

# **UNIVERSIDADE FEDERAL DE PELOTAS**

Programa de Pós-graduação em Odontologia



Dissertação de Mestrado

**Compatibilidade térmica entre cerâmicas infiltradas  
por vidro e cerâmicas feldspáticas:  
avaliação do ângulo de contato e da resistência de união  
ao cisalhamento.**

**Paula Benetti**

**Pelotas, 2008**

**PAULA BENETTI**

**Compatibilidade térmica entre cerâmicas infiltradas por  
vidro e cerâmicas feldspáticas:  
avaliação do ângulo de contato e da resistência de união ao  
cisalhamento.**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Pelotas, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Ciências, pelo Programa de Pós-graduação em Odontologia (área de concentração em Dentística).

Orientador: Prof. Dr. Álvaro Della Bona

Co-orientadora: Prof. Dr. Márcia Bueno Pinto

**Pelotas, 2008**

**Banca examinadora:**

Prof. Dr. Álvaro Della Bona (Professor Titular da Faculdade de Odontologia, Universidade de Passo Fundo)

Prof. Dr. Guilherme Brião Camacho (Professor da Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Pelotas)

Prof. Dr. Luiz Felipe Valandro (Professor da Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Santa Maria)

Dedico esse trabalho:

Aos meus pais **Flávio** e **Saete**, ao meu irmão **Julio Cesar**, ao meu amor **Vítor** e ao meu orientador **Álvaro**.

## **AGRADECIMENTOS**

Desejo manifestar meus agradecimentos a todas as pessoas que estiveram envolvidas e contribuíram para o desenvolvimento do estudo. Em especial, expresso o meu carinho e a minha gratidão:

Aos meus pais José Flávio Benetti e Salete Regina Daronco Benetti, minha sincera gratidão e meu amor por suportar a distância, a ausência. Sua ternura, sua honestidade, sua compreensão, sua força e seu apoio incondicional foram o incentivo e a direção no caminho correto da vida.

Ao meu irmão Julio Cesar Benetti, meu grande amigo. Obrigada pelo apoio, pela tua honestidade, pelo teu carinho e pelas corridas de Kart.

Ao meu namorado Vítor Francisco Dalla Corte, companheiro, amigo leal e constante incentivador. Agradeço por acreditar em mim e apoiar-me em todos os momentos. Tenho um imenso amor e muita admiração por você.

Ao meu orientador Álvaro Della Bona, a quem devoto a mais sincera admiração. Agradeço por compartilhar o saber, pela orientação segura, estímulo constante e sugestões nessa dissertação. Sua amizade, sua compreensão e sua postura ética contribuíram grandemente para o meu desenvolvimento.

A minha co-orientadora Márcia Bueno, pela disponibilidade, pelo carinho e pelas opiniões valiosas durante a execução desse trabalho.

Ao Ireno e Marlusa de Brito gostaria de expressar a minha sincera gratidão pelo constante incentivo, amizade e auxílio na condução dos trabalhos laboratoriais. Agradeço pelo apoio carinhoso e desinteressado.

À Renata, Sonia, Glória, Sílvia e Raquel, companheiras do curso, de estudo, de viagens, de desabafos e de alegrias. Sua amizade e alegria animaram-me nessa caminhada.

Minha gratidão sincera aos meus colegas Sinval, Giana, Rafael, César, Rodrigo, Fabrício, Tiago, Thiago, Sandrina, Marcos, Márcio pelo respeito ao meu trabalho, pelas críticas e sugestões.

A todos os professores do Programa de Pós-graduação em Odontologia da Universidade Federal de Pelotas pelos ensinamentos transmitidos, em especial o Prof. Evandro Piva, pela liberdade concedida durante o desenvolvimento desse trabalho.

À professora Dileta Cecchetti da Universidade de Passo Fundo, pela fundamental contribuição na análise estatística dos dados dessa dissertação.

Ao amigo João Paulo De Carli pelo apoio e disponibilização dos equipamentos do laboratório da Faculdade de Odontologia da Universidade de Passo Fundo.

Ao técnico de laboratório, Sr. Carlos Alberto Ferreira, da Faculdade de Odontologia da Universidade de Passo Fundo, pelo esmero na confecção dos aparatos necessários para execução desse estudo.

Agradeço à Faculdade de Odontologia e ao Programa de Pós-graduação em Odontologia da Universidade Federal de Pelotas pela oportunidade de realizar o curso, e aos seus funcionários pela assistência no decorrer da minha formação.

À Fundação Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pela concessão da bolsa de estudos.

Meus agradecimentos ao Laboratório de Prótese Dentária Coral (Passo Fundo) por disponibilizar seus equipamentos para a realização dessa pesquisa.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1	Esquema gráfico representativo do ângulo de contato ( $\theta$ ) formado pela superfície de um sólido e pela tangente da interface líquido/vapor. Baseado em Della Bona, 2005b, p.104.....	22
Figura 2	Representação gráfica da moldeira metálica bipartida utilizada para confecção dos CP para o teste de cisalhamento. (A) Local de acoplamento do disco de cerâmica de IE. (B) Local para condensação da cerâmica feldspática.....	29
Figura 3	Representação do processo de fabricação dos corpos de prova para ensaio de resistência de união ao cisalhamento.....	30
Figura 4	Fotografias digitais do corpo de prova formado por disco de IZ e cilindro de cerâmica de cobertura V7 (a) antes e (b) depois da sua sinterização.....	31
Figura 5	Imagem fotográfica digital do CP formado por disco de IA e cilindro de cerâmica de cobertura V7 (a) antes da sinterização, (b) após a primeira queima com acréscimo de 30 min e (c) depois da segunda queima da cerâmica de cobertura .....	33
Figura 6	Posicionamento da câmera fotográfica digital em relação ao CP. (a) câmera fotográfica digital Nikon® Coolpix 5700, (b) estante de fixação da câmera digital, (c,e) primeira tomada fotográfica, câmera posicionada em ângulo reto em relação ao longo eixo do cilindro de cerâmica, (d,f) segunda tomada fotográfica, câmera posicionada acompanhando o longo eixo do cilindro de cerâmica .....	34
Figura 7	Gráfico de dispersão: teste de correlação entre as médias de $\sigma_c$ e diferenças entre os CET das cerâmicas de IE e cobertura ( $r = -0,76$ ).....	37
Figura 8	Gráfico de dispersão. Gerado a partir da correlação entre as médias de $\sigma_c$ e do $\theta$ das cerâmicas de IE e cobertura ( $r = -0,70$ ).....	38
Figura 9	Gráfico de dispersão. Análise de correlação entre as médias do $\theta$ e do valor da diferença entre os CET das cerâmicas de IE e cobertura ( $r = 0,93$ ).....	38
Figura 10	Imagens do CP 5 do grupo A13. (a) câmera posicionada perpendicular e (b) paralelamente à superfície do disco cerâmico. As setas indicam linhas de fratura evidenciadas na cerâmica de cobertura.....	43

## LISTA DE TABELAS

TABELA 1	Descrição dos materiais cerâmicos utilizados e os respectivos coeficientes de expansão térmica (CET).....	26
TABELA 2	Ciclo de queima das cerâmicas IA e IZ no forno Inceramat (Vita).....	27
TABELA 3	Processo de queima das cerâmicas de cobertura.....	30
TABELA 4	Médias dos valores obtidos pelo teste de resistência de união ao cisalhamento, modo de falha e média do ângulo de contato dos diferentes grupos.....	36

## LISTA DE ABREVIATURAS, NOMENCLATURAS E SÍMBOLOS

%	Porcentagem
°	Graus
°C	Graus Celcius
$\Delta_{\alpha}$	Diferenças entre os CET
$\alpha_{IE}$	Valor do CET da cerâmica de infra-estrutura
$\alpha_C$	Valor do CET da cerâmica de cobertura
$\lambda_c$	<i>cut-off</i>
$\mu\text{m}$	Micrometros
A	Área
ANOVA	Análise de variância
CAD-CAM	<i>Computer-aided designing and computer-aided manufacturing</i>
CET	Coefficiente de expansão térmica
cm	Centímetro
CP	Corpos de Prova
DP	Desvio padrão
E	Módulo de elasticidade ou módulo de Young
erg	Unidade de energia ( $\text{g}\cdot\text{cm}^2/\text{s}^2$ )
F	Carga máxima de fratura
GPa	Gigapascal
IA	In-Ceram Alumina
IE	Infra-estrutura
ISO	<i>International Organization for Standardization</i>
IZ	In-Ceram Zircônia
J	Joule
JPEG	Extensão de arquivo de computador ( <i>Joint Photographic Experts Group</i> )
K	Kelvin
m	Metro
Megapixel	Unidade de medida que corresponde a um milhão de pixels, que é a abreviação do termo “elemento da

	figura" ( <i>Picture Element</i> )
min	Minuto
mm	Milímetro
MPa	Megapascal
N	Newtons
n°	Número
r	Coefficiente de correlação
Ra	Média de rugosidade superficial
s	Segundo
t <sub>e</sub>	Tempo de elevação de temperatura
t	Tempo
T	Temperatura
T <sub>g</sub>	Temperatura de transição vítrea
V13	Vita VM13
V7	Vita VM7
V9	Vita VM9
θ	Ângulo de contato
σ <sub>c</sub>	Resistência ao cisalhamento

## RESUMO

BENETTI, Paula. **Compatibilidade térmica entre cerâmicas infiltradas por vidro e cerâmicas feldspáticas: avaliação do ângulo de contato e da resistência de união ao cisalhamento.** 2008. 55f. Dissertação de Mestrado – Programa de Pós Graduação em Odontologia, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas.

Esse estudo tem a finalidade de estimar o grau de compatibilidade térmica das cerâmicas, contribuindo para supressão de uma lacuna importante nas normas de avaliação de sistemas cerâmicos. Os objetivos desse estudo são: 1) determinar a resistência de união ao cisalhamento ( $\sigma_c$ ) entre combinações de cerâmicas de IE e de cobertura e avaliar o modo de fratura; 2) estimar o grau de molhamento superficial das cerâmicas de IE pelas de cobertura, utilizando a medida do ângulo de contato superficial ( $\theta$ ); 3) correlacionar os resultados do  $\theta$ , da  $\sigma_c$  e os valores do CET das cerâmicas. Cerâmicas infiltradas por vidro a base de alumina (IA- In-Ceram Alumina) e reforçada por zircônia (IZ- In-Ceram Zircônia), e as cerâmicas feldspáticas de cobertura Vita VM7, VM9 e VM13 foram combinadas em 6 grupos. A rugosidade superficial (Ra) de discos (12 mm X 1,2 mm) das cerâmicas de IE foi aferida para certificação da padronização dos CP. Para o teste de  $\sigma_c$  um cilindro de cerâmica de cobertura (2 mm X 2 mm) foi aplicado no centro da superfície superior do disco de IE e posteriormente acoplado à máquina de ensaios universal e submetido ao teste com velocidade de carga de 0,5 mm/min. Para avaliação do  $\theta$ , um cilindro de cerâmica de cobertura (1 mm de altura x 2 mm diâmetro) foi aplicado sobre a IE. Imagens de cada CP foram realizadas antes e depois da sinterização para a medida do  $\theta$  no programa AutoCAD 2006. A média dos resultados da  $\sigma_c$  (MPa) e do  $\theta$  ( $^\circ$ ) para os grupos compatíveis (A7 e Z7) foram: 19,4 A e 48,9 c; 23,5 A e 56,0 b; para os grupos pouco compatíveis (A9 e Z9) foram: 0,9 C e 54,9 bc; 9,5 B e 59,8 b; e para os grupos incompatíveis (A13 e Z13) foram 0 D e 70 a; 0 D e 67,1 a. Letras distintas significam diferenças estatísticas entre os grupos ( $p \leq 0,001$ ). A análise de correlação mostrou que à medida que a diferença entre os CET das cerâmicas aumenta, o  $\theta$  aumenta e a  $\sigma_c$  diminui.

**Palavras-chave:** Cerâmica, resistência ao cisalhamento, propriedades de superfície, propriedades físicas, energia térmica.

## ABSTRACT

BENETTI, Paula. **Compatibilidade térmica entre cerâmicas infiltradas por vidro e cerâmicas feldspáticas: avaliação do ângulo de contato e da resistência de união ao cisalhamento.** 2008. 55f. Dissertação de Mestrado – Programa de Pós Graduação em Odontologia, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas.

The aim of this study is to estimate the thermal compatibility of ceramics, contributing to fill in for an important gap in the standard for all-ceramic systems. The objectives of this study are: 1) to determine the shear bond strength ( $\sigma_c$ ) of core-veneer ceramic systems and to evaluate the mode of failure; 2) to estimate the wetting behavior of veneer on core ceramics, using the contact angle measurement ( $\theta$ ); 3) to correlate the values for  $\sigma_c$ ,  $\theta$ , and CTE of the ceramics. Glass-infiltrated alumina (IA - In-Ceram Alumina) and zirconia (IZ - In-Ceram Zirconia) core ceramics, and Vita VM7, VM9 and VM13 veneer ceramics were combined into 6 groups. The baseline surface roughness (Ra) of core ceramic disk specimens (12 mm X 1,2 mm) was measured. A cylinder of veneer ceramic (2 mm X 2 mm) was applied at the center of the core ceramic specimens, sintered and tested for  $\sigma_c$  to failure in a universal testing machine with a crosshead speed of 0,5 mm/min. For the  $\theta$  evaluation, a cylinder of veneer ceramic (1 mm height x 2 mm diameter) was applied on core ceramic. Specimens images were taken before and after the firing procedure and the  $\theta$  was measured using the AutoCAD 2006 program. The mean values of  $\sigma_c$  (MPa) and  $\theta$  ( $^\circ$ ) for the compatible ceramic groups (A7 and Z7) were: 19,4 A e 48,9 c; 23,5 A e 56,0 b; for the groups with poor compatibility (A9 and V9) were: 0,9 C e 54,9 bc; 9,5 B e 59,8 b; and for the incompatible ceramic groups (A13 and Z13) were 0 D e 70 a; 0 D e 67,1 a. Different letters means statistical differences between groups ( $p \leq 0,001$ ). Correlation analyses showed that as the difference between the ceramics CTE increases, the  $\theta$  increases and the  $\sigma_c$  decreases.

**Keywords:** Ceramic, shear bond strength, surface properties, physical properties, thermal energy.

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	<b>14</b>
<b>2 REVISÃO DA LITERATURA</b> .....	<b>15</b>
2.1 PRÓTESES LIVRES DE METAL: CERÂMICAS COM ALTO CONTEÚDO CRISTALINO	16
2.2 COMPORTAMENTO TÉRMICO DOS MATERIAIS CERÂMICOS: DILATOMETRIA .....	18
2.3 AVALIAÇÃO DO ÂNGULO DE CONTATO: CAPACIDADE DE MOLHAMENTO.....	21
2.4 ENSAIOS DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO .....	23
<b>3 PROPOSIÇÃO</b> .....	<b>25</b>
<b>4 MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	<b>26</b>
4.1 OBTENÇÃO DOS CORPOS DE PROVA DAS CERÂMICAS DE IE .....	27
4.2 RUGOSIDADE SUPERFICIAL DOS CP DAS CERÂMICAS DE IE .....	28
4.3 ENSAIO DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO.....	28
4.3.1 CONFECÇÃO DOS CORPOS DE PROVA.....	28
4.3.3 TESTE DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO CISALHAMENTO .....	31
4.4 AVALIAÇÃO DO ÂNGULO DE CONTATO .....	32
4.4.1 PROCESSO DE QUEIMA DAS CERÂMICAS DE COBERTURA.....	32
4.4.2 REALIZAÇÃO DAS TOMADAS FOTOGRÁFICAS PADRONIZADAS .....	33
4.4.3 MENSURAÇÃO DO ÂNGULO DE CONTATO .....	34
4.5 ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	35
<b>5 RESULTADOS</b> .....	<b>36</b>
<b>6 DISCUSSÃO</b> .....	<b>39</b>
<b>7 CONCLUSÕES</b> .....	<b>45</b>
<b>8 REFERÊNCIAS</b> .....	<b>46</b>
<b>APÊNDICES</b> .....	<b>51</b>
APÊNDICE A: DADOS DE RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO .....	51
APÊNDICE B: VALORES DOS ÂNGULOS DE CONTATO*.....	54

## 1 INTRODUÇÃO

As restaurações indiretas fabricadas em cerâmica pura (*metal free*) apresentam alta qualidade estética, o que justifica o aumento da sua utilização na prática odontológica. Uma parte dessas restaurações totalmente cerâmicas (*all-ceramic restorations*) é formada por uma infra-estrutura (IE) de cerâmica opaca de alta resistência mecânica, que é coberta por cerâmicas de dentina e de esmalte com maior qualidade estética (KELLY et al., 1996).

O revestimento da IE por cerâmicas feldspáticas aumenta a resistência à propagação de defeitos intrínsecos e, principalmente, melhora as propriedades óticas responsáveis pela excelência estética das restaurações de cerâmica pura (AL-DOHAN et al, 2004; STUART et al, 2007).

As cerâmicas de cobertura têm composição e propriedades mecânicas e físicas diferentes daquelas das cerâmicas para IE, especialmente no que diz respeito aos valores de módulo de elasticidade ( $E$ ) e coeficiente de expansão térmica (CET). Isso implica em respostas independentes e distintas para cada material cerâmico quando ocorrem mudanças de temperatura, originando um complexo sistema de estresses de tração e compressão na(s) interface(s) entre as diferentes estruturas cerâmicas. As forças resultantes de estresses residuais podem comprometer a integridade mecânica da união entre os diferentes materiais, inviabilizando o sistema cerâmico (SMITH et al, 1994; AL-DOHAN et al, 2004).

Al-Dohan *et al* (2004) afirmam que não ocorrem falhas de união entre materiais cerâmicos de infra-estrutura e de cobertura com propriedades térmicas semelhantes. Portanto, os sistemas cerâmicos precisam ser constituídos de cerâmicas com valores de  $E$  e CET compatíveis.

A compatibilidade térmica entre as cerâmicas confere aumento dos valores de resistência de união, decorrente das melhores condições para o escoamento (molhamento) da cerâmica de cobertura sobre a superfície da IE. Ou seja, quanto maior o grau de molhamento de uma cerâmica pela outra, maiores os valores de resistência de união e maior a compatibilidade desse sistema (KELLY, 1995; OH et al, 2002).

## 2 REVISÃO DA LITERATURA

As cerâmicas são estruturas não-metálicas policristalinas, geralmente heterogêneas e polifásicas, confeccionadas a partir de sinterização de elementos em forma de pó sob altas temperaturas (MENCİK, 1992).

As cerâmicas são compostas por elementos eletropositivos e eletronegativos da tabela periódica, resultando em ligações químicas fortes do tipo iônica e covalente (ICHINOSE et al, 1987). Os elétrons na camada de valência, o tamanho e proporção dos elementos representam um importante papel no arranjo dos átomos na estrutura. Como resultado disso, a estrutura de duas cerâmicas com a composição química muito semelhante pode apresentar consideráveis diferenças no seu arranjo estrutural e, conseqüentemente, nas suas propriedades (MENCİK, 1992).

O comportamento das cerâmicas na odontologia tem sido limitado por problemas relacionados, principalmente, à baixa resistência à tração, diferença na expansão térmica entre os vários tamanhos de partículas e fases, às porosidades, aos defeitos superficiais e à resistência a tratamentos superficiais (dificultando a adesão micromecânica). Além disso, o desempenho das restaurações cerâmicas é influenciado por fatores inerentes (1) à metodologia utilizada na confecção do material, (2) às particularidades das forças geradas durante a mastigação e (3) às limitações apresentadas pelo comportamento mecânico e pelas propriedades térmicas e físicas de cada material utilizado (ANUSAVICE, 1998; DELLA BONA e ANUSAVICE, 2002; AL-DOHAN et al, 2004)

A confecção dos artigos em cerâmica passa, tradicionalmente, por diversas fases. Primeiro, uma massa pulverizada de partículas é misturada em proporções adequadas com um elemento aglutinante e é compactada na forma desejada. Após a compactação, é necessária a queima da peça, dando origem do termo “cerâmica”, de *keramos*, uma antiga palavra grega usada para designar objetos fabricados através de tratamento térmico em alta temperatura. Durante a queima da cerâmica ocorre uma contração de volume, melhora das propriedades mecânicas e redução

de porosidades, pois os poros se tornam esféricos, menores em tamanho e em quantidade. Essas alterações ocorrem mediante a coalescência das partículas de pó para formar uma massa mais densa, em um processo conhecido por sinterização (ICHINOSE et al, 1987; ANUSAVICE, 1998; CALLISTER, 2002).

Tecnicamente, sinterização é o processo pelo qual a temperatura e/ou algum outro parâmetro, como pressão e umidade, são aplicados a uma massa de pó cerâmico com a finalidade de aumentar a sua densidade no formato desejado (ISO 6872). O controle da fabricação de porcelana, que possibilitou seu uso na odontologia, foi obtido no final do século XVIII, por Duchateau e de Chemant, que confeccionaram a primeira restauração totalmente cerâmica (DELLA BONA, 1996).

## 2.1 PRÓTESES LIVRES DE METAL: CERÂMICAS COM ALTO CONTEÚDO CRISTALINO

A primeira vez que as cerâmicas foram utilizadas como material odontológico foi no século XVIII. O farmacêutico Aléxis Duchateau, no ano de 1774, utilizou uma composição cerâmica para fabricar próteses totais que iriam substituir as confeccionadas com dentes de hipopótamo (DELLA BONA, 1996).

No final do século XX, foram introduzidos vários sistemas inovadores para fabricação de restaurações de cerâmica pura. Um desses sistemas era composto por uma cerâmica vítrea obtida pela técnica da cera perdida e posterior tratamento térmico para transformação em fase vítrea. Esse sistema, passível de fundição, foi abandonado principalmente por causa da alta incidência de fraturas (ANUSAVICE, 1992).

Outro sistema cerâmico, com reforço de partículas de alumina ( $Al_2O_3$ ), foi desenvolvido por McLean e Hughes em 1965. Essa cerâmica apresentava estética e resistência mecânica tornando mais atrativa e promissora a pesquisa de materiais cerâmicos de alto conteúdo cristalino para diminuir a necessidade do uso de infra-estruturas (IE) metálicas (KELLY et al., 1996).

As cerâmicas odontológicas tradicionais, também conhecidas como porcelanas feldspáticas obtidas por sinterização, possuem alta rigidez, relacionada ao módulo de elasticidade ( $E$ ), porém são frágeis, não suportando qualquer deformação plástica. Essa fragilidade limitava seu uso a dentes anteriores ou era

necessário um reforço através de IE metálica com o objetivo de reduzir a susceptibilidade à fratura (GIORDANO et al., 1995, CALLISTER, 2002; AL-DOHAN et al., 2004; DELLA BONA, 2005a).

O emprego de cerâmicas como material para IE em pontes fixas foi viabilizado pelas modificações no conteúdo cristalino e pela alteração no modo de confecção das cerâmicas (ANUSAVICE, 1992; DELLA BONA, 1996; KELLY et al, 1996; ÖZCAN E VALLITTU, 2003). Essas cerâmicas para IE podem ser originadas do processo de fabricação por injeção sob pressão e altas temperaturas, como o sistema IPS Empress (Ivoclar) a base de disilicado de lítio; da usinagem, que emprega a tecnologia CAD-CAM (*Computer-aided designing and computer-aided manufacturing*) como o Sistema Lava™ CAD/CAM (3M-ESPE); de sistemas cerâmicos de alta densidade de alumina ou zircônia (Procera, Nobel Biocare; Cercon, DeguDent; Lava, 3M-ESPE; YZ, Vita) ou dos sistemas de cerâmica pura infiltrada por vidro, como os sistemas In-Ceram (Vita) e Vitro-Ceram (Ângelus) (GIORDANO et al., 1995; DELLA BONA, 2005a; CONRAD et al., 2007).

As restaurações confeccionadas com sistemas cerâmicos livres de metal são esteticamente mais atraentes que as restaurações que utilizam estruturas metálicas como suporte, pois podem incorporar a cor da estrutura natural do dente e tecidos adjacentes através da transmissão de luz (GIORDANO et al., 1995, AL-DOHAN et al., 2004).

Infelizmente, uma diminuição do grau de translucidez dessas novas cerâmicas ocorreu na medida em que houve o acréscimo do conteúdo cristalino (mais de 40% em volume) para aumentar a sua resistência (DELLA BONA, 1996; CONRAD et al., 2007).

Então, a maioria dos sistemas totalmente cerâmicos apresenta uma cerâmica de IE mais rígida e de maior resistência mecânica, coberta por uma cerâmica de menor conteúdo cristalino (mais translúcida) que promove a alta qualidade estética dessas restaurações. Além de melhorar as características ópticas da restauração, as coberturas cerâmicas são aplicadas para minimizar a ocorrência ou progressão de *cracks*, defeitos originados no processo de confecção e considerados gatilhos potenciais para fraturas catastróficas (MENCİK, 1992; STUART et al., 2007).

Cerâmicas feldspáticas como a VITA VM7 foram desenvolvidas para cobrir IEs de cerâmicas dos sistemas In-Ceram Alumina, In-Ceram Zircônia e a In-Ceram

Spinell (VITA-ZAHNFABRIK, 2007). A VM7 possui um CET muito similar ao dessas cerâmicas de IE.

O sistema In-Ceram Alumina (IA) foi introduzido em 1989 e consiste de uma estrutura de cristais de alumina que é infiltrada por vidro. Para tanto, é formada uma suspensão de partículas de alumina em água e agentes de dispersão. Essa suspensão é aplicada em um revestimento poroso que promove a condensação da cerâmica pela absorção da água. Após a sinterização, a estrutura porosa de alumina é infiltrada por vidro fundido, resultando em uma estrutura de alta resistência resultante da associação entre redução da porosidade e união mecânica da matriz vítrea e as partículas de alumina, dificultando a formação e propagação de *cracks* (PRÖBSTER, 1992; GIORDANO et al., 1995; CONRAD et al., 2007). O alto conteúdo cristalino da cerâmica infiltrada com vidro a base de óxido de lantânio fornece às cerâmicas do sistema In-Ceram uma resistência à flexão maior do que as cerâmicas feldspáticas em três a quatro vezes (VALANDRO et al., 2004).

A capacidade de suportar a forças de até 964 N em estudos de resistência de próteses unitárias submetidas à compressão fornece uma idéia do quanto o material pode suportar de carga mastigatória. A IA é indicada, portanto, para confecção de próteses unitárias anteriores e posteriores e parciais fixas anteriores. (PRÖBSTER, 1992; CHONG et al., 2002).

Com a adição de, aproximadamente, 35% de zircônia parcialmente estabilizada por óxido de cério na composição original da IA houve um significativo aumento na resistência à flexão, principalmente através da transformação da zircônia da fase tetragonal para monoclinica durante a sinterização, o que possibilitou o uso de cerâmicas desse sistema em próteses posteriores de até três elementos (CHONG et al., 2002; DONASSOLLO, 2005; GUAZZATO et al., 2002; GUAZZATO et al., 2005; DELLA BONA et al., 2007; STUDART et al., 2007).

## 2.2 COMPORTAMENTO TÉRMICO DOS MATERIAIS CERÂMICOS: DILATOMETRIA

A aplicação de uma cobertura cerâmica é um procedimento realizado sob altas temperaturas. O tipo e a magnitude da resposta de um material à aplicação de calor são expressões relacionadas às propriedades térmicas. À medida que um sólido absorve energia na forma de calor, a sua temperatura aumenta, assim como

também aumentam as suas dimensões. A variação da área em função da temperatura é conhecida por coeficiente de expansão térmica (CET), que é um valor indicativo do grau em que um material se expande quando é aquecido (ANUSAVICE, 1998; CALLISTER, 2002; ISGRO et al., 2005).

Portanto, na investigação do comportamento térmico dos materiais é importante o conhecimento do valor do CET. Esse pode ser obtido através do método regulamentado pela ISO 6872 que utiliza o princípio da dilatométrica. Dilatometria é uma técnica onde as variações dimensionais de uma amostra são medidas em função da temperatura e/ou tempo, enquanto a amostra encontra-se sujeita a um programa de variação de temperatura controlada. O aparato utilizado é o dilatômetro, que tem um sistema de aquecimento realizado por resistências e as variações dimensionais são detectadas por transdutor eletrônico de alta precisão e linearidade (ISO 6872; ISGRO et al., 2005).

O CET próximo ao da estrutura dentária ( $11,4 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ ), a estabilidade química, a alta dureza, a baixa condutividade térmica e elétrica e, principalmente, a aparência similar às dos dentes naturais são algumas características atraentes dos materiais cerâmicos para restaurações indiretas (ANUSAVICE, 1998; DELLA BONA, 2005a).

A interface de contato entre as cerâmicas com CET diferentes é a região de concentração das forças originadas das desigualdades entre valores de expansão/contração. Energia é acumulada internamente no material no momento em que a peça cerâmica é submetida às cargas funcionais ou exposta à mudança de temperatura. Quando essa energia é liberada, propaga as falhas pré-existentes nas margens, que contornam imperfeições de união até haver fratura da cerâmica de cobertura, chamado de delaminação. Ou seja, o termo delaminação indica completa separação ou falha da união entre as cerâmicas que compõem o sistema (SMITH et al., 1994; AL-DOHAN et al., 2004). A magnitude desse defeito está condicionada aos valores do CET, do módulo de elasticidade ( $E$ ) e da razão de Poisson das cerâmicas do sistema utilizado. Portanto, há maior probabilidade de liberação de estresse na interface cerâmica, quanto mais alto o  $E$  e maiores as diferenças entre os CET do sistema. O valor do  $E$  para a maioria das cerâmicas é na faixa de 70 a 480 GPa (WHILE et al., 1994; CHONG et al., 2002; DELLA BONA et al., 2003; DELLA BONA, 2005a).

Vários fatores estão associados à concentração de forças nas restaurações cerâmicas, por exemplo, a espessura das camadas de cerâmica, as propriedades mecânicas de cada cerâmica, o módulo de elasticidade do material de infraestrutura, a direção e a magnitude da carga aplicada sobre o sistema, a extensão e a localização das áreas de contato oclusal, os defeitos de união entre cerâmicas e agentes cimentantes e as falhas ocorridas durante a fabricação da peça cerâmica (CRAIG E POWERS, 2002; STUART et al., 2007).

Uma diferença pequena entre os CETs da IE e a cobertura é, muitas vezes, desejável desde que as forças resultantes desse sistema coloque a cerâmica de cobertura sob leve estresse de compressão. Portanto, o CET da cerâmica de IE poderia ser levemente maior que a cerâmica de cobertura para que as forças residuais compressivas axiais e periféricas sejam produzidas, o que auxiliaria no suporte das forças oclusais (ANUSAVICE, 1998). Essa condição permite o resfriamento de peças com multicamadas de cerâmica diminuindo a formação de *cracks* ou ocorrência de delaminação causadas pelas forças residuais de tração na cerâmica de cobertura (CRAIG e POWERS, 2002; ABOUSHELIB et al., 2005).

While et al. (1994) mostraram que a diferença entre os CET, o processo de fabricação, o módulo de elasticidade do material e os danos na superfície das restaurações, são fatores que podem influenciar a resistência à fratura e o modo e origem das falhas.

Vários estudos mostram que a espessura e a proporção das camadas de cerâmica têm influência sobre a origem de falhas, com a maior ocorrência de falhas interfaciais relacionada à pequena espessura de cerâmica de corpo e maior espessura de cerâmica de IE (WAKABAYASHI e ANUSAVICE, 2000; THOMPSON, 2000; FLEMING et al., 2006; DÜNDAR et al., 2007).

O estudo de Smith et al (1994) sobre o comportamento de próteses totalmente cerâmicas e metalo-cerâmicas submetidas à ação de uma carga incisal até a fratura mostrou que 50% das próteses fixas unitárias confeccionadas com In-Ceram falharam por delaminação da cerâmica de cobertura.

Resultados de análise de fratura de estruturas bilaminares de cerâmica submetidas a testes de resistência à flexão mostraram que os *cracks* originam-se próximos ou na superfície da cerâmica de cobertura submetida à tração. Esses defeitos, então, propagam-se no corpo cerâmico e ao chegarem à interface de

contato das duas cerâmicas (área de concentração de forças) resultam em delaminação antes mesmo da fratura total da peça (STUDART et al., 2007).

Thompson (2000) observou que quando considerados somente os corpos de prova confeccionados na proporção de 2:1 (In-Ceram:Vitadur), semelhante a geometria de conectores de próteses parciais fixas, a ocorrência de origem de falhas na interface de união foi de 43%.

No que diz respeito a falhas clínicas de próteses cerâmicas, Kelly (1995) expôs que as fraturas iniciam tanto na interface entre cerâmica de IE e de cobertura (70 a 78%) quanto a partir da superfície livre da peça (22 a 30%).

Esse modo de falha (delaminação) é mais prevalente em próteses fixas que utilizam as cerâmicas In-Ceram como IE do que outros sistemas cerâmicos como a IPS Empress II e Finesse, devido alta densidade do material e grande resistência à flexão (DÜNDAR et al., 2007).

### 2.3 AVALIAÇÃO DO ÂNGULO DE CONTATO: CAPACIDADE DE MOLHAMENTO

Quanto maior a energia superficial do sólido, mais tende a formar ligações com outros átomos que se aproximam e maior será a sua capacidade de adesão a outro material (ANUSAVICE, 1998). As ligações entre os átomos da superfície que não estão completadas dão origem a uma energia de superfície, que é expressa em unidades de energia por unidade de área ( $J/m^2$  ou  $erg/cm^2$ ) (CALLISTER, 2002).

Independente de quão aparentemente lisa seja a superfície de um sólido, na realidade, ele é extremamente rugoso quando observado em dimensões atômicas ou moleculares. Um fluido é capaz de escoar para dentro das irregularidades e promover o contato com uma grande parte da superfície do sólido. Então, para produzir adesão o líquido deve escoar facilmente sobre toda a superfície e aderir ao sólido, propriedade (ou capacidade) conhecida como molhamento (KELLY, 1995; ANUSAVICE, 1998; OH et al., 2002; DELLA BONA, 2005b).

Se as forças de adesão entre os materiais são maiores do que as forças de coesão que mantém unidas as moléculas do líquido, o líquido irá se espalhar completamente sobre a superfície do sólido. A magnitude do molhamento pode ser determinada pela mensuração do ângulo de contato formado pela superfície da fase sólida e a tangente da interface líquido/ar, interceptando as 3 fases (Fig.1) (OH et al., 2002; DELLA BONA et al., 2004; DELLA BONA, 2005b).

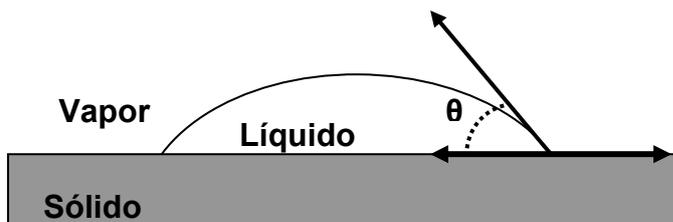


Figura 1 – Esquema gráfico representativo do ângulo de contato ( $\theta$ ) formado pela superfície de um sólido e pela tangente da interface líquido/vapor. Baseado em Della Bona, 2005b, p.104.

Como a tendência do líquido de se espalhar aumenta à medida que o ângulo de contato diminui, o ângulo de contato se constitui em um útil indicador de capacidade de molhamento. Portanto, quanto menor for o ângulo de contato entre o adesivo e o aderente, melhor será a capacidade do adesivo de preencher as irregularidades na superfície do aderente, resultando em maior molhamento (ANUSAVICE, 1998; DELLA BONA et al., 2004).

O ângulo de contato, portanto, é uma consequência de interações moleculares entre o sólido e o líquido. Quando dois materiais semelhantes são colocados em contato, o de menor energia superficial irá escoar sobre a superfície do outro até atingir o equilíbrio das forças (ZISMAN apud OH et al., 2002; ISGRÒ et al., 2005).

Em sistemas totalmente cerâmicos, a viscosidade da cerâmica de cobertura diminui proporcionalmente ao tempo de permanência no forno e à temperatura de queima (DEHOFF e ANUSAVICE, 2004). Por isso, a associação do aumento do tempo e da temperatura do forno é necessária para que ocorra a estabilidade das forças/energias superficiais entre as duas cerâmicas e a capacidade completa de molhamento possa ser evidenciada.

Quando há um verdadeiro e adequado molhamento da superfície da cerâmica de IE pela de cobertura, a ocorrência de falhas adesivas é diminuída. Na verdade, as falhas nesses casos ocorrem de modo coesivo no sólido ou no adesivo, e não ao longo da interface onde o sólido e o adesivo estão em contato (ABOUSHLIB et al., 2005).

A topografia da superfície, a tensão superficial do líquido, a energia superficial do sólido e o nível e interação entre os dois influenciam o ângulo de contato (OH et al., 2002; DELLA BONA et al., 2004). Bolhas de ar podem ser criadas durante o espalhamento do líquido, impedindo o completo molhamento de toda a

superfície e, portanto, representam um empecilho em potencial para obtenção de uma união eficaz (WHILE et al., 1994; OH et al., 2002).

Quando a área de união for submetida a alterações térmicas e a estresses mecânicos, concentrações de estresse se formam ao redor dos defeitos e espaços vazios. Os estresses de tração podem tornar-se tão altos que conseguem iniciar a separação da união adjacente aos espaços vazios. Essa falha inicial poderá se propagar e a união se separar sob tensão, havendo delaminação.

## 2.4 ENSAIOS DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO

Muitos estudos identificaram a ocorrência de distribuição não-homogênea de forças ao longo das interfaces adesivas. Essa distribuição não uniforme de forças geradas durante a execução dos testes de resistência ao cisalhamento e à tração inicia fraturas na interface ou na área do substrato de maior concentração de energia (DELLA BONA e ANUSAVICE, 2002).

Testes de resistência à tração são amplamente empregados para mensuração da força de união entre os componentes de um sistema metal-cerâmico (a cerâmica e a liga metálica). Porém, esse tipo de teste apresenta limitações importantes na avaliação da adesão entre cerâmicas devido à natureza frágil desse material, do arranjo estrutural e do mecanismo de adesão, diferente do que ocorre na união metal/cerâmica (KELLY et al., 1996).

Os resultados de testes de resistência de união por microtração sofrem grande influência da geometria do corpo de prova e da ocorrência de distribuição não-uniforme de forças durante a aplicação de cargas (DELLA BONA e VAN NOORT, 1995; ABOUSHELIB et al., 2005; DÜNDAR et al., 2007)

Aboushelib et al. (2005) observaram que houve predominância de falhas coesivas nas cerâmicas de cobertura quando sistemas totalmente cerâmicos foram submetidos à microtração. A análise finita de elemento mostrou que a força aplicada teve uma distribuição heterogênea, porém com maior concentração de força de tração na porção de cerâmica de corpo próxima ao ponto de fixação do corpo de prova. O valor da força de tração nessa área foi bastante próximo da resistência coesiva das cerâmicas de cobertura, o que poderia explicar a grande ocorrência de falhas coesivas. Os autores concluem que o emprego de testes de resistência à

união por microtração é útil no estudo do comportamento das restaurações livres de metal, porém, os resultados obtidos não representam a real resistência de união.

O estudo de Dündar et al. (2007) comparou os testes de microtração e de cisalhamento como métodos de avaliação de união entre cerâmicas de infraestrutura e de cobertura. Para a combinação da In-Ceram Alumina e uma cerâmica feldspática, a pesquisa mostrou que o ensaio de cisalhamento apresentou maiores valores de resistência de união ( $26 \pm 4$  MPa) que o de microtração e que o modo predominante (80% dos casos) de falha foi adesivo, ou seja, na interface IE/cerâmica feldspática. Porém, todos os sistemas cerâmicos testados por microtração exibiram falhas mistas (falha adesiva parcial e fratura coesiva).

Para sistemas totalmente cerâmicos o teste de resistência ao cisalhamento está indicado e, utilizando uma velocidade de aplicação da carga de 0,5 mm/min, assegura melhor distribuição de estresse durante o teste. Uma velocidade maior poderia induzir falha coesiva, tanto na cerâmica de cobertura, quanto na de IE, o que poderia alterar os valores de força de união obtidos (HARA et al., 2001; AL-DOHAN et al., 2004).

### 3 PROPOSIÇÃO

Um grande número de estudos avalia a resistência de união entre os materiais que compõem um sistema cerâmico, contudo a delaminação (falha de união na interface de contato entre as diferentes cerâmicas do sistema) continua sendo uma das causas mais prevalentes de fratura e perda de restaurações (CONHAD et al., 2007).

Isso torna evidente o fato de que esses métodos tradicionais são insuficientes para a determinação da compatibilidade das cerâmicas. Por isso, esse estudo apresenta uma metodologia com a finalidade de estimar o grau de compatibilidade térmica das cerâmicas, podendo contribuir para supressão de uma lacuna importante nas normas de avaliação de sistemas cerâmicos.

Os objetivos do presente estudo são:

1. Determinar a resistência de união ao cisalhamento ( $\sigma_c$ ) entre combinações de cerâmicas de IE e de cobertura e avaliar o modo de fratura.
2. Estimar o grau de molhamento superficial das cerâmicas de IE pelas de cobertura, utilizando a medida do ângulo de contato superficial ( $\theta$ ).
3. Correlacionar os resultados do  $\theta$ , da  $\sigma_c$  e os valores do CET das cerâmicas.

Esse estudo testa as hipóteses de que (1) sistemas cerâmicos com maior diferença entre os CET apresentam valores menores de resistência de união; (2) a maior compatibilidade entre o CET das cerâmicas de cobertura e de IE é favorável ao melhor molhamento ou escoamento da cerâmica de cobertura sobre a de IE, produzindo um menor valor do ângulo de contato superficial; (3) há uma correlação negativa entre os valores médios de resistência de união e o ângulo de contato dos sistemas cerâmicos testados.

#### 4 MATERIAIS E MÉTODOS

Para a avaliação do ângulo de contato, que indica o grau de molhamento das cerâmicas, da resistência de união e validação da metodologia utilizada no estudo, foram selecionadas três cerâmicas feldspáticas de dentina (cobertura) e duas cerâmicas para infra-estrutura com composição baseada em alumina infiltrada por vidro do sistema Vita In-Ceram (Vita-Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha). O nome comercial, a composição e o CET das cerâmicas são apresentados na Tab. 1.

Tabela 1. Descrição dos materiais cerâmicos utilizados e os respectivos coeficientes de expansão térmica (CET).

Nome comercial	Composição	CET ( $10^{-6} K^{-1}$ )
In-Ceram Alumina (IA) Lote: 1532	90% partículas de alumina ( $Al_2O_3$ ), vidro à base de óxido de lantânio ( $La_2O_3$ ).	7,2-7,6
In-Ceram Zircônia (IZ) Lote: 0124	63% partículas de alumina ( $Al_2O_3$ ), 32% zircônia ( $ZrO_2$ ) estabilizada por óxido de cério, vidro de óxido de lantânio ( $La_2O_3$ ), óxido de sílica ( $SiO_2$ ), óxido de alumínio ( $Al_2O_3$ ) e óxido de bário ( $Ba_2O_3$ ).	7,6-7,8
Vita VM7 (V7) Lote: 22970	Cerâmica feldspática	6,9-7,3
Vita VM9 (V9) Lote: 24690	Cerâmica feldspática	8,8-9,2
Vita VM13 (V13) Lote: 22970	Cerâmica feldspática	13,2-13,6

Fonte: Vita-Zahnfabrik (2007).

#### 4.1 OBTENÇÃO DOS CORPOS DE PROVA DAS CERÂMICAS DE IE

Foram fabricados 90 corpos de prova (CP) na forma de disco (12 mm de diâmetro, 1,2 mm de espessura) de cada cerâmica para IE (IA e IZ) seguindo as orientações do fabricante (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha) e da norma ISO 6872 (ISO, 1995).

A confecção dos discos cerâmicos iniciou pela moldagem de um padrão de cera, nas dimensões requisitadas, com material de moldagem de alta precisão (Dubliermasse, Vita). Em um Becker de vidro, foram cuidadosamente misturados 38 g de pó, uma ampola de líquido modelador e uma gota de aditivo (específicos para IA ou IZ). A mistura foi homogeneizada por 7 minutos em um aparelho de vibração sônica (Vitasonic II, Vita) e vertida nos moldes. Passada 1 hora, os CP não sinterizados adquiriram consistência firme, permitindo a sua retirada das moldeiras e início do processo de sinterização indicado pelo fabricante.

Para infiltração do vidro, o pó de vidro foi misturado com água destilada até a obtenção de uma massa homogênea, que foi posteriormente aplicada com um pincel na superfície superior do CP. O ciclo de queima dos núcleos cerâmicos e da infiltração de vidro é apresentado na Tab. 2.

Tabela 2. Ciclo de queima das cerâmicas IA e IZ no forno Inceramat (Vita).

Material	Etapa	t <sub>e</sub>	T1 (°C)	t1 (h:min)	t <sub>e</sub>	T2 (°C)	t2 (h:min)
IA	1ª queima	6:00	120	0:00	2:00	1120	2:00
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>						
	Infiltrado de vidro	0:03	200	0:00	0:30	1110	2:00
IZ	1ª queima	6:00	120	0:00	2:00	1120	2:00
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + ZrO <sub>2</sub>						
	2ª queima	0:03	120	0:00	1:00	1180	2:00
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + ZrO <sub>2</sub>						
	Infiltrado de vidro	0:03	200	0:00	0:50	1140	2:30

t<sub>e</sub>= tempo de elevação de temperatura

T= temperatura

t= tempo

O excesso de vidro foi removido com um disco de diamante e jateamento com óxido de alumínio (110  $\mu\text{m}$ ) em uma estação jateadora (Easy Blast, Bego, Alemanha) usando 3 bar de pressão a uma distância de 10 mm da superfície do disco durante 20 s.

Os CP foram submetidos à limpeza com água destilada durante 10 min e secagem com jato de ar. Em seguida, os CP de cada cerâmica de IE foram aleatoriamente divididos nos três grupos (n=30).

## 4.2 RUGOSIDADE SUPERFICIAL DOS CP DAS CERÂMICAS DE IE

Para certificação da padronização da topografia superficial, o valor médio da rugosidade superficial ( $R_a$ ) foi analisado usando 10 CP de cada cerâmica de IE, escolhidos aleatoriamente. Para esse procedimento foi utilizado um rugosímetro (Surfcorder SE 1200, Kosaka-Lab) calibrado a cada medição com valores de *cut-off* ( $\lambda_c$ ) e velocidade de excursão de 0,8mm e 0,5 mm/s, respectivamente. Para cada CP foi obtido uma média de  $R_a$  resultante de três leituras da rugosidade de superfície, realizadas nos sentidos 12h, 3h e 6h.

## 4.3 ENSAIO DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO

### 4.3.1 CONFECÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

CP em forma de disco das cerâmicas de IE, fabricados como descrito acima, foram utilizados para a confecção dos CP para o teste de cisalhamento, dentro das seguintes combinações (n=20) de diferentes graus de compatibilidade (Vita, 2007):

Grupo A7: IA e V7 (grupo com compatibilidade térmica);

Grupo A9: IA e V9 (grupo com pouca compatibilidade térmica);

Grupo A13: IA e V13 (grupo sem compatibilidade térmica);

Grupo Z7: IZ e V7 (grupo com compatibilidade térmica);

Grupo Z9: IZ e V9 (grupo com pouca compatibilidade térmica);

Grupo Z13: IZ e V13 (grupo sem compatibilidade térmica).

Para fabricação dos corpos de prova, foi utilizada uma moldeira metálica bipartida, com dimensões internas de acordo com o que está apresentado na Fig. 2.

A moldeira permitiu a acomodação do disco de cerâmica para IE na sua porção inferior e posterior compactação da cerâmica de cobertura sobre a superfície do disco com formato de cilindro (2 mm de altura x 2 mm de diâmetro).

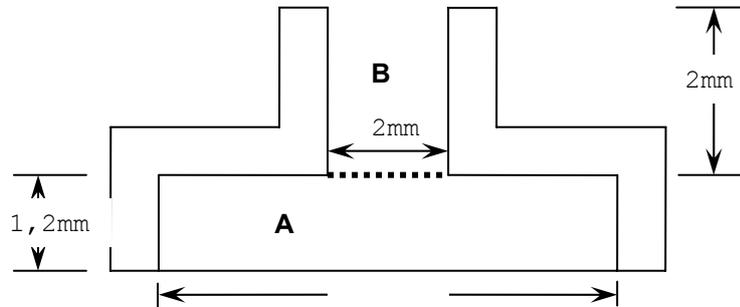


Figura 2 – Representação gráfica da moldeira metálica bipartida utilizada para confecção dos CP para o teste de cisalhamento. (A) Local de acoplamento do disco de cerâmica de IE. (B) Local para condensação da cerâmica feldspática.

Uma mistura do pó da cerâmica de cobertura com o líquido recomendado pelo fabricante (Vita Modeling Liquid, Vita-Zahnfabrik, Alemanha) foi compactada no interior da moldeira com um Calcador de Paiva nº. 5 (SSWhite Materials, Gloucester, Inglaterra).

Após a condensação, uma tira de papel absorvente foi introduzida pelo orifício superior da moldeira, contatando a massa cerâmica, com a finalidade de retirar o excesso de líquido. Em seguida, um dos lados da moldeira foi aberto para verificação da altura do cilindro de cerâmica, podendo ser ajustado em sua altura. A moldeira foi fabricada para posicionar o cilindro de cerâmica de cobertura exatamente no centro do disco da cerâmica de IE. Essa metodologia foi anteriormente descrita por Al-Dohan et al. (2004) e Dündar et al., em 2007 (Fig. 3).

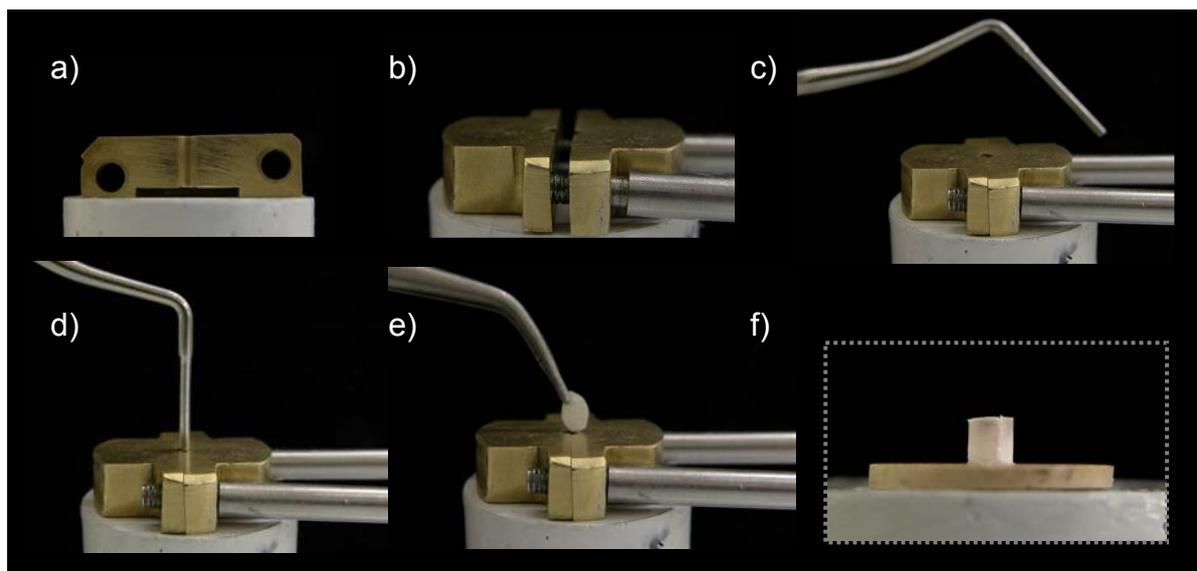


Figura 3 – Representação do processo de fabricação dos corpos de prova para ensaio de resistência de união ao cisalhamento. (a) moldeira bipartida, (b) acoplamento do disco na porção inferior da moldeira, (c,d) condensação da cerâmica de cobertura com calcador de Paiva, (e) retirada do excesso de líquido, (f) aspecto do CP antes da sinterização nas dimensões requisitadas.

#### 4.3.2 PROCESSO DE QUEIMA DAS CERÂMICAS DE DENTINA

Os corpos de prova foram levados a um forno calibrado (Vita Vacumat 40, Vita-Zahnfabrik, Alemanha) para sinterização das cerâmicas V7, V9 ou V13, de acordo com as especificações sobre sua queima indicada pelo fabricante (Tab. 3). O aspecto visual dos CPs antes (a) e após a queima (b) das cerâmicas de dentina é representado pela Fig. 4.

Tabela 3. Processo de queima das cerâmicas de cobertura.

	VM7	VM9	VM13
Temperatura inicial (°C)	500	500	500
Tempo de pré-secagem (min)	6	6	6
Taxa de elevação da temperatura (°C/min)	55	55	55
Tempo de elevação de temperatura (min)	7,27	7,27	6,55
Temperatura Final (°C)	910	910	880
Tempo de temperatura final (min)	1	1	1
Tempo de manutenção do vácuo (min)	7,27	7,27	6,55
Temperatura de resfriamento (°C)	600	600	600

Fonte: Vita-Zahnfabrik (2007).

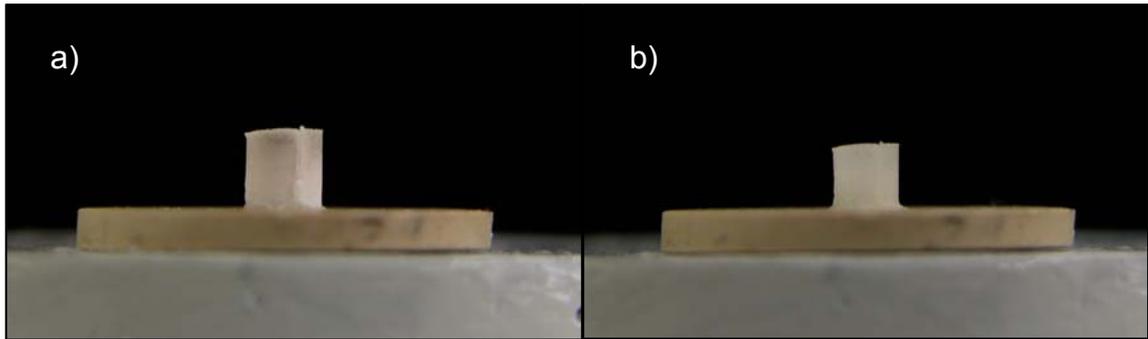


Figura 4 – Fotografias digitais do corpo de prova formado por disco de IZ e cilindro de cerâmica de cobertura V7 (a) antes e (b) depois da sua sinterização.

#### 4.3.3 TESTE DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO CISALHAMENTO

Para o ensaio de resistência ao cisalhamento ( $\sigma_c$ ), a base de cada corpo de prova foi fixada a um anel metálico do sistema Bencot Multi-T (Danville Engineering Inc., San Ramon, CA, EUA) por meio de resina acrílica. Os anéis foram acoplados a uma máquina de ensaios universal EMIC DL 2000 (Equipamentos e Sistemas de Ensaio LTDA, São José dos Pinhais, PR, Brasil) de forma que a interface de união entre as cerâmicas de infra-estrutura e de cobertura fosse submetida à carga de compressão, com velocidade de 0.5 mm/min, até fraturar. A carga máxima de fratura (F) foi registrada (em N) e a área de adesão (A) foi medida (em mm<sup>2</sup>) após a fratura usando um paquímetro digital (Mitotoyo, Japão) diretamente na superfície de união do cilindro cerâmico. Os resultados de  $\sigma_c$  (MPa) foram obtidos usando a seguinte equação:  $\sigma_c = F/A$ .

As superfícies de fratura de todos os corpos de prova foram analisadas sob microscopia óptica (Olympus CBB, Tóquio, Japão) com aumento de 40X com finalidade de classificar o modo de falha em: adesivo (A – quando houve delaminação, ou seja, completo destaque da cerâmica de cobertura da superfície do disco de cerâmica para IE), coesivo em cerâmica de dentina ou de cobertura (CD – quando encontrados resquícios de cerâmica de cobertura sobre o disco de cerâmica de IE) ou coesivo em cerâmica de infra-estrutura (CI – quando verificada fratura da superfície do disco de IE).

#### 4.4 AVALIAÇÃO DO ÂNGULO DE CONTATO

Utilizando a mesma moldeira descrita anteriormente, foram confeccionados 10 CP para cada grupo cerâmico (A7, A9, A13, Z7, Z9 e Z13). As dimensões de altura e diâmetro dos cilindros de cerâmica de cobertura antes da queima, confeccionados sobre os discos de cerâmica de IE, foram 1 mm e 2 mm, respectivamente.

##### 4.4.1 PROCESSO DE QUEIMA DAS CERÂMICAS DE COBERTURA

O processo de obtenção dos CP para o ensaio de avaliação do ângulo de contato, indicando o grau molhamento, consistiu de duas queimas seqüenciais das cerâmicas de cobertura.

Para realização da primeira queima o tempo de manutenção da temperatura final do forno foi de 30 minutos. As outras etapas do processo de queima das cerâmicas foram mantidas conforme as indicações do fabricante, apresentadas previamente na Tabela 2.

O segundo procedimento de queima foi realizado com a calibração da temperatura final de forno recomendada para cada cerâmica, mas com um aumento de 160°C (temperatura máxima de aquecimento do forno sem que houvesse a fusão do disco de cerâmica infiltrada por vidro). Ou seja, a temperatura final de queima das cerâmicas V7, V9 e V13 durante a segunda queima foi 1070°C, 1070°C e 1040°C, respectivamente. As outras etapas de queima permaneceram em conformidade com as recomendações do fabricante.

Os dois processos de queima foram necessários para o completo escoamento e estabilização da forma da cerâmica de cobertura sobre a superfície do disco de IE. Então, após ter alcançado o limite de escoamento, com o equilíbrio das energias de superfície, foi possível a mensuração do ângulo de contato. O aspecto visual dos CPs antes da sinterização após cada uma das duas queimas das cerâmicas de dentina é representado pela Fig. 5.

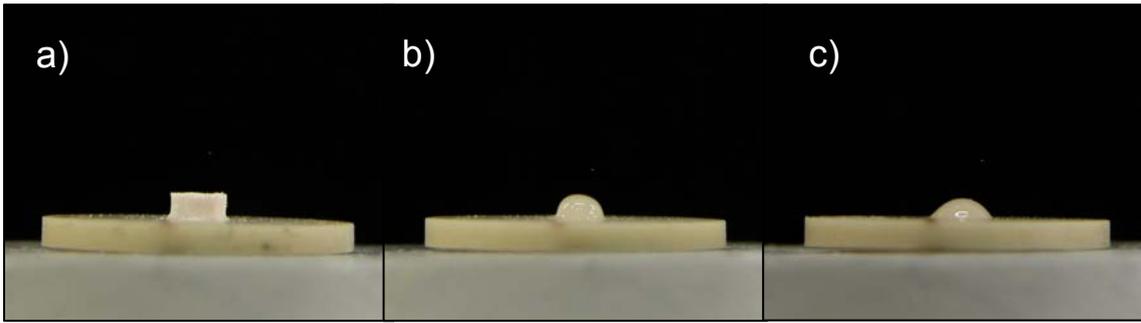


Figura 5 – Imagem fotográfica digital do CP formado por disco de IA e cilindro de cerâmica de cobertura V7 (a) antes da sinterização, (b) após a primeira queima com acréscimo de 30 min e (c) depois da segunda queima da cerâmica de cobertura.

#### 4.4.2 REALIZAÇÃO DAS TOMADAS FOTOGRÁFICAS PADRONIZADAS

Para análise do ângulo de contato foram usadas quatro imagens fotográficas digitais dos CP: duas no momento anterior e duas posteriormente a cada processo de queima. Em cada um desses períodos experimentais foi realizada uma tomada fotográfica no sentido horizontal, em ângulo reto com o longo eixo do cilindro de cerâmica de dentina, e, em seguida, uma no sentido vertical, acompanhando o longo eixo. Para padronização das distâncias foi utilizado um aparato de fixação da câmera fotográfica, conforme a Fig. 6.

A câmera fotográfica digital de alta resolução (5.0 Megapixels), Nikon® Coolpix 5700 (Nikon Inc, Japão), foi posicionada de modo que sua lente objetiva permanecesse a 30 mm do CP. Utilizando a ferramenta de zoom óptico foi possível a obtenção de uma imagem de alta qualidade com um aumento de 8X do seu tamanho real sem perda do foco.

As imagens foram arquivadas em computador no formato JPEG (*Joint Photographic Experts Group*) com qualidade máxima e sem qualquer alteração.

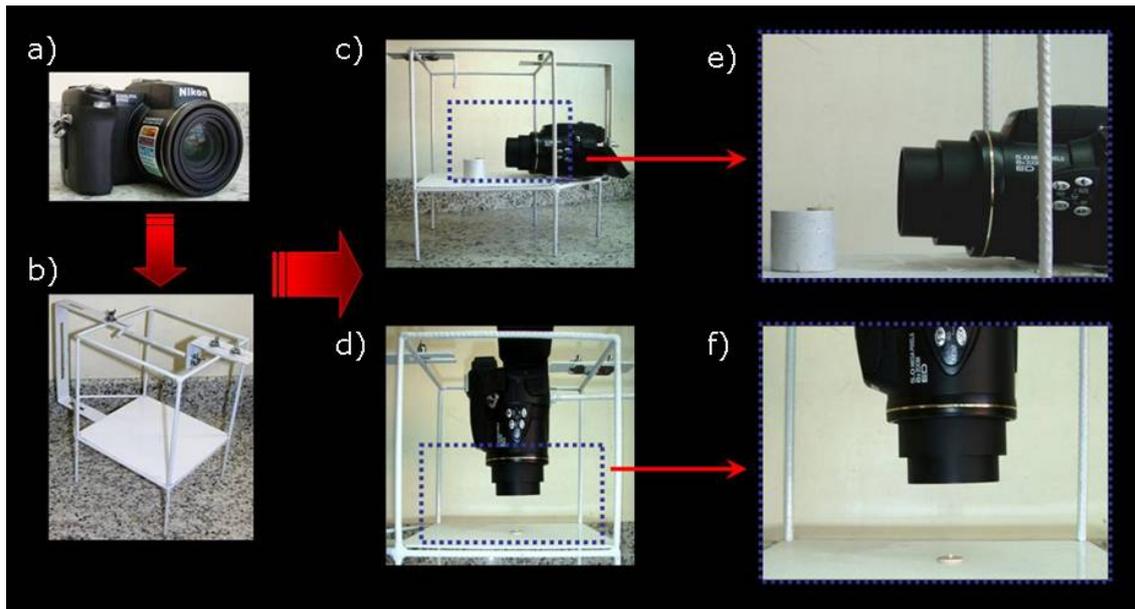


Figura 6 – Posicionamento da câmera fotográfica digital em relação ao CP. (a) câmera fotográfica digital Nikon Coolpix 5700, (b) estante de fixação da câmera digital, (c,e) primeira tomada fotográfica, câmera posicionada em ângulo reto em relação ao longo eixo do cilindro de cerâmica, (d,f) segunda tomada fotográfica, câmera posicionada acompanhando o longo eixo do cilindro de cerâmica.

#### 4.4.3 MENSURAÇÃO DO ÂNGULO DE CONTATO

A análise das imagens foi realizada por um programa de computador, AutoCAD 2006 (versão Z54.10, Autodesk Inc, EUA). Foi utilizada a ferramenta de medida de dimensão angular para medir o ângulo de contato ( $\theta$ ) formado pela superfície de contato do disco e a tangente da interface cerâmica de cobertura/ar, conforme previamente descrito na revisão da literatura e exemplificado pela Figura 1. Foram obtidas as medidas dos ângulos direito e esquerdo e, depois, foi calculada uma média para cada CP.

Foi necessário um teste de confiabilidade dos dados obtidos pelo pesquisador que mediu os ângulos de contato, pois duas medições tomadas pelo mesmo avaliador cego em tempos diferentes poderiam apresentar variabilidade devido à capacidade ou habilidade individual em executar a avaliação do  $\theta$ .

A medida de confiabilidade adotada para assegurar a calibração do avaliador foi obtida por teste de concordância intra-examinador de Kappa, definido por Estrela (2001) como sendo a diferença entre a concordância observada e a concordância devida ao acaso, dividida por 1 menos a concordância devida ao

acaso. O valor de Kappa maior ou igual a 0,7, que indica uma boa concordância, foi aceito para as medições do  $\theta$  nesse estudo.

#### 4.5 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os resultados de  $\sigma_c$  foram apresentados em MPa e analisados estatisticamente no software Sigmastat versão 3.01 (Systat INC). Todos os testes realizados utilizaram grau de significância de 5% ( $p \leq 0.05$ ).

Os dados obtidos pela avaliação da Ra dos discos cerâmicos apresentaram homogeneidade e normalidade de distribuição, o que permitiu a utilização do teste t de *Student* para comparação dos grupos de IZ e IA para certificação da padronização dos CP.

O teste estatístico não paramétrico de Kruskal-Wallis foi usado para comparação entre os grupos submetidos à  $\sigma_c$ , pois os grupos não apresentaram homogeneidade de variâncias e os dados não apresentaram distribuição normal.

A comparação dos valores de ângulo de contato encontrados para os diferentes sistemas cerâmicos foi realizada pela análise de variância (ANOVA uma via) e as diferenças por teste Tukey.

Foi realizado um estudo de correlação para avaliar a associação entre as médias dos resultados de  $\sigma_c$  e o valor da diferença entre os CET dos grupos, bem como entre as médias dos valores do ângulo de contato e dos resultados de resistência de união. Essa relação entre as médias foi quantificada por Coeficiente de Correlação ( $r$ ), cujo valor pode variar entre -1 e +1. Os valores negativos indicam correlação em sentidos opostos, os positivos indicam que as variáveis seguem no mesmo sentido e os valores próximos à zero significa que as medidas dependentes e independentes não variam em conjunto (ESTRELA, 2001).

## 5 RESULTADOS

Os valores médios e desvio padrão das medidas de rugosidade superficial (Ra) dos discos de IA foram  $2,66 \mu\text{m} \pm 0,31$  e de IZ foram  $2,82 \mu\text{m} \pm 0,48$ . O teste t não mostrou diferenças significantes estatisticamente entre os valores de Ra dos grupos IA e IZ ( $p= 0,370$ ) demonstrando padronização da topografia dos discos cerâmicos.

As diferenças de CET ( $\Delta\alpha$ ) para cada um dos grupos cerâmicos estudados (Tabela 4) foram calculadas por meio da subtração dos valores de CET das cerâmicas de IE ( $\alpha_{IE}$ ) e de cobertura ( $\alpha_C$ ) segundo a equação:  $\Delta\alpha = \alpha_{IE} - \alpha_C$ .

Os valores de resistência de união ao cisalhamento de cada CP submetido ao ensaio e modo de falha ocorrido durante a fratura são apresentados no Apêndice A (Dados de resistência de união ao cisalhamento).

As médias e desvio padrão dos valores de resistência de união e do ângulo de contato ( $\theta$ ) são apresentados na Tabela 4.

Tabela 4: Médias dos valores obtidos pelo teste de resistência de união ao cisalhamento, modo de falha e média do ângulo de contato dos diferentes grupos\*.

Grupos	Diferença entre CET ( $10^{-6} \text{ K}^{-1}$ )	$\sigma_c$ (MPa)	$\Theta$ ( $^\circ$ )	Modo de falha (n $^\circ$ )		
				A	CD	CI
A7	0,3	19,4 ( $\pm 4,7$ ) A	49,0 ( $\pm 4,7$ ) c	1	19	0
A9	1,6	0,9 ( $\pm 1,6$ ) C	55,0 ( $\pm 5,8$ ) bc	14	6	0
A13	6	0 D	70,1 ( $\pm 6,0$ ) a	20	0	0
Z7	0,7	23,4 ( $\pm 6,2$ ) A	56,0 ( $\pm 4,9$ ) b	1	19	0
Z9	1,2	9,8 ( $\pm 5,7$ ) B	59,8 ( $\pm 2,9$ ) b	2	18	0
Z13	5,6	0 D	67,2 ( $\pm 6,3$ ) a	20	0	0

\*Letras iguais correspondem às semelhanças estatisticamente significantes.

Os corpos de prova dos grupos A13 e Z13 apresentaram total deslocamento da cerâmica de cobertura da superfície do disco de IE (delaminação) durante o procedimento de queima da cerâmica de cobertura. De modo semelhante, 13 CP do grupo A9 e 1 CP do grupo Z9 apresentaram esse tipo de falha prematura, sendo considerado valor zero de resistência de união.

Os valores de  $\sigma_c$  dos grupos A7 e Z7 foram significativamente maiores que os demais grupos e não diferiram entre si. Os menores valores para resistência de união foram encontrados nos grupos A13 e Z13, estatisticamente semelhantes. Para todos os outros grupos foram encontradas diferenças significantes estatisticamente ( $p \leq 0,001$ ).

Através do teste de correlação foi possível verificar a associação entre as médias dos valores de resistência de união e as diferenças entre o CET da IE e da cerâmica de cobertura. Foi possível afirmar que os resultados de  $\sigma_c$  variam negativamente de acordo com as diferenças entre os CET ( $r = -0,76$ ). Essa correlação está representada pela Fig. 7.

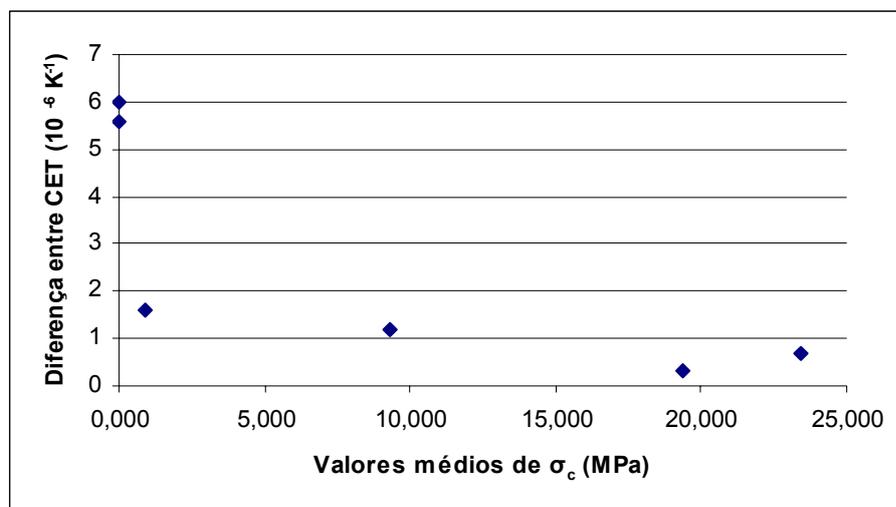


Figura 7 – Gráfico de dispersão: teste de correlação entre as médias de  $\sigma_c$  e diferenças entre os CET das cerâmicas de IE e cobertura ( $r = -0,76$ ).

Entre as médias dos valores do ângulo de contato ( $\theta$ ) dos grupos A13 e Z13; A9, Z7 e Z9; A7 e A9 não foram encontradas diferenças significantes ( $p > 0,05$ ).

O valor de  $r$  para associação das médias de  $\theta$  e  $\sigma_c$  foi de  $-0,70$ , o que indica correlação negativa (no sentido contrário) entre as variáveis, ou seja, a medida em

que o valor de uma variável aumenta, o da outra diminui. O gráfico de dispersão (Fig. 8) demonstra essa associação entre as médias das duas variáveis.

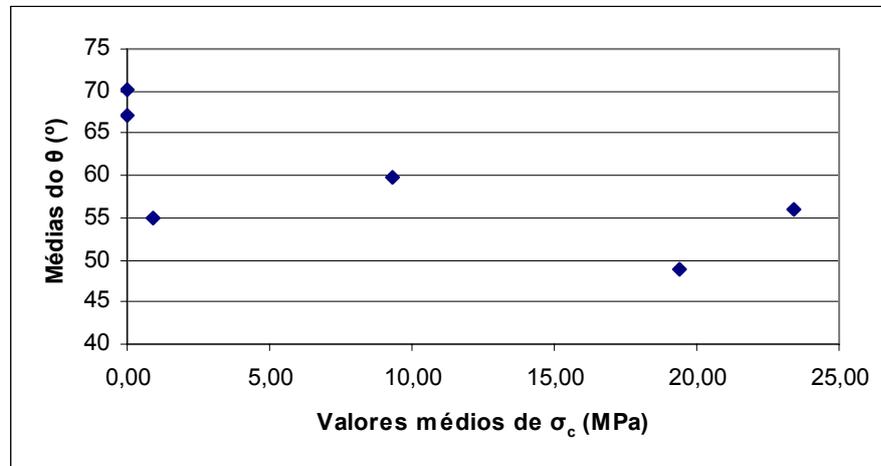


Figura 8 – Gráfico de dispersão. Gerado a partir da correlação entre as médias de  $\sigma_c$  e do  $\theta$  das cerâmicas de IE e cobertura ( $r = -0,70$ ).

A menor diferença entre o CET das cerâmicas de cobertura e de IE indicou menor valor do  $\theta$  (Fig. 9) e, deste modo, houve correlação positiva com o molhamento da cerâmica de IE ( $r = 0,93$ ).

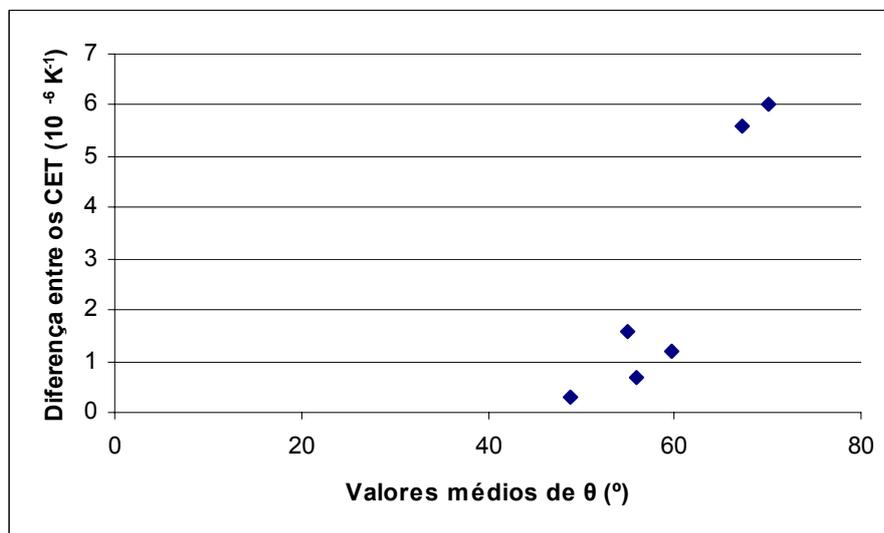


Figura 9 - Gráfico de dispersão. Análise de correlação entre as médias do  $\theta$  e do valor da diferença entre os CET das cerâmicas de IE e cobertura ( $r = 0,93$ ).

## 6 DISCUSSÃO

A união entre as cerâmicas de restaurações livres de metal é resultante de interações físico-químicas que ocorrem ao longo da interface de contato entre as cerâmicas de IE e de cobertura. A integridade da união entre as várias camadas cerâmicas tem grande influência sobre sucesso clínico dessas restaurações (DELLA BONA et al, 2004).

Desse modo, em sistemas totalmente cerâmicos é importante avaliar o efeito da combinação de cerâmicas de diferentes valores de CET na formação de micro-trincas na interface de contato. A existência desse tipo de defeito somada à magnitude das forças de compressão e tração na interface de contato, decorrente do processo de aquecimento/resfriamento da peça, pode resultar em falhas no processo de união entre as cerâmicas, diminuindo a resistência de união e podendo ocasionar delaminação (fratura) da cerâmica de cobertura.

Além da compatibilidade térmica, a capacidade de molhamento da IE pela cerâmica de cobertura, que resulta do equilíbrio de energias de superfície, contribui para um maior potencial adesivo entre os materiais. A avaliação do molhamento de uma cerâmica por outra, por meio da medida do ângulo de contato formado pela IE e a cerâmica de cobertura, não foi reportado até o presente momento.

A  $\sigma_c$  e o  $\theta$  são medidas que podem sofrer influência dos valores de rugosidade superficial média ( $R_a$ ) dos discos cerâmicos confeccionados. Uma superfície com maior rugosidade aumenta a área de contato entre os materiais e facilita o embricamento mecânico entre dois materiais acarretando maior resistência de união (DELLA BONA e VAN NOORT, 1995; MADANI et al, 2000; ABOUSHELIB et al, 2005). Da mesma forma, alterações na topografia superficial do sólido resultam em modificações na sua energia de superfície e, portanto, na capacidade de molhamento indicada pelo ângulo de contato. (PHOENIX e SHEN, 1995; DELLA BONA et al, 2000; OH et al, 2002; DELLA BONA et al, 2004; FLEMING et al, 2004; DELLA BONA, 2005b).

Por isso, foi realizada a análise da rugosidade superficial média ( $R_a$ ) dos discos para certificação da padronização dos CP. Esse estudo não encontrou diferença estatisticamente significativa para os valores de  $R_a$  entre os CP de IA e de IZ ( $p= 0,370$ ), o que indica a padronização da topografia das cerâmicas e, portanto, diminui a possibilidade de interferência do fator rugosidade nos resultados obtidos pelos testes de  $\sigma_c$  e  $\theta$ .

A continua introdução de novos materiais para confecção de próteses totalmente cerâmicas torna ainda mais importante a investigação de como o estresse de contração/expansão ocorre durante a queima ou resfriamento das peças cerâmicas. Algumas pesquisas sobre o comportamento de sistemas cerâmicos tendem a prever o sucesso clínico da restauração simplesmente pela semelhança entre os CET, sem considerar as forças residuais induzidas por diferentes comportamentos dimensionais quando há seu aquecimento ou resfriamento (ANUSAVICE et al., 1989).

Assim, o teste de cisalhamento foi utilizado no presente estudo para avaliar o efeito das forças geradas pelas desigualdades entre os valores de expansão/contração das cerâmicas com diferentes CET na resistência adesiva desses sistemas.

O teste de cisalhamento é o teste mais comumente empregado na avaliação da resistência de união. Devido à grande variação dos processos de confecção dos CP e das particularidades de cada ensaio experimental, os dados de resistência ao cisalhamento reportados na literatura são de difícil comparação. (DELLA BONA e VAN NOORT, 1995; AL-DOHAN et al., 2004; DÜNDAR et al., 2007)

Existem evidências que esse tipo de teste pode induzir a falha coesiva no substrato, o que pode ocasionar interpretação equivocada dos dados obtidos, enquanto que o teste de resistência à tração tende a exibir maior homogeneidade de distribuição de forças (DELLA BONA e VAN NOORT, 1995; DELLA BONA et al., 2000; AMARAL et al., 2006).

Alguns estudos sugerem que o teste de resistência ao cisalhamento é inapropriado para avaliação da força de união entre cerâmica e resina, pois a falha ocorre com frequência na cerâmica de base e não na interface adesiva (DELLA BONA e VAN NOORT, 1995; ABOUSHELIB et al., 2005). No entanto, não existe um método padrão para avaliação da resistência de união entre cerâmicas, mas existe uma maior prevalência de falhas adesivas no teste de resistência de união ao

cisalhamento entre cerâmica infiltrada por vidro e cerâmica feldspática de cobertura (DÜNDAR et al, 2007). Além disso, Aboushelib et al. (2005) observaram que houve predominância de falhas coesivas nas cerâmicas de cobertura quando sistemas totalmente cerâmicos foram submetidos à microtração. A análise do modo de falha na superfície dos CP submetidos a ensaio de resistência de união pode oferecer informações quanto à distribuição de defeitos do material, tipo de fratura (adesiva ou coesiva) e local e tamanho do defeito inicial (DELLA BONA et al., 2003). Ainda, os resultados quantitativos de ensaios de resistência de união devem ser qualificados pela análise das superfícies de fratura (DELLA BONA, 2005b).

Os resultados da avaliação da resistência de união de combinações de cerâmicas ditas compatíveis (A7 e Z7), pouco compatíveis (A9 e Z9) e incompatíveis (A13 e Z13) mostraram que quanto maior a diferença entre os CET menor resistência de união e maior ocorrência de falhas adesivas ( $r = -0,76$ ), confirmando a primeira hipótese desse estudo.

A interpretação cuidadosa do modo de falha é necessária para prevenir conclusões precipitadas sobre a utilidade de qualquer teste de resistência de união. O conhecimento dos conceitos de fractografia e dos mecanismos de fratura diminui a possibilidade de interpretação equivocada dos dados, como a inferência de que, quando há fratura da cerâmica de base, a resistência de união excedeu o valor de resistência coesiva do substrato (DELLA BONA e VAN NOORT, 1995; DELLA BONA e ANUSAVICE, 2002; DELLA BONA, 2005b).

Esse modo de falha na cerâmica de base está vinculado à alta concentração de forças na região da IE próxima à área de contato entre base e cilindro decorrente da distribuição não-uniforme de energia gerada pela aplicação de carga no teste de cisalhamento (DELLA BONA e VAN NOORT, 1995).

Analisados sob microscopia óptica, nenhum dos CP exibiu fratura coesiva das IE, o que pode ser explicado pela alta resistência dessas cerâmicas, tornando menos susceptíveis à fratura pela concentração de forças geradas durante a execução do teste.

A falha coesiva em cerâmica de cobertura foi observada em mais de 90% dos CP dos grupos de maior compatibilidade térmica: A7, Z7 e Z9. No grupo A9, 70% dos CP falharam adesivamente, tipo de falha que ocorreu em todos os CP dos grupos A13 e Z13, que possuíam maior diferença entre os CET das cerâmicas.

O aumento da capacidade de molhamento da cerâmica melhora o escoamento do material de cobertura sobre a sua superfície (LU et al., 1992). A mensuração do ângulo de contato formado pelas cerâmicas de IE e de cobertura é uma metodologia utilizada para avaliar o molhamento do substrato (DELLA BONA, 2005b).

Outro modo de determinação da capacidade de molhamento é a análise dinâmica de ângulo de contato, que utiliza um equipamento analisador de ângulo de contato dinâmico baseado na técnica de Wilhelmy, que fornece valores de ângulo de contato da introdução ( $\Theta_a$ ) e de retração ( $\Theta_r$ ) no líquido. Nessa metodologia o CP é imerso em um meio líquido enquanto as mudanças de peso (devido à ação da energia superficial do CP) que ocorrem durante a imersão são registradas pelo equipamento. Depois de um aumento inicial, o peso do CP diminui pela ação da força de empuxo exercida pelo meio. A atenuação do peso é linear possibilitando a medida da força interfacial do começo da imersão e cálculo do  $\Theta_a$  e  $\Theta_r$  (PHOENIX e SHEN, 1995; DELLA BONA et al., 2004).

Essa metodologia utiliza tradicionalmente água de alta pureza como líquido de teste (PHOENIX e SHEN, 1995; COMBE et al., 2004), porém, para avaliação da capacidade de união entre cerâmica e resina a utilização da água não é adequada. Por esse motivo, Della Bona et al. (2004) investigaram a utilização de uma resina de baixa viscosidade como líquido de teste. Esse método mostrou-se útil para análise de capacidade de molhamento de diferentes substratos pela resina.

Esse método não teria aplicabilidade na avaliação do molhamento de cerâmicas de IE por cerâmicas de cobertura, pois para haver molhamento completo é necessário que o adesivo apresente baixa viscosidade e energia de superfície menor que a do substrato. As cerâmicas encontram-se no estado sólido, à temperatura ambiente, e somente apresenta alguma fluidez quando submetida às altas temperaturas (DEHOFF e ANUSAVICE, 2004; ISGRÒ et al., 2005). Por isso, a capacidade de molhamento de cerâmicas de IE pelas de cobertura foi investigada com base na metodologia de avaliação do ângulo de contato, descrita anteriormente em materiais e métodos.

Duas queimas de cada grupo cerâmico foram necessárias para alcançar o equilíbrio entre a energia superficial da IE e a tensão superficial do fluido de cerâmica de cobertura, pois a estabilidade do comportamento dimensional das cerâmicas frente às alterações de temperaturas é dependente de repetições de etapas de sinterização (ISGRÒ et al., 2005).

A primeira queima foi modificada pelo aumento do tempo de permanência do forno em 30 min, o que possibilitou a homogeneidade de distribuição de calor por toda área interna do forno. A segunda queima foi realizada com aumento de 160°C na temperatura de forno indicada pelo fabricante para diminuir a viscosidade da cerâmica de cobertura e facilitar seu escoamento sobre a IE (DEHOFF e ANUSAVICE, 2004; ISGRÒ et al., 2005).

Foi possível observar que a diferença entre os CET das cerâmicas de IE e de cobertura é diretamente proporcional ao valor do ângulo de contato e oposta à capacidade de molhamento das cerâmicas. Esses resultados confirmam a hipótese 2 desse estudo, ou seja, de que a maior compatibilidade entre o CET das cerâmicas é favorável ao molhamento da cerâmica de cobertura sobre a de IE, produzindo um menor valor do ângulo de contato superficial.

A análise das imagens dos CP permitiu a observação de uma linha de fratura (exemplificada pela Fig. 10) na cerâmica de cobertura em 7 CP do Grupo A13 e em 9 CP do Z13. Antes do resfriamento, a cerâmica de cobertura comporta-se como um fluido, sendo assim incapaz de armazenar forças decorrentes da expansão dimensional. Na medida em que ocorre o resfriamento da peça, a cerâmica de cobertura aumenta a sua viscosidade até se tornar um sólido e dessa forma passível de acumular energia. As fraturas observadas nos CP dos grupos formados por cerâmicas incompatíveis podem ter sido originadas durante o resfriamento dos materiais pela liberação das diferentes forças geradas das características dimensionais desiguais dessas cerâmicas.

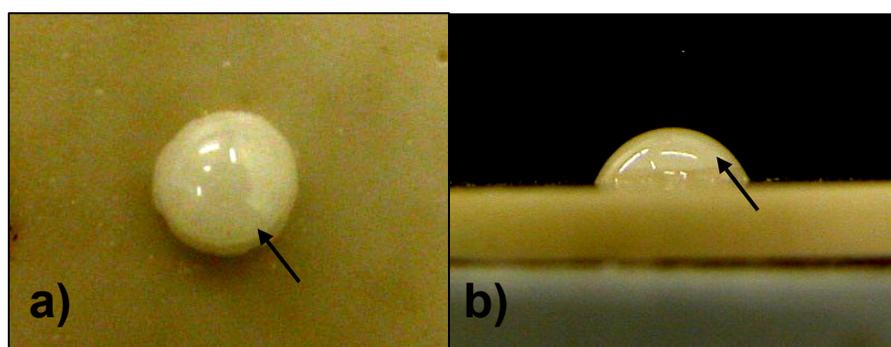


Figura 10 – Imagens do CP 5 do grupo A13. (a) câmera posicionada perpendicular e (b) paralelamente à superfície do disco cerâmico. As setas indicam linhas de fratura evidenciadas na cerâmica de cobertura.

Além disso, uma cerâmica feldspática aquecida além da temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) pode induzir a cristalização de leucita (componente de alto valor de expansão/contração térmica). A variação dos CET entre as diversas fases da cerâmica de cobertura pode originar trincas, potencializar a progressão de falhas e resultar em fraturas da restauração (MACKERT et al., 1996).

A resistência de união entre cerâmicas de IE e de cobertura é dependente de interações físico-químicas que ocorrem na interface de contato entre as cerâmicas (JARDEL et al, 1999; DELLA BONA, 2005b). A resistência de união entre as cerâmicas e a capacidade de molhamento do sólido pelo fluido mostraram ser dependentes da compatibilidade entre os CET das cerâmicas do sistema. Esse estudo mostrou que existe uma correlação entre esses valores, confirmando a hipótese 3, e concordando com outros estudos que afirmam que um alto valor de resistência de união está relacionado com um bom molhamento de um sólido (cerâmica de IE) por um líquido (cerâmica de cobertura) (MADANI et al., 2000; OH et al., 2002; DELLA BONA, 2005b; FLEMING et al., 2005; AMARAL et al., 2006).

Considerando os resultados e correlações, pode-se dizer que a importância prática desse estudo está na utilização de uma técnica simples, baseada no ângulo de contato e molhamento (energia) superficial, para determinar a compatibilidade de sistemas cerâmicos. Essas informações podem facilitar o trabalho dos técnicos de laboratório em prótese dental e os pesquisadores dessa área pela compreensão prática de tais relações físicas e mecânicas entre os sistemas cerâmicos. Além disso, a metodologia e o raciocínio usados nesse estudo podem substituir algumas informações resultantes da dilatométrica, cujo equipamento, dilatômetro, é difícil de ser encontrado.

## 7 CONCLUSÕES

Os resultados da pesquisa confirmam as 3 hipóteses formuladas. Considerando os resultados e as limitações desse estudo, é possível concluir que:

1. O valor do ângulo de contato formado entre cerâmica de IE e a cerâmica de cobertura sofre influência da diferença dos CET ( $r = 0,93$ ).
2. Os valores de resistência de união diminuem à medida que a diferença entre os CET das cerâmicas aumenta ( $r = - 0,76$ ).
3. A capacidade de molhamento (medida pelo ângulo de contato) está relacionada diretamente com os valores de resistência de união ao cisalhamento e, portanto, com o grau de compatibilidade entre as cerâmicas testadas ( $r = - 0,70$ ).

## 8 REFERÊNCIAS

ABOUSHELIB, M.N.; JAGER, N.; KLEVERLAAN, C.J.; FEILZER, A.J. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. **Dent Mater**, v. 21, p. 984–991, 2005.

AL-DOHAN, H. M.; YAMAN, P.; DENNISON, J. B.; RAZZOOG, M. E.; LANG, B. R. Shear strength of core-veneer interface in bi-layered ceramics. **J Prosthet Dent**, v. 91, p. 349-355, 2004.

AMARAL, R.; OZCAN, M.; BOTTINO, M.A.; VALANDRO, L.F. Microtensile bond strength of a resin cement to glass infiltrated zirconia-reinforced ceramic: the effect of surface conditioning. **Dent Mater**, v.22, n. 3, p. 283-90, 2006.

ANUSAVICE, K.J.; DEHOFF, P.H.; HOJJATIE, B.; GRAY, A. Influence of tempering and contraction mismatch on crack development in ceramic surfaces. **J Dent Res**, v. 68, p. 1182–7, 1989.

ANUSAVICE, K. J. Fracture susceptibility of dental ceramics. Today's FDA Scientific, v.4, n.2, p. 1C-3C, 1992.

ANUSAVICE, K. J. **Phillips: Materiais Dentários**. 10. ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 1998.

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

CHONG, K.; CHAI, J.; TAKAHASHI, Y.; WOZIAK, W. Flexural Strength of In-Ceram Alumina and In-Ceram Zirconia Core Materials. **Int J Prosthodont**, v.15, p. 183-188, 2002.

COMBE, E.C.; OWEN, B.A.; HODGES, J.S. A protocol for determining the surface free energy of dental materials. **Dent Mater**. v.20, n.3, p.262-8, 2004.

CONRAD, H. J.; SEONG, W.; PESUN, I.J. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: A systematic review. **J Prosthet Dent**, v.98, p.389-404, 2007.

CRAIG, R.G., POWERS, J.M. **Restorative dental materials**. 11. ed. StLouis: Mosby, 2002.

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

DELLA BONA, A; VAN NOORT, R. Shear vs. Tensile Bond Strength of Resin Composite bonded to Ceramic. **J Dent Res**, v.74, n. 9, p. 1591-1596, 1995.

DELLA BONA, A. Cerâmicas: desenvolvimento e tecnologia. **Revista da Faculdade de Odontologia** da Universidade de Passo Fundo, v.1, n.1, :13-23, 1996.

DELLA BONA, A; ANUSAVICE K.J.; SHEN, C. Microtensile strength of composite bonded to hot-pressed ceramics. **J Adhes Dent**, v.2, n.4, p. 305-13, 2000.

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

DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, K.J; DEHOFF, P.H. Weibull analysis and flexural strength of hot-pressed core and veneered ceramic structures. **Dent Mater**, v. 19, n. 7, p. 663-669, 2003.

DELLA BONA, A., ANUSAVICE, K.J.; MECHOLSKY Jr, J.J. Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. **Dent Mater**, v.19, n. 8, p. 693-9, 2003.

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

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

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

DELLA BONA, A. DONASSOLLO, T.A.; DEMARCO, F.F.; BARRETT, A.A.; MECHOLSKY, J.J. Characterization and surface treatment effects on topography of a glass-infiltrated alumina/zirconia-reinforced ceramic. **Dent Mater**, v.23, n.6, p. 769-75, 2007.

DONASSOLLO, T.A. **Caracterização da cerâmica In-Ceram Zircônia e resistência adesiva por microtração à resina composta**. 2005. 95p. Dissertação (Mestrado em Odontologia, Área de Dentística) – Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas.

DÜNDAR, M.; ÖZCAN, M.; GÖKÇE, B.; ÇÖMLEKOĞLU, E.; LEITE, F.; VALANDRO, L. F. Comparison of two bond strength testing methodologies for bilayered all-ceramics. **Dent Mater**;23(5):630-6, 2007.

ESTRELA, C. **Metodologia científica**: ensino e pesquisa em odontologia. 1ª ed. São Paulo: **Editora Artes Médicas Ltda**, 2001.

FLEMING, G.J.; EL-LAKWAH, S.F.A.; HARRIS, J.J. MARQUINS, P.M. The influence of interfacial surface roughness on bilayered dental ceramic specimen performance. **Dent Mater**; v.20, p. 142-49, 2004.

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

GIORDANO, R. A.; PELLETIER, L.; CAMPBELL, S.; POBER, R. Flexural strength of an infused ceramic, glass ceramic, and feldspathic porcelain. **J Prosthet Dent**, v. 73, n. 5, p. 411-418, 1995.

GUAZZATO, M.; ALBAKRY, M.; SWAIN, M. V.; IRONSIDE, J. Mechanical Properties of In-Ceram Alumina and In-Ceram Zirconia. **Int J Prosthodont**, v. 15, n. 4, p. 339-462, 2002.

GUAZZATO, M.; ALBAKRY, M.; QUACH, L.; SWAIN, M.V. Influence of surface and heat treatments in the flexural strength of a glass infiltrated alumina/zirconia-reinforced dental ceramic. **Dent Mater**, v. 21, p. 454-63, 2005.

HARA, A.T., PIMENTA, L.A., RODRIGUES, A.L. Influence of cross-head speed on resin-dentin shear bond strength. **Dent Mater**, v.76, p. 1298-307, 2001.

ICHINOSE, N. (org.); KATSUTOSHI, K.; OGINO, N.; TSUGE, A.; YOKOMIZO Y. *Introduction to Fine Ceramics: Applications in engineering*. Chinchester and New York: **John Wiley and Sons LTD**, 160 p., 1987.

International Organization for Standardization. ISO 6872: Dental Ceramics, Geneva: The Organization, 2 ed., 1995.

ISGRÒ, G.; KLEVERLAAN, C.J.; WANG, H.; FEILZER, A.J. The influence of multiple firing on thermal contraction of ceramic materials used for the fabrication of layered all-ceramic dental restorations. **Dent Mater**, v 21, p. 557-564, 2005.

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

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

- KELLY, J.R.; NISHIMURA, I.; CAMPBELL, S.D. Ceramics in dentistry: historical roots and current perspectives. **J Prosthet Dent**, v.75, p. 18-32, 1996.
- LU, R.; HARCOURT, J.K.; TYAS M.J.; ALEXANDER B. An investigation of the composite resin/porcelain interface. **Aust Dent J**, v. 74, p. 12-19, 1992.
- MACKERT, J.R.; KHAJOTIA, S.S.; RUSSELL, C.M.; WILLIAM, A.L. Potentia interference of leucite crystallization during porcelain thermal expansion measurement. **Dent Mater**, v.2, p. 8-12, 1996.
- MADANI, M.; CHU, F.C.; MCDONALD, A.V.; SMALES, R.J. Effects of surface treatments on shear bond strengths between a resin cement and an alumina core. **J Prosthet Dent**, v. 83, n.6, p. 644-7, 2000.
- MENCÍK, J. **Strength and Fracture of Glass and Ceramics**: Glass Science and Technology. Amsterdan: **Elsevier**, 357 p., 1992.
- OH, W., SHEN, C.; ALEGRE, B.; ANUSAVICE, K. Wetting characteristic of ceramic to water and adhesive resin. **J Prosthet Dent**, v. 88, p. 616-621, 2002.
- ÖZCAN, M.; VALLITTU P.K. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cements to ceramics. **Dent Mater**, v.19, p.725-731, 2003.
- PHOENIX, R.D.; SHEN, C. Characterization of treated porcelain surfaces via dynamic contact angle analysis. **Int. J Prosthodont**, v.8, p. 187-194, 1995.
- PRÖBSTER, L. Compressive Strength of two Modern All-Ceramic Crowns. **Int J Prosthodont**, v.5, p. 409-414, 1992.
- SMITH, T.B.; KELLY, J.R.; TESK, J.A. In vitro fracture behavior of ceramic and metal-ceramic restorations. **J Prosthodont** v. 3, p. 138-44, 1994.
- STUDART, A. R.; FILSER, F.; KOCHER, P.; LÜTHY, H.; GAUCKLER, L. J. Mechanical and fracture behavior of veneer-framework composites for all-ceramic dental bridges. **Dent Mater**, v. 23, p. 115-123, 2007.
- THOMPSON, G.A. Influence of relative layer height and testing method on failure mode and origin in a bilayered dental ceramic composite. **Dent Mater**, v. 16, p. 235-243, 2000.
- VALANDRO, L.F.; LEITE, F.P.; SCOTTI, R.; BOTTINO, M.A.; NIESSER, M.P. Effect of ceramic surface treatment on the microtensile bond strength between a resin cement and an alumina-based ceramic. **J Adhes Dent**, v. 6, n. 4, p. 327-32, 2004.
- VITA-ZAHNFABRIK. Disponível em: <[www.vita-zahnfabrik.com](http://www.vita-zahnfabrik.com)>. Acesso em: 10 de dezembro de 2007.

WAKABAYASHI, N.; ANUSAVICE, K.J. Crack initiation modes in bilayered alumina porcelain disks as function of core/veneer thickness ratio and supporting substrate stiffness. **J Dent Res**; v. 79, p. 1398-404, 2000.

WHILE, S.N.; CAPUTO, A.A.; VIDJAK, F.M.; SEGHI, R.R. Module of rupture of layered dental ceramics. **Dent Mater**, v. 10, p. 52-58, 1994.

## APÊNDICES

### APÊNDICE A: DADOS DE RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO

Grupo A7			Grupo Z7		
n	Resistência de união (MPa)	Modo de falha	n	Resistência de união (MPa)	Modo de falha
1	24,7	CD	1	15,7	CD
2	16,5	CD	2	28,7	CD
3	27,7	CD	3	22,1	CD
4	19,9	CD	4	27,2	CD
5	19,8	CD	5	17,5	CD
6	18,9	CD	6	29,9	CD
7	25,8	CD	7	29,2	CD
8	16,6	CD	8	16,9	CD
9	14,0	CD	9	19,0	CD
10	19,2	CD	10	31,5	CD
11	12,7	CD	11	25,6	CD
12	27,3	CD	12	13,3	A
13	16,1	CD	13	35,2	CD
14	23,4	CD	14	18,5	CD
15	22,3	CD	15	20,1	CD
16	14,4	CD	16	20,1	CD
17	13,5	A	17	29,7	CD
18	18,6	CD	18	25,0	CD
19	13,9	CD	19	16,0	CD
20	22,2	CD	20	27,0	CD

**Grupo A9**

n	Resistência de união (MPa)	Modo de falha
1	0,0	A
2	0,0	A
3	0,0	A
4	0,0	A
5	0,0	A
6	0,0	A
7	1,8	CD
8	0,0	A
9	3,7	CD
10	0,4	CD
11	0,0	A
12	0,0	A
13	0,0	A
14	4,9	CD
15	3,8	CD
16	0,0	A
17	2,2	CD
18	0,5	A
19	0,0	A
20	0,0	A

**Grupo Z9**

n	Resistência de união (MPa)	Modo de falha
1	7,2	A
2	9,3	CD
3	1,4	CD
4	9,0	CD
5	9,1	CD
6	20,3	CD
7	6,6	CD
8	12,5	CD
9	4,9	CD
10	14,0	CD
11	14,5	CD
12	11,9	CD
13	5,3	CD
14	6,6	CD
15	5,6	CD
16	2,9	CD
17	23,7	CD
18	12,8	CD
19	8,7	CD
20	0,0	A

**Grupo A13**

<b>n</b>	<b>Resistência de união (MPa)</b>	<b>Modo de falha</b>
1	0,0	A
2	0,0	A
3	0,0	A
4	0,0	A
5	0,0	A
6	0,0	A
7	0,0	A
8	0,0	A
9	0,0	A
10	0,0	A
11	0,0	A
12	0,0	A
13	0,0	A
14	0,0	A
15	0,0	A
16	0,0	A
17	0,0	A
18	0,0	A
19	0,0	A
20	0,0	A

**Grupo Z13**

<b>n</b>	<b>Resistência de união (MPa)</b>	<b>Modo de falha</b>
1	0,0	A
2	0,0	A
3	0,0	A
4	0,0	A
5	0,0	A
6	0,0	A
7	0,0	A
8	0,0	A
9	0,0	A
10	0,0	A
11	0,0	A
12	0,0	A
13	0,0	A
14	0,0	A
15	0,0	A
16	0,0	A
17	0,0	A
18	0,0	A
19	0,0	A
20	0,0	A

APENDICE B: VALORES DOS ÂNGULOS DE CONTATO\*

**Grupo A7**

n	$\theta$ Direito	$\theta$ Esquerdo	Média
1	47	52	49,5
2	48	38	43
3	48	48	48
4	52	44	48
5	45	44	44,5
6	49	50	49,5
7	44	46	45
8	48	56	52
9	58	61	59,5
10	52	49	50,5
<b>Média Geral</b>			49,0

**Grupo Z7**

n	$\theta$ Direito	$\theta$ Esquerdo	Média
1	53	55	54
2	53	53	53
3	52	51	51,5
4	54	52	53
5	57	58	57,5
6	48	52	50
7	59	58	58,5
8	58	54	56
9	61	59	60
10	65	68	66,5
<b>Média Geral</b>			56,0

**Grupo A9**

n	$\theta$ Direito	$\theta$ Esquerdo	Média
1	58	55	56,5
2	55	55	55
3	49	52	50,5
4	55	55	55
5	45	50	47,5
6	65	70	67,5
7	55	56	55,5
8	49	50	49,5
9	62	59	60,5
10	55	49	52
<b>Média Geral</b>			55,0

**Grupo Z9**

n	$\theta$ Direito	$\theta$ Esquerdo	Média
1	57	57	57
2	57	60	58,5
3	54	57	55,5
4	57	59	58
5	58	60	59
6	62	65	63,5
7	63	63	63
8	62	59	60,5
9	59	59	59
10	64	64	64
<b>Média Geral</b>			59,8

$\Theta$  = ângulo de contato

\*Valores em graus (°)

**Grupo A13**

n	$\theta$ Direito	$\theta$ Esquerdo	Média
1	64	66	65
2	78	75	76,5
3	73	73	73
4	70	69	69,5
5	58	62	60
6	70	65	67,5
7	67	68	67,5
8	68	66	67
9	80	70	75
10	80	80	80
<b>Média Geral</b>			70,1

**Grupo Z13**

n	$\theta$ Direito	$\theta$ Esquerdo	Média
1	62	60	61
2	60	59	59,5
3	83	76	79,5
4	66	70	68
5	63	67	65
6	82	67	74,5
7	68	64	66
8	63	66	64,5
9	71	72	71,5
10	62	62	62
<b>Média Geral</b>			67,2