas e a transformação de cristais de zircônia na interface (MANICONE *et al.*, 2007; Al DOHAN *et al.*, 2004; GUAZZATO *et al.*, 2004a; GUAZZATO *et al.*, 2004b; ABOUSHELIB *et al.*, 2005; ABOUSHELIB *et al.*, 2006; ABOUSHELIB *et al.*, 2008).

O sucesso e a longevidade clínica das restaurações de zircônia/porcelana não estão estabelecidos, até o momento, e estão relacionados com a fragilidade da porcelana de cobertura e sua união com a infra-estrutura de zircônia. Falhas coesivas na porcelana de cobertura e falhas adesivas entre infra-estrutura/porcelana de cobertura são demonstradas em vários trabalhos (DUNDAR *et al.*, 2007; MANICONE *et al.*, 2007; ABOUSHELIB *et al.*, 2006; Al DOHAN *et al.*, 2004).

Enquanto uma adequada força de união entre metal e porcelana já foi estabelecida (25 MPa; ISO 9693), a união ideal para cerâmica/porcelana ainda não foi determinada (Al DOHAN *et al.*, 2004; DUNDAR *et al.*, 2007). O uso clínico da infra-estrutura de zircônia tende a seguir orientação do fabricante em relação à porcelana de cobertura, que pode ser uma cobertura própria ou porcelanas (feldspáticas ou de vidro de fluorapatita) com coeficientes de expansão térmica compatíveis. Porém, alguns estudos *in vitro* com diferentes porcelanas de cobertura, têm mostrado melhores resultados em relação aos materiais indicados pelos fabricantes (ABOUSHELIB *et al.*, 2008; ABOUSHELIB *et al.*, 2006).

Como os estudos que empregam ensaios mecânicos para testar a resistência de união zircônia/porcelana apresentam resultados conflitantes (DUNDAR *et al.*, 2007; KELLY & DENRY, 2008) e os materiais disponíveis no mercado nacional são escassos, o objetivo deste trabalho é investigar a resistência de união entre uma infra-estrutura Y-TZP (Ceramill ZI, AmannGirrbach-America,USA) com dois diferentes tipos de porcelana de cobertura (Ceramco PFZ[®], Dentsply e IPS e-max, Ivoclar Vivadent) - prensada e prensada com camada.

1.1- Objetivos do Estudo

1.1.1- *Objetivos Gerais*

1. Avaliar a resistência de união da infra-estrutura de cerâmica de zircônia e sua porcelana de cobertura

1.1.2-*Objetivos Específicos*

1. Avaliar a resistência de união entre uma combinação de infra-estrutura de zircônia e duas porcelanas de cobertura com diferentes formas de aplicação- prensada e prensada com camada.
2. Avaliar o efeito da porcelana de cobertura, do modo de aplicação e da interação porcelana x modo de aplicação na resistência de união com a infra-estrutura de zircônia.
3. Caracterizar o modo de fratura (adesiva/coesiva) entre a infra-estrutura e a porcelana de cobertura.

2- REVISÃO DE LITERATURA

2.1- Considerações sobre Zircônio/Zircônia

2.1.1- Zircônio

Balanço Mineral Brasileiro 2001

O zircônio é um metal cinza prateado, que pode ocorrer na tonalidade azul escura, dúctil, refratário, com elevada resistência à tração, alta dureza e resistente à corrosão. Na tabela periódica de elementos químicos, está situado no grupo IV e tem as seguintes características: símbolo, Zr; número atômico (Z), 40; massa atômica (MA), 91,224 u; massa específica, 6,4 g/cm³; energia de ionização, 659,2 kJ/mol; ponto de fusão, 1.850°C; ponto de ebulição, 4.377°C; raio atômico, 155pm; eletronegatividade, 1,33; e distribuição eletrônica, 2-8-18-10-2. Seu estado físico é apresentado na forma sólida.

É possível que formas de zircônio sejam conhecidas desde os tempos bíblicos, mas somente em 1789 o químico alemão M. H. Klaproth isolou o óxido do elemento zircônio de um mineral proveniente do Ceilão (atualmente Sri Lanka), conhecido como zircão ou zirconita (ZrSiO₄). A origem do nome zircônio é uma derivação do árabe, *zargun*, que significa cor dourada, que é uma característica do silicato. Em 1824, o estudioso J.J. Berzelius isolou o metal por redução de K₂ZrF₆ com potássio, embora de forma ainda impura, sendo que a obtenção da primeira amostra dúctil do metal, com razoável grau de pureza, aconteceu na Alemanha em 1914, realizada por Lely e Hamburger. Em 1925, foi desenvolvido pelos pesquisadores van Arkel e de Boer o primeiro processo de refinação na busca de um zircônio mais puro.

Na crosta terrestre, o zircônio ocorre normalmente associado ao háfnio, na proporção de 50 para 1. A principal fonte de zircônio é a zirconita, que também é conhecida como zircão. Trata-se de um silicato de zircônio de fórmula ZrSiO₄, cuja apresentação pode variar nas seguintes cores: marron, verde, azul, vermelho, amarelo e incolor. Em termos teóricos, a composição da zirconita é formada de 67,2% de ZrO₂ e 32,8% de SiO₂.

Outros minerais de zircônio conhecidos são a *baddeleyta* e o *caldasito* ou *zirkita*. A *baddeleyta* (óxido de zircônio) é o segundo minério mais importante de zircônio. Contém teores de óxido de zircônio contido que variam entre 96,5% a 98,5%. Como esse minério apresenta teores tão significativos, é conhecido como uma fonte de extrema pureza na obtenção de zircônio metálico e compostos químicos. O *caldasito*, também conhecido como *zirkita*, cuja ocorrência só tem registro no Brasil, é um minério de zircônio que se apresenta como uma mistura de zirconita e *baddeleyta*, idêntica a uma massa compacta homogênea aczentada, podendo variar, quando oxidado, para as cores marron ou vermelho. Conhecidos como outros minérios de zircônio, a malaconita e a zirquelita ocorrem com menor frequência, e suas explorações econômicas não são viáveis, até o momento.

No que concerne a propriedades físico-químicas, o zircônio é pouco reativo. Sofre transformação quando atacado pelo ácido clorídrico e pela água-régia (três partes de HCL para uma parte de HNO₃). Quando submetido a altas temperaturas, há reação com o oxigênio, formando o ZrO₂, e com o nitrogênio e

o carbono, resultando, respectivamente, em nitreto (ZrN) e carbetto (ZnC). Pelo baixo poder absorvente de nêutrons, o zircônio é usado, principalmente, na indústria nuclear, para recobrir as barras de urânio nas pilhas nucleares. Na indústria química é usado em equipamento resistente à corrosão, e na indústria eletrônica compõe-se em placas e filamentos. Aplica-se o zircônio, também, em ligas de ferro, estanho e nióbio, e como metal puro, junto com o háfnio.

Nos setores de fundição, cerâmica e de refratários, a zirconita é amplamente utilizada por causa de seus teores de ZrO_2 , TiO_2 e Fe_2O_3 . A indústria cerâmica utiliza a zirconita moída nos opacificantes e cerâmicas, esmaltes vitrificados e materiais cerâmicos especiais. Na indústria de refratários, o minério é utilizado na fabricação de tijolos para fornos de alumínio, vidro e no revestimento de peças para fusão na indústria siderúrgica. No setor de fundição, usa-se o minério adicionado à confecção de moldes em fundição de ligas especiais devido à alta refratariedade, baixo coeficiente de expansão térmica, boa estabilidade química e elevada difusibilidade térmica. Na indústria de vidros, tintas e soldas, aplica-se a zirconita como abrasivo.

A substituição da zirconita na indústria de fundição faz-se pela cromita ou olivina; na indústria siderúrgica podem ser substituída pela alumina sílica em revestimentos, em painéis de aço; na pigmentação das tintas pode ser utilizado o óxido de estanho. O óxido de zircônio, também conhecido como zircônia, é um composto que vem sendo usado, nos últimos anos, no setor de cerâmica avançada (Mônica Beraldo Fabrício da Silva, 2001).

2.1.2- Zircônia na odontologia

Os minerais de zircônio para serem usados como matéria prima em odontologia, necessitam de processos complexos de separação de elementos e materiais que podem ser radioativos como *Urania* e *Thoria*. Este material poder ser usado após tratamento como um biomaterial cerâmico (PICONI & MACCAURO, 1999; SILVA, Mônica. B. F, 2001).

A cerâmica de zircônia tem sido eleita como material de infra-estrutura em restaurações odontológicas por suportar altos valores de tensão e ser a única que exibe uma propriedade física chamada dureza transformacional (transformational toughening) (PICONI & MACCAURO, 1999; GUAZZATO *et al.*, 2004; KELLY & DENRY, 2008). Zircônia é um conhecido polimorfo que ocorre em três formas: monoclínica (M), cúbica (C) e tetragonal (T). Quando em temperatura ambiente, apresenta uma estrutura simétrica monoclínica, mudando para a estrutura tetragonal a 1170°C. Permanece estável até aproximadamente 2370°C, assumindo a forma estrutural cúbica até o ponto de fusão 2716°C (PICONI & MACCAURO, 1999; KELLY & DENRY, 2008). Durante o resfriamento, a transformação de tetragonal em monoclínica é acompanhada de uma

expansão volumétrica de aproximadamente 3 a 4%. A tensão gerada pela expansão origina fraturas na cerâmica pura de zircônia, que após sinterização no intervalo térmico de 1500 a 1700 °C quebra-se em pedaços à temperatura ambiente. Pela mistura de óxido de zircônio com outros óxidos metálicos como óxido de Magnésio (MgO), óxido de Cálcio (CaO), óxido de Lantânio (La₂O₃) e óxido de Ítrio(Y₂O₃), em uma concentração de 2 a 5 mol%, pode-se obter uma estabilidade molecular, formando três diferentes formas, que podem ser assim definidas:

A- Compósito de alumina-zircônia tetragonal, ZTA-alumina

Compósito cerâmico de alumina – zircônia (ZTA), pela introdução de partículas de zircônia tetragonal policristalina na matriz da cerâmica de alumina. O compósito cerâmico de alumina e zircônia tetragonal policristalina consiste em uma matriz de alumina com partículas dispersas de zircônia tetragonal. A adição de uma segunda fase (zircônia tetragonal) resulta em um aumento da resistência mecânica à flexão, da dureza superficial, da tenacidade à fratura e da resistência mecânica à fadiga. Isto ocorre porque as partículas de alumina estão sujeitas a campos de tensões compressivas devido ao seu baixo coeficiente de expansão térmica e também pelo aumento do volume das partículas de zircônia na sua transformação da fase tetragonal para a monoclinica (ASSIS, 2007).

B- Zircônia estabilizada, PSZ (Ca-PSZ, Mg-PSZ, Y-PSZ)

PSZ pode ser obtida com adição de pequenas quantidades de óxidos na zircônia pura, e nestas cerâmicas precipitado intra-granular de t-ZrO₂ existem dentro de uma matriz estabilizada de c-ZrO₂. Vários PSZ têm sido testados sendo, Mg-PSZ o mais comum mas, porosidade, tamanho do grão e a dificuldade na aquisição do mesmo livre de impurezas reduziu o interesse dos fabricantes de cerâmica e o desenvolvimento de Mg-PSZ para aplicações biomédicas (PICONI & MACCAURO, 1999).

C- Policristais de zircônia tetragonal TZP (Y-TZP, Ce-TZP)

É possível obter cerâmica PSZ à temperatura ambiente com a fase tetragonal somente, também chamada policristais de zircônia tetragonal (TZP). Zircônia estabilizada com óxido de Ítrio na concentração de 2-3%mol (Y-TZP) possui melhores propriedades mecânicas que as outras combinações. O óxido de Ítrio, estabiliza a

zircônia nas estruturas tetragonal, mesmo após o resfriamento, tornando-a uma estrutura de cristal tetragonal estável à temperatura ambiente, conhecida como zircônia parcialmente estabilizada, Y-TZP (PICONI & MACCAURO, 1999; MANICONE *et al.*, 2007; KELLY & DENRY, 2008).

Quando uma fratura começa a se propagar na estrutura da zircônia parcialmente estabilizada, devido à transformação de cristais tetragonais metaestáveis na fase monoclinica estável ($t \rightarrow m$), próximo à fratura, produzindo uma mudança volumétrica de 3-4%, ocorrem tensões de compressão que irão opor-se à trinca e dificultar sua propagação (CAVALCANTE, 2008). Figura 1



2.2- Revisão da resistência de união cerâmica/porcelana

Em 1996, Kelly e outros realizaram uma revisão de literatura e apresentaram um breve histórico das cerâmicas odontológicas, avaliando o desempenho clínico dos

sistemas disponíveis e revisando os critérios de seleção dos materiais. A longevidade estrutural, o potencial de abrasividade e a adaptação das restaurações cerâmicas são preocupações que influenciam diretamente as pesquisas clínicas e laboratoriais e o desenvolvimento de novos materiais com propriedades mecânicas superiores. Segundo os autores, três critérios são fundamentais para a seleção de materiais para restaurações parciais ou totais: adaptação, resistência e estética. A adaptação das restaurações totalmente cerâmicas e ausência de sombra no terço gengival têm sido comparadas às restaurações metalo-cerâmicas, e as tornaram uma opção clinicamente aceitável. Um material ideal para confecção de uma coroa artificial deve permitir um controle da cor do substrato (matiz, croma e valor) e translucidez, mas nenhum sistema é flexível para todas as variações de substrato. O desenvolvimento de sistemas cerâmicos superiores e a compreensão de fatores que influenciam sua longevidade clínica são ainda objetivos de pesquisa.

Al-Dohan e outros (2004) avaliaram a resistência de união de infra-estrutura de cerâmica e porcelana de cobertura. As amostras foram testadas por cisalhamento em uma máquina de ensaio universal, com uma velocidade de carregamento de 0,5mm/min até a fratura. A força necessária à fratura em MPa foi calculada dividindo-a pela área aderida em mm². Os sistemas cerâmicos avaliados foram divididos nos seguintes grupos experimentais (n=12): Grupo IE (IPS-Empress/IPS-Empress Eris); Grupo PZ (Procera AllZircon/Cerabien CZR); Grupo DC (DC-ZirKon®/Vita D *opaque porcelain*); Grupo PA (Procera AllCeram/Degussa-Ney *All ceram dentine*); Grupo controle, metal/cerâmica (Lodestar/Noritake). O grupo IE mostrou um alto valor de resistência ao cisalhamento ($30,86 \pm 6,47$ MPa) que não foi estatisticamente diferente do grupo controle ($30,16 \pm 5,89$ MPa). A união das porcelanas para as 2 infra-estruturas de zircônia o grupo PZ ($28,03 \pm 5,03$ MPa) e o grupo DC ($27,90 \pm 4,79$ MPa) não apresentaram diferenças estatisticamente significantes para o grupo IE e grupo controle. O grupo PA mostrou o menor valor de resistência de união ($22,40 \pm 2,40$ MPa) dentre os grupos analisados. Todos os grupos testados mostraram falha coesiva com a porcelana de cobertura e também falha adesiva entre a infra-estrutura e a porcelana de

cobertura. O sistema IPS-Empress 2 mostrou falha coesiva na infra-estrutura.

Guazzato e outros (2004) avaliaram a resistência a flexão biaxial, a qualidade e o modo de fratura de discos bilaminados de Y-TZP e porcelana feldspática. Foram confeccionados 80 discos com 14mm de diâmetro por 1,6mm de espessura e divididos em 4 grupos: Grupo VD (Vita D, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany); Grupo DZ (DC-Zirkon, DCS Dental AG, Allschwill, Switzerland); Grupo VD/DZ (Vita D no topo e DC-Zirkon em baixo); Grupo DZ/VD (DC-Zirkon no topo e Vita D em baixo). O teste de flexão biaxial foi usado para calcular a carga máxima até a fratura, sob uma velocidade de carregamento de 0,5mm/min em uma máquina de ensaio universal. Método dos Elementos Finitos (MEF) foi usado para qualificar a tensão até a fratura. Também foram obtidas imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) para identificar o início da trinca e caracterizar o modo de fratura. Nos grupos onde a cerâmica de zircônia ficou na porção inferior no sentido do teste (Grupo DZ e VD/DZ) foi em média mais resistente do que os grupos (VD e DZ/VD) onde a porcelana Vita D ficou na porção inferior, sendo esta diferença estatisticamente significativa. Este fato foi também confirmado pelos autores na análise pelo MEF, onde a distribuição do estresse nas amostras bilaminadas é diferente de acordo com qual material está na parte inferior do sentido do teste. Os autores observaram também que quando o disco de cerâmica de zircônia, nas opções uni ou bilaminada estava na porção superior havia uma região de estresse compressivo na superfície da infra-estrutura cerâmica. Quando o disco de cerâmica de zircônia estava na parte inferior do sentido da carga o estresse é localizado na interface infra-estrutura/porcelana. Quando a porcelana de cobertura é no topo (VD/DZ) a tensão de estresse é distribuída uniformemente ao longo da amostra com o pico de estresse compressivo na superfície da porcelana imediatamente debaixo do ponto de aplicação da carga. Em todas as amostras de VD/DZ predominantemente a fratura iniciou-se na superfície inferior do material de infra-estrutura. Na DZ/VD duas origens de fratura foram observadas, uma na parte inferior da superfície da porcelana e outra na parte inferior da infra-estrutura. A fratura na interface foi vista em todas as amostras de DZ/VD. As propriedades da camada de porcelana de recobrimento estética

ditam a resistência do espécime e a contribuição do Y-TZP resulta em um modesto aumento da resistência do DZ/VD sobre VD. O presente estudo indica que a resistência máxima de amostras bilaminadas de porcelana/Y-TZP é ditada pelas propriedades da camada mais profunda.

Ainda em 2004, estes autores fizeram outro estudo em que avaliaram a fratura por resistência a flexão e analisaram a microestrutura de sistemas totalmente cerâmicos. Utilizaram o sistema In-Ceram zircônia (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany) processadas pelas técnicas de *slip casting* e prensagem a seco, o sistema DC-Zirkon (DCS Dental AG, Allschwill, Switzerland) obtida pelo sistema Cad-Cam e um sistema de zircônia parcialmente estabilizada por Ítrio experimental. Foram utilizadas 10 espécimens de cada material com corpos de prova na forma retangular (20 x 1.2 x 4mm) onde foi aplicado o teste de flexão a 3 pontos. Outros corpos de prova (n=20) de forma retangular (20 x 3 x 4 mm) foram utilizados para avaliação da resistência à fratura, através da técnica da indentação. A transformação da zircônia da fase tetragonal para a monoclínica foi analisada por meio de espectrometria dispersiva de raios X(EDX). Para o sistema In-Ceram zircônia prensado a seco e pela técnica do *slip casting*, as médias de resistência a flexão foram 476 e 630MPa respectivamente. Para a cerâmica experimental 680MPa e para a DC-Zirkon 840MPa. Os resultados mostraram que DC-Zirkon e a zircônia experimental apresentaram melhores propriedades mecânicas em relação ao In-Ceram que, segundo os autores, apresenta apenas 33% de óxido de zircônio e uma quantidade significativa de vidro.

Uma revisão de literatura de sistemas totalmente cerâmicos indicados para pontes fixas foi realizado em 2004 por Raigrodski, onde o autor procurou enfatizar os diferentes materiais e suas propriedades através de dados colhidos em metodologias *in vivo* e *in vitro* disponíveis. Ressaltou também as tecnologias de fabricação, os critérios para seleção de pacientes e limitações dessas restaurações. O autor argumenta que o sistema de zircônia Y-TZP em relação a outros sistemas totalmente cerâmicos (alumina infiltrada por vidro, alumina infiltrada por vidro com 35% de zircônia

e dissilicato de Lítio) torna essa classe de materiais mais indicada para pontes fixas totalmente cerâmicas, apesar de dados de avaliação clínica de longo prazo não estarem disponíveis. Pacientes que exibem severa atividade parafuncional (bruxismo), mordida profunda e coroa curta não são candidatos para sistemas totalmente cerâmicos. O autor concluiu que dados clínicos de sucesso destas restaurações são limitados e mais estudos de longo prazo são necessários para estabelecimento de específicas diretrizes para uso de sistemas totalmente cerâmicos em pontes fixas.

Dias e outros (2005) avaliaram a resistência de união e características, química e micro estrutural, da interface cerâmica/porcelana de dois sistemas cerâmicos, IPS-Empress 2 e In-Ceram Alumina. Corpos de prova foram adaptados num dispositivo metálico desenvolvido por Itinoche e submetidos ao teste de cisalhamento em uma máquina de ensaio universal, a uma velocidade de carregamento 0,5mm/min até a fratura. A resistência de união do sistema IPS Empress 2/Empress2 cerâmico (82,06 MPa) foi maior do que o sistema In-Ceram Alumina/Vitadur Alfa (40.37 MPa) e no sistema In-Ceram houve um deslocamento total do recobrimento em relação a infra-estrutura. O sistema IPS Empress 2 apresentou maior evidência de aderência química e mecânica, podendo isto ser atribuído a composição química do recobrimento estético cerâmico indicado para o IPS Empress 2 ser coerente com a fase vítrea da cerâmica de infra-estrutura.

White e outros (2005) avaliaram a resistência de diferentes espessuras do sistema cerâmico de zircônia, Lava (3M ESPE) e sua porcelana feldspática de cobertura Lava ceram veneer ceramic (3M ESPE) para determinar se a inclusão de infra-estrutura de zircônia resulta em uma melhora da resistência. Foram usadas barras bilaminadas de 44 mm de comprimento por 4mm de espessura e 4mm de largura com diversas configurações na proporção de porcelana e zircônia: PPPP (4 camadas de porcelana pura); ZPPP (1 camada de zircônia e 3 de porcelana); ZZPP (2 camadas de zircônia e 2 de porcelana); ZZZP (3 de zircônia e 1 de porcelana); PPPZ (3 camadas de porcelana e 1 de zircônia); PPZZ (2 camadas de porcelana e 2 de zircônia); PZZZ (1 camada de

porcelana e 3 de zircônia); ZZZZ (4 camadas de zircônia). Os corpos de prova foram submetidos ao ensaio de flexão a 3 pontos. Os corpos de prova que sofreram tensão de tração na porcelana apresentaram médias de resistência entre 77 a 85 MPa, e quando a tensão de tração foi em zircônia as médias de resistência ficaram entre 636 a 786 MPa. O aumento da proporção de zircônia tende a aumentar a capacidade de resistência. O módulo de elasticidade da porcelana e zircônia foi 70,7 e 224,4 Gpa, respectivamente. Os autores concluíram que sistemas de zircônia/porcelana testados mostraram um alto módulo de ruptura em relação a outros sistemas cerâmicos reportados.

Aboushelib e outros (2005) avaliaram a resistência de união de três diferentes sistemas cerâmicos nas seguintes variações na interface: tratamento de superfície da infra-estrutura e diferentes coeficiente de expansão térmica (CET). Utilizaram o teste de micro-tração em quatro cerâmicas de infra-estrutura com 2,5mm de espessura (1 Cercon[®], 2 IPS[®]Empress e 1 Vita) e 4 de cobertura com 2,5mm de espessura (Cercon[®] Ceram, Eris veneer, Vitadur alpha e Experimental veneer com alto CET) totalizando 19 variações de espécimes e um total de 40 micro-barras (1x1x5mm). O efeito do pré-tratamento da infra-estrutura foi investigado pela criação de um grupo controle onde a infra-estrutura de cerâmica foi polida e, a necessidade de um *liner* no Cercon[®] foi investigada pela preparação de grupos com e sem uso do *liner*. O teste de micro-tração foi realizado em uma máquina de ensaio universal com uma velocidade de carregamento de 1mm/min. A superfície da fratura foi avaliada por microscopia eletrônica de varredura (MEV). O tipo de falha foi classificado como coesiva e interfacial. Para qualificar a distribuição da tensão na porcelana de cobertura e na interface infra-estrutura/porcelana de cobertura utilizou a análise pelo método dos elementos finitos para o sistema Cercon[®] e IPS[®]Empress 2. Foram analisados dois tipos de tensões: devido à carga e diferenças entre CET após a produção dos corpos de prova. Os resultados deste trabalho mostraram que todas as infra-estruturas de Cercon[®] e Vitablocs Mark II veneer com porcelana de cobertura experimental apresentaram desunião na interface durante o procedimento de corte. Somente onze micro-barras do sistema IPS[®]Empress 2 com porcelana experimental sobreviveram ao corte. Os grupos

com porcelana experimental foram omitidos da análise estatística. Os resultados mostraram que todos os materiais de infra-estrutura foram mais fortes em relação às porcelanas de cobertura e as porcelanas puras. A força coesiva da infra-estrutura decresce significativamente do Cercon[®], IPS Empress 2 core e Vitablocs Mark II, respectivamente. Não houve diferenças significantes estatisticamente entre a coesão de todos os materiais de porcelana de cobertura. Todas cerâmicas das infra-estruturas apresentaram maior coesão em relação às porcelanas de cobertura. Os resultados da micro-tração apresentaram valores médios de 44.6MPa para o IPS Empress 2 / Eris enquanto que para o IPS Empress 2/Empress 2 veneer a média foi de 37.2MPa apresentando maior força de união em relação ao Cercon[®]/Cercon Ceram S (29.1MPa) que não apresentou diferença significativa em relação à Vita Mark II/Vitadur Alpha (32.2MPa). A resistência a micro-tração do Cercon[®]/Cercon Express com *liner* (29.1 ±10.8) apresentou um resultado superior em comparação a não utilização do *liner* (16.9 ±4.8). O polimento da infra-estrutura neste estudo não reduziu ou aumentou a força de união do conjunto infra-estrutura/porcelana. Os autores concluíram que a união da infra-estrutura/porcelana de cobertura é a parte fraca do sistema das restaurações totalmente cerâmicas, e tem um papel significante no sucesso dessas restaurações.

Restaurações cerâmica/porcelana, particularmente quando colocadas na região posterior estão sujeitas à fratura pela friabilidade. Com o intuito de superar esta falha, infra-estruturas mais fortes têm sido desenvolvidas, como o sistema zircônia Y-TZP capazes de suportar a frágil porcelana de cobertura. Sobre este aspecto, De Jager e outros (2006) avaliaram pelo Método dos Elementos finitos (MEF), com um modelo de coroa para o elemento 46 produzido no programa CAD com infra-estrutura de ouro (Coroa 1), zircônia (Coroa 2) e alumina (Coroa 3) e suas correspondentes porcelanas de cobertura. Houve a conversão do CAD para o modelo de MEF consistindo de duas camadas de cerâmica (infra-estrutura e porcelana de cobertura), uma camada de cimento e o dente preparado. Os materiais da infra-estrutura, porcelana de cobertura, dentina e o cimento foram assumidos como homogêneos, linearmente elástico e isotrópicos. Três tipos de tensão foram produzidos: devido à força mastigatória, à

diferença do coeficiente de expansão térmica das duas camadas que formam a coroa e a influência da contração do cimento. Os resultados mostraram que as tensões devido a combinação de resultantes da força de mordida, diferença CET e a contração do cimento na superfície oclusal da porcelana decrescem com o aumento do módulo de elasticidade da infra-estrutura. O estresse da interface infra-estrutura/porcelana, aumenta ligeiramente com o aumento do módulo de elasticidade da infra-estrutura (Alumina>Zircônia>Ouro). Os autores concluíram que a rigidez do material de infra-estrutura, especialmente na coroa com infra-estrutura de alumina não reduz a tensão de estresse na porcelana de cobertura. A infra-estrutura de zircônia, neste respeito, parece ser preferível sobre a infra-estrutura de alumina, pois este material é combinação de um não tão alto módulo de elasticidade com alta resistência. A união entre a porcelana de cobertura e esta forte infra-estrutura poderia ser melhorada para explorar completamente a resistência destes materiais.

A resistência à micro-tração entre um material de infra-estrutura cerâmico tipo zircônia (Cercon[®]Base) e sete tipos de porcelana de cobertura (Cercon[®] Ceram S; Cercon[®] Ceram Express; Rondo Dentine; Rondo Shoulder; Lava Dentine; Sakura Interaction; Experimental pressing veneer) que foram aplicadas nas formas de camada e prensada foi investigada por Aboushelib e outros (2006). Foram obtidos discos bilaminados, 3mm de zircônia e 3mm de porcelana de cobertura, que foram cortados em micro barras de 6mm de altura por 1mm de secção transversal. O teste de micro-tração foi realizado em uma máquina de ensaio universal. O efeito da aplicação de um *liner* entre material de infra-estrutura e de recobrimento também foi avaliado. As superfícies após a fratura foram analisadas por meio de MEV e EDX. Os sistemas cerâmicos Rondo dentine (48.8MPa) e Lava dentine (44.4MPa) cujo processamento foi por prensagem foram mais resistentes à micro-tração em relação às outras cerâmicas testadas . A aplicação de *liner* reduziu a resistência da Rondo dentine (30.8MPa) e da Ceram Express (29.7MPa) em relação a porcelana de camadas sem *liner*, com resultados para Rondo dentine (41.1MPa) e para Ceram Express (38.6 MPa). Em contrapartida a aplicação de *liner* melhorou muito à união para Sakura e Ceram S.

Para o Lava *dentine* a união foi a mesma com e sem aplicação do liner. O tipo de fratura das porcelanas prensadas foi principalmente coesiva enquanto a porcelana em camadas mostrou uma alta porcentagem de falha interfacial, com exceção para Rondo dentine que só apresentou falha coesiva. O uso de *liner* só é recomendado para materiais que melhoram a força de união com o substrato de zircônia e o uso de cerâmica prensada apresenta maior resistência, sendo indicado o seu uso baseado nos resultados deste estudo.

No ano seguinte, Aboushelib e outros, avaliaram a resistência à fratura e ao impacto de dois sistemas ceramo/porcelana e observaram se a velocidade de carregamento afetava o mecanismo de fratura. A energia absorvida pelas coroas IPS Empress 2/Eris e Cercon®/Ceram S durante o teste de resistência à fratura foi comparada à energia absorvida durante o teste de resistência ao impacto. Os princípios de fractografia foram usados para identificar a origem e as dimensões da fratura e calcular o desgaste durante a fratura, sendo que a análise pelo Método dos Elementos Finitos (MEF) foi usada para qualificar os resultados. Foram confeccionadas 30 coroas para cada sistema, que foram cimentadas com Rely X ARC (3M ESPE). O teste de resistência a fratura (n=15) foi realizado em uma máquina de teste universal à uma velocidade de carregamento de 1mm/min e o teste de impacto de resistência(n=15) foi realizado em uma máquina de impacto Charpy's. No teste de resistência ao impacto não houve diferença significativa na energia necessária para falhar em ambos os sistemas de coroas. Em ambos os sistemas, delaminação e fratura ocorreram com a mesma energia. Os resultados do teste de resistência à fratura mostraram que não houve uma diferença significativa de energia para causar fratura ou delaminação para coroas de IPS Empress 2. O sistema Cercon®/CeramS mostrou uma diferença significativa de 0.152J para delaminação e 0.231J para fratura. O início da falha para todos os sistemas foi em média de 350N, enquanto a carga para a falha total foi 719N (IPS Empress 2) e 1284N(Cercon®). A análise pelo MEF mostrou uma tensão gerada na superfície de 80MPa e debaixo do ponto de aplicação da carga de 100MPa para um carregamento de 350N. Um carregamento de 1284N causou uma tensão na camada

inferior da infra-estrutura de 890MPa para o Cercon[®]/ Ceram S. Os achados deste estudo indicam que com o uso de infra-estruturas resistentes, a união da porcelana de cobertura a esta infra-estrutura deve ser melhorada e o modo de falha mais esperado da porcelana de cobertura é delaminação e fratura na forma de cone.

Pittayachawan e outros (2007) avaliaram a resistência a flexão biaxial, a dureza e o limite de fadiga da cerâmica Y-TZP(LAVATM), sem cor e colorida, usada como infra-estrutura para aplicação de porcelana. Foram confeccionados discos de 15mm x 1.3mm, sinterizados à temperatura de 1500°C e divididos em 8 grupos (n=30) de acordo com a tonalidade: sem cor e FS1-FS7(de acordo com tonalidade Vita A1-D4). O procedimento para produção dos discos neste estudo, a adição de cor e o processo de sinterização foi similar para todos. Todos os grupos apresentaram uma média para resistência à flexão biaxial de 1100 MPa, dureza de 1300HV e módulo Weibull (m) de 9.8-12.9. A análise de variância não mostrou diferença significativa na resistência à flexão biaxial entre os 8 grupos ($p>0.05$). Os valores de dureza para os grupos FS1 e FS5 foram maiores do que FS4 e FS7 ($p<0.001$) e FS5 teve um valor mais alto do que FS3 ($p<0.05$). Não existiu diferença na resistência a flexão entre Y-TZP sem cor e colorida. A quantidade de cor adicionada nestes espécimes foi muito pequena e não afetou a resistência dos materiais.

Em 2007 a influência da diferença de coeficiente de expansão térmica (CET) entre infra-estrutura de zircônia Y-TZP (Cercon[®]), que apresenta o CET de 10.5 e três diferentes tipos de porcelana de cobertura foram avaliadas, por De Kler e outros. A carga de fadiga na mudança de fase de Y-TZP, t→m, também foi avaliada. Foram formados três grupos (n=10): Grupo A (Cercon[®]/Sakura[®], CET: 9.6); Grupo B (Cercon[®]/Porcelana experimental 1, CET: 9,0) e Grupo C (Cercon[®]/Porcelana experimental 2, CET: 10.8). As infra-estruturas de Y-TZP, após a sinterização, tiveram uma das superfícies jateada com partículas de óxido de Alumínio de 125 *um* a uma pressão de 2 bar. O grupo C com o CET positivo em relação à infra-estrutura mostrou severa fratura do material de cobertura após queima e foi eliminado para determinação da resistência a flexão biaxial. A resistência a flexão biaxial (BFS) dos grupos A e B

(n=5) foi determinada com a tensão na cerâmica pelo método *the ball-on-ring*. Outro grupo (n=5) foi testada a fadiga no modelo teste da universidade de Amsterdã. A análise pelo Método dos Elementos Finitos (MEF) foi usada para qualificar a distribuição das tensões em discos bilaminados. A análise pela difração de raio X foi usada para mensurar a profundidade de fase monoclinica e tetragonal presente na superfície da infra-estrutura de zircônia após sinterização, jateamento, aplicação porcelana de cobertura e fadiga cíclica. Os resultados do Método dos Elementos Finitos mostraram uma tensão para o grupo B, na interface zircônia/porcelana, mais alta em relação ao grupo controle. Análise de difração de raio X mostrou que após jateamento, a estrutura tetragonal sinterizada foi convertida para monoclinica a uma profundidade de 27µm, com 9,5% de fase monoclinica sendo formada, e revertida para tetragonal após cobertura com porcelana. A aplicação de porcelana de cobertura e carga de fadiga não causaram nenhuma conversão de tetragonal para monoclinica. Os autores concluíram que as mudanças com o uso do jato de óxido de Alumínio podem resultar em defeito na interface que causa falha adesiva, devido à mudança de volume, sendo recomendado o seu uso com controle de intensidade.

A resistência à fratura de três diferentes combinações de infra-estrutura / porcelana (Inceram-Zircônia/Vita VM7; Empress 2/IPS Eris; TZP/Cercon Ceram S) para pontes fixas de cerâmica pura foram avaliadas por Studart e outros (2007). Foram obtidos trinta espécimens de cada material de infra-estrutura nas dimensões de 2mm x 4mm x 50mm nas quais foram aplicadas as porcelanas de cobertura. Para determinação da resistência a fratura utilizou-se um instrumento de flexão mecânica. Foi realizada microscopia óptica das superfícies de fratura para determinar a origem das trincas e o modo de fratura. A infra-estrutura de Zircônia mostrou um alto valor de resistência à fratura inerte (1090 MPa) que pode ser atribuído, segundo os autores, a combinação de um alto valor do fator de intensidade de estresse ($K = 5.6 \text{ MPa m}^{1/2}$), com uma menor superfície áspera e um pequeno tamanho de partícula. O Inceram/Vita mostrou baixa resistência (582 MPa), apesar do alto valor do fator de intensidade de estresse ($K = 6.4 \text{ MPa m}^{1/2}$), devido a superfície final áspera e uma micro-estrutura grosseira em

comparação com os espécimes de zircônia. O Empress 2 mostrou baixa resistência à fratura inerte (255 MPa) que pode ser explicado pelo limite crítico fator de intensidade de estresse ($K=2.9\text{MPa m}^{1/2}$). Em oposição aos materiais resistentes da infra-estrutura, as porcelanas de cobertura exibiram baixo valor de resistência (93-112 MPa), indicando que a presença de cristais de apatita não aumenta a resistência do IPS Eris, que é baixa como nas porcelanas feldspáticas. As fraturas foram observadas por iniciarem na ou próximo à superfície externa na camada de recobrimento estético e propagarem-se para o interior do material de infra-estrutura. Nas infra-estruturas de Inceram e TZP, a deflexão das trincas ocorreu na interface infra-estrutura/porcelana, resultando em uma delaminação da camada de porcelana antes da completa fratura da espécime a um alto nível de estresse. Para o sistema Empress, a propagação das trincas ocorreu em linha reta. As cerâmicas com mais tenacidade à fratura podem ser usadas como material de infra-estrutura para próteses fixas posteriores, pois a propagação das trincas da porcelana de cobertura não leva a falhas prematuras das próteses de acordo com os autores.

Ainda em 2007, Studart e outros avaliaram o crescimento da falha subcrítica entre 3 sistemas cerâmicos, aliando cerâmica de infra-estrutura e de recobrimento estético (Empress 2/IPS Eris, TZP/Cercon S e Inceram-zirconia/Vita VM7) usados em pontes, quando submetidos à carga cíclica no meio aquoso, para estabelecer uma orientação, para uso e desenho, que permita um longo tempo de duração na boca. Foram usados 30 corpos de prova em forma de barra (4mm x 5mm x 50mm) para cada conjunto e estes foram avaliados em termos de durabilidade e resistência inerte. O teste de durabilidade foi avaliado quando as amostras foram submetidas a carga cíclica, gravando o tempo requerido para fratura. Todos corpos de prova submetidos à ciclagem mecânica tiveram as fraturas iniciadas na camada externa da porcelana de cobertura. Os resultados mostraram que a propagação de falhas subcríticas são semelhantes às encontradas na boca levando à fratura da porcelana de cobertura antes da fratura da infra-estrutura. O sistema Empress2/IPS Eris mostrou baixa resistência ao crescimento da fratura subcrítica, não sendo apropriado para uso em ponte fixa na região de molar.

Em 2007, Dündar e outros compararam a força de união entre discos bilaminados de cerâmica empregando duas metodologias: teste de resistência ao cisalhamento (SBS) e teste de microtração (MTBS) em quatro diferentes tipos de infraestrutura/porcelana de cobertura e avaliaram o modo de falha microscopicamente. Foram confeccionados 40 corpos de prova (n=10) para cada grupo (^{IPS}Empress/feldspática; Finesse/feldspática; Inceram/ feldspática e ^{IPS}Empress 2/flúor-apatita) que foram divididas em 5 para o teste SBS e 5 para o teste MTBS. As dimensões dos corpos de prova foram de 5mm de diâmetro por 3mm de espessura da infra-estrutura e 2mm para a porcelana de cobertura, para o teste de SBS. Para o teste de MTBS, 10mmx10mmx2mm da infra-estrutura e 2mm para a porcelana de cobertura. Todos os grupos foram mantidos em água deionizada a 37°C por uma semana. O teste de cisalhamento foi realizado em uma máquina de ensaio universal (Autograph ModelAG-50kNG, Japan) com uma velocidade de carregamento de 1mm/min até a falha, e à força aplicada na infra-estrutura o mais próximo possível da interface infraestrutura/porcelana de cobertura. O teste de microtração foi realizado em uma máquina para ensaio universal (EMIC DL-1000, Brasil) carregada para falhar a uma velocidade de 1mm/min. Diferenças significativas entre os 2 testes foram observadas para todos os espécimes ($p < 0.05$). O valor médio de SBS foi maior para o ^{IPS}Empress2/flúor-apatita (41 ± 8 MPa), ($p < 0.05$) em relação ao ^{IPS}Empress/feldspática (23 ± 4 MPa), Inceram/feldspática (26 ± 4 MPa) e Finesse/feldspática (28 ± 3 MPa). O valor médio do MTBS foi maior para o sistema Finesse/feldspática (15 ± 2 MPa) em relação ao ^{IPS}Empress/feldspática (12 ± 2 MPa), Inceram/feldspática (9 ± 1 MPa) e Empress2/fluor-apatita (9 ± 1 MPa) ($p < 0.05$). Após o teste de cisalhamento, falha coesiva foi predominante na infra-estrutura de matriz de vidro (80% finesse, 90% ^{IPS}Empress e 90% ^{IPS}Empress 2) enquanto o principal modo de falha foi adesivo para o Inceram. Após o teste de microtração todos os espécimes exibiram falhas adesiva e coesiva. O valor médio de MTBS foi maior para o Finesse em relação às outras cerâmicas testadas ($p < 0.05$) e o valor médio de SBS foi maior para o ^{IPS}Empress 2. Os autores concluíram que as duas metodologias empregadas influenciaram na resistência de união dos sistemas testados e que MTBS revelou uma distribuição mais homogênea dos

resultados com média de valores menores quando comparados com SBS. Esse, por sua vez, mostrou uma média com valores maiores e maior desvio padrão.

Øilo e outros (2008) avaliaram a influência da sinterização (número de queimas) da porcelana de cobertura, nas propriedades da infra-estrutura de zircônia (DC Zircon, DCS Dental AG). Foram confeccionados 33 corpos de prova (1,2mm x 4mm x 20mm) divididos em 3 grupos: Grupo 1 controle(n=13) sem tratamento; Grupo 2 (n=10) com uma queima (820°C) e grupo 3 (n=10) com cinco queimas [1ª para o liner (820°C); 2ª, 3ª e 4ª para a dentina (780°C) e 5ª para o glase (780°C)] em um forno de processamento de porcelana (Multimat G, Dentsply De Trey, Konstanz, Germany) de acordo com as instruções do fabricante de porcelana de cobertura compatível com a zircônia. Foi aplicado o teste de resistência à flexão, análise da fratura em microscópio, micro-dureza e rugosidade da superfície. Houve uma diferença estatística significativa entre a resistência a flexão dos 3 grupos ($p=0.001$, Kruskal-Wallis test) e micro dureza ($p<0.001$), mas não para rugosidade da superfície. Não houve mudanças dimensionais ou diferença no tipo de fratura após a queima. O grupo controle apresentou maior resistência à flexão em relação aos grupos teste ($p<0.01$) e não houve diferenças entre os grupo 2 (1 queima) e grupo 3 (5 queimas). Análise de fratura não mostrou diferença entre os grupos. A micro-dureza foi mais alta no grupo controle em relação ao grupo 2 e 3 ($p<0.001$). A temperatura influenciou nas propriedades da zircônia, reduzindo resistência à flexão e micro-dureza e o aumento do número de ciclos de queima não alterou esta variável. O presente estudo demonstrou uma resposta imediata para o tratamento térmico em relação às propriedades mecânicas, mas uma resposta longitudinal não é conhecida.

Aboushelib e outros (2008) avaliaram a força de união entre uma combinação de infra-estrutura de Zircônia (Cercon®) com porcelana prensada e infra-estrutura de Zircônia(Cercon®) com 2 coberturas: prensada e camada. Foram utilizados 15 discos de zircônia (19,4mm diâmetro e 3mm de espessura) divididos em 3 grupos, com aplicação de 3mm de porcelana de cobertura: Grupo controle (Cercon®/Cercon ceram

express); Grupo 2 (Cercon[®]/Cercon ceram express/Ceram kiss); Grupo 3 (Cercon[®]/Cercon ceram express/ Nobel rondo). Os resultados do teste de microtração não mostraram diferenças significantes entre os 3 grupos: controle (34,4 ±2,9 MPa); Grupo 2 (36,6± 5,1MPa) e Grupo 3 (36,7 ±5,1MPa). A força de união não foi afetada pelo tipo de porcelana de camada usada: Cercon ceram kiss ou Noble rondo zircônia. A análise por microscopia eletrônica de varredura (SEM) mostrou 100% de falha coesiva para o grupo controle, enquanto para os grupos 2 e 3 falha interfacial foi observada. Os autores concluíram que a técnica da dupla cobertura da infra-estrutura de cerâmica não resultou em um enfraquecimento da união permitindo uma qualidade de interface superior usando a porcelana prensada e uma estética melhor obtida com a porcelana estratificada.

O efeito da diferença estrutural entre tipos de zircônia e diferentes tratamentos de superfície, na força de união zircônia/porcelana de cobertura foram investigados por Aboushelib e outros também em 2008. O efeito dos pigmentos coloridos na estrutura microscópica das infra-estruturas também foi avaliado. Foram usados cinco tipos de zircônia (Cercon[®] branco e amarelo, Lava branca e amarela e Procera zircônia) e dois tipos de porcelana de cobertura (Noble Rondo, camada e Ceram Express,prensada) com diferentes tratamentos na zircônia: CAD/CAM com superfície serrilhada, jateamento abrasivo e aplicação de uma camada de *liner*. Para este estudo foram utilizados o teste de microtração (MTBS), microscópio eletrônico de varredura (SEM) e espectrometria dispersiva de raios X (EDX). A força de união com o pré-tratamento de jateamento abrasivo, para o Cercon[®] branco foi de 42.4MPa, para o Lava branco, 29.7MPa e para o Procera 49.8MPa. Estes valores de jateamento abrasivo foram em média maiores do que o CAD CAM com superfície serrilhada (36.5 MPa, 24.8MPa, 30.8MPa respectivamente) com a porcelana de cobertura Noble Rondo. Comparando as cores branca e amarela dos sistemas Lava e Cercon[®] o jateamento abrasivo e o teste MTBS mostrou em média valores menores para a cor amarela em comparação com a branca para ambas as porcelanas de cobertura. Aplicação de *liner* para ambas as zircônias com aplicação de porcelana de cobertura Cercon[®] ceram, foi benéfico. O mesmo não ocorreu

com aplicação da porcelana Nobel com o Lava branco, que apresentou a menor média 23.4MPa. A microscopia eletrônica de varredura mostrou que as zircônias apresentam diferentes composições estruturais e que adição de pigmentos coloridos resulta em mudança de sua estrutura. Espectrometria dispersiva de raios X mostrou que a porcentagem de Ítrio variou entre 5 e 7%, e que o pigmento básico para as infra-estruturas coloridas é o óxido férrico. A resistência de união entre a zircônia/porcelana de cobertura foi afetada, por diferenças estruturais entre infra-estrutura branca e amarela e diferentes tipos de tratamento de superfície.

A resistência ao cisalhamento entre infra-estruturas de zircônia e suas respectivas porcelanas de cobertura foram avaliadas por Guess e outros (2008) e os resultados, comparados com o padrão ouro, metal/porcelana. Adicionalmente o efeito da termociclagem no teste de cisalhamento foi investigado. Foram confeccionadas 90 infra-estruturas de zircônia com as respectivas porcelanas de cobertura (Cercon[®] base/Cercon Ceram S; Vita In-ceram YZ Cubes/Vita VM 9 e DC-Zirkon/IPS e.max Ceram) que foram divididas em grupos contendo 30 amostras. A infra-estrutura de Cercon[®] foi jateada com partículas de 110µm de óxido de Alumínio (Al₂O₃) com pressão de 2.5 bar após sinterização. Todas as infra-estruturas foram limpas em vapor e secas antes da aplicação da porcelana de cobertura que foi realizada de acordo com as instruções de cada fabricante. Para o teste de cisalhamento, metade dos corpos de prova de cada grupo (n=15) foram submetidos a 20000 ciclos de termociclagem em ciclos de 5 e 55°C por 45 s e a outra metade foi mantida seca à temperatura ambiente. A média da resistência ao cisalhamento do grupo controle metal-cerâmica (Degudent U94/Vita VM13) foi estatisticamente maior em relação às cerâmicas/porcelanas, antes e após termociclagem. O efeito da termociclagem no ensaio de cisalhamento nos grupos controle e teste não apresentou diferença significativa. Os valores médios de SBS foram para o Cercon[®] base/Cercon Ceram S (9.4Mpa); Vita In-ceram YZ Cubes/Vita VM 9 (12.5 MPa) e DC-Zirkon/IPS e.max Ceram (11,5MPa). O resultado do metal/porcelana (27.6 MPa) foi mais alto que todas as infra-estruturas/porcelanas testadas.

3- MATERIAL E MÉTODOS

Os materiais testados e suas propriedades estão descritos na Tabela 1. As combinações das infra-estruturas de zircônia e porcelanas de cobertura (N=20) foram fabricadas por um laboratório comercial habilitado tecnicamente pelo fabricante da cerâmica de zircônia.

Tabela 1. Composição e coeficiente de expansão térmica (CET) dos materiais testados.

Material	Fabricante	Composição	CET (ppm/°C)
Ceramill ZI	AmannGirrbach Pforzheim Alemanha	Oxido de Zr, ZrO ₂ (95 – 99 %) Oxido de Y, Y ₂ O ₃ (4,5 – 5,4 %) Oxido de Háfnio, HfO ₂ (< 5 %) Oxido de AL, Al ₂ O ₃ (< 0,5 %) Outros óxidos (< 0,5 %)	10,00
Ceramco PFZ [®] press	Dentsply Hanau-Wolfgang Alemanha	Dióxido de Silício, SiO ₂ (60-70 %) Oxido de AL, Al ₂ O ₃ (10-20 %) Oxido de K, K ₂ O (5-10 %) Oxido de Na, Na ₂ O (4-8 %) Oxido de antimônio, Sb ₂ O ₃ (1-2 %) Oxido de Ca, CaO (0-1,5 %) Pigmentos e outros elementos (1-2 %)	10,5
CeramcoPFZ [®] camadas	Dentsply Hanau-Wolfgang Alemanha	Sódio, Potássio e Alumino silicato (80-100 %) Oxido de estanho (0-20 %)	9,4
IPS e-max press	Ivoclar Vivadent Liechtenstein Alemanha	Dióxido de Silício, SiO ₂ (57-80 %) Oxido de Li, Li ₂ O (11-19 %) Oxido de K, K ₂ O (0-13 %) Pentóxido de fósforo, P ₂ O ₅ (0-11 %) Oxido de Zr, ZrO ₂ (0-8 %) Oxido de Zn, ZnO (0-8 %) Outros oxidos (0-8 %) Oxido colorido (0-8 %)	9,9
IPS e-max ceram	Ivoclar Vivadent Liechtenstein Alemanha	Oxido de Silício SiO ₂ (60-65 %) Oxido de Al, Al ₂ O ₃ (8-12 %) Oxido de Na, Na ₂ O (6-9 %) Oxido de Potassio, K ₂ O (6-8 %) Oxido de Zinco, ZnO (2-3 %) + CaO + P ₂ O ₅ + F Outros oxidos (2-8,5 %) Pigmentos (0,1-1,5%)	9.5

IPS e.max Ceram contém cerâmica de vidro e cristal de fluorapatita, i.e. Ca₅(PO₄)₃F.

3.1. Preparação dos corpos de prova

3.1.1. Preparação da infra-estrutura

Vinte infra-estruturas de zircônia (altura média 12,55mm e diâmetro médio 5,80mm) foram cortadas e preparadas pela técnica de fresagem em blocos de Ceramill ZI (figura 1) de acordo com uma réplica confeccionada de resina acrílica auto-polimerizável (Duralay-Reliance Dental Mfg Co Worth,IL,USA). Esta réplica foi realizada através de um molde de aço inoxidável (figura 2) com altura e diâmetro específicos confeccionados pelo departamento de Engenharia Mecânica da PUC-MG. A máquina de fresagem foi regulada de acordo com o lote dos blocos de zircônia pré-sinterizados fornecidos pelo fabricante - os blocos apresentam um fator de 0 a 8 - permitindo a confecção dos corpos de prova em um tamanho maior, para compensar a contração de 20 a 25% durante o processo de sinterização final. Os corpos de prova de zircônia (figura 3) foram pré acabados antes da sinterização com broca de tungstênio multi-laminada (Gebr.Brasseler, Alemanha) em baixa rotação e borracha exacerapol (KG soresen, Brasil) e sinterizados em um forno de alta temperatura Ceramill Therm. O ciclo tem duração de 8 horas incluindo a fase de aquecimento e resfriamento sendo, este processo, especialmente adaptado ao coeficiente de expansão térmica da zircônia. Após a sinterização não foi realizado nenhum desgaste por se tratar de um corpo cilíndrico.

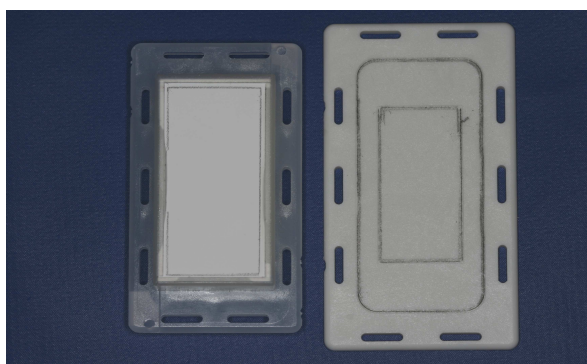


Figura1: Bloco de zircônia (Ceramill ZI) utilizado para confecção dos corpos de prova



Figura 2: Molde de aço inoxidável



Figura 3: Corpo de prova de zircônia após o corte.

Fonte: Dados da pesquisa

3.1.2. Preparação da infra-estrutura/porcelana de cobertura

Os 20 cilindros foram aleatoriamente divididos em 4 grupos (n=5) assim constituídos:

Grupo 1- Infra-estrutura Ceramill + 3mm de porcelana de cobertura prensada (IPS-emax press);

Grupo 2- Infra-estrutura Ceramill + 3mm de porcelana de cobertura prensada (Ceramco PFZ[®] press);

Grupo 3- Infra-estrutura Ceramill + 1mm de porcelana de cobertura prensada (Ceramco PFZ[®] press) + 2mm de porcelana de camada (Ceramco PFZ[®]).

Grupo 4- Infra-estrutura Ceramill + 1mm de porcelana de cobertura prensada (IPS-emax press) + 2mm de porcelana de camada(IPS-emax).

Nas infra-estruturas de Ceramill que receberam apenas as porcelanas de cobertura prensadas (Grupo 1 e 2) foi realizado um enceramento (Cera Geo Classic, Renfert) de

forma semi-circunferencial, com 3mm de espessura e 5.40mm de altura. Estas dimensões foram aferidas com um paquímetro digital (Eletronic Digital Caliper ,EUA). O conjunto cerâmica/cera foi incluído em revestimento (Heat shock, Cotia, S.P, Brasil) e levado ao forno de prensagem de acordo com as instruções do fabricante da porcelana de cobertura. Para os grupos 3 e 4 o mesmo procedimento descrito anteriormente foi realizado porém com a espessura da porcelana de cobertura prensada de 1mm . Em seguida foi aplicada a porcelana de cobertura em camada com 2mm de espessura. Este procedimento foi realizado em duas etapas. Após a queima inicial a contração da cerâmica foi compensada em uma segunda queima de correção. As dimensões da porcelana de cobertura para os quatro grupos foi aferida com um paquímetro digital procurando a padronização das amostras. O fabricante da Ceramill não tem cerâmica de cobertura própria, permite a utilização de qualquer porcelana de cobertura (prensada ou em camadas) desde que os coeficientes de expansão térmica linear sejam semelhantes ($10 \pm 0,5\text{ppm}/^{\circ}\text{C}$). Após a conclusão dos corpos de prova (figura 4) os mesmos foram armazenados em ambiente seco durante 10 dias, até a realização dos ensaios mecânicos.

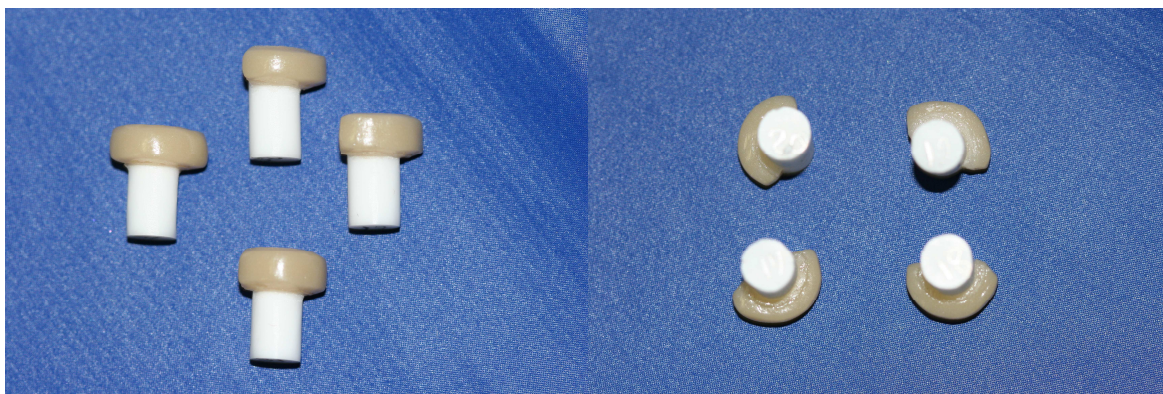


Figura 4: Corpos de prova com a porcelana de cobertura aplicada

Fonte: Dados da pesquisa

3.2- Teste de Resistência de união

Inicialmente foi calculado através de uma máquina Werth o diâmetro da porcelana de cobertura, com o objetivo de mensurar a área de união em relação à infra-estrutura, para alimentar o software da máquina no cálculo da tensão máxima de ruptura.

Os corpos de prova foram colocados na matriz de aço (figura 2) em sua perfuração central, de forma que a parte correspondente a porcelana de cobertura ficou apoiada no metal e a infra-estrutura de zircônia se encaixou no orifício permitindo o deslocamento no sentido vertical. O conjunto foi levado a máquina de ensaio para submissão ao teste de resistência ao cisalhamento.

A máquina foi programada com uma célula de carregamento em uma máquina de ensaio universal (EMIC, Equipamentos e Sistemas de Ensaio Ltda, São José dos Pinhais-PR), com célula de carga de 500kg e uma força uniaxial foi aplicada no Ceramill, no centro do seu diâmetro superior com velocidade de carregamento constante de 0,5mm/min até a fratura do corpo de prova. A velocidade de 0,50 e 0,75mm/min resultam em maiores falhas adesivas e são preferíveis para o teste de cisalhamento de acordo com Hara citado por Al Dohan (2004).

3.3- Análise Estatística

Os dados assim obtidos foram anotados e organizados em tabelas e submetidos ao testes estatísticos ANOVA e de Tukey e Bonferroni com $p < 0,05$, considerado estatisticamente significativo em todos os testes. Foram testadas a normalidade, homocedasticidade e independência dos dados, justificando o uso do teste ANOVA. Foi usado um modelo de ANOVA para dois fatores (two way) que verificou o efeito dos fatores Porcelana, Modo de aplicação e Interação.

4- ARTIGO

Resistência de união entre um sistema cerâmico de zircônia e dois sistemas de porcelana de cobertura

A. S. Castro*, P.S. Neto**, W. C. JANSEN***, *Mestranda em Clínicas Odontológicas, com ênfase em Prótese Dentária, pela Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG, Brasil, ***Departamento de Prótese Dentária da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG, Brasil, **Departamento de Engenharia Mecânica da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG, Brasil

RESUMO A resistência ao estresse da frágil porcelana de cobertura e sua união com a infra-estrutura cerâmica determinam a longevidade desse tipo de restauração no meio bucal. O propósito do atual trabalho é verificar a resistência da união entre uma infra-estrutura de zircônia e diferentes tipos de porcelana de cobertura.

Material e Métodos: Foram confeccionados 20 corpos de prova em infra-estrutura de zircônia, divididos em quatro grupos (n=5). As porcelanas foram aplicadas de forma prensada e prensada/estratificada. Os materiais usados foram: Grupo 1 o Ceramill/E-Max Ceram, Grupo 2 o Ceramill/Ceramco PFZ, Grupo 3 o Ceramill/Ceramco PFZ /Ceramco PFZ e no 4 o Ceramill/E-Max Ceram /E-Max vítrea. Os corpos de prova foram submetidos ao ensaio de cisalhamento em máquina de ensaio universal e os resultados à análise de variância (ANOVA) e ao teste de Tukey.

Resultados: Os experimentos mostraram valores médios de resistência de união de 14,43 MPa no Grupo 1, o Grupo 2 de 18,53 MPa. Nos Grupos 3 e 4 os valores encontrados foram 23,23 e 15,63 MPa, respectivamente. Os resultados não apresentaram diferenças estatisticamente significantes para os grupos experimentais. Ao contrário do verificado anteriormente, no caso do fator porcelana de cobertura os resultados apresentaram diferença estatisticamente significativa ($p=0,02$).

Conclusão: O tipo de porcelana de cobertura exerce influência na resistência de união com a cerâmica ceramill. A forma de aplicação- prensada e prensada + camadas - não influenciou os resultados.

Palavras-chave: Cerâmica, resistência de união, zircônia

Introdução

Cerâmicas desenvolvidas por meio de novas tecnologias têm permitido a confecção de infra-estruturas com propriedades mecânicas e estéticas satisfatórias, tornando as mesmas uma opção às infra-estruturas metálicas para as restaurações odontológicas (KELLY *et al.*, 1996; RAIGRODSKI., 2004). As restaurações totalmente cerâmicas vêm sendo usadas em próteses fixas unitárias e em pontes fixas proporcionando uma melhor estética, preservação da cor natural dos tecidos moles, baixo potencial alergênico e biocompatibilidade (RAIGRODSKI., 2004; MANICONE *et al.*, 2007; PIWOWARCZYK *et al.*, 2005; STUDART *et al.*, 2007).

Vários materiais podem ser usados para confecção de infra-estruturas cerâmicas, como cerâmica reforçada com leucita, cerâmica infiltrada de vidro, dissilicato de Lítio, alumina e zircônia (RAIGRODSKI.,2004).

A zircônia tem sido o material mais escolhido para a confecção de infra-estrutura por profissionais do ramo da odontologia por suportar bem o estresse clínico e exibir uma propriedade física chamada dureza transformacional (*transformation toughening*) (KELLY & DENRY, 2008). Restaurações de óxido de zircônio têm, portanto, um largo campo de utilização.

O Y-TZP (zircônia estabilizada com óxido de Ítrio) tem sido aplicado em pinos pré-fabricados para fixação intra-radicular, braquetes para ortodontia e, com a introdução da tecnologia CAD/CAM, para prótese fixa posterior e anterior, implantes e pilares (MANICONE *et al.*, 2007; DE KLER *et al.*, 2007; PIWOWARCZYK *et al.*, 2005; Al-DOHAN *et al.*, 2004).

Há diversos sistemas cerâmicos reforçados com zircônia disponíveis no mercado internacional. Entre eles existem diferenças quanto à composição e fabricação, o que altera significativamente suas propriedades físicas. Para assegurar a ótima combinação com a aplicação clínica desejada, é preciso tomar cuidado na seleção do sistema zircônia. Algumas cerâmicas desse material apresentam uma resistência de 900 MPa, enquanto outras exibem valores de resistência de 1100 MPa (MANICONE *et al.*, 2007).

Vários estudos têm avaliado as propriedades da infra-estrutura de cerâmica e da porcelana de cobertura separadamente. Porém, um conhecimento da influência dessas propriedades no conjunto infra-estrutura/porcelana se faz necessário para estimar a durabilidade das restaurações no meio bucal. Fabricantes e pesquisadores têm concentrado

suas atenções no aumento da resistência da infra-estrutura, enquanto a união entre elas não vem sendo adequadamente considerada (MANICONE *et al.*, 2007; ABOUSHELIB, 2007). Os resultados de estudos que avaliaram a união infra-estrutura/porcelana indicam que vários fatores podem influenciá-la entre eles a diferença de coeficiente de expansão térmica, o baixo ângulo de contato entre infra-estrutura/porcelana de cobertura, a superfície final da infra-estrutura e a cor da mesma. Também influenciam a união desses materiais o tipo de porcelana de cobertura, o método de aplicação, o uso ou não do *liner*, a localização da porcelana, a formação de bolhas e a transformação de cristais de zircônia na interface (MANICONE, *et al.*, 2007; Al DOHAN *et al.*, 2004; GUAZZATO *et al.*, 2004a; GUAZZATO *et al.*, 2004b; ABOUSHELIB *et al.*, 2005; ABOUSHELIB *et al.*, 2006; ABOUSHELIB *et al.*, 2008a e b).

Até hoje, não se conseguiu medir com a necessária eficácia o sucesso e a longevidade clínica das restaurações de zircônia/porcelana. Falhas coesivas na porcelana de cobertura e falhas adesivas entre infra-estrutura/porcelana de cobertura são demonstradas em vários trabalhos (DUNDAR *et al.*, 2007; MANICONE *et al.*, 2007; Al DOHAN *et al.*, 2004; ABOUSHELIB, 2006).

Enquanto uma adequada força de união entre metal e porcelana já foi mensurada cientificamente (25 MPa; ISO 9693), a união ideal para cerâmica/porcelana ainda não foi determinada (Al DOHAN *et al.*, 2004; DUNDAR *et al.*, 2007). O uso clínico da infra-estrutura de zircônia tende a seguir orientação do fabricante em relação à porcelana de cobertura, que pode ser uma cobertura própria ou porcelanas (feldspáticas ou de vidro de fluorapatita) com coeficientes de expansão térmica compatíveis.

Como os estudos que empregam ensaios mecânicos para testar a resistência de união zircônia/porcelana apresentam resultados conflitantes (DUNDAR *et al.*, 2007; KELLY & DENRY, 2008) e os materiais disponíveis no mercado nacional são escassos, o objetivo deste trabalho é investigar a resistência de união entre uma infra-estrutura Y-TZP com dois diferentes tipos de porcelana de cobertura - prensada e prensada com camada - em relação a resistência de união.

Material e Métodos

Preparação dos corpos de prova

Os materiais testados e suas propriedades estão descritos na Tabela 1. As combinações das infra-estruturas de zircônia e porcelanas de cobertura (N=20) foram fabricadas por um laboratório comercial habilitado tecnicamente pelo fabricante da cerâmica. Vinte infra/estruturas de zircônia (altura média 12,55mm e diâmetro médio 5,80mm) foram cortadas e preparadas pela técnica de fresagem em blocos de Ceramill ZI . Tais infra-estruturas foram divididas em quatro grupos (n=5), de acordo com a porcelana e modo de aplicação. No Grupo 1 utilizou-se infra-estrutura de zircônia (ceramill) + 3mm de porcelana de cobertura prensada (IPS-emax *press*). No Grupo 2, infra-estrutura de zircônia (ceramill) + 3mm de porcelana de cobertura prensada (Ceramco PFZ[®] *press*). No 3, infra-estrutura de ceramill + 1mm de porcelana de cobertura prensada (Ceramco PFZ[®] *press*) + 2mm de porcelana de camada (Ceramco PFZ[®]) e no 4 infra-estrutura de ceramill + 1mm de porcelana de cobertura prensada (IPS-emax *press*) + 2mm de porcelana de camada(IPS-emax).

Tabela 1. Composição e coeficiente de expansão térmica (CET) dos materiais testados.

Material	Fabricante	Composição	CET (ppm/°C)
Ceramill ZI	Amanngirrbach Pforzhelm Alemanha	Oxido de Zr, ZrO ₂ (95 – 99 %) Oxido de Y, Y ₂ O ₃ (4,5 – 5,4 %) Oxido de Háfnio, HfO ₂ (< 5 %) Oxido de AL, Al ₂ O ₃ (< 0,5 %) Outros óxidos (< 0,5 %)	10,00
Ceramco PFZ [®] <i>press</i>	Dentsply Hanau-Wolfgang Alemanha	Dióxido de Silício, SiO ₂ (60-70 %) Oxido de AL, Al ₂ O ₃ (10-20 %) Oxido de K, K ₂ O (5-10 %) Oxido de Na, Na ₂ O (4-8 %) Oxido de antimônio, Sb ₂ O ₃ (1-2 %) Oxido de Ca, CaO (0-1,5 %) Pigmentos e outros elementos (1-2 %)	10,5
CeramcoPFZ [®] camadas	Dentsply Hanau-Wolfgang Alemanha	Sódio, Potássio e Alumino silicato (80-100 %) Oxido de estanho (0-20 %)	9,4

IPS e-max press	Ivoclar Vivadent Liechtenstein Alemanha	Dióxido de Silício, SiO ₂ (57-80 %) Oxido de Li, Li ₂ O (11-19 %) Oxido de K, K ₂ O (0-13 %) Pentóxido de fósforo, P ₂ O ₅ (0-11 %) Oxido de Zr, ZrO ₂ (0-8 %) Oxido de Zn, ZnO (0-8 %)	9,9
IPS e-max ceram	Ivoclar Vivadent Liechtenstein Germany	Oxido de Silício SiO ₂ (60-65 %) Oxido de Al, Al ₂ O ₃ (8-12 %) Oxido de Na, Na ₂ O (6-9 %) Oxido de Potássio, K ₂ O (6-8 %) Oxido de Zinco, ZnO (2-3 %) + CaO + P ₂ O ₅ + F Outros oxidos (2-8,5 %) Pigmentos (0,1-1,5%)	9.5

IPS e.max Ceram contém cerâmica de vidro e cristal de fluorapatita, i.e. Ca₅(PO₄)₃F.

Teste de Resistência de união

Os corpos de prova foram submetidos ao teste de resistência em uma máquina de ensaio universal (EMIC, Equipamentos e Sistemas de Ensaio *Ltda*, São José dos Pinhais-PR) com célula de carga de 500 kg e carga uniaxial (F) aplicada no centro da zircônia com velocidade constante de 0,5mm/min até a fratura do corpo de prova. Os dados de força de ruptura foram fornecidos por um sistema de *soft ware* da máquina.

Análise Estatística

Os resultados de cada grupo foram analisados pelos testes estatísticos ANOVA e de Tukey e Bonferroni com $p < 0,05$, considerado estatisticamente significativo em todos os testes.

Resultados

Todos os grupos testados mostraram falha coesiva com a porcelana de cobertura e também falha adesiva entre a infra-estrutura e a porcelana de cobertura. O modo de aplicação - prensada e prensada/camadas - e a interação do material em relação a ele não apresentaram diferença estatisticamente significativa para a tensão de ruptura. A tabela 1 indica os dados originais que caracterizam a amostra e o gráfico 1 mostra o comportamento das variáveis.

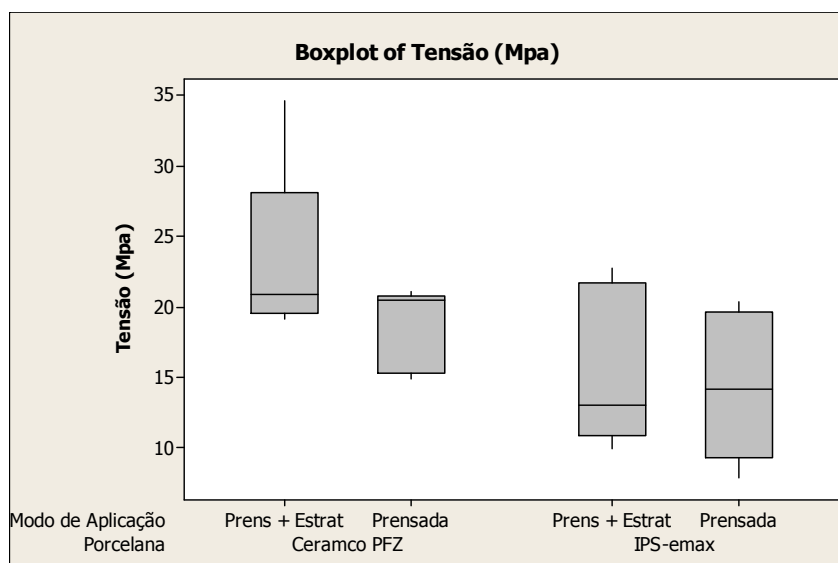
Tabela 1: Porcelana de cobertura e forma de aplicação.

Fonte: Dados da pesquisa

Porcelana	Forma de aplicação	N	Media	Desvio Padrão	Q1_1	Mediana	Q3_1	Mínimo	Máximo
Ceramco PFZ	Prens + Estrat.	5	23,23	6,41	19,53	20,9	28,09	19,11	34,57
	Prensada	5	18,53	2,97	15,31	20,46	20,8	14,89	21,13
IPS-emax	Prens + Estrat.	5	15,63	5,69	10,89	13,01	21,68	9,94	22,78
	Prensada	5	14,43	5,28	9,34	14,18	19,66	7,92	20,34

Gráfico 1 :forma de aplicação

Fonte: Dados da pesquisa



As suposições de normalidade, homocedasticidade e independência foram verificadas nos resíduos do modelo. No gráfico de probabilidade normal o valor-p resultante do teste de $0,07 > 0,05$, indicou que a hipótese de normalidade dos resíduos não deve ser rejeitada. O valor p obtido para o teste de Levene's foi igual a 0,837, o que resulta na não rejeição da hipótese nula. O gráfico de resíduos apresentou um comportamento aleatório em torno de 0, mostrando uma independência dos resíduos.

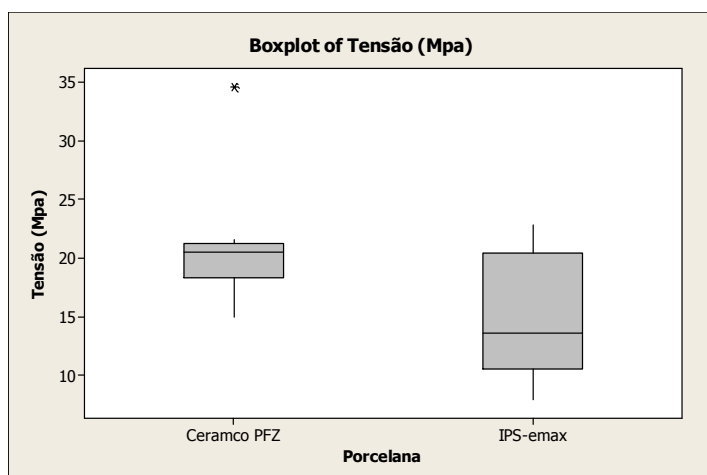
O valor médio para tensão de ruptura, levando em consideração apenas o fator porcelana foi estatisticamente significativo ($p=0,02$) (tabela 2 e gráfico 2). O modo de aplicação ($p=0,22$) e interação material x situação ($p=0,46$) não apresentaram diferenças significativas. No teste de Tukey concluiu-se que a verdadeira diferença (da população) entre as porcelanas (IPS-Emax) se encontra entre -10,98 e -0,8742 (tensão de ruptura). Isto é a porcelana Ceramco tem valores maiores que IPS-Emax em torno de 10,98 e 0,8742 MPa. (Anexo Análise Estatística)

Tabela 2: tipo de porcelana

Fonte: Dados da pesquisa

Porcelana	N	Média	Desvio Padrão	Mínimo	Q1	Mediana	Q3	Máximo
Ceramco PFZ	10	20,88	5,32	14,89	18,26	20,47	21,25	34,57
IPS-emax	10	15,03	5,21	7,92	10,56	13,59	20,4	22,78

Gráfico2: tipo de porcelana Fonte: Dados da pesquisa



Discussão

Este estudo avaliou a resistência de união da zircônia Ceramill com dois tipos de porcelanas de cobertura e apresentou resultados que mostraram diferença estatisticamente significativa ($p<0,05$) em relação ao tipo de porcelana empregada. A porcelana de cobertura

Ceramco (20.88 ± 5.32 MPa) registrou maior valor de resistência em relação à IPS-Emax (15.03 ± 5.21). Esses resultados corroboram com os achados de vários estudos que mostram que o tipo de porcelana de cobertura influencia na resistência de união (ABOUSHELIB *et al.*, 2006; ABOUSHELIB *et al.*, 2008; GUESS *et al.*, 2008).

A introdução da cerâmica de zircônia na odontologia como infra-estrutura, devido à sua característica de dureza, estética e biocompatibilidade (GUAZZATO *et al.*, 2004a; RAIGRODSKI, 2004; KELLY & ISABELLY, 2008), não resolveu o problema da fragilidade da porcelana de cobertura, não causando impacto na resistência do conjunto (GUAZZATO *et al.*, 2004b; WHITE, 2005). Os dados obtidos em nosso estudo mostraram a ocorrência de fratura entre a porcelana de cobertura e a estrutura de zircônia. O Ceramill manteve-se intacto. Tais observações são consistentes com estudos encontrados na literatura, nos quais os materiais de cobertura da infra-estrutura de zircônia aparecem como um dos principais fatores para o surgimento das falhas observadas nas restaurações ceramo-porcelanas (GUAZZATO *et al.*, 2004; WHITE, 2005; ABOUSHELIB *et al.*, 2006; ABOUSHELIB *et al.*, 2008; GUESS, 2008). A observação dos corpos de prova após a fratura mostrou uma falha interfacial e coesiva da porcelana de cobertura. O tipo de fratura verificado no atual trabalho aparece também em estudos anteriores (Al DOHAN *et al.*, 2004; ABOUSHELIB *et al.*, 2007).

Várias metodologias têm sido usadas para mensurar uma adequada resistência de sistemas totalmente cerâmicos, entre elas teste flexão de três pontos, resistência a flexão biaxial, resistência ao cisalhamento, micro tração (GUAZZATO *et al.*, 2004; PITTAYACHAWAN *et al.*, 2007; DUNDAR *et al.*, 2007). Os dados para um adequado padrão e uma mínima força requerida para união da cerâmica/porcelana não foram ainda cientificamente determinados, ao contrário do que já ocorreu no caso do metal/porcelana (ISO 9693). Entre os testes que verificam a resistência de união, os mais usados são os de micro tração e resistência ao cisalhamento, mesmo assim seus resultados não podem ser extrapolados diretamente para situações clínicas. Diferentes combinações de cerâmica/porcelana resultaram em altos valores no teste de micro tração (ABOUSHELIB *et al.*, 2005) quando comparadas aos baixos valores de micro tração encontrados por Dundar e outros (2007). A conclusão do atual estudo confirma os resultados de Aboushelib e outros (2008a), em que o fator processo de aplicação da porcelana de cobertura não foi significativo, enquanto o fator material de cobertura foi significativo. Vale ressaltar que o método empregado em nosso trabalho (cisalhamento) foi diferente do utilizado

por Aboushelib (micro tração). Os resultados obtidos por Guess e outros (2008) usando o IPS e.max Ceram (11.50MPa) para uma infra estrutura de zircônia (DC-Zirkon), diferente da usada no atual trabalho (ceramill), foram, em média, menores que os obtidos neste estudo. Aqui encontramos valores médios de 14.43MPa e 15.63MPa para as porcelanas prensadas e prensada + camadas, respectivamente. Essa pequena diferença pode ser atribuída ao fato de a primeira camada de porcelana ter sido prensada. Acreditamos que, do ponto de vista da resistência de união, o processo com porcelana prensada tende a ser mais efetivo, uma vez que não depende da “molhabilidade” da superfície de contato entre a cerâmica e a porcelana.

Porcelanas prensadas foram introduzidas para melhorar a força de união entre cerâmica/porcelana comparadas com as porcelanas de camadas (ABOUSHLIB, 2006), mas sua aplicação é limitada devido à cor monocromática da porcelana prensada, que não permite uma estética satisfatória como a obtida com o uso de porcelana de camadas. A adição de porcelana de camadas sobre porcelana prensada no grupo IPS Emax (15.63MPa) e Ceramco PFZ (23.23MPa) não apresentou diferenças estatisticamente significantes em relação à porcelana apenas prensada do IPS Emax (14.43MPa) e Ceramco PFZ (18.53). A forma de aplicação prensada/ camada sobre a zircônia Ceramill não influenciou a resistência de união, conforme resultados já apurados por Aboushelib e outros (2008a).

Vários fatores influenciam a resistência de união da infra-estrutura de cerâmica e a porcelana de cobertura, como o uso ou não do *liner*, jateamento da superfície, coeficiente de expansão térmica linear e número de queimas da porcelana de cobertura. Estudos mostram que o uso do *liner* pode reduzir ou melhorar a resistência de união, de acordo com o tipo de infra-estrutura usada (ABOUSHLIB *et al.*, 2006 e 2008b). Mostram também que o jateamento com partículas de óxido de Alumínio resulta em defeitos na interface que podem causar falha adesiva (DE KLER *et al.*, 2007). O uso de duas queimas para aplicação da porcelana de cobertura - Grupos 3 e 4 - não influenciou os resultados de resistência de união em relação ao grupo 1 e 2, o que confirma estudo de Oilo e outros (2008), no qual a modificação estrutural da zircônia ocorre na primeira queima e não é alterada após novos ciclos.

A diferença do coeficiente de expansão térmica entre a cerâmica para infra-estrutura e a porcelana de cobertura deve ser compatível. A porcelana de cobertura deve apresentar um coeficiente negativo ou igual à cerâmica de infra-estrutura. Isso evita fratura da porcelana de cobertura quando o coeficiente é positivo (DE KLER *et al.*, 2007; ABOUSHLIB *et al.*, 2005).

Os testes realizados não mostram nenhuma perda de material devido à relação positiva da Ceramco (10.5) em comparação com o Ceramill (10), mas o estresse residual que pode ocorrer com tempo nessas infra-estruturas não foi avaliado neste estudo.

O atual trabalho, apesar de suas limitações, pode sugerir que porcelanas de cobertura - na forma de aplicação prensada e em camadas - mostraram uma boa resistência de união e que o tipo de porcelana de cobertura utilizado tem influência nessa propriedade. Mais estudos são necessários para avaliação de fatores que possam melhorar a união cerâmica/porcelana, pois o uso de um material altamente resistente como a zircônia não melhorou a fragilidade da porcelana de cobertura. A durabilidade clínica e a longevidade das restaurações dependem de uma adequada performance do conjunto cerâmica/porcelana.

5- CONCLUSÃO

Com os resultados obtidos neste trabalho parece lícito concluir que:

1-O tipo de porcelana de cobertura influenciou a resistência de união com a cerâmica ceramill, sendo a tensão de ruptura maior para Ceramco PFZ[®] que para a IPS-Emax .

2- O modo de aplicação da porcelana de cobertura – prensada e prensada + camadas- não influenciou na resistência de união com a cerâmica Ceramill.

3- O modo de fratura de todos os materiais e técnicas avaliadas foi coesivo na porcelana de cobertura e adesivo entre infra-estrutura e porcelana de cobertura.

REFERÊNCIAS:

1. ABOUSHELIB, Moustafa N; KLEVERLANN, Cornelis J; FEILZER, Albert J. N. *et al.* Microtensile bond strenght of different components of core veneered all-ceramic restorations. **Dental Materials**, v. 21, p.984-991, 2005.
2. ABOUSHELIB, Moustafa N; KLEVERLANN, Cornelis J; FEILZER, Albert J. Microtensile bond strenght of different components of core veneered all-ceramic restorations. Part II: Zirconia veneering ceramics. **Dental Materials**, v. 22, p.857-863, 2006.
3. ABOUSHELIB, M. N. *et al.* Effect of loading method on the fracture mechanics of two layered all-ceramic restorative systems. **Dental Materials**, v..23, p.952-959, 2007.
4. ABOUSHELIB, Moustafa. N; KLEVERLANN, Cornelis J; FEILZER, Albert J. Effect of zirconia type on its bond strength with different veneer ceramics. **Journal of Prosthodontics**, v. XX, p.1-8, Mar,2008a.
5. ABOUSHELIB, Moustafa N; KLEVERLANN, Cornelis J; FEILZER, Albert J. N. *et al.* Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. Part 3: Double Veneer Technique. **Journal of Prosthodontics**, v.17, p.9-13, 2008b
6. AI-DOHAN,H.M *et al.* Shear strenght of core-veneer interface in bi-layered ceramics. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v.91, p.349-55, 2004.
7. ASSIS, João Marcos Kruszynski. Estudo comparativo de compósitos Alumina-Zircônia tetragonal e de cerâmicas de Alumina aditivada com Nióbia para aplicações estruturais, 2008. **Dissertação (Mestrado)** em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de materiais e sensores, INPE, São José dos Campos, São Paulo.
8. CAVALCANTI, Andréa Araújo de Nóbrega. **Características da união à cerâmica de Zircônia tetragonal policristalina contendo Itrio**.UNICAMP, 2008, tese (Doutorado)-Universidade Estadual de Campinas,São Paulo. Disponível em: [HTTP:libdigi.unicamp.br/](http://libdigi.unicamp.br/) Acesso em 05 out.2008.
9. CHEVALIER, Jérôme. What future for zirconia as a biomaterial. **Biomaterials**, v.27, p.535-543, 2006
10. DE JAGER, Niek; KLER, Marcel de; ZEL, Jef van der. The influence of different core material on the FEA-determined stress distribution in dental crowns. **Dental Materials**,

v.22, p.234-242, 2006

11. DE KLER, M. *et al.* Influence of thermal expansion mismatch and fatigue loading on phase changes in porcelain veneered Y-TZP zirconia discs. **Journal of Oral Rehabilitation**, v.34, p.841-847, 2007
12. DIAS, A.H. M *et al.* Avaliação mecânica e microestrutural da interface ceramo-cerâmica. **Cienc Odontol Bras** , v.2, n.8, p. 31-38, Abr/jun.2005
13. DUNDAR, Mine *et al.* Comparison of two bond strenght testing methodologies for bilayered all-ceramics. **Dental Materials**,v.23,p.630-636;2007
14. GUAZZATO, Massimiliano *et al.* Strenght,reliability and mode of fracture of bilayered porcelain/zirconia (Y-TZP) dental ceramics. **Biomaterials**,v.25, p.5045-5052, 2004a.
15. GUAZZATO, Massimiliano *et al.* Strenght,fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. **Dental Material**,v.20, p.449-456, 2004b.
16. GUESS, Petra C. *et al.* Shear bond strengths between different zirconia cores and veneering ceramics and their susceptibility to thermocycling. **Dental Materials**,v.24, p.1556-1567, 2008
17. ISO 9693. Metal Ceramic Bond characterization (Schwickerath crack initiation test). Geneva, Switzerland: **International Organization for Standardization**; 1999.
18. KELLY, J. Robert; NISHIMURA, Ichiro ; CAMPBELL, Stephen J. *et al.* Ceramics in dentistry: Historical roots and current perspectives. **The Journal of Prosthetic Dentistry**,v.75,p.18-32,1996.
19. KELLY, J. Robert; DENRY, Isabelle; Stabilized zirconia as a structural ceramic: An overview. **Dental Materials**, v.24, p.289-298, 2008
20. LUTHY, H. F *et al.* Strenght and reliability of four-unit all ceramic posterior bridges. **Dental Materials**,v.21,p.930-937, 2005
21. MANICONE, P. F., IOMMETTI, P. R.; RAFAELLI,L. An overview of zircônia ceramics: Basic properties and clinical applications. **Journal of Dentistry** ,v.35, p.819-826, 2007.
22. OILO, Marit; GJERDET, Nils Roar; TVINNEREIM, Helene.The firing procedure influences properties of a zirconia core ceramic. **Dental Materials**, v. 24, n.4, p.471-475,

Abr.2008.

23. PICONI, C. & MACCAURO, G. Zirconia as a ceramic biomaterial. **Biomaterials**, v.20, p.1-25, 1999.
24. PIWOWARCZYK, Andree *et al.* A Clinical report and overview of scientific studies and clinical procedures conducted on the 3M ESPE lava all-ceramic system. **Journal of Prosthodontics**, v.14, n.1, p.39-45, March.2005
25. PITTAYACHAWAN, Piyapanna *et al.* The Biaxial flexural strenght and fatigue property of Lava Y-TZP dental ceramic. **Dental Materials**, v.23, p.1018-1029, 2007
26. PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DE MINAS GERAIS. Pró-Reitoria de Graduação. Sistema de Bibliotecas. **Padrão PUC Minas de normalização**: normas da ABNT para apresentação de trabalhos científicos, teses, dissertações e monografias. Belo Horizonte, 2008. Disponível em: <HTTP://www.pucminas.br/biblioteca>. Acesso em: 20 dez. 2008.
27. RAIGRODSKI, Ariel J. Contemporary materials and technologies for all-ceramic fixed partial dentures: A review of the literature. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v.92, p.557-562,2004
28. SILVA, Mônica Beraldo Fabrício da. Zircônio. **Balanço Mineral Brasileiro**, 2001,p.1-19 disponível em www.dnppm.gov.br. Acesso em: 12 de out. 2008
29. STUDART, André R. *et al.* Mechanical and fracture behavior of veneer-framework composites for all-ceramic dental bridges. **Dental Materials**, v.23, p.115-123, 2007a.
30. STUDART, André. R. *et al.* Cyclic fatigue in water of veneer-framework composites for all-ceramic dental bridges. **Dental Materials**, v. 23,p.177-185, 2007b.
31. VAN DER BILT, A. *et al.* Bite force and electromyograpy during maximum unilateral and bilateral clenching. **European Journal of Oral Sciences**, v.116, p.217-222, 2008
32. WHITE, S.N. *et al.* Flexural strength of layered zirconia and porcelain dental all-ceramic system. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v.94, n.2, p.125-31, Aug.2005

ANEXO A - Análise Estatística

Análise Estatística

Priscila Freitas da Silva

priscasilva@yahoo.com.br / (31) 8778-3060

OBJETIVO:

Analisar a Tensão de ruptura de cerâmicas de zircônia associadas a dois tipos de porcelana em dois modos de aplicação diferentes.

Variável Resposta: Tensão de Ruptura

Fatores: Variáveis que desejamos saber qual a influência na variável resposta.

Fator 1: Porcelana, níveis:

- IPS-emax press
- Ceramco PFZ® press

Fator 2: Modo de Aplicação, níveis:

- cobertura prensada
- Cobertura Prensada Estratificada

Divisão do trabalho:

1 - Análise descritiva

- Fator Porcelana
- Fator Modo de Aplicação
- Interação entre os fatores Porcelana e Modo de Aplicação.

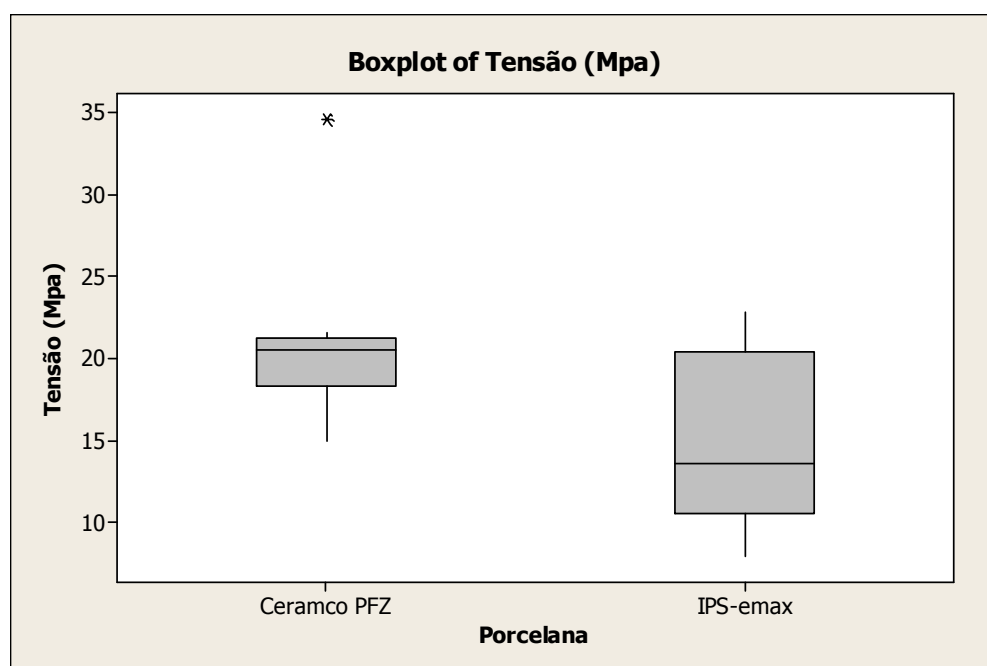
2 – Teste Estatístico

3 – Testes de comparações Múltiplas

1 – Análise Descritiva

1.1 – Fator Porcelana

Porcelana	N	Média	Desvio Padrão	Mínimo	Q1	Mediana	Q3	Máximo
Ceramco PFZ	10	20,88	5,32	14,89	18,26	20,47	21,25	34,57
IPS-emax	10	15,03	5,21	7,92	10,56	13,59	20,4	22,78

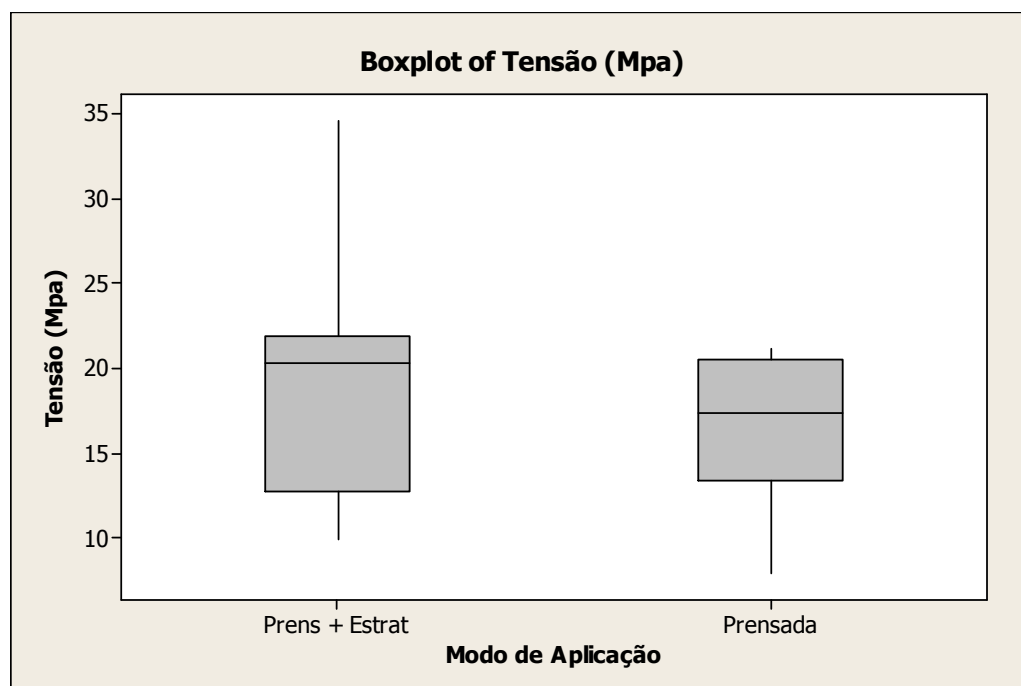


No gráfico acima são considerados apenas o fator porcelana, independente do modo de aplicação utilizado. Analisando o gráfico é possível perceber que a porcelana Ceramco apresenta valores mais homogêneos (tamanho das caixas) e maiores e também a presença de um outlier (valor discrepante dos demais, asterisco acima do gráfico). Na tabela acima do gráfico essas análises podem ser quantificadas note que a média da Ceramco é bem maior que a média da IPS, nota-se também que o desvio padrão (medida de Variabilidade) de ambas porcelanas são muito parecidas, no entanto analisando o gráfico percebe-se que a Ceramco apresenta uma menor variabilidade e que possivelmente esse outlier esteja aumentando essa variabilidade

(desvio padrão) e mascarando a variabilidade real dos dados. Nessa primeira análise podemos dizer que possivelmente o teste estatístico irá detectar uma diferença entre a tensão de ruptura nas diferentes porcelanas

1.2.- Fator modo de aplicação

Modo de Aplicação	N	Média	Desvio Padrão	Mínimo	Q1	Mediana	Q3	Máximo
Prens + Estrat	10	19,43	6,98	9,94	12,72	20,27	21,9	34,57
Prensada	10	16,48	4,58	7,92	13,32	17,34	20,46	21,13

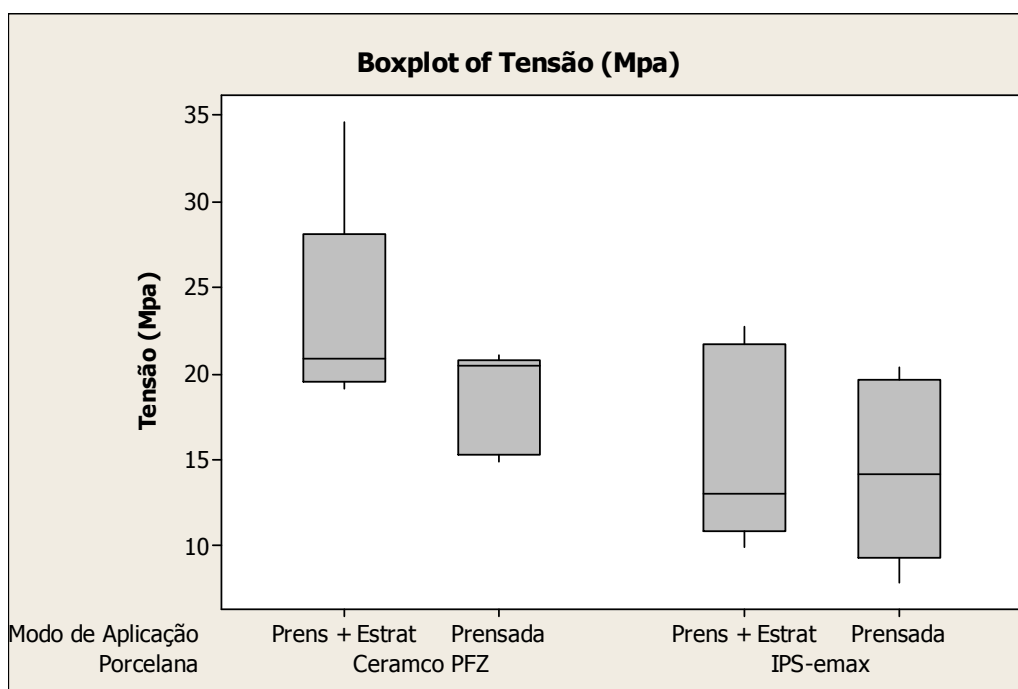


Nesta análise foi considerado apenas o modo de aplicação independente do tipo de porcelana. Na análise gráfica pode-se perceber que a modo de aplicação Prensada possui uma distribuição mais homogênea que o modo de aplicação prensada e estratificada (perceptível pela distribuição dos dados em relação a traço dentro da caixa que é a medida central dos dados – Mediana, quanto mais homogêneo a distribuição mais esse traço dividirá essa caixa em dois lados iguais). Nota-se ainda na análise gráfica que os dados do modo de aplicação prensada e estratificada possui

uma variabilidade maior que o modo de aplicação prensada e uma distribuição mais heterogênea. Essas análises são quantificadas pela tabela acima do gráfico, note que as diferenças entre as médias e o desvio padrão são muito pequenas o que nos dá uma indicativa de que o teste estatístico não encontrará uma diferença estatisticamente significativa com relação ao modo de aplicação

1.2.– Interação Material x Situação

<i>Material</i>	<i>Situação</i>	<i>N</i>	<i>Media</i>	<i>Desvio Padrão</i>	<i>Q1_1</i>	<i>Mediana</i>	<i>Q3_1</i>	<i>Mínimo</i>	<i>Máximo</i>
Ceramco PFZ	Prens + Estrat	5	23,23	6,41	19,53	20,9	28,09	19,11	34,57
	Prensada	5	18,53	2,97	15,31	20,46	20,8	14,89	21,13
IPS-emax	Prens + Estrat	5	15,63	5,69	10,89	13,01	21,68	9,94	22,78
	Prensada	5	14,43	5,28	9,34	14,18	19,66	7,92	20,34



Nesta análise os dados são considerados de acordo com a porcelana e modo de aplicação (Interação entre os dois fatores). Na análise gráfica podemos perceber que a porcelana IPS possui uma distribuição muito mais homogênea entre os modos de aplicação do que a porcelana Ceramco, nota-se também que a porcelana Ceramco apresenta uma distribuição heterogênea dentro dos modos de aplicação e entre eles. Na porcelana IPS a variabilidade dos dados é muito parecida quando comparamos os modos de aplicação (Tamanho das caixas) enquanto na Ceramco isso não é tão visível. Analisando os gráficos como um todo não é possível identificar nenhum fator comum ou diferença muito visível apenas nota-se com maior nitidez a diferença entre as porcelanas.

2 - Teste Estatístico

Neste trabalho nosso interesse é saber se há diferença na Tensão de Ruptura quando variamos o tipo de porcelana utilizada, e o modo de aplicação e se há interação entre esses fatores, isto é se quando associamos um tipo de porcelana a um modo de aplicação específico mudamos a tensão de ruptura. Para testar essas teorias utilizaremos a ANOVA – Análise de Variância.

A Anova é um teste estatístico paramétrico, isto é faz suposições sobre a amostra testada.

As hipóteses testadas na ANOVA são:

H_0 : O Fator influencia na resposta

H_1 : O Fator não influencia na resposta

O nível de significância adotado no teste é de 0,05%. Logo a hipótese nula só será rejeitada se o p-valor for menor que 0,05.

General Linear Model: Tensão (Mpa) versus Porcelana; Modo de Aplicação

Factor	Type	Levels	Values
Porcelana	fixed	2	Ceramco PFZ; IPS-emax
Modo de Aplicação	fixed	2	Prens + Estrat; Prensada

Analysis of Variance for Tensão (Mpa), using Adjusted SS for Tests						
Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Porcelana	1	171,05	171,05	171,05	6,21	0,024
Modo de Aplicação	1	43,31	43,31	43,31	1,57	0,228
Porcelana*Modo de Aplicação	1	15,30	15,30	15,30	0,56	0,467
Error	16	440,56	440,56	27,54		
Total	19	670,22				

S = 5,24741 R-Sq = 34,27% R-Sq(adj) = 21,94%

Unusual Observations for Tensão (Mpa)

Obs	(Mpa)	Fit	SE Fit	Residual	St Resid
15	34,5700	23,2260	2,3467	11,3440	2,42 R

R denotes an observation with a large standardized residual. Fonte: Minitab 14

De acordo com o resultado da Anova no quadro anterior apenas o fator porcelana foi estatisticamente significativo, isto-é a tensão de ruptura varia de acordo com o tipo de porcelana utilizada, analisando por este principio chegamos a conclusão que a tensão de ruptura não apresenta diferença estatisticamente significativa quando variamos o modo de aplicação ou quando associamos o modo de aplicação ao tipo de porcelana.

O teste de comparação múltipla (teste de Tukey) irá quantificar essa diferença.

3.-.Teste de Tukey - Comparações Múltiplas

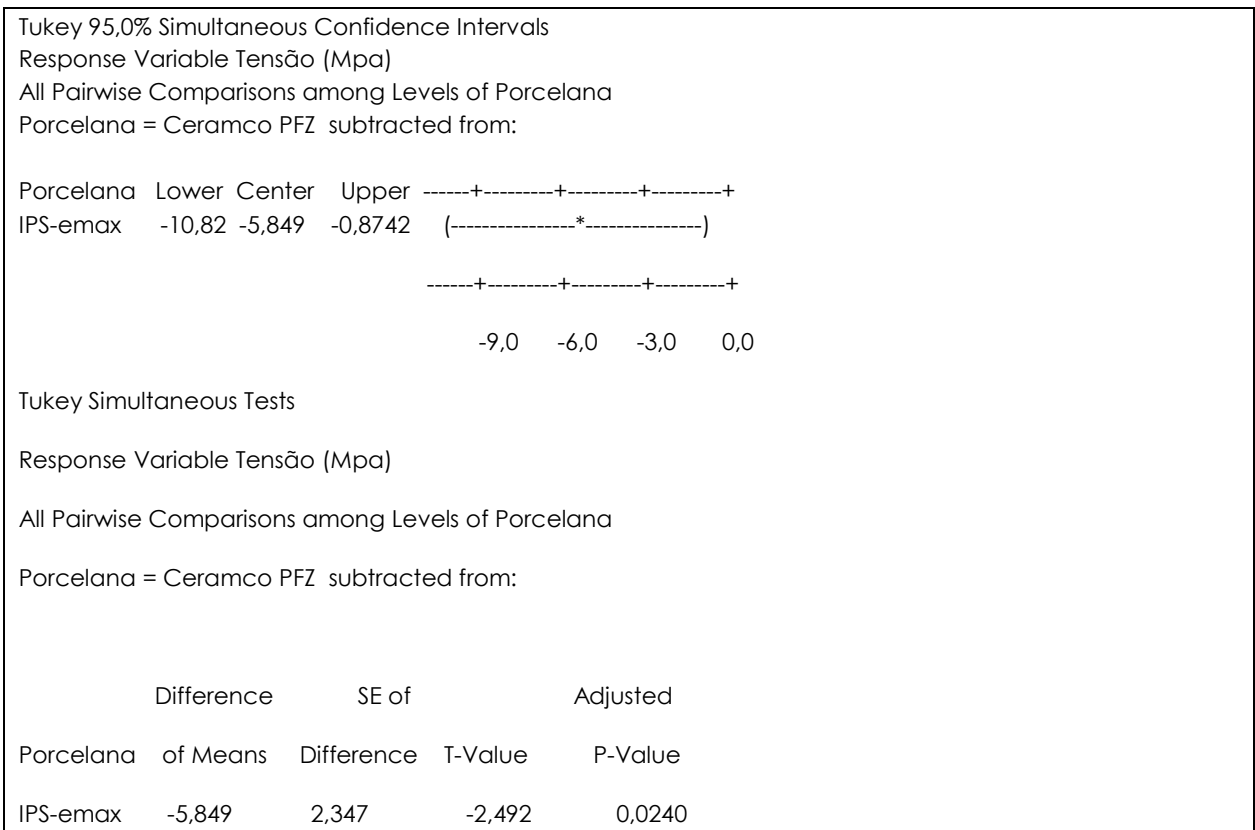
Agora nosso interesse é saber dentro de cada hipótese testada na ANOVA, que foi estatisticamente significativa, onde está a diferença, isto é sabemos que o tipo de porcelana influencia na Tensão de ruptura, mas não temos a quantificação dessa diferença. Para responder a essa pergunta utilizamos um método chamado de comparação múltipla, esse método compara as médias individuais dos tratamentos.

O teste utilizado é o teste de Tukey e as hipóteses testadas são:

$H_0: \mu_i = \mu_j$ (os tratamentos são iguais)
 $H_1: \mu_i \neq \mu_j$ (os tratamentos não são iguais)
 Onde:
 μ_i : Média do tratamento i , $i = \{1,2,3,..\}$

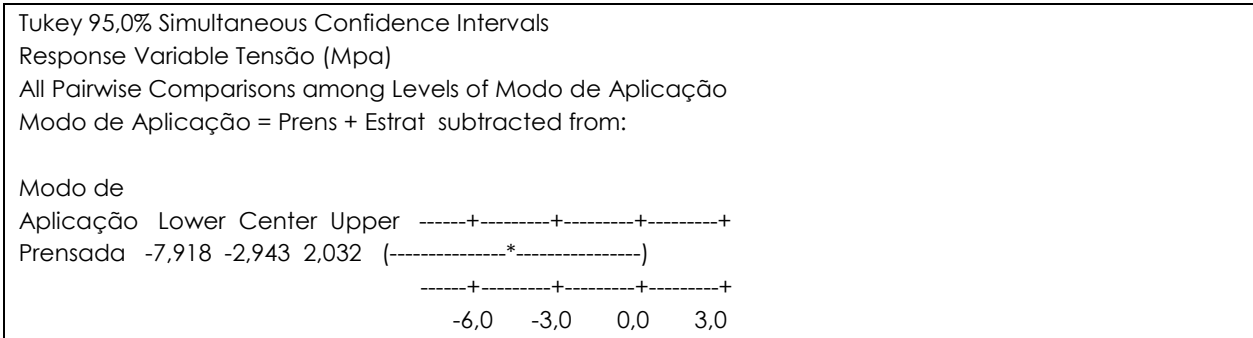
Neste teste o nível de significância utilizado é de 0,05 logo só rejeitaremos a hipótese nula se o p-valor for menor que 0,05.

3.1 Fator Porcelana



No primeiro quadro temos o intervalo de confiança de 95% para a diferença entre os materiais e no segundo quadro temos o teste atesta a diferença entre as porcelanas. A interpretação do intervalo de confiança e o seguinte: concluímos que a verdadeira diferença (da população) entre as porcelanas (IPS-Emax) se encontra entre -10,98 e -0,8742 (Tensão de ruptura). Isto é a porcelana Ceramco tem valores maiores que IPS-Emax em torno de 10,98 e 0,8742 Mpa (se o valor da tensão de ruptura da porcelana IPS-Emax for 0, o valor da tensão de ruptura para a porcelana Ceramco será entre 0,8742 e 10,98)

3.1 Fator Modo de Aplicação



Tukey Simultaneous Tests
 Response Variable Tensão (Mpa)
 All Pairwise Comparisons among Levels of Modo de Aplicação
 Modo de Aplicação = Prens + Estrat subtracted from:

Modo de Aplicação	Difference of Means	SE of Difference	Adjusted T-Value	P-Value
Prensada	-2,943	2,347	-1,254	0,2278

No primeiro quadro temos o intervalo de confiança de 95% para a diferença entre modos de aplicação e no segundo quadro temos o teste que mostra que não há diferença na tensão de ruptura com respeito ao modo de aplicação. Note que o intervalo de confiança para a diferença entre as tensão de ruptura nos modos de aplicação (-7,918 ; 2,032) inclui o zero, como a diferença pode ser 0 então a diferença não pode ser significativa.

3.1 Fator Interação (Porcelana X Modo de aplicação)

Tukey Simultaneous Tests
 Response Variable Tensão (Mpa)
 All Pairwise Comparisons among Levels of Porcelana*Modo de Aplicação
 Porcelana = Ceramco PFZ
 Modo de Aplicação = Prens + Estrat subtracted from:

Porcelana	Modo de Aplicação	Difference of Means	SE of Difference	T-Value	Adjusted P-Value
Ceramco PFZ	Prensada	-4,692	3,319	-1,414	0,5092
IPS-emax	Prens + Estrat	-7,598	3,319	-2,289	0,1422
IPS-emax	Prensada	-8,792	3,319	-2,649	0,0746

Porcelana = Ceramco PFZ
 Modo de Aplicação = Prensada subtracted from:

Porcelana	Modo de Aplicação	Difference of Means	SE of Difference	T-Value	Adjusted P-Value
IPS-emax	Prens + Estrat	-2,906	3,319	-0,876	0,8173
IPS-emax	Prensada	-4,100	3,319	-1,235	0,6145

Porcelana = IPS-emax
 Modo de Aplicação = Prens + Estrat subtracted from:

Porcelana	Modo de Aplicação	Difference of Means	SE of Difference	T-Value	Adjusted P-Value
IPS-emax	Prensada	-1,194	3,319	-0,3598	0,9835

No quadro acima temos os testes de tukey para comparação entre todas as combinações de porcelana e modo de aplicação e em nenhuma delas a

diferença foi estatisticamente significativa, o que comprova o resultado da Anova que não encontro diferença estatisticamente significativa na interação entre os fatores.

4.-.Validação do Teste

Quando utilizamos um teste paramétrico na análise estatística, temos que verificar se as suposições deste teste são verificadas na amostra, senão toda a análise pode estar comprometida. Para este experimento, devemos verificar as suposições de normalidade, homocedasticidade (variância constante) e independência que devem ser verificados nos resíduos do modelo. Estas suposições serão verificadas através do gráfico de probabilidade normal para os resíduos, gráfico de resíduos versus médias e gráfico de resíduos versus ordem de coleta

OBS:. Resíduo é a diferença entre o valor real Isto é obtido pelo experimento e o valor estimado pela modelo, modelo esse feito pela Anova para identificação dos fatores significativos.

Suposição	Gráfico
1 – Normalidade	Probabilidade Normal para os resíduos
2 - Homocedasticidade (Variância Constante)	Resíduos contra médias
3 – Independência	Resíduos contra ordem de coleta

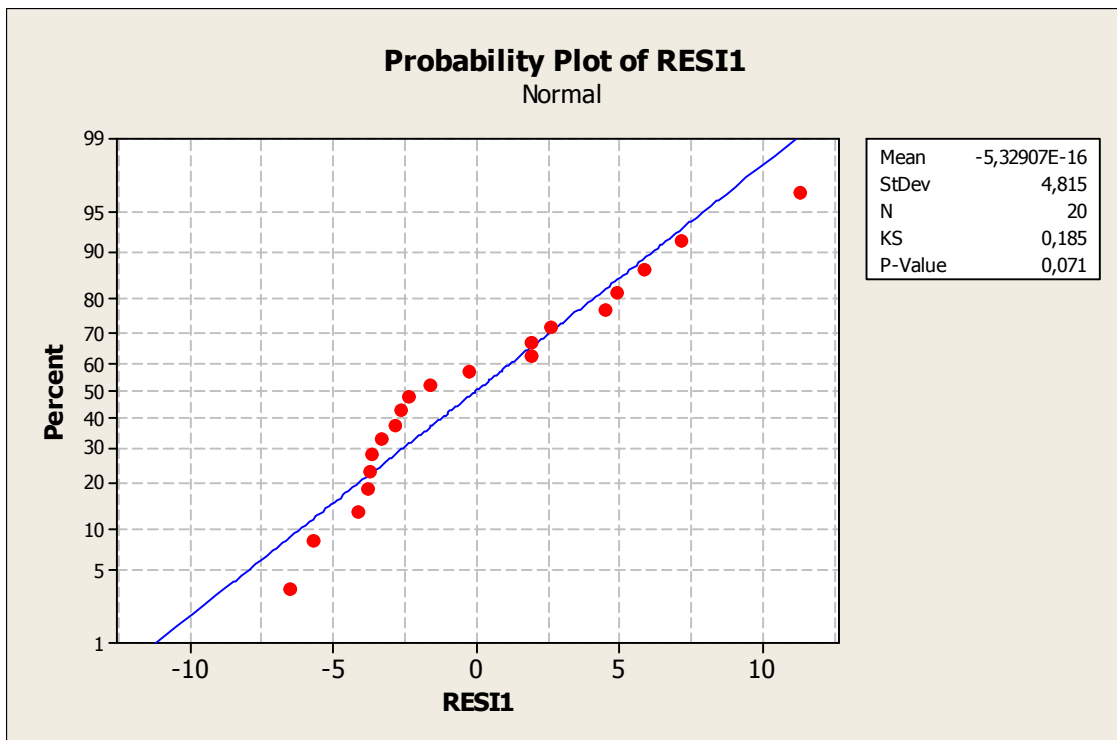
- Gráfico de probabilidade normal

A hipótese testadas são:

H₀: Os resíduos provêm de uma distribuição normal

H₁: Os resíduos não provêm de uma distribuição normal

Se os resíduos forem normais, espera-se que eles estejam próximos da reta desenhada no gráfico. O valor-p resultante do teste foi $0,07 > 0,05$, como observado à direita do gráfico, indicando que a hipótese de normalidade dos resíduos não deve ser rejeitada.

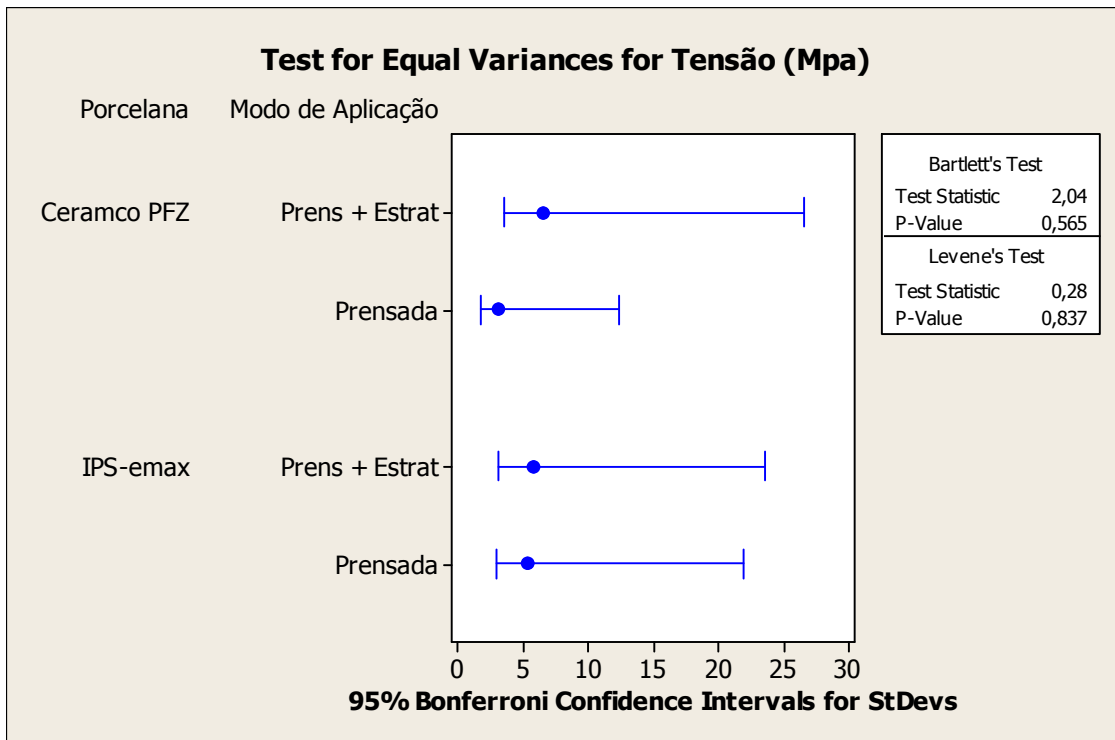


Teste para igualdade de variâncias

Teste de Levene's, as hipóteses testadas são:

H_0 : Há igualdade de Variâncias

H_1 : Não há igualdade de Variâncias



A hipótese nula do teste de igualdade de variâncias é a de que as variâncias comparadas são iguais, e a hipótese alternativa é a de heterocedasticidade (desigualdade de variâncias). O valor-p obtido para o teste de Levene's foi igual a 0,837, o que resulta na não-rejeição da hipótese nula. Ou seja, a homocedasticidade foi verificada nos resíduos.

Independência dos resíduos

A independência dos resíduos pode ser verificada através do gráfico de resíduos versus ordem de coleta, espera-se que nesse gráfico os resíduos se distribuam aleatoriamente em torno de 0 não apresentando nenhum comportamento específico. Abaixo temos esse gráfico e como ele apresenta um comportamento aleatório em torno de 0 podemos concluir que há independência dos resíduos

