

Maria Del Piñal Luna

**INFLUÊNCIA DO ENVELHECIMENTO NO GRAU DE
ADAPTAÇÃO MARGINAL DE COROAS PROTÉTICAS
CONFECCIONADAS EM ZIRCÔNIA**

Tese submetida ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da
Universidade Federal de Santa Catarina como um dos requisitos para a
obtenção do Grau de Doutor em Odontologia - Implantodontia
Orientadora: Profa. Dra. Cláudia Ângela Maziero Volpato

Florianópolis
2017

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor,
através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Luna, Maria Del Piñal

INFLUÊNCIA DO ENVELHECIMENTO NO GRAU DE ADAPTAÇÃO
MARGINAL DE COROAS PROTÉTICAS CONFECCIONADAS EM ZIRCÔNIA /
Maria Del Piñal Luna ; orientadora, Cláudia Ângela Maziero
Volpato - Florianópolis, SC, 2017.

96 p.

Tese (doutorado) - Universidade Federal de Santa
Catarina, Centro de Ciências da Saúde. Programa de Pós
Graduação em Odontologia.

Inclui referências

1. Odontologia. 2. Zircônia. 3. Envelhecimento. 4.
Materiais biocompatíveis. 5. Adaptação marginal. I. Volpato,
Cláudia Ângela Maziero. II. Universidade Federal de Santa
Catarina. Programa de Pós-Graduação em Odontologia. III.
Título.

Dedico este trabajo a mi madre, que siempre priorizó nuestra educación, y que hizo posible la realización de cada uno de mis sueños.

AGRADECIMENTOS

Aos meus queridos pais, **José e Fernanda**, pelo imenso amor, dedicação e humildade, por me apoiar e acreditar em minhas escolhas, permitindo que meus sonhos se tornem realidade e pelo exemplo de força para superar todos os obstáculos. Em especial a minha mãe por sua motivação e energia constante, sem você não teria sido possível.

Às minhas doces irmãs, **Isabel y Lola**, amigas de todas as horas e circunstâncias, pelo companheirismo e incentivo nos momentos difíceis e pela felicidade de tê-las ao meu lado.

A meu namorado, **Eduardo**, pelo amor, apoio e amizade recebida a cada dia. Por acreditar em mim, incentivar meus sonhos e me dar forças a cada dia.

As minhas amigas pelos bons momentos vividos, sua amizade e ajuda não tem preço.

A **Profa. Dra. Maria Jesús López Suárez**, seus conhecimentos e orientações têm sido fundamentais para minha formação como pesquisadora.

A Universidade Federal de Santa Catarina por seu excelente acolhimento e por me dar a oportunidade de me realizar como profissional. Assim como a cada um dos docentes que compartilharam seus conhecimentos comigo, em especial aos **Prof. Dr. Ricardo de Souza Magini, Prof. Dr. Antônio Carlos Cardoso, Prof. Dr. Diego Klee de Vasconcelos e Prof. Dr. Cesar Augusto Magalhães Benfatti**. Cada um de vocês é para mim uma fonte de inspiração. Obrigada por tudo o aprendido e por fazer parte desta trajetória.

Por ultimo quero fazer um agradecimento muito especial à **Profa. Dra. Cláudia Ângela Maziero Volpato**, seu apoio e confiança no meu trabalho e habilidade para guiar minhas ideias tem sido uma contribuição inestimável, não só no desenvolvimento desta tese, se não na minha formação como profissional e pesquisadora. Devo enfatizar sua disponibilidade e paciência que me ajudaram tanto a nível científico como pessoal, obrigada de coração, Cláudia.

RESUMO

Apesar do uso da zircônia em diversas aplicações técnicas e biomédicas, após 20 anos de pesquisa, a possibilidade de este material envelhecer em função, fenômeno conhecido como degradação em baixas temperaturas (DBT), continua sendo um assunto em controvérsia. O objetivo deste estudo “*in vitro*” foi analisar a influência do envelhecimento no grau de adaptação de coroas bilaminares feitas em Y-TZP (Z-CAD HD, Metoxit AG, Suíça) e recobertas com cerâmica (E-max, Ivoclar Vivadent, Liechtenstein) e coroas monolíticas (Z-CAD HTL, Metoxit AG, Suíça), assim como a influência do agente de cimentação (Rely X U200, 3M Espe, EUA) no grau de adaptação marginal dessas peças cerâmicas. Quarenta e oito corpos de prova foram usinados em aço inoxidável simulando um primeiro pré-molar inferior que receberia uma coroa protética. Os corpos de prova foram divididos aleatoriamente em quatro grupos com 12 espécimes cada e, após, foram confeccionadas as seguintes coroas: (1) coroas bilaminares (infraestrutura em zircônia e cerâmica de cobertura) cimentadas; (2) coroas bilaminares (infraestrutura em zircônia e cerâmica de cobertura) não cimentadas; (3) coroas monolíticas em zircônia não cimentadas; (4) coroas monolíticas em zircônia cimentadas. Em relação ao envelhecimento, todos os grupos foram submetidos a dois tempos diferentes: **T1**: nenhum tratamento de envelhecimento e armazenamento em ambiente seco e temperatura ambiente. **T2**: tratamento de envelhecimento artificial em autoclave, sob uma atmosfera úmida a 131°C e pressão de 1,7 bares durante 5 horas. A adaptação marginal foi avaliada pela medida da discrepância marginal absoluta das coroas realizadas, utilizando um microscópio eletrônico de varredura. A difração de raios X foi utilizada para calcular a fração de fase monoclinica e monitorizar a DBT. Tanto as coroas bilaminares como as monolíticas apresentaram discrepâncias marginais verticais semelhantes, entretanto, não foram observadas diferenças significativas na adaptação marginal entre os grupos testados ($p= 0,41$). Também não foram observadas diferenças na discrepância marginal quanto à presença ou não de agente de cimentação e quando o envelhecimento artificial foi empregado ($p= 0,17$). A intensidade do pico da fase monoclinica a tetragonal aumentou de 1,2 a 3% para as coroas bilaminares e de 0,8 a 1,6% para as coroas monolíticas. As coroas monolíticas e bilaminares de zircônia confeccionadas mediante tecnologia CAD/CAM apresentaram *gaps*

marginais que estavam dentro de uma faixa aceitável de discrepância marginal. A cimentação não demonstrou ter uma influência significativa no ajuste marginal. A adaptação marginal não foi influenciada pelo envelhecimento, e este não levou a uma transformação significativa da fase tetragonal para a fase monoclinica. Estudos "in vitro" demonstraram que a tecnologia CAD / CAM pode produzir estruturas de zircônia com um ajuste marginal clinicamente aceitável. Com base na ausência de estudos científicos longitudinais, não parece claro a relação entre o ajuste marginal e a consequente degradação do envelhecimento.

Palavras chave: zircônia; envelhecimento; adaptação marginal; cimentação.

ABSTRACT

Despite the use of Yttria Tetragonal Zirconia Polycrystal (3Y-TZP) in several technical and biomedical applications, after over 20 years of research, the possibility that this material can aged in function, a phenomenon known as low temperature degradation (LTD), remains a subject under discussion. The aim of this "*in vitro*" research was to analyze the influence of aging on the degree of adaptation of Y-TZP based crowns, either monolithic (Z-CAD HTL, Metoxit AG, Tayngen, Switzerland) or ceramic coating (Z-CAD HD, Metoxit AG, Tayngen, Switzerland; E-max, Ivoclar Vivadent) as well as the influence of cementation (Rely X U200, 3M Espe) on the fit of the restorations. Forty-eight standardized dies will be prepared from stainless steel, to receive a ceramic crown. The specimens were randomly divided into 4 groups of 12 specimens each: (1) bilayer crown (zirconium structure with ceramic coating) cemented; (2) bilayer crown (zirconium structure with ceramic coating) without cement; (3) monolithic zirconia crown without cement; (4) cemented monolithic zirconia crown. All groups will be treated as a function of aging, in 2 different times: **T1**: No aging treatment and stored in a dry place at room temperature; **T2**: Treatment of artificial aging (hydrothermally), in autoclave, under a humid atmosphere at 131 °C and pressure of 1,7 bar for 5 hours. Marginal adaptation will be evaluated by measuring the absolute marginal discrepancy of the ceramic crowns on the specimens, using a scanning electron microscope. The monoclinic-to-tetragonal (m/t) peak intensity ratio measured by x-ray diffraction was used to calculate the monoclinic phase fraction and monitor LTD. Both zirconia groups showed similar vertical marginal discrepancies, however, no significant differences ($p=0.41$) in marginal adaptation were observed among the experimental groups. Moreover, no differences were observed in either group in marginal discrepancies between cementation process neither artificial aging ($p=0.17$). The relative XRD peak intensity of the monoclinic to tetragonal phase increased for 1,2 to 3% for bilayer crowns and from 0,8 to 1,6% for monolithic crowns. Monolithic and bilayer CAD /CAM zirconia crowns showed marginal gaps that were within an acceptable range of marginal discrepancy. Cementation was not found to have a statistically significant influence on the marginal fit. Marginal adaptation was not influenced by aging, and this did not lead a significant transformation from tetragonal to monoclinic phase. "*In vitro*" studies

have demonstrated that CAD/CAM technology can produce zirconia structures with a clinically acceptable marginal fit. Based on the lack of rigorous scientific longitudinal studies, it seems not clear the relationship between the marginal fit and the resulting degradation of aging.

Keywords: zirconium; aging; marginal fit; cementation.

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1 – Estrutura cristalina da zircônia monoclínica (a), tetragonal (b) e cúbica (c) Fonte. Adaptado de HANNINK et al., 2000. 82
- Figura 2 – Desenho esquemático da transformação de fase da zircônia ocorrendo na ponta da trinca. Adaptado de VAGKOPOULOU et al., 2009. 82
- Figura 3- Esquema do processo de envelhecimento, secção transversal. Adaptado de CHEVALIER, 2006. 83

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 – Distribuição dos grupos.	84
Quadro 2- Composição química e microestrutura das zircônias utilizadas relatadas pelo fabricante.	85
Quadro 3- Parâmetros utilizados para a sinterização das zircônias.	85
Quadro 4- Programas de queima utilizados para a cerâmica de cobertura e o glazeamento.	86

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 – DRX de uma superfície bilaminar sem polimento prévio.	87
Gráfico 2 – DRX de uma superfície bilaminar com polimento prévio.	87
Gráfico 3 – DRX de uma superfície monolítica sem polimento prévio.	88
Gráfico 4 – DRX de uma superfície monolítica com polimento prévio.	88
Gráfico 5 – DRX das coroas bilaminares antes e após o envelhecimento em autoclave.	89
Gráfico 6 – DRX das coroas monolíticas antes e após o envelhecimento em autoclave.	90

SUMÁRIO

1.INTRODUÇÃO.....	23
2.OBJETIVOS.....	29
2.1 Objetivo Geral.....	29
2.2 Objetivo Especifico.....	29
3.VERSÃO DO ARTIGO EM INGLÊS.....	31
4.CONCLUSÕES.....	59
5.REFERÊNCIAS.....	61
APÊNDICE A – Metodologia aplicada.....	69
APÊNDICE B - Tabelas de resultados	81
APÊNDICE C – Figuras.....	85
APÊNDICE D – Quadros dos materiais e métodos	87
APÊNDICE E – Gráficos	91

1. INTRODUÇÃO

A zircônia pura apresenta o fenômeno de alotropia, ou seja, com a mesma composição química pode originar estados cristalinos diferentes (LUGHI & SERGO, 2010). À pressão ambiente, ela pode assumir três fases cristalográficas, em função da variação da temperatura: fase cúbica (c), cujas propriedades mecânicas são satisfatórias e é estável acima de 2.370°C; fase tetragonal (t) que permite a obtenção de uma cerâmica com melhores propriedades mecânicas, sendo estável entre 1.170°C e 2.370°C; e finalmente a fase monoclinica (m), estável à temperatura ambiente e até 1.170°C, apresentando um comportamento mecânico inferior que pode contribuir para uma redução da coesão nas partículas de cerâmica e, portanto, da densidade do material (VAGKOPOULOU et al., 2009).

Quando uma trinca surge na zircônia, uma tensão interna ocorre no material, porque essa trinca tende a se propagar. Isso pode ser suficiente para transformar alguns grãos tetragonais em monoclinicos, conduzindo a um aumento de volume local de cerca de 5%. O resultado do aumento de volume é uma tensão compressiva que atua na ponta da trinca, dificultando sua propagação (GARVIE et al., 1975; PICONI et al., 1999). Este fenômeno, conhecido como “tenacificação por transformação”, é considerado como a base da resistência estrutural destas cerâmicas (VAGKOPOULOU et al., 2009).

Atualmente, o tipo de zircônia mais popular e frequentemente utilizado para as aplicações dentais é a zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (*Yttria Tetragonal Zirconia Polycrystal - 3Y-TZP*), que consiste de uma matriz de zircônia parcialmente estabilizada com 2mol% a 3mol% de óxido de ítrio. Porém, apesar do uso da zircônia em diversas aplicações técnicas e biomédicas, depois de mais de 20 anos de pesquisa, a possibilidade de esse material envelhecer em função; fenômeno conhecido como degradação em baixa temperatura (DBT); continua sendo uma lacuna no conhecimento (KOBAYASHI, 1981; LUGHI & SERGO, 2010). Frente à importância desse fenômeno incessantes pesquisas visando compreender e controlar os mecanismos relacionados ao envelhecimento continuam sendo realizadas.

O envelhecimento consiste em uma transformação lenta e espontânea da fase tetragonal para a monoclinica (t→m), associada à presença de água ou vapor d'água. A degradação resultante se caracteriza por rugosidade superficial, aparecimento de microtrincas e deslocamento sucessivo de partículas, aumentando as probabilidades de falha mecânica do material. (CHEVALIER, 2006; KELLY & DENRY, 2008; DE

SOUZA et al., 2016). Sabe-se que o envelhecimento da zircônia é um fenômeno originado pela influência e convergência de vários fatores, como o tamanho do grão do material, o tipo de óxido estabilizador, a porcentagem e a distribuição dos óxidos e as técnicas de processamento (LUGHI & SERGO, 2010). Por exemplo, tem sido demonstrado que o tamanho do grão aumenta proporcionalmente em função do aumento na temperatura de sinterização. Grãos maiores podem levar a uma transformação de fase espontânea, enquanto grãos menores estão associados a taxas menores de transformação (DENRY, PEACOCK AND HOLLOWAY, 2010; HALMANN et al., 2012; LUCAS et al., 2015).

Desde a obtenção da matéria prima até a instalação da infraestrutura em boca, a zircônia é submetida a diferentes danos superficiais, como resultado de processos de usinagem CAD/CAM e de procedimentos laboratoriais. Como consequência, as propriedades mecânicas e a estabilidade em longo prazo de infraestruturas tratadas podem ser diferentes daquelas do material inicial (VAGKOPOULOU et al., 2009; KIM et al., 2010). Os procedimentos realizados para o acabamento e condicionamento superficial do material também provocam tensões residuais e defeitos superficiais, cuja implicação no envelhecimento acelerado é controversa (DEVILLE et al., 2006; KOSMAC et al., 2007; AMARAL et al., 2013; KIM et al. 2010).

Atualmente, não existem muitos dados *in vivo* sobre a DBT à temperatura do corpo humano. KOSMAC, JEVNIKAR E KOCJAN, 2011 instalaram discos de zircônia, com dois tamanhos de grão diferentes, em próteses totais na mandíbula. Após 6, 12 e 24 meses de exposição ao meio oral, os discos foram removidos das próteses e, as superfícies foram analisadas mediante difração de raios X e microscopia eletrônica. Os resultados mostraram que, independentemente do tamanho do grão, as amostras de zircônia foram vulneráveis a transformação de fase. Além disso, após 2 anos em boca, mais de 10% de conteúdo monoclínico estava presente na zircônia.

Porém, a maioria das previsões a 37°C estão baseadas em testes *in vitro*, com protocolos de envelhecimento acelerado. Um dos métodos mais utilizados para simular e avaliar *in vitro* este fenômeno é o uso da autoclave. As amostras são artificialmente envelhecidas em água destilada, em diferentes temperaturas e tempos, com o objetivo de induzir a transformação de fase na superfície, já que essa transformação é ativada termicamente e acelerada pela presença de água. Segundo CHEVALIER et al. (1999), o tratamento das amostras em autoclave a 134°C por uma

hora, é equivalente a 3-4 anos de envelhecimento *in vivo*. A International Organization of Standardization (ISO) recomenda utilizar a autoclave a 134°C, com pressão de 0,2MPa, durante 5 horas.

Há uma forte variabilidade no comportamento da zircônia com respeito à sua resistência ao envelhecimento. Muitos fatores podem afetá-la e, parece que, mesmo estabilizadas com o mesmo óxido em concentrações praticamente idênticas, mostram comportamentos totalmente divergentes (FLINN et al., 2016). Na DBT, a transformação de fase (t→m) inicia-se em partículas isoladas na superfície da zircônia, por meio de um mecanismo do tipo corrosão sob tensão. Na medida em que os grãos vão se transformando, um aumento de volume local ocorre, o que tenciona e desorganiza a estrutura cristalina. O estágio de crescimento depende de vários padrões da microestrutura: porosidade, tensões residuais, tamanho das partículas, entre outros (CHEVALIER et al., 2006). A transformação de fase mediante o uso de uma autoclave é um fato comprovando cientificamente (PEREIRA et al., 2016). Na maior parte dos estudos científicos analisados, essa transformação de fase é menor do que o percentual de 25% permitido pela ISO (AMARAL et al., 2013; SIARAMPI et al., 2014, DE SOUZA et al., 2016; CATTANI LORENTE et al., 2016; SEHGAL et al., 2016; XIE et al., 2016; LUCAS et al., 2016;). Porém, quando tempos de autoclave mais longos são utilizados a transformação de fase aumenta significativamente (KIM et al. 2010; ALGHAZZAWI et al., 2015; ZHANG et al., 2016).

Após a transformação lenta e espontânea da fase tetragonal para a monoclínica (t→m), a rugosidade superficial, o aparecimento de microtrincas e o deslocamento sucessivo de partículas resultantes permitem que a água penetre no interior do material, aumentando as probabilidades de falha do mesmo (CHEVALIER et al., 2006; KELLY & DENRY, 2008). A rugosidade e degradação da superfície também são citadas nos artigos científicos como uma consequência inerente ao envelhecimento (KIM et al., 2010; DE SOUZA et al., 2016; HARADA et al., 2016; LUCAS et al., 2016).

A manutenção ou não das propriedades mecânicas após o envelhecimento, também é tema de grande discussão. É extremamente importante compreender que, no momento de interpretar os resultados, pequenas variações no tempo e na temperatura da autoclave podem afetar a taxa de transformação, a qualidade das superfícies e as propriedades mecânicas do material (KIM et al., 2010; FLINN et al., 2012). Uma grande parte da literatura científica mostra que a resistência à flexão e a

duresa da zircônia são mantidas após vários ciclos de autoclave, apesar de o conteúdo monoclinico ter aumentado (KIM et al., 2009; AMARAL et al., 2013; DE SOUZA et al., 2016; BORBA et al., 2016; HARADA et al., 2016; XIE et al., 2016). Recentemente, ciclos mais longos em autoclave têm sido recomendados, principalmente para o estudo das propriedades mecânicas, já que a resistência flexural começa a diminuir quando a concentração de fase monoclinica é maior do que 50% (PEREIRA et al., 2016).

Muito tem se questionado sobre a influência da DBT na Odontologia, já que a infraestrutura de zircônia não estaria em contato direto com o ambiente oral e tecidos dentários duros; devido, principalmente, a presença de revestimento cerâmico estético e agente de cimentação. Portanto, classicamente, a susceptibilidade à DBT estaria limitada a algumas condições específicas: (a) quando implantes orais são fabricados em zircônia; (b) quando a zircônia é usada para confeccionar infraestruturas de coroas ou próteses fixas e algumas áreas dessas peças não são totalmente recobertas, e (c) quando o revestimento estético foi deslocado durante ajustes oclusais ou fraturado sob cargas oclusais, deixando a infraestrutura de zircônia exposta (CATTANI-LORENTE et al., 2011). No entanto, tem sido sugerido que o cimento resinoso poderia absorver água dos túbulos dentinários, e a infraestrutura de zircônia que entraria em contato com água ou umidade poderia envelhecer (JEVNIKAR et al., 2000). Uma revisão sistemática recente afirmou que coroas feitas de zircônia não devem ser indicadas como primeira opção de tratamento, devido a um risco aumentado de deslocamento da cerâmica de recobrimento e perda de retenção (SAILER ET AL., 2015). É por isso que atualmente existe uma tendência no emprego de coroas monolíticas em zircônia, especialmente em áreas as quais a exigência estética não é primordial. Isto significa que a Y-TZP estaria em contato direto com as condições de umidade, variações de pH, cargas mecânicas e temperaturas críticas para a estabilidade da fase tetragonal (DE SOUZA et al., 2016).

O recobrimento cerâmico não parece proteger a zircônia da transformação de fase (XIE et al., 2016), e a aplicação desta por estratificação ou injeção não têm demonstrado diferenças na transformação da fase (t→m) (ALGHAZZAWI & JANOWSKI, 2015). Uma transformação reversa da fase monoclinica para a tetragonal após a primeira queima do recobrimento cerâmico tem sido constatada (DENRY, PEACOCK E HOLLOWAY, 2010; HALLMANN et al., 2012). Quando as cerâmicas utilizadas para o recobrimento da zircônia

foram envelhecidas isoladamente em autoclave (200°C, durante 5 horas em 2 atmosferas), parâmetros como a densidade, dureza, porosidade e rugosidade superficial encontraram-se alterados. Em contrapartida, o envelhecimento originou em um aumento da resistência flexural (LUO et al., 2016).

Por outro lado, parece que a usinagem de zircônia utilizando a tecnologia CAD / CAM também contribui para a degradação hidrotérmica da 3Y-TZP, devido ao aumento do conteúdo monoclinico (KIM et al., 2010). A maior porcentagem desta fase foi detectada nas margens cervicais das infraestruturas, áreas mais finas, onde as condições de usinagem são mais agressivas (KYPRAIOU et al., 2012). Portanto, as propriedades mecânicas e a estabilidade em longo prazo das infraestruturas tratadas podem ser diferentes daquelas do material inicial (VAGKOPOULOU et al., 2009; KIM et al., 2010). Isto é de suma importância, pois a possível imprecisão no ajuste marginal causa acúmulo de placa bacteriana, levando ao desenvolvimento de cárie e à doença periodontal, e, através de microinfiltração, contribui também para a inflamação endodôntica em pilares vitalizados (BEUER et al., 2009a). A tecnologia CAD/CAM fornece uma maior precisão quando comparada com técnicas convencionais na confecção de próteses cerâmicas (ORTEGA et al., 2015); e, precisão e exatidão são necessárias para assegurar a longevidade dessas restaurações (HAMZA et al., 2013). De acordo com uma relevante revisão sistemática, muitas variáveis influenciam na adaptação marginal de próteses cerâmicas, destacando-se: a margem cervical, o espaço pré-definido para o cimento, o recobrimento cerâmico e o processo de cimentação (CONTREPOIS et al., 2013). Além destas quatro variáveis, vale a pena destacar que, diferenças de adaptação marginal têm sido encontradas em função do sistema CAD/CAM utilizado, já que cada sistema utiliza um método para a sinterização da zircônia e para a fabricação das infraestruturas (desenho e usinagem) (VIGOLO et al., 2008; GONZALO et al., 2009; ATT et al., 2009; BEUER et al., 2009; MARTÍNEZ-RUS et al., 2011; HAMZA et al., 2013; RAJAN et al., 2015). A seleção da rota de processamento CAD/CAM também repercute na precisão marginal das infraestruturas de zircônia. A usinagem em centros de produção industrial parece oferecer uma maior precisão do que a usinagem em centros laboratoriais (RINKE et al., 2012).

A escolha de um término específico de preparo não influencia significativamente na discrepância marginal que pode ser encontrada (MIURA et al., 2014; VIGOLO et al., 2015; VODJANI et al., 2015). Em

contrapartida, de acordo com a maioria dos estudos, a estratificação da cerâmica parece alterar a precisão marginal das coroas (DITTMER et al., 2009; PAK et al., 2010; KOHORST et al., 2012; VODJANI et al., 2015). O método utilizado para a aplicação cerâmica de recobrimento também influencia na adaptação marginal das infraestruturas de zircônia. A estratificação convencional de camadas tem apresentado valores significativamente mais altos de discrepância marginal do que em técnicas injetadas e usinadas por tecnologia CAD/CAM (TORABI et al., 2015).

O cimento é outra variável que pode influenciar na adaptação marginal, porém a maioria dos trabalhos avalia a adaptação marginal sem a utilização deste; são poucos trabalhos que, apesar de ter cimentado as amostras, avaliam a relação desta variável (cimento), com a adaptação marginal (ATT et al., 2009; GONZALO et al., 2009; EUAN et al., 2012).

Estudos clínicos longitudinais relataram que o ajuste marginal das infraestruturas cerâmicas e dos materiais de cobertura deve ser melhorado, pois é um dos principais indicativos de longevidade desses trabalhos em boca (SAILER et al., 2007). Em função da ausência de rigorosos estudos científicos de acompanhamento, não parece clara a relação entre a previsibilidade da falha no ajuste marginal e na degradação resultante do envelhecimento. Do levantamento científico realizado, destacando-se as publicações sobre o tema presentes nos últimos oito anos, apenas um estudo simula as condições orais, avaliando a influência do envelhecimento artificial no ajuste marginal mediante fadiga cíclica (ATT et al., 2009); entretanto, nenhum estudo avalia mediante o uso de uma autoclave, como recomendado pela ISO. Portanto, existe a necessidade de estudos mais aprofundados sobre o comportamento da zircônia frente ao envelhecimento, focando principalmente em aspectos relacionados ao grau de adaptação marginal de coroas cerâmicas com infraestruturas em zircônia. O presente trabalho teve como objetivo avaliar a influência do envelhecimento no grau de adaptação marginal de coroas bilaminares e monolíticas a base de Y-TZP. A primeira hipótese nula testada nesse estudo foi de que o protocolo de envelhecimento acelerado não é capaz de modificar o grau de adaptação marginal de coroas confeccionadas em zircônia, tanto bilaminares quanto monolíticas. A segunda hipótese nula é que o emprego de um agente de cimentação não influencia na adaptação marginal final de coroas confeccionadas em zircônia.

2. OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

O presente trabalho teve como objetivo avaliar a influência do envelhecimento no grau de adaptação marginal de coroas bilaminares e monolíticas a base de Y-TZP.

2.2 Objetivos Específicos

- Avaliar o grau de ajuste marginal de coroas cerâmicas bilaminares e monolíticas;
- Avaliar o grau de ajuste marginal de coroas cerâmicas cimentadas ou não;
- Avaliar o grau de ajuste marginal de coroas cerâmicas expostas ao protocolo acelerado de envelhecimento artificial.

3. VERSÃO DO ARTIGO EM INGLÊS

Revista: Journal of Prosthetic Dentistry

Influence of aging on the marginal fit of dental yttria-stabilized tetragonal zirconia crowns.

Del Piñal, M^{1,2}; Bartolomé, JF; Suarez, MJ²; Volpato, CAM¹.

¹Department of Dentistry, Federal University of Santa Catarina, Florianópolis, Brazil

²Department of Buccofacial Prosthesis, Faculty of Odontology, University Complutense, Madrid, Spain

³Instituto de Ciencias de los Materiales de Madrid (ICMM), Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC), Madrid, Spain.

Correspondence author:

Maria del Piñal Luna

Calle Castelar 47, 2º derecha – CP 39004 Santander/España

Maria_delpi@hotmail.com

+34 639274371

ABSTRACT

State of Problem. Despite the wide use of Yttria Tetragonal Zirconia Polycrystal (3Y-TZP) in Dentistry, low temperature degradation (LTD) remains a subject under discussion.

Purpose. Analyze the influence of aging on the degree of adaptation of Y-TZP based crowns, either monolithic or veneering ceramic, as well as the influence of cement on the fit of the restorations.

Material and methods. Forty-eight standardized dies will be prepared from stainless steel, to receive a ceramic crown. The specimens were randomly divided into 4 groups: **(1)** bilayer cemented crown; **(2)** bilayer crown without cement; **(3)** monolithic zirconia crown without cement; **(4)** cemented monolithic zirconia crown. All groups will be aged in 2 different protocols: **T1:** No aging treatment and stored in a dry place at room temperature; **T2:** hydrothermal aging in an autoclave for 5 hours at 131 °C and pressure of 1,7 bar. A scanning electron microscope (SEM) with a magnification of $\times 1000$ was used for measurements and X-ray diffraction (XRD) was used to characterize phase transformations.

Results: Both zirconia groups showed similar vertical marginal discrepancies, and no significant differences ($p = 0.41$) in marginal adaptation were observed. Moreover, no differences were observed in either group in marginal discrepancies between cementation neither artificial aging ($p = 0.17$). The relative XRD peak intensity of the monoclinic to tetragonal phase increased for 1.2 to 3% for bilayer crowns and from 0.8 to 1.6% for monolithic crowns.

Conclusions: Monolithic and bilayer CAD /CAM zirconia crowns showed marginal gaps that were within an acceptable range of marginal discrepancy, regardless of the cementing agent. Marginal adaptation was not influenced by aging, and this did not lead a significant transformation from tetragonal to monoclinic phase.

Clinical Implications. This study suggest that CAD/CAM technology can produce zirconia structures with clinically acceptable and stable marginal fit.

INTRODUCTION

Despite the clinical use of zirconia in several technical and biomedical applications, after 20 years of research, the possibility of this material aging in function, a phenomenon known as low temperature degradation (LTD), remains a gap in knowledge.^{1,2} Aging consists of a slow and spontaneous transformation from the tetragonal to the monoclinic phase ($t \rightarrow m$), associated with the presence of water or water vapour, which begins in isolated particles on the surface of the zirconia, by a stress corrosion type mechanism. As the grains are transformed, a local volume increase occurs, which accentuates and disrupts the crystalline structure.^{3,4} Aging of zirconia is a phenomenon originated by the influence and convergence of several factors, such as grain size of the material, type of stabilizing oxide, percentage and distribution of oxides and processing techniques.² So, differences in zirconia composition and processing may affect their microstructure and resistance to LTD.⁵

Currently, there is not much in vivo data on LTD at human body temperature, KOSMAC, JEVNIKAR and KOCJAN⁶ installed zirconia discs, with two different grain sizes, in total dentures in the mandible. After 6, 12 and 24 months of exposure to the oral medium, the discs were removed from the prostheses and the surfaces were analysed by X-ray diffraction and electron microscopy. The results showed that, irrespective of grain size, the zirconia samples were vulnerable to phase transformation. In addition, after 2 years in the mouth, more than 10% of monoclinic content was present in the zirconia discs. It has been calculated that 1 h of autoclave treatment at 134°C has theoretically the same effect as 3 to 4 years in vivo at 37°C.⁷ The International Organization of Standardization (ISO)⁸ recommends using an autoclave at 134 °C at a pressure of 0.2MPa for 5 hours. In most of the scientific studies analysed, the phase transformation originated after autoclaving the samples is smaller than the 25% allowed.⁹⁻¹² Although, when longer autoclave times are used the $t \rightarrow m$ transformation increases significantly.¹²⁻¹⁵

Much has been questioned about the influence of LTD in dentistry, since the zirconia infrastructure would not be in direct contact with the oral environment and hard dental tissues; mainly due to the presence of aesthetic ceramic coating and cementing agent.¹⁶ Although some authors suggest that resin cement could absorb water from the dentin tubules, and the zirconia infrastructure that would meet water or

moisture could age.¹⁷ According to a systematic review, crowns made out of densely sintered zirconia cannot be recommended as primary treatment option due to an increased risk of chipping of the veneering ceramic and loss of retention.¹⁸ So, there is currently a trend in the use of monolithic zirconia crowns, especially in areas where aesthetic requirements are not paramount. This means that Y-TZP would be in direct contact with moisture conditions, pH variations, mechanical loads and temperatures critical to tetragonal phase stability, which could lead to aging.¹⁹

On the other hand, it seems that machining zirconia using CAD/CAM technology also contributes to the hydrothermal degradation of 3Y-TZP, due to the increase of monoclinic content.²⁰ The highest percentage of this phase was detected in the cervical margins of the infrastructures, thinner areas, where machining conditions are more aggressive.²¹ Therefore, the mechanical properties and the long-term stability of treated infrastructures may be different from those of the initial material.²⁰ Due to the CAD / CAM technology, greater precision in the marginal adaptation can be obtained when compared with conventional techniques in the manufacture of ceramic prostheses;²² however, significant differences in marginal adaptation are found depending on the CAD / CAM system employed.²³⁻²⁵ Variables such as the finish line configuration,²⁶ value of the cementing space,²⁷ veneering process²⁸⁻³⁰ and cementation,³¹ could influence the marginal adaptation of ceramic prostheses.³² Nevertheless, the degree of adaptation is always tested in ideal conditions, which may not reflect the conditions that are observed in daily clinical practice. Therefore, the objective of this work was to evaluate the influence of artificial aging or low temperature degradation on the degree of marginal adaptation of Y-TZP-based prosthetic crowns. The first null hypothesis tested in this study was that the accelerated aging protocol does not modify the degree of marginal adaptation of both bilayer and monolithic zirconia crowns. The second null hypothesis is that the use of a cementing agent does not influences the final marginal adaptation of zirconia crowns.

MATERIAL AND METHODS

Forty-eight standardized master steel dies were prepared to receive posterior crowns. Abutments were prepared with a 1 mm wide chamfer and a 6-degree angle of convergence of the axial walls. Specimens were randomly divided into four groups (n=12): (1) veneered

zirconia cemented crowns (Z-CAD HD; Metoxit AG, Tayngen, Switzerland), (2) veneered zirconia not cemented crowns, (3) monolithic zirconia cemented crowns (Z-CAD HTL; Metoxit AG, Tayngen, Switzerland) and (4) monolithic zirconia crowns not cemented. Details of both dental ceramics are presented in Table I. The zirconia restorations were prepared per the manufacturer's specifications by the same experienced technician. The process of fabricating the zirconia CAD/CAM restorations consisted of scanning and digitizing the steel abutments with the Lava Scan (3M ESPE, St Paul, Minnesota, USA) and designing the structures using the system software (Lava CAD, 3M ESPE, St Paul, Minnesota, USA). Frameworks were milled from presintered yttria-stabilized zirconium oxide blanks (Z-CAD, Metoxit AG, Tayngen, Switzerland) and sintered in the Ivoclar Therm (Ivoclar Vivadent programat S1, Schaan, Liechtenstein). Details of sintering programs provided by the manufacturer are presented in Table II. The veneered prepared samples (n=24) were steam cleaned and taken up for ceramic layering application using E-max (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) veneering ceramic material. First, the liner material, which was a single, thin and continuous layer was applied. The veneering procedure was done using the manual layering technique, 2 layers of dentin and enamel powder were mixed according to the standard procedure. Finally, a glaze layer was applied. A digital caliper (Mitutoyo, Japan) was used to ensure that the porcelain thickness was correct in the metal-ceramic and veneered zirconia specimens. Finally, the prepared core-veneer crowns were red in a programmable vacuum porcelain furnace (VITA Vacumat 4000 Premium T, VITA Zahnfabrik, Bad Sackingen, Germany) according to the ring programs provided by the manufacturer (Table III). For monolithic restorations, same CAD/CAM procedures were done, even though only a glaze layer was applied. Monolithic zirconia crowns (n=12) and veneered zirconia crowns (n=12) were cemented using a resin cement (Rely X U200, 3M ESPE, St Paul, Minnesota, USA). Each crown was seated on the abutments with finger pressure, amounting to a uniformly distributed load of 10 N during 10 minutes, determined with a dynamometric key (USAG 820/70, Utensilerie, Milano, Italy). To standardize the marginal fit analysis, specimens' landmarks were traced with an indelible pen (Lumocolor Permanent, Staedtler, Nuremberg, Germany) in the middle of the vestibular and lingual surfaces of each abutment, to ensure repeatable positions. The fit was assessed by measuring the distance between the

crown margin and the preparation cavosurface angle. A SEM (JSM-6400, Jeol, Madrid, Spain) with a magnification of $\times 1000$ was used for measurements of the marginal fit. Measurements were always taken at the same points, and each specimen was positioned in a base perpendicular to the optical axis of the microscope at a constant angle (20 degrees). A total of 18 measurements with a digital program³³ (Image J 1.49v, Wayne Rasband, Bethesda, Maryland, USA) were recorded for each surface.³⁴ To compare the marginal discrepancy on abutments, the measurement means obtained from both surfaces of the abutments were calculated for each specimen. Measurements for each crown were averaged, and this was used to determine the mean marginal discrepancy of each group. The criterion of 120 microns was used as the maximum clinically acceptable marginal gap.³⁵ Additionally, specimens were aged, in 2 different protocols: T1: no aging treatment and stored in a dry place at room temperature; T2: treatment of artificial aging (hydrothermally), in autoclave (Microclave 4001404, J.P. Selecta, Barcelona, Spain), under a humid atmosphere at 131 °C and pressure of 0.2 MPa for 5 hours. After artificial aging, measurements of the marginal fit were also done for all groups, and the LTD was assessed by monitoring changes of the surface content of monoclinic phase by means of XRD. The crystalline phases on the surfaces of the specimens were analysed by XRD analyse (D8 diffractometer, Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA) with Cu-K α radiation, wavelength 1.5405981 Å, accelerating voltage of 40 kV and beam current of 30 mA. Scans were performed in the 2θ range of 27° to 33° with a step size of 0.01° and 0.06° s/step interval. The mass fraction X_m of m-ZrO₂ was evaluated using equation given by Garvie and Nicholson:³⁶

$$X_m = \frac{I_m(111) + I_m(\bar{1}\bar{1}\bar{1})}{I_m(111) + I_m(\bar{1}\bar{1}\bar{1}) + I_t(111)}$$

Where I_t and I_m represent the integrated intensities (areas under the reflections) of the tetragonal $(101)_t$ well as the monoclinic $(111)_m$ and $(111)_m$ reflections. The volume fraction V_{mtot} of m-ZrO₂ was evaluated using equation given by Toraya et al:³⁷

$$V_{mtot} = \frac{V_m \times V_{ZrO_2}}{100}$$

The data obtained were statistically analyzed using one-way analysis of variance for comparisons among the groups, and Student paired *t* test to compare surfaces and abutments for each group analyzed. Statistical significance was set at $P < .05$. SAS 9.1 statistical software (SAS Institute) was used for the analysis.

RESULTS

Assessment of the marginal fit

Table IV show the means and standard deviations for the groups and the variables analysed. The marginal gaps for all the groups were within the clinically acceptable range.³⁵ Bilayer and monolithic zirconia groups showed similar vertical marginal discrepancies (49.65 and 47.54 μm , respectively), and no significant differences ($p = 0.41$) in marginal discrepancies were observed among the groups (Figs 1 and 2).

When variations in marginal discrepancies before and after cementation were analysed, no differences before ($p = 0.41$) and after artificial aging were noticed ($p = 0.17$). No significant differences were observed in marginal discrepancies before and after aging for the monolithic zirconia and for the bilayer zirconia group ($p > .05$) (Fig 3 and 4). No significant differences were observed in marginal discrepancies between vestibular and lingual surfaces, except for the monolithic crowns after aging ($p < 0.05$) (Table V).

Assessment of the phase transformation

Fig 5 e 6 shows the results of the aging experiments. The diffraction patterns are almost identical, and they reveal that the surfaces of both specimens mainly consist of tetragonal zirconia and a minor amount of monoclinic zirconia. At the beginning of the aging the polished surfaces of the monolithic and bilayer Y-TZP sintered ceramics contained 0.8 and 1.2%, monoclinic zirconia, respectively. After 5 h of aging at 131°C, the difference between these materials was 1.6 and 3.0%.

DISCUSSION

This study investigated the influence of aging on the degree of adaptation of a primary Y-TZP based crowns, either monolithic or ceramic coating. It also evaluated the influence of cementation on the fit

of the restorations. The first null hypothesis that not significant differences would be found in the degree of adaptation under hydrothermal conditions was not rejected. Initial mean marginal gaps were 49.65 μm for the bilayer crown and 47.54 μm for the monolithic zirconia crowns. After hydrothermal aging mean marginal gaps were 50.15 and 49.70 μm respectively.

Two types of commercially 3Y-TZP were used on this study, zirconia used for monolithic crowns was sintered at 1450°C and sintering temperature for bilayer crowns was 1500°C. Both materials present a grain size (<0.4 μm) and chemical composition (Table I) according to the standards of The International Organization of Standardization (ISO standard 13356:2008).⁸ In this study XRD analysis was used for quantification of the $t \rightarrow m$ transformation and revealed small amount of monoclinic phase before aging (1.2% for bilayer crowns and 0.8% for monolithic crowns 0.8%), and increased after 5 hours of aging (1.6% of the m -phase was present in monolithic crowns and 3% in bilayer crowns). The detection of monoclinic phase before aging could be attributed to the CAD/CAM machining damage.^{20,21} In the present study, 1.2 and 0.8%, considering that the measurement error was 1-3%, were very close to 0. These values are smaller than the 25% allowed by the ISO and agree with most of the scientific studies analysed in which phase transformation is also less than the amount permitted.⁹⁻¹²

The monolithic crowns arose to counteract the frequent delamination of the bilayer crowns. Aging of monolithic Y-TZP (Lava Plus, 3M-ESPE, Seefeld, Germany) have been studied by Cattani-Lorente et al.⁹ Initial, all samples were polished and half were later worn to simulate intraoral adjustments of the occlusion. Later, part of the samples was autoclaved and some stored at 37°C for two years. Under 37°C aging, 12.8% for polished and 5.5 % for ground specimens of monoclinic phase was found. In the accelerated test (134°C, 2 bar), the same amounts of monoclinic phase was present after 2 hours and 20 minutes for the polished and 1 hour for the ground samples. The values recorded in the present study were lower; the reason could be differences in materials compositions and in methodological parameters. The t - m phase transformation was quantified by grazing incidence X-ray diffraction (GIXDR), which is a technique that does not penetrate as much as XRD and analyses the more surface transformation. Besides, some strategies have been used to improve the translucency of monolithic Y-TZP (TZ-

3YE, Zpex and Zpex Smile, Tosoh, Japan) and reduce their sensibility to aging like: lower the alumina (Al_2O_3) amount, increase the yttrium content and, addition of oxides such as lanthanum.¹⁴ Lowered the alumina content to 0.05% resulted in reduced hydrothermal stability of the zirconia after 5 hours of aging (17-22% of the m-phase approximately was present). In the present study, the reduction of the alumina content to 0.05% in the monolithic crowns maintained the hydrothermal stability compared to conventional 3Y-TZP (0,5% Al_2O_3). Same as the study of Cattani Lorente et al., a Rietveld refinement analysis was performed to quantify the crystalline phases, which is a technique that quantifies by the analysis of the whole diffractogram, and this can also modify the quantification. Otherwise, LTD and flexural strength of four monolithic zirconia was analysed.⁵ The LTD of Y-TZP resulted in a significant decrease in flexural strength of Prettau (Zirkonzahn GmbH) and BruxZir (Glidewell Laboratories), whereas Katana ML (Kuraray Noritake Dental Inc) and Katana HT13 (Kuraray Noritake Dental Inc) exhibited less LTD and no significant decrease in flexural strength. An increase in the monoclinic phase of 4% was found after 5 hours at 134°C, nonetheless 1.6% was quantified in the present study. Divergences in the results demonstrate that not all Y-TZP brands are the same in terms of their composition and behaviour and that their processing may also affect their microstructure and resistance to LTD.⁵ Also flexural strength of zirconia used as infrastructure for bilayer crowns was studied by Siarampi et al.,¹² They were IPS e.max ZirCAD (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) and ZENO Zr (Wieland Dental + Technik GmbH & Co. KG, Germany). Aging was performed in an autoclave for 5 and 10 hours at 121°C and 2 bar. A slight increase of the flexural strength after 5 hours, and a decrease after 10 hours of aging, was recorded for both ceramics. Both ceramics presented a $t \rightarrow m$ phase transformation, with the m-phase increasing from 4 to 5% at 5 hours to around 15% after 10 hours. The overall rate of transformation at 5 hours was a little higher than that obtained in this study (1.8%). Quantification of the $t \rightarrow m$ transformation was performed through Raman spectroscopy, Fourier transform infrared spectroscopy and XRD. Differences in methodology could be responsible of variations in the overall rate of transformation as Raman spectroscopy is a more convenient method than XRD.² No details about chemical composition of both ceramics were specified that could explain discrepancies.

Even so, ceramic coating appears not to protect zirconia from

phase transformation.¹¹ A study was made in attempt to elucidate the effects of different numbers of veneering firing cycles on the LTD of a 3Y-TZP (Everest ZS-Ronde, KAVO; Altenbach & Voigt GmbH). Monoclinic phase was not detected in the subgroups without hydrothermal aging and the monoclinic content was between 9% and 15% after 10 hours of aging, and 15% and 20% after 20 hours at 134°C. As more autoclave time was utilized (10 hours), higher values were recorded in comparison with the results of the present study. The authors concluded that additional veneering porcelain firing cycles didn't accelerate the LTD, although increasing the time of the autoclave resulted in more phase transformation.¹¹ Artificial aging had no effect on the bond strength of zirconia and the veneering ceramic.¹⁰ XRD demonstrated high content of the monoclinic phase before aging at three types of zirconia veneered ceramics: 12.6% in Cercon (DeguDent, Hanau, Germany), 6.49% in Ziecon (Jyoti Ceramic Industries Pvt., Ltd., Nashik, India), and 6.08% in the Upcera zirconia (Shenzhen Upcera Co., Ltd., China); after autoclaving 5 hours at 134°C monoclinic content increases up to 14.3 %, 11.0% and 11.4% respectively. The Cercon ceramic presented similar overall rate of t → m transformation (1.7%) to the bilayer ceramic analysed in this study (1.8%). Both ceramics have similar chemical composition and grain size. Different from this results, a significant increase of monoclinic phase (70.25%) on zirconia samples without veneer after aging were found.¹³ However, the aging time was extended for a period of 50 hours. So, the higher monoclinic content founded could be because small variations in autoclave time and temperature may affect the rate of transformation, surface quality and mechanical properties of the material.¹⁵ Both manual and pressing techniques of porcelain applications reduced the transformation (manual: 54.41%, pressing: 11.57%), although there was no statistical difference between them. They concluded that simulated applications of porcelain demonstrated the ability to protect zirconia from phase transformation after aging.¹³

On the other hand, marginal adaptation was also investigated. The mean marginal gap of the bilayer and monolithic crowns "as received" in this study were 49.65 and 47.54 µm respectively. Although this study didn't evaluate the marginal adaptation of the bilayer crowns before and after the ceramic application, similar values to monolithic crowns were found. Porcelain veneering (Vita VM9; Vident, Germany) showed to have significant influence on the marginal fit of zirconia

CAD/CAM crowns (VITA In-ceram YZ-14; Vident, Germany) positioned on brass master dies,²⁸ although porcelain application was done 0.5 mm short of margin. Mean marginal gaps of the crowns were higher as those presented in this study (68.24 μm and 63.06 μm for chamfer and shoulder margin configuration), probably because the space chosen for the cement was 30 μm . The predefined space for cement had a significant effect on the marginal fit of CAD-CAM zirconia crowns.³² In the current investigation 50 μm was chosen, according with other investigations clinicians may select a cement space greater than 30 μm to achieve improved marginal fit for CAD-CAM monolithic zirconia crowns, as marginal discrepancy values increased when the cement space decreased.²⁷ Also, porcelain veneer modified the marginal fit of the two all-ceramic crown systems (Lava CAD/CAM and Digident CAD/CAM) in the study of Pak et al.²⁹ Mean marginal gaps were 66.22 μm and 82.03 μm before and after porcelain application for the Lava system and 61.52 μm and 83.15 μm for the Digident system. No significant differences were found when comparing the marginal gaps of each system before and after porcelain veneering, although different CAD/CAM systems were used. Stone dies derivate from one extracted maxillary central incisor were used in that study, which can be responsible for the higher values by introducing more variables to the study. In the current investigation, the researchers used a single metal die for each crown, the application of this single master die provided standardization of specimen shape and dimension and direct comparison of marginal discrepancies. The influence in marginal fit of 3 different veneering processes (layering, press-over, and CAD-on techniques) was also investigated.³⁰ Marginal gap of all the groups increased after porcelain veneering. The mean marginal gap values after veneering in the layering group (63.06 μm) was higher than press-over (50.64 μm) and CAD-on (51.50 μm) veneered groups. Values recorded in the present study were similar as those obtained for the press-over and the CAD-on veneered groups, differences values of marginal adaptation between the studies can be attribute as a function of the CAD / CAM system used, since each system uses a method for the sintering of zirconia, for the scanning of the die of the tooth preparation and milling of the restoration.²⁴ Zirconia copings in that study were milled in an in Lab machine (inLab MC XL, Sirona), machining in laboratory centres seems to offer lower accuracy than machining in industrial production centres.²³

Regarding the effect of cementation, no significant effect on the

marginal gap in all-ceramic crowns was seen. Thus, the second null hypothesis of this study was not rejected. Mean marginal gap before and after cementation were 49.65 - 53.47 μm for the bilayer crowns and 47.54 - 47.58 μm for the monolithic crowns. The results obtained in the current study showed that the marginal adaptation of the 4 tested groups was within the clinically acceptable range.³⁵ Similar findings were found with zirconia cores using the Lava CAD/CAM system, veneered with a low-fusing glass-ceramic (IPS E.max Ceram, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) and cemented with a resin-composite cement (RelyX Unicem, Aplicap, 3M ESPE), on extracted human molar teeth with two different finish lines.³¹ Moreover, the marginal and internal fit of metal-ceramic and zirconia-based crowns on standardized steel specimens, similar of that used in the present study, was analysed.²² Three systems of CAD/CAM zirconia were used: Nobel Procera Zirconia (Nobel Biocare), Lava Zirconia (3M ESPE), and VITA In-Ceram YZ (VITA Zahnfabrik). All crowns were cemented with glass-ionomer agent (Ketac Cem EasyMix, 3M ESPE). All zirconia groups showed better values of marginal discrepancies than the metal-ceramic group. Mean marginal vertical gaps were 101.5 μm for metal-ceramic crowns; 49.48 μm for the Lava Zirconia group; 41.09 μm for the Nobel Procera Zirconia group and 65.63 μm for the VITA In-Ceram YZ group. Although no comparative analyses before and after cementation was done, similar results in the present study were found in the cemented zirconia crowns. Att et al,²⁵ investigated the marginal adaptation of fixed zirconia bridges at different manufacturing stages (framework, restorations before cementation and after cementation) and after artificial aging. Significant differences were seen between the three CAD/CAM systems studied (Nobel Procera Zirconia, VITA YZ-Cerec and DCS AG), but not between the different steps. Moreover, no differences were observed in the marginal fit after aging. These results are consistent with those of the present study, since we have not seen significant differences between the cementing and aging process in any of the zirconia studied. An in vivo study,²⁶ compared the influence of different types of tooth preparations on the marginal precision 3Y-TZP crowns generated with the Lava system (3M ESPE). The zirconia crowns were cemented with glass ionomer cement (Ketac Cem, 3M ESPE). Marginal gaps with vertical (35.44 μm) and horizontal (35.45 μm) finish line preparations were not different. Although they obtained very low values of marginal adaptation, it must be considered

that they leaved 360° zirconium oxide margins, which may have influenced the results.

There is still no consensus on how many measurements per specimen are required to obtain an optimal, clinically relevant, conclusion on the accuracy of marginal adaptation of crown restorations.²⁷ Gassino et al.,³⁴ stated that the minimum number of measurements required to ensure relevant results for gap analysis was 18 for laboratory prepared abutments. In the present study, the authors considered 18 measures per surface (buccal and lingual) or 36 measures for each sample, enough to evaluate the marginal fit of each sample.

Values of marginal gaps before and after aging in the present study were 49.65 - 50.15 μm for the bilayer crown without cement, 53.47 - 56.77 μm for the bilayer crown cemented, 47.54 - 49.70 μm for the monolithic crown without cement and 47.58 - 50.17 μm for the monolithic crown cemented. These results suggested that the t \rightarrow m transformation does not affect the marginal fit of zirconia copings and crowns. To the authors' knowledge, no other published study is available on marginal fit of zirconia crowns after aging, therefore the direct comparison of the results of the present study with other studies was not possible. From the scientific survey carried out, only one study simulates oral conditions, evaluating the influence of artificial aging on marginal adjustment through cyclic fatigue. No significant changes after artificial aging were seen.²⁵ However, no study evaluates using an autoclave, as recommended by the ISO. Therefore, there is a need for more in-depth studies on the behaviour of zirconia against aging, focusing mainly on aspects related to the degree of marginal adaptation of ceramic crowns with zirconia infrastructures.

This study had further limitations. First, only one zirconia CAD/CAM system was used. In this study, only vertical gaps were checked: to assess the accuracy of the fit of crowns, measurements must be made on both vertical and horizontal planes. Only 5 hours of autoclave were used, longer periods will provide more relevant data. Finally, the result of this in vitro study should be corroborated with clinical trials.

CONCLUSIONS

Within the limitations of this study, the following conclusions could be drawn:

1. Bilayer and monolithic crowns demonstrated marginal gaps that were within a reported clinically acceptable range of marginal discrepancy.
2. Cementation presence didn't influence the marginal discrepancies.
3. Accelerated aging (131 °C, 2 bar, 5 hours) was not enough to modify the marginal fit of zirconia crowns.
4. X-ray diffraction technique showed a slight but insignificant increase of the monoclinic phase. Longer aging protocols will be necessary.

REFERENCES

1. Kobayashi K, Kuwajima H, Masaki T. Phase change and mechanical properties of ZrO₂-Y₂O₃ solid electrolyte after aging. *Sol Stat Ion* 1981; 3/4:489-95.
2. Lughì V, Sergo V. Low temperature degradation -aging- of zirconia: A critical review of the relevant aspects in dentistry. *Dent Mater* 2010; 26:807-20.
3. Chevalier J. What future for zirconia as a biomaterial? *Biomaterials* 2006; 27(4): 535–43.
4. Kelly JR, Denry I. Stabilized zirconia as a structural ceramic: an overview. *Dent Mater* 2008; 24(3):289-98.
5. Flinn BD, Raigrodski AJ, Mancl LA, Toivola R, Kuykendall T. Influence of aging on flexural strength of translucent zirconia for monolithic restorations. *J Prosthet Dent*; 2016 Sep 22.
6. Kosmac T, Jevnikar P, Kocjan A. In vivo ageing of dental zirconia ceramics: 24-months results. *Dent Mater*. 2011; 27S: e60–1.
7. Chevalier J, Cales B, Drouin JM. Low-temperature aging of Y-TZP ceramics. *J Am Ceram Soc* 1999; 82(8):2150–4.
8. International Standards Organization 13356:2008 Implants for surgery- Ceramic materials based on yttria-stabilized tetragonal zirconia (Y-TZP)
9. Cattani-Lorente M, Durual S, Amez-Droz M, Wiskott HW, Scherrer SS. Hydrothermal degradation of a 3Y-TZP translucent dental ceramic: A comparison of numerical predictions with experimental data after 2 years of aging. *Dent Mater*. 2016; 32(3):394-402.
10. Sehgal M, Bhargava A, Gupta S, Gupta P. Shear Bond Strengths between Three Different Yttria-Stabilized Zirconia Dental Materials and Veneering Ceramic and Their Susceptibility to Autoclave Induced Low-Temperature Degradation. *Int J Biomater*. 2016;2016:9658689. doi:10.1155/2016/9658689.

11. Xie H, Gu Y, Li Q, Qian M, Zhang F, Tay FR, Chen C. Effects of multiple firings on the low-temperature degradation of dental yttria-stabilized tetragonal zirconia. *J Prosthet Dent* 2016; 115(4):495-500.
12. Siarampi E, Kontonasaki E, Andrikopoulos KS, Kantiranis N, Voyiatzis GA, Zorba T, Paraskevopoulos KM, Koidis P. Effect of in vitro aging on the flexural strength and probability to fracture of Y-TZP zirconia ceramics for all-ceramic restorations. *Dent Mater* 2014; 30(12):e306-16.
13. Alghazzawi TF, Janowski GM. Evaluation of zirconia-porcelain interface using X-ray diffraction. *Int J Oral Sci* 2015; 7(3):187-95.
14. Zhang F, Inokoshi M, Batuk M, Hadermann J, Naert I, VAN Meerbeek B, Vleugels J. Strength, toughness and aging stability of highly-translucent Y-TZP ceramics for dental restorations. *Dent Mater* 2016; 32(12):e327-e337.
15. Kim HT, Han JS, Yang JH, Lee JB, Kim SH. The effect of low temperature aging on the mechanical property & phase stability of Y-TZP ceramics. *J Adv Prosthodont* 2009; 1(3):113-7.
16. Cattani-Lorente M, Scherrer SS, Ammann P, Jobin M, Wiskott HW. Low temperature degradation of a Y-TZP dental ceramic. *Acta Biomater* 2011; 7(2):858-65.
17. Jevnikar P, Sersa I, Sepe A, Jarh O, Funduk L. Effect of surface coating on water migration into resin-modified glass ionomer cements: A magnetic resonance micro-imaging study. *Magnetic Reson Med* 2000; 44:686-91.
18. Sailer I, Makarov NA, Thoma DS, Zwahlen M, Pjetursson BE. All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part I: Single crowns (SCs). *Dent Mater* 2015; Jun;31(6):603-23.
19. De Souza GM, Zykus A, Ghahnavyeh RR, Lawrence SK, Bahr df. Effect of accelerated aging on dental zirconia-based materials. *J Mech Behav Biomed Mater* 2016; 26; 65: 256-263.
20. Kim JW, Covell NS, Guess PC, Rekow ED, Zhang Y. Concerns of hydrothermal degradation in CAD/CAM zirconia. *J Dent Res* 2010;89(1):91-5.
21. Kypraiou V, Pelekanos S, Eliades G. Identification of monoclinic phase in CAD/CAM zirconia FPD frameworks. *Eur J Esthet Dent* 2012; 7:418-29.
22. Ortega R, Gonzalo E, Gomez-Polo M, Suárez MJ. Marginal and Internal Discrepancies of Posterior Zirconia-Based Crowns Fabricated with Three

- Different CAD/CAM Systems Versus Metal-Ceramic. *Int J Prosthodont* 2015; 28(5):509-11.
23. Rinke S, Fornefett D, Gersdorff N, Lange K, Roediger M. Multifactorial analysis of the impact of different manufacturing processes on the marginal fit of zirconia copings. *Dent Mater J* 2012; 31:601-9.
 24. Rajan BN, Jayaraman S, Kandhasamy b, Rajakumaran I. Evaluation of marginal fit and internal adaptation of zirconia copings fabricated by two CAD - CAM systems: An in vitro study. *J Indian Prosthodont Soc* 2015; 15(2):173-8.
 25. Att W, Komine F, Gerds T, Strub JR. Marginal adaptation of three different zirconium dioxide three-unit fixed dental prostheses. *J Prosthet Dent* 2009; 101(4):239-47.
 26. Vigolo P, Mutinelli S, Biscaro L, Stellini E. An In Vivo Evaluation of the Fit of Zirconium-Oxide Based, Ceramic Single Crowns with Vertical and Horizontal Finish Line Preparations. *J Prosthodont* 2015; 24(8):603-9.
 27. Kale E, Seker E, Yilmaz B, Özcelik TB. Effect of cement space on the marginal fit of CAD-CAM-fabricated monolithic zirconia crowns. *J Prosthet Dent* 2016; Dec;116(6):890-895.
 28. Vojdani M, Safari A, Mohaghegh M, Pardis S, Mahdavi F. The effect of porcelain firing and type of finish line on the marginal fit of zirconia copings. *J Dent* 2015; 16(2):113-20.
 29. Pak HS, Han JS, Lee JB, Kim SH, Yang JH. Influence of porcelain veneering on the marginal fit of Digident and Lava CAD/CAM zirconia ceramic crowns. *J Adv Prosthodont* 2010; 2:33-8.
 30. Torabi K, Vojdani M, Giti R, Taghva M, Pardis S. The effect of various veneering techniques on the marginal fit of zirconia copings. *J Adv Prosthodont* 2015; 7(3):233-9.
 31. Euán R, Figueras-Álvarez O, Cabratosa-Termes J, Brufau-De Barberà M, Gomes-Azevedo S. Comparison of the marginal adaptation of zirconium dioxide crowns in preparations with two different finish lines. *J Prosthodont* 2012; 21(4):291-5.
 32. Contrepois M, Soenen A, Bartala M, Laviolle O. Marginal adaptation of ceramic crowns: a systematic review. *J Prosthet Dent* 2013; 110(6):447-454.e10.
 33. Schneider CA, Rasband WS, ELICEIRI, KW. "NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis". *Nath methods* 2012; 9 (7): 671-675.
 34. Gassino G, Barone Monfrin S, Scanu M, Spina G, Preti G. Marginal adaptation of fixed prosthodontics: a new in vitro 360-degree external examination procedure. *Int J Prosthodont* 2004; Mar-Apr;17(2):218-23.

35. Mclean JW, Von Fraunhofer JA. The estimation of cement film thickness by an in vivo technique. *Br Dent J* 1971; 131:107-11.
36. Garvie RC, Nicholson PS. Phase analysis in zirconia systems. *J Am Ceram Soc* 1972; 55:303–5.
37. Toraya H, Yoshimura M, Somiya S. Calibration curve for quantitative analysis of the monoclinic tetragonal ZrO_2 system by X-ray diffraction. *J Am Ceram Soc* 1984; 67:119–21.

Tables and Figures

	Units	Z-CAD® HD (Bilayer)	Z-CAD® HTL (Monolithic)
Chemical composition			
ZrO ₂ +HfO ₂ + Y ₂ O ₃	wt%	> 99.5	> 99.5
Y ₂ O ₃	wt%	5.2	5.2
Al ₂ O ₃	wt%	0.25	0.05
SiO ₂	wt %	<= 0.02	<= 0.02
Density	g/cm ³	6.08	6.08
Grain size	μm	<0.4	<0.4

Table I. Chemical composition and microstructure of the used zirconia reported by the manufacturer.

	Heating rate °C/h	Maximum temperature °C	Time/h	Cooling
Z-CAD® HD (Bilayer)	600	1500	1	Resfriamento natural do forno
Z-CAD® HTL (Monolithic)	600	1450	2	Resfriamento natural do forno

Table II. Sintering parameters used in study.

	ZrO ₂ /Y ₂ O ₃ monolithic glaze	Dentin layers	ZrO ₂ /Y ₂ O ₃ bilayer glaze
Time to rise the temperature	6 min	8 min	3 min
Starting temperature	450°C	450°C	450°C
°C/min	60°C	40°C	60°C
Maximum temperature	770 °C	750 °C	725 °C
Cooling	fast	fast	slow

Table III. Veneering and glaze firing procedures used in study.

Initial		Initial	Aging	
Group	Mean (μm)	SD (μm)	Mean (μm)	SD (μm)
BL n=12	49.65	15.46	50.15	21.93
BLC n=12	53.47	15.19	56.77	13.86
ML n=12	47.54	13.14	49.70	19.10
MLC n=12	47.58	21.65	50.17	18.52

Table IV. Mean and standard deviation of the marginal discrepancies in each group. SD = standard deviation; BL =bilayer crown without cement; BLC = bilayer crown cemented; ML= monolithic crown without cement; MLC= monolithic crown cemented.

		Initial		Aging	
Group	Surface	Mean (µm)	SD (µm)	Mean (µm)	SD (µm)
BL	V	53.43	28.47	52.81	24.90
	L	45.88	21.25	47.48	25.64
BLC	V	50.92	22.40	53.58	23.24
	L	56.02	16.12	59.97	17.58
ML	V	48.90	20.33	62.45	19.64
	L	46.17	19.38	36.95	24.15
MLC	V	49.43	22.16	49.46	21.35
	L	45.74	27.90	50.89	26.41

Table V. Mean and standard deviation of the marginal discrepancies for surface in each group. V= Vestibular; L= lingual; SD = standard deviation; BL =bilayer crown without cement; BLC = bilayer crown cemented; ML= monolithic crown without cement; MLC= monolithic crown cemented.

LEGENDS

Fig 1. Scanning electron microscope image showing the marginal discrepancy of a bilayer crown (x1000 magnification).

Fig 2. Scanning electron microscope image showing the marginal discrepancy of a monolithic crown (x1000 magnification).

Fig 3. Scanning electron microscope image showing the marginal discrepancy of a monolithic cemented crown before aging (x1000 magnification).

Fig 4. Scanning electron microscope image showing the marginal discrepancy of a monolithic cemented crown after aging (x1000 magnification).

Fig 5. XRD analyses of bilayer polished surfaces (black line represents surface before aging treatment and red line represents surface after 5 hours of autoclave).

Fig 6. XRD analyses of monolithic polished surfaces (black line represents surface before aging treatment and red line represents surface after 5 hours of autoclave).

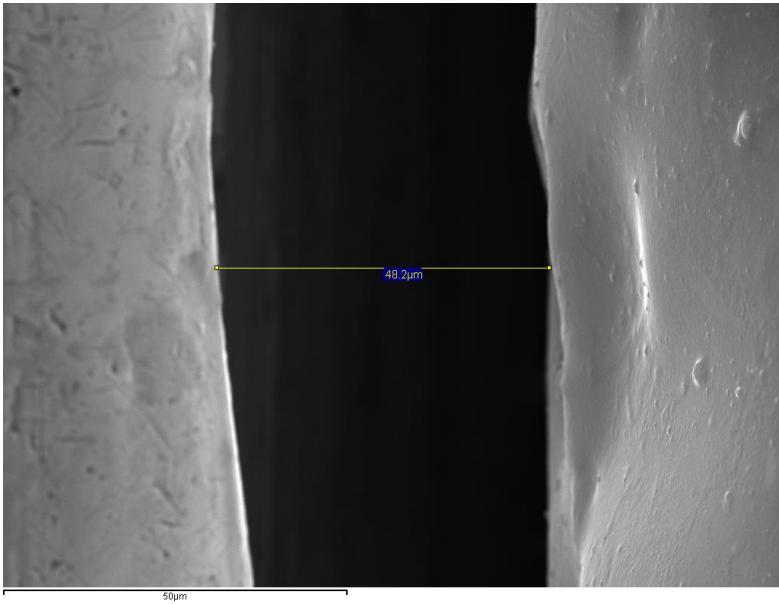


Fig 1.

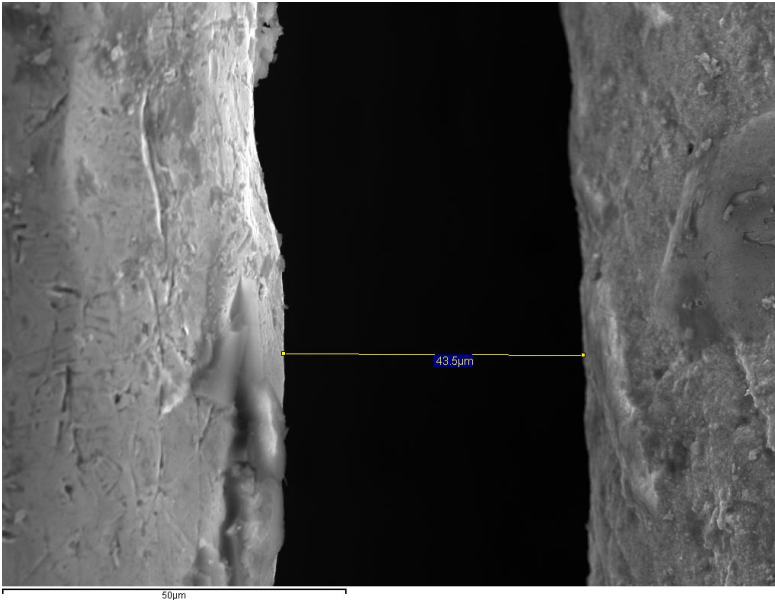


Fig 2.

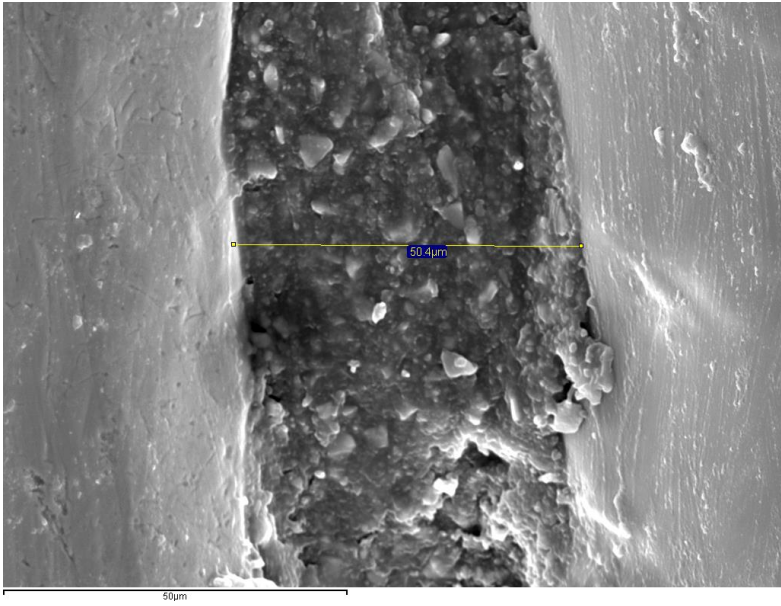


Fig 3.

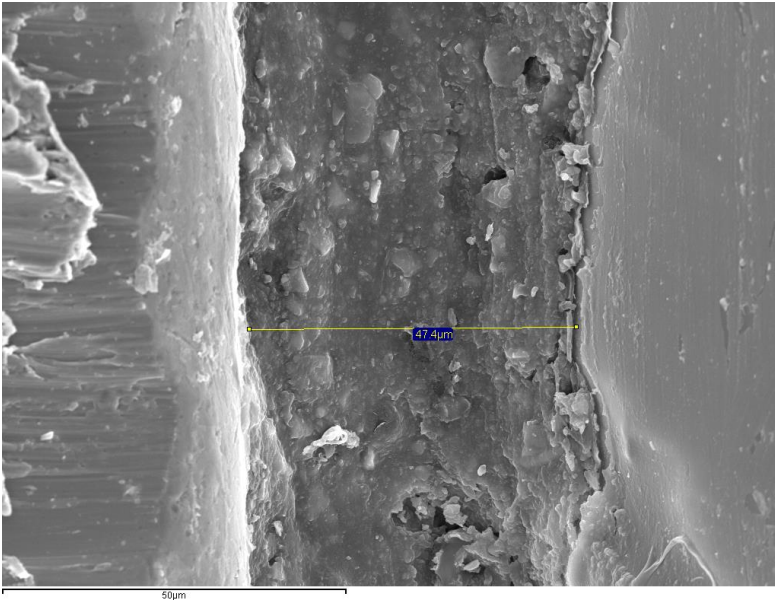


Fig 4.

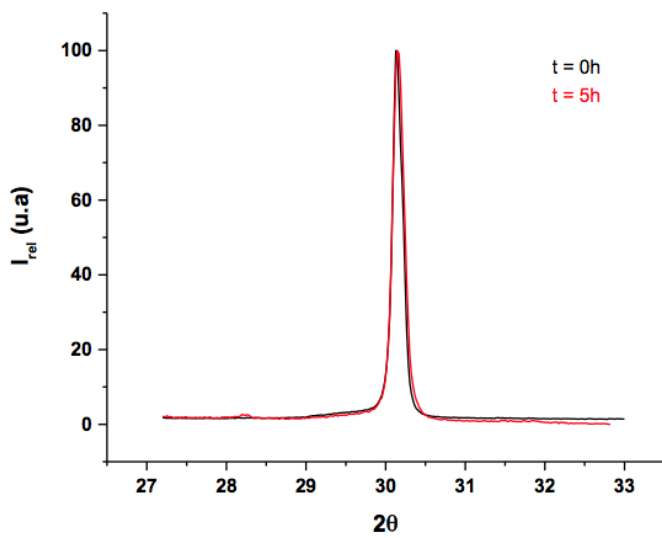


Fig 5.

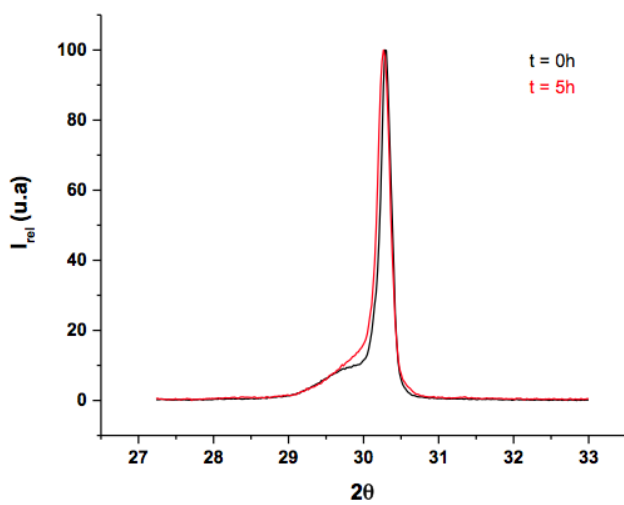


Fig 6.

4. CONCLUSÕES

Dentro das limitações deste estudo, podem-se extrair as seguintes conclusões:

1. As coroas monolíticas e bilaminares demonstraram valores de adaptação marginal clinicamente aceitáveis.
2. O processo de cimentação não influenciou na adaptação marginal.
3. O envelhecimento acelerado (131 ° C, 2 bares, 5 horas) não modificou o ajuste marginal das coroas bilaminares e monolíticas de zircônia.
4. A técnica de difração de raios X mostrou um ligeiro, mas insignificante aumento da fase monoclinica. São necessários estudos com protocolos de envelhecimento mais longos.

REFERÊNCIAS

- ALBRECHT T, KIRSTEN A, KAPPERT HF, FISCHER H. Fracture load of different crown systems on zirconia implant abutments. **Dent Mater** 2011; 27(3):298-303.
- AL-AMLEH B, LYONS K, SWAIN M. Clinical trials in zirconia: a systematic review. **J Oral Rehabil** 2010; 37:641-52.
- ALGHAZZAWI TF, JANOWSKI GM. Evaluation of zirconia-porcelain interface using X-ray diffraction. **Int J Oral Sci.** 2015; 7(3):187-95.
- AMARAL M, VALANDRO LF, BOTTINO MA, SOUZA RO. Low-temperature degradation of a Y-TZP ceramic after surface treatments. **J Biomed Mater Res B Appl Biomater.** 2013; 101(8):1387-92.
- ATT W, KOMINE F, GERDS T, STRUB JR. Marginal adaptation of three different zirconium dioxide three-unit fixed dental prostheses. **J Prosthet Dent** 2009; **101(4):239-47.**
- AVRAMI, M. Kinetics of phase change I - General theory. **Journal of Chemical Physics**, 1939. 7(12): p. 1103-1112.
- BEUER F, AGGSTALLER H, EDELHOFF D, GERNET W, SORENSEN J. Marginal and internal fits of fixed dental prostheses zirconia retainers. **Dent Mater** 2009; 25(1): 94-102.
- BISCARO L, BONFIGLIOLI R, SOATTIN M, VIGOLO P. An in vivo evaluation of fit of zirconium-oxide based ceramic single crowns, generated with two CAD/CAM systems, in comparison to metal ceramic single crowns. **J Prosthodont** 2013; 22(1): 36-41.
- BORBA M, DE ARAÚJO MD, FUKUSHIMA KA, YOSHIMURA HN, GRIGGS JA, DELLA BONA Á, CESAR PF. Effect of different aging methods on the mechanical behavior of multi-layered ceramic structures. **Dent Mater.** 2016 Dec;32(12):1536-1542.
- BORCHERS L, STIESCH M, BACHF W, BUHLJ C, HÜBSCH C, KELLNER T, KOHORST P, JENDRAS M. Influence of hydrothermal and mechanical conditions on the strength of zirconia. **Acta Biomater** 2010; 6(12):4547- 52.
- CATTANI-LORENTE M, SCHERRER SS, AMMANN P, JOBIN M, WISKOTT HW. Low temperature degradation of a Y-TZP dental ceramic. **Acta Biomater** 2011; 7(2):858-65.
- CATTANI-LORENTE M, DURUAL S, AMEZ-DROZ M, WISKOTT HW, SCHERRER SS. _Hydrothermal degradation of a 3Y-TZP

translucent dental ceramic: A comparison of numerical predictions with experimental data after 2 years of aging. **Dent Mater.** 2016; 32(3):394-402.

CHEVALIER J, DROUIN JM, CALES B. *Low temperature ageing behavior of zirconia hip joint heads.* **Bioceramics:** Proc. Int. Symp. Ceram. Med., 10th, Paris, 1997. 10: p. 135-138.

CHEVALIER J, CALES B, DROUIN JM. Low-temperature aging of Y-TZP ceramics. **J Am Ceram Soc** 1999; 82(8):2150-4.

CHEVALIER, J. What future for zirconia as a biomaterial? **Biomaterials** 2006; 27(4): 535-43.

CONTREPOIS M, SOENEN A, BARTALA M, LAVIOLE O. Marginal adaptation of ceramic crowns: a systematic review. **J Prosthet Dent.** 2013; 110(6):447-454.e10.

DE SOUZA GM, ZYKUS A, GHAHNAVYEH RR, LAWRENCE SK, BHR DF. Effect of accelerated aging on dental zirconia-based materials. **J Mech Behav Biomed Mater** 2016; 26; 65: 256-263.

DENRY IL, PEACOCK JJ, HOLLOWAY JA. Effect of heat treatment after accelerated aging on phase transformation in 3Y-TZP. **J Biomed Mater Res B Appl Biomater** 2010; 93:236-43.

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

DITTMER MP, BORCHERS L, STIESCH M, KOHORST P. Stresses and distortions within zirconia-fixed dental prostheses due to the veneering process. **Acta Biomater** 2009; 5(8): 3231-9.

EUÁN R, FIGUERAS-ÁLVAREZ O, CABRATOSA-TERMES J, BRUFAU-DE BARBERÀ M, GOMES-AZEVEDO S. Comparison of the marginal adaptation of zirconium dioxide crowns in preparations with two different finish lines. **J Prosthodont.** 2012; 21(4):291-5.

FLINN BD, RAIGRODSKI AJ, MANCL LA, TOIVOLA R, KUYKENDALL T. Influence of aging on flexural strength of translucent zirconia for monolithic restorations. **J Prosthet Dent;** 2016 Sep 22.

GARVIE RC, HANNINK RH, PASCOE RT. Ceramic steel? **Nature** 1975; 258:703-4.

GASSINO G, BARONE MONFRIN S, SCANU M, SPINA G, PRETI G. Marginal adaptation of fixed prosthodontics: a new in vitro 360-degree external examination procedure. **Int J Prosthodont.** 2004 Mar-Apr;17(2):218-23.

GONZALO E, SUÁREZ MJ, SERRANO B, LOZANO JF. A comparison of the marginal vertical discrepancies of zirconium and metal ceramic posterior fixed dental prostheses before and after cementation. **J Prosthet Dent** 2009; 102(6):378-84.

HALLMANN L, MEHL A, ULMER P, REUSSER E, STADLER J, ZENOBI R, STAWARCZYK B, ÖZCAN M, HÄMMERLE CH. The influence of grain size on low-temperature degradation of dental zirconia. **J Biomed Mater Res Part B** 2012; 100B: 447-456.

HAMZA TA, EZZAT HA, EL-HOSSARY MM, KATAMISH HA, SHOKRY TE, ROSENSTIEL SF. Accuracy of ceramic restorations made with two CAD/CAM systems. **J Prosthet Dent** 2013;109:83-87.

HARADA K, SHINYA A, GOMI H, HATANO Y, SHINYA A, RAIGRODSKI AJ. Effect of accelerated aging on the fracture toughness of zirconias. **J Prosthet Dent**. 2016; 115(2):215-23.

International Standards Organization: Implants for surgery- Ceramic materials based on yttria-stabilized tetragonal zirconia (Y-TZP). 2008.

JEVNIKAR P, SERSA I, SEPE A, JARH O, FUNDUK L. Effect of surface coating on water migration into resin-modified glass ionomer cements: A magnetic resonance micro-imaging study. **Magnetic Reson Med** 2000; 44:686-91.

KALE E, SEKER E, YILMAZ B, ÖZCELİK TB. Effect of cement space on the marginal fit of CAD-CAM-fabricated monolithic zirconia crowns. **J Prosthet Dent**. 2016 Dec;116(6):890-895.

KELLY JR, DENRY I. Stabilized zirconia as a structural ceramic: an overview. **Dent Mater** 2008; 24(3):289-98.

KIM HT, HAN JS, YANG JH, LEE JB, KIM SH. The effect of low temperature aging on the mechanical property & phase stability of Y-TZP ceramics. **J Adv Prosthodont** 2009; 1(3):113-7.

KIM JW, COVEL NS, GUESS PC, REKOW ED, ZHANG Y. Concerns of hydrothermal degradation in CAD/CAM zirconia. **J Dent Res** 2010;89(1):91-5.

KOBAYASHI K, KUWAJIMA H, MASAKI T. Phase change and mechanical properties of ZrO₂-Y₂O₃ solid electrolyte after aging. **Sol Stat Ion** 1981; 3/4:489-95.

KOHORST P, BRINKMANN H, DITTMER MP, BORCHERS L, STIESCH M. Influence of the veneering process on the marginal fit of zirconia fixed dental prostheses. **J Oral Rehabil** 2010; 37(4): 283-91.

KOHORST P, BORCHERS L, STREMPER J, STIESCH M, HASSEL T, BACH FW, HÜBSCH C. Low-temperature degradation of different

zirconia ceramics for dental applications. **Acta Biomater** 2012; 8:1213-20.

KOSMAC T, DAKSKOBLER A, OBLAK C, JEVNIKAR P. The Strength and Hydrothermal Stability of Y-TZP Ceramics for Dental Applications. **Int J Appl Ceram Technol** 2007;4(2):164.

KOSMAC T, JEVNIKAR P, KOCJAN A. In vivo ageing of dental zirconia ceramics: 24-months results. **Dent Mater.** 2011; 27S: e60–1.

KYPRAIOU V, PELEKANOS S, ELIADES G. Identification of monoclinic phase in CAD/CAM zirconia FPD frameworks. **Eur J Esthet Dent** 2012; 7:418-29.

LUCAS TJ, LAWSON NC, JANOWSKI GM, BURGESS JO. Effect of grain size on the monoclinic transformation, hardness, roughness, and modulus of aged partially stabilized zirconia. **Dent Mater.** 2015; 31(12):1487-92.

LUGHI V, SERGO V. Low temperature degradation -aging- of zirconia: A critical review of the relevant aspects in dentistry. **Dent Mater** 2010; 26:807-20.

LUO H1, TANG X, DONG Z, TANG H, NAKAMURA T, YATANI H. The influences of accelerated aging on mechanical properties of veneering ceramics used for zirconia restorations. **Dent Mater J.** 2016; 35(2):187-93.

MARTÍNEZ-RUS F, SUÁREZ MJ, RIVERA B, PRADÍES G. Evaluation of the absolute marginal discrepancy of zirconia-based ceramic copings. **J Prosthet Dent** 2011; 105:108-14.

MCLEAN JW, VON FRAUNHOFER JA. The estimation of cement film thickness by an in vivo technique. **Br Dent J** 1971; 131:107-11.

MIURA S, INAGAKI R, KASAHARA S, YODA M. Fit of zirconia all-ceramic crowns with different cervical margin designs, before and after porcelain firing and glazing. **Dent Mater J.** 2014; 33(4):484-9.

ORTEGA R, GONZALO E, GOMEZ-POLO M, SUÁREZ MJ. Marginal and Internal Discrepancies of Posterior Zirconia-Based Crowns Fabricated with Three Different CAD/CAM Systems Versus Metal-Ceramic. **Int J Prosthodont** 2015; 28(5):509-11.

PAK HS, HAN JS, LEE JB, KIM SH, YANG JH. Influence of porcelain veneering on the marginal fit of Digident and Lava CAD/CAM zirconia ceramic crowns. **J Adv Prosthodont** 2010; 2:33-8.

PAPANAGIOTOU HP, MORGANO SM, GIORDANO RA, POBER R. In vitro evaluation of low-temperature aging effects and finishing

procedures on the flexural strength and structural stability of Y-TZP dental ceramics. **J Prosthet Dent** 2006; 96:154-64.

PELAEZ J, COGOLLUDO PG, SERRANO B, SERRANO JF, SUAREZ MJ. A four-year prospective clinical evaluation of zirconia and metal-ceramic posterior fixed dental prostheses. **Int J Prosthodont** 2012; 25:451-8.

PERDIGÃO J, PINTO AM, MONTEIRO RC, BRAZ FERNANDES FM, LARANJEIRA P, VEIGA JP. Degradation of dental ZrO₂-based materials after hydrothermal fatigue. Part I: XRD, XRF, and FESEM analyses. **Dent Mater J** 2012; 31:256-65.

RAJAN BN, JAYARAMAN S, KANDHASAMY B, RAJAKUMARAN I. Evaluation of marginal fit and internal adaptation of zirconia copings fabricated by two CAD - CAM systems: An in vitro study. **J Indian Prosthodont Soc** 2015; 15(2):173-8.

PEREIRA GK, VENTURINI AB, SILVESTRI T, DAPIEVE KS, MONTAGNER AF, SOARES FZ, VALANDRO LF. Low-temperature degradation of Y-TZP ceramics: A systematic review and meta-analysis. **J Mech Behav Biomed Mater** 2015; 55:151-63.

PICONI C, MACCAURO G. Zirconia as a ceramic biomaterial. **Biomaterials** 1999; 20:1-25.

PJETURSSON BE, SAILER I, ZWAHLEN M, HÄMMERLE CHF. A systematic review of the survival and complication rates of all-ceramic and metal– ceramic reconstructions after an observation period of at least 3 years. Part I: single crowns. **Clin Oral Impl Res** 2007; 73-85.

RINKE S, FORNEFETT D, GERSDORFF N, LANGE K, ROEDIGER M. Multifactorial analysis of the impact of different manufacturing processes on the marginal fit of zirconia copings. **Dent Mater J** 2012; 31:601-9.

SAILER I, FEHÉR A, FILSER F, GAUCKLER LJ, LÜTHY H, HÄMMERLE CH. Five-year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures. **Int J Prosthodont** 2007; 20:383-8.

SAILER I, PHILIPP A, ZEMBIC A, PJETURSSON BE, HÄMMERLE CHF, ZWAHLEN M. A systematic review of the performance of ceramic and metal implant abutments supporting fixed implant reconstructions. **Clin Oral Impl Res** 2007; 20:4-31.

SAILER I, MAKAROV NA, THOMA DS, ZWAHLEN M, PJETURSSON BE. All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part I: Single crowns (SCs). **Dent Mater** 2015;

Jun;31(6):603-23.

SCHNEIDER, C. A.; RASBAND, W. S. & ELICEIRI, K. W. (2012), "NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis", *Nature methods* **9** (7): 671-675, PMID 22930834 (on Google Scholar).

SEHGAL M, BHARGAVA A, GUPTA S, GUPTA P. Shear Bond Strengths between Three Different Yttria-Stabilized Zirconia Dental Materials and Veneering Ceramic and Their Susceptibility to Autoclave Induced Low-Temperature Degradation. **Int J Biomater.** 2016;2016:9658689. doi:10.1155/2016/9658689.

SIARAMPI E, KONTONASAKI E, ANDRIKOPOULOS KS, KANTIRANIS N, VOYIATZIS GA, ZORBA T, PARASKEVOPOULOS KM, KOIDIS P. Effect of in vitro aging on the flexural strength and probability to fracture of Y-TZP zirconia ceramics for all-ceramic restorations. **Dent Mater** 2014; 30(12):e306-16.

TANAKA K, TAMURA J, KAWANABE K, NAWA M, UCHIDA M, KOKUBO T, NAKAMURA T. Phase stability after aging and its influence on pin-on-disk wear properties of Ce-TZP/Al₂O₃ nanocomposite and conventional Y-TZP. **J Biomed Mater Res A** 2003; 67:200-7.

TORABI K, VOJDANI M, GITIR, TAGHVA M, PARDIS S. The effect of various veneering techniques on the marginal fit of zirconia copings. **J Adv Prosthodont** 2015. 7(3):233-9.

TORAYA, H, YOSHIMURA M, SOMIYA S. Calibration Curve for Quantitative- Analysis of the Monoclinic-Tetragonal ZrO₂ System by X-Ray-Diffraction. **Journal of the American Ceramic Society** 1984. 67(6): p. C119-C121.

VAGKOPOULOU T, KOUTAYAS SO, KOIDIS P, STRUB JR. Zirconia in dentistry: Part 1. Discovering the nature of an upcoming bioceramic. **Eur J Esthet Dent** 2009; 4:130-51.

VIGOLO P, FONZI F. An In Vitro Evaluation of Fit of Zirconium-Oxide-Based Ceramic Four-Unit Fixed Partial Dentures, Generated with Three Different CAD/CAM Systems, before and after Porcelain Firing Cycles and after Glaze Cycles. **J Prosthodont** 2008; 17:621-6.

VIGOLO P, MUTINELLI S, BISCARO L, STELLINI E. An In Vivo Evaluation of the Fit of Zirconium-Oxide Based, Ceramic Single Crowns with Vertical and Horizontal Finish Line Preparations. **J Prosthodont** 2015; 24(8):603-9.

VOJDANI M, SAFARI A, MOHAGHEGH M, PARDIS S, MAHDAVI

F. The effect of porcelain firing and type of finish line on the marginal fit of zirconia copings. **J Dent** 2015; 16(2):113-20.

XIE H, GU Y, LI Q, QIAN M, ZHANG F, TAY FR, CHEN C. Effects of multiple firings on the low-temperature degradation of dental yttria-stabilized tetragonal zirconia. **J Prosthet Dent** 2016; 115(4):495-500.

ZHANG F, INOKOSHI M, BATUK M, HADERMANN J, NAERT I, VAN MEERBEEK B, VLEUGELS J. Strength, toughness and aging stability of highly-translucent Y-TZP ceramics for dental restorations. **Dent Mater** 2016; 32(12):e327-e337.

APÊNDICE A. METODOLOGIA APLICADA

1. CONFEÇÃO DAS AMOSTRAS

Quarenta e oito (48) amostras foram usinadas em aço, simulando um preparo de um pré-molar inferior, para receber uma coroa (Imagem 1). A conicidade do preparo foi de 6 graus e a linha do término cervical foi um chanfro circunferencial com 1mm de profundidade. As amostras foram divididas aleatoriamente em quatro grupos com 12 amostras cada, e as coroas cerâmicas correspondentes foram confeccionadas.



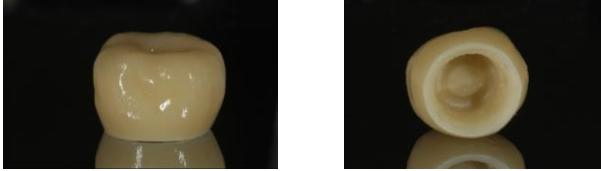
Imagem 1. Amostra simulando um preparo de um pré-molar inferior.

2. DISTRIBUIÇÃO DOS GRUPOS

Grupo 1: Coroa bilaminar (infraestrutura em zircônia e cerâmica de revestimento) sem a presença de cimento.

Doze amostras foram selecionadas aleatoriamente (Apêndice D, Quadro 1). As estruturas cerâmicas foram obtidas mediante a digitalização de cada preparo, utilizando o escâner próprio do sistema. Foi obtida uma imagem digitalizada de cada preparo. As estruturas foram desenhadas com um espaço interno de 50 micrometros e espessura de 0,5mm. Foram utilizados blocos pré-sintetizados de óxido de zircônio (Z-CAD HD, Metoxit AG, Tayngen, Suíça). As características deste tipo de zircônia estão apresentadas no Quadro 2 (Apêndice D). Após a usinagem das estruturas, estas foram sintetizadas no forno do sistema (Apêndice D, Quadro 3). A cerâmica de cobertura correspondente (E-max, Ivoclar Vivadent, Lichtenstein) foi aplicada mediante a técnica convencional de estratificação: o agente de união, duas camadas da cerâmica de cobertura e uma camada de glaze, seguindo as instruções do fabricante. A temperatura de sinterização da cerâmica de cobertura foi a mesma para a primeira e segunda queima, ou seja, 750°C durante 40 segundos, e o tempo total do programa foram 9 minutos. A temperatura da aplicação do glaze foi de 725°C durante 1 minuto, e um tempo total do programa de 5

minutos (Apêndice D, Quadro 4). (Imagens 2 e 3).



Imagens 2 e 3. Superfícies externa e interna das coroas

Grupo 2: Coroa bilaminar (infraestrutura em zircônia com cerâmica de cobertura) cimentada.

Doze amostras foram selecionadas aleatoriamente. Foi utilizado o mesmo procedimento descrito no Grupo 1, porém as coroas foram cimentadas com um cimento adesivo (Rely X U200, 3M Espe, EUA). Para a cimentação, as coroas foram assentadas sobre os preparos correspondentes mediante pressão digital, e após foi utilizada uma chave dinamométrica (USAG 820/70, SWK Utensilerie SRL, Milão, Itália), com uma força constante de 10N, durante 10 minutos.

Grupo 3: Coroa de zircônia monolítica sem a presença do cimento

Doze amostras foram selecionadas aleatoriamente. As estruturas cerâmicas foram obtidas mediante a digitalização de cada preparo, utilizando o escâner próprio do sistema. Foi obtida uma imagem digitalizada de cada preparo. As estruturas foram desenhadas com um espaçamento interno de 50 micrometros e espessura de 1 mm. Foram utilizados blocos pré-sintetizados de óxido de zircônio (Z-CAD HTL, Metoxit AG, Tayngen, Suíça). As características deste tipo de zircônia estão apresentadas no Quadro 2 (Apêndice D). Após a usinagem das estruturas, estas foram sintetizadas no forno do sistema (Quadro 3). A temperatura de sinterização do glazer para as coroas monolíticas de zircônia foi de 770°C durante 1 minuto e 30 segundos, com um tempo total do programa de 8 minutos (Quadro 4).

Grupo 4: Coroa de zircônia monolítica cimentada

Doze amostras foram selecionadas aleatoriamente. Foi utilizado o mesmo procedimento descrito no Grupo 3, porém as coroas foram cimentadas com um cimento adesivo (Rely X U200, 3M Espe, EUA) (Imagem 4 e 5).



Imagem 4 e 5: Superfícies externa e interna das coroas monolíticas

3. ANÁLISE DO GRAU DE ADAPTAÇÃO MARGINAL

A adaptação marginal foi avaliada pela medida da discrepância marginal absoluta das infraestruturas sobre os preparos usinados, utilizando um microscópio eletrônico de varredura (JSM-6400, Jeol, Madrid, Espanha) com uma magnificação de $\times 1000$ (Figura 6). As medições foram feitas sempre nos mesmos pontos, e cada espécime foi posicionado em uma base perpendicular ao eixo óptico do microscópio com um ângulo constante (20 graus).



Imagem 6. Microscópio eletrônico de varredura (JSM-6400, Jeol, Espanha, Madrid)

As áreas de medição foram previamente marcadas com uma caneta de marcação indelével (Lumocolor permanente, Staedtler Mars GmbH, Alemanha), no meio das faces vestibular e lingual (Imagem 7). As amostras foram revestidas em ouro a vácuo (Sputter Coater Balzers SCD 004, BalTec, Liechtenstein), para torná-las eletricamente condutíveis (Imagem 8). Para todas as medições, as amostras foram colocadas sobre

um dispositivo de metal para prendê-las sempre na mesma posição (Imagem 9). As imagens obtidas foram analisadas através de medidas lineares verticais com o uso de um programa digital (Image J 1.49v, Wayne Rasband, National Institutes of Health, EEUU), para quantificar possíveis desadaptações. A discrepância marginal foi medida em 18 pontos em cada área selecionada (GASSINO et al., 2004). Um total de 36 medições individuais foi realizado em torno de cada amostra (Imagem 10). O critério de 120 micrometros foi utilizado como a desadaptação marginal máxima clinicamente aceitável (McLEAN, 1971)

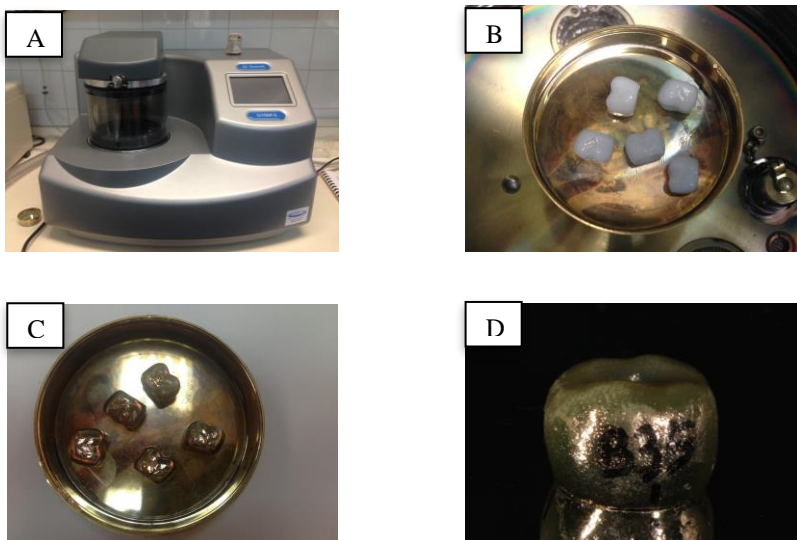


Imagem 8. As amostras revestidas em ouro a vácuo (Sputter Coater Balzers SCD 004, BalTec, Liechtenstein) (A); posicionamento das amostras (B); aspecto final do revestimento (C); imagem mais próxima de uma coroa com revestimento (D).



Imagem 9. Dispositivo de metal para prender as amostras sempre na mesma posição

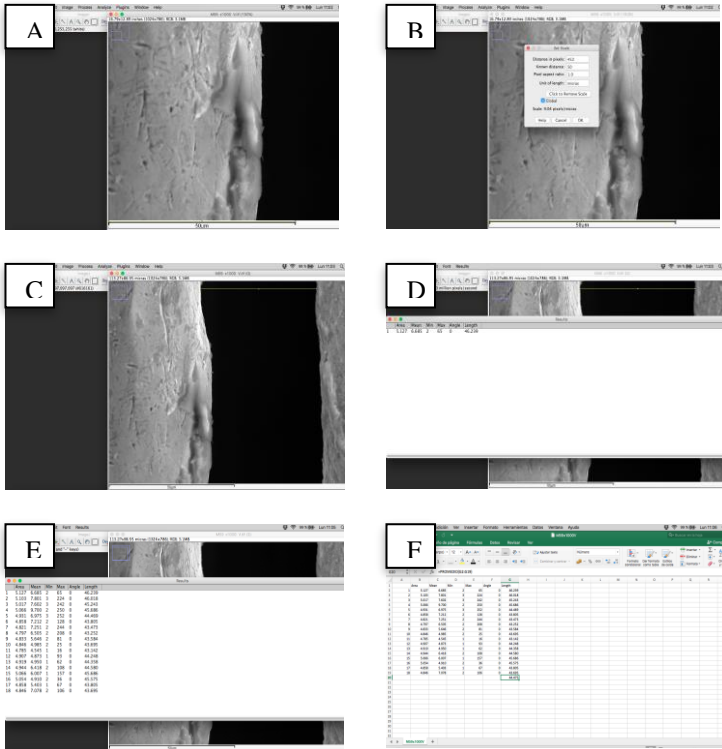


Imagem 10. Análise da discrepância marginal de acordo com o programa Image J. Seleção da imagem e calibração da escala de medida (A, B); realização de medições ao longo da amostra (C, D); foram realizadas 18 medidas em total (E); resultados das medidas e cálculo da média aritmética para cada imagem (F).

4. ENVELHECIMENTO

Em função do envelhecimento, todos os grupos foram tratados em 2 diferentes tempos (T1 e T2) (Apêndice D, Quadro 1):

T1: Nenhum tratamento de envelhecimento e armazenamento em ambiente seco e temperatura ambiente.

T2: Tratamento de envelhecimento artificial (hidrotermicamente), em autoclave, sob uma atmosfera úmida a 131°C e 2 bares de pressão durante 5 horas, segundo as recomendações da International Organization of Standardization 13356:2008.

Os ensaios de envelhecimento acelerado em autoclave foram realizados em autoclave (Microclave 4001404, JP Selecta, Barcelona, Espanha), a 131°C e 1,7 bar de pressão (Imagem 11). As amostras foram colocadas no interior da autoclave e submetidas a uma atmosfera de vapor de água durante 5 horas. As amostras foram colocadas sobre malhas (Imagem 12) para evitar o contato direto com a água e para que, durante o ensaio, elas fossem submetidas exclusivamente a ação do vapor de água. Para remover o ar restante no interior da autoclave após o fechamento, a válvula foi mantida aberta durante os três primeiros minutos do teste até que o vapor começasse a emergir, em seguida, a válvula foi fechada para assegurar uma umidade relativa de 100 % no interior do equipamento.

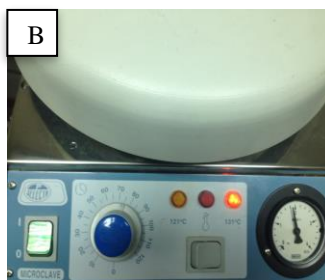


Imagem 11. Autoclave Microclave 4001404, Barcelona, Espanha (A); Imagem mais próxima dos parâmetros utilizados (B).

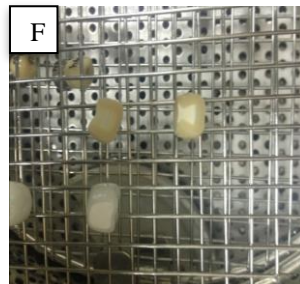
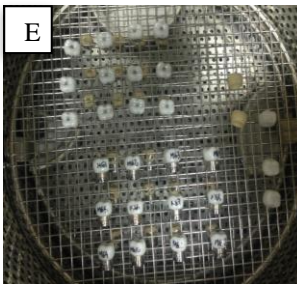
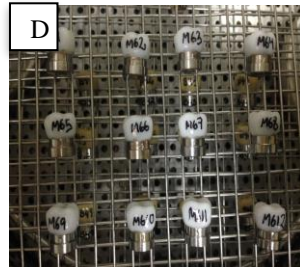
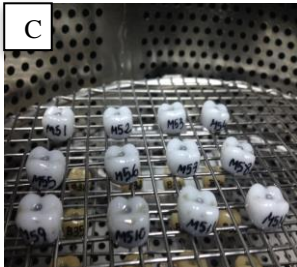
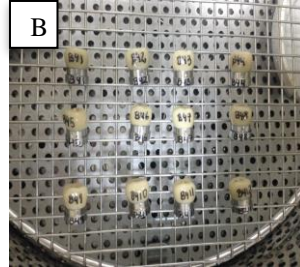


Imagem 12. Primeira malha com o grupo das coroas bilaminares sem cimento (A) e cimentadas (B); segunda malha com o grupo das coroas monolíticas sem cimento (C) e cimentadas (D); interior da autoclave com todas as amostras (E); amostras polidas para avaliar a transformação de fase mediante difração de raios X (F).

5. ANÁLISE DA TRANSFORMAÇÃO DE FASE

Preparo das amostras

Três coroas foram embutidas em uma embutidora automática (IPA30-E, Remet, Bologna, Itália), com resina acrílica (Buehler, Illinois, EUA), com o fim de obter amostras adequadas para ser usinadas e polidas (Imagem 13). As amostras embutidas foram desgastadas em uma polidora Phoenix beta (Buehler, Illinois, EUA) a uma velocidade constante de 60 rpm, inicialmente com discos de diamante de 70 μm , e após, um disco mais fino de 15 μm (APEXTM DGD, Buehler, Illinois, EUA) (Imagem 14). Finalmente, o polimento foi realizado em três etapas. Aerossóis, pastas ou suspensões que contêm cristais de diamante de 6, 3 e 1 μm foram utilizados para o polimento. Estes abrasivos foram aplicados sobre panos de celulose pré-lubrificadas com uma mistura comercial de álcool e óleo. Uma vez este processo finalizado, foi analisado a transformação de fase mediante DRX. Após, as amostras foram submetidas a um protocolo de envelhecimento acelerado em autoclave a 131 °C e 1,7 bar de pressão durante 5 horas.

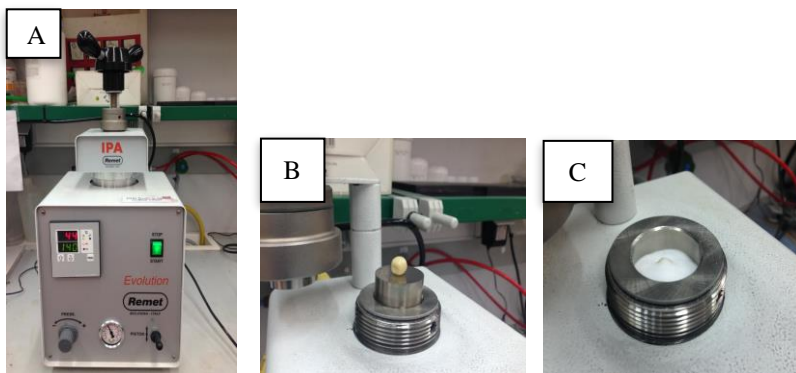


Imagem 13. Embutidora automática (IPA30-E, Remet, Bologna, Itália) (A); Posicionamento da amostra (B); Amostra embutida em resina acrílica (C).

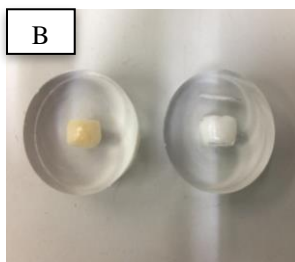


Imagem 14. Polidora Phoenix beta (Buehler, Illinois, EUA) (A); Amostras polidas prontas para serem analisadas mediante DRX (B).

Difração de raios x

Para o cálculo da transformação martensítica da fase tetragonal para a fase monoclinica foi utilizada a técnica de difração de raios-X (D8 diffractometer, Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, EUA) montado em um monocromador com uma luz incidente de Ge (111), do tipo simétrico Johansson, utilizando radiação Cu K α 1 ($\lambda = 1,5405981 \text{ \AA}$) (Imagem 15). Os varrimentos foram realizados no intervalo 2θ de 27° a 33° , a uma taxa de $0,06^\circ/\text{min}$ e um passo de $0,01^\circ$. A fração em volume de zircônia monoclinica (V_m) foi calculada a partir da equação desenvolvida por TORAYA ET AL, 1984:

$$V_m = \frac{PX_m}{1 + (P - 1)X_m}$$

Onde $P = 1,31$ e X_m é a relação da intensidade do pico da fase monoclinica, e dada pela seguinte equação:

$$X_m = \frac{I_m(111) + I_m(\bar{1}11)}{I_m(111) + I_m(\bar{1}11) + I_t(111)}$$

Onde I é a intensidade do pico e os subscritos m e p indicam a fase da zircônia, monoclinica e tetragonal respectivamente. Nos materiais que não são zircônia pura é necessária normalizar os valores V_m ao conteúdo de zircônia na amostra (V_{ZrO_2}). A fração volumétrica de zircônia monoclinica em relação à quantidade de zircônia na amostra inicial (V_{mtot}) será:

$$V_{mtot} = \frac{V_m \times V_{ZrO_2}}{100}$$

A cinética de transformação de fase tetragonal para a monoclinica foi descrita pela equação de Johnson-Mehl-Avrami (AVRAMI,1932):

$$\alpha = 1 - e^{-(b \cdot t)^n}$$

Onde α é o grau de transformação de fase tetragonal na superfície, t é o tempo, o símbolo n representa a dimensão de nucleação do crescimento e b é um parâmetro que depende da temperatura, que na gama de 37°C a 134°C segue uma lei de tipo Arrhenius

$$b = b_0 \cdot e^{-\left(\frac{Q}{RT}\right)}$$

Onde b_0 é uma constante, R é a constante dos gases, Q é a energia de ativação aparente e T é a temperatura absoluta. A partir desta equação podem ser deduzidas equivalências de tempo-temperatura que relacionem o tempo de permanência na autoclave com o tempo necessário para atingir o mesmo grau de transformação à temperatura do corpo. Por exemplo,

uma hora de tratamento em autoclave a 134°C corresponde aproximadamente a 3-4 anos a 37°C (CHEVALIER et al., 1997).

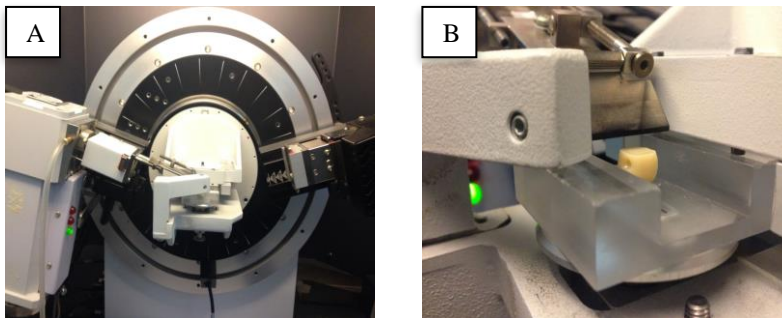


Imagem 15. Difração de raios-X mediante o equipamento D8 diffractometer Bruker AXS Inc. (Madison, Wisconsin, EEUU)

6. ANÁLISE ESTATÍSTICA

A análise estatística dos resultados foi realizada mediante análise da variância (ANOVA) com um critério para as comparações entre os grupos, seguido pelo teste t-Student para amostras pareadas que permite comparações para cada grupo analisado. Valores de $p < 0,05$ foram considerados indicativos de significância.

APÊNDICE B. TABELAS DE RESULTADOS

AMOSTRA	m(-1,1,1)	t(1,1,1)	m(1,1,1)	V mt
Coroa bilaminar polida	0,48	100	0,45	1,2
Coroa bilaminar polida + 5h de envelhecimento	1,62	100	0,72	3,0
Coroa monolítica polida	0,31	100	0,29	0,8
Coroa monolítica polida + 5h de envelhecimento	0,69	100	0,57	1,6
Coroa monolítica sem polimento	2,54	100	0,20	3,5
Coroa monolítica sem polimento + 5h de envelhecimento	2,84	100	1,00	4,8

Tabela 1. Picos das fases monoclinicas e tetragonal e cálculo de volume de fase monoclinica correspondente para cada amostra antes e após o envelhecimento. Os valores em vermelho representam valores de fase monoclinica sem ter realizado o polimento prévio. Os valores são mais altos, mas a relação de volume total quando comparada a coroa monolítica polida é similar. Esses resultados podem ser observados nos gráficos 1-6 (Apêndice E).

Grupo	T0		T1	
	Media (µm)	DP (µm)	Media (µm)	DP (µm)
G1 n=12	49.65	15.46	50,15	21.93
G2 n=12	53.47	15.19	56.77	13.86
G3 n=12	47.54	13.14	49.70	19.10
G4 n=12	47.58	21.65	50.17	18.52

Tabela II. Média e desvio padrão das discrepâncias marginais em cada grupo. T0 = sem envelhecimento; T1= envelhecimento por 5 horas a 134°C; SD = desvio padrão; G1 = coroa bilaminar sem cimento; G2 = coroa bilaminar com cimento; G3=coroa monolítica sem cimento; G4=coroa monolítica com cimento.

Grupo	Superfície	T0		T1	
		Media (µm)	DP (µm)	Media (µm)	DP (µm)
G1	V	53.43	28.47	52.81	24.90
	L	45.88	21.25	47.48	25.64
G2	V	50.92	22.40	53.58	23.24
	L	56.02	16.12	59.97	17.58
G3	V	48.90	20.33	62.45	19.64
	L	46.17	19.38	36.95	24.15
G4	V	49.43	22.16	49.46	21.35
	L	45.74	27.90	50.89	26.41

Tabela III. Média e desvio padrão das discrepâncias marginais em cada grupo para cada superfície. V= Vestibular; L= lingual; T0 = sem envelhecimento; T1= envelhecimento por 5 horas a 134°C; SD = desvio padrão; G1 = coroa bilaminar sem cimento; G2 = coroa bilaminar com cimento; G3=coroa monolítica sem cimento; G4=coroa monolítica com cimento.

APÊNDICE C. FIGURAS

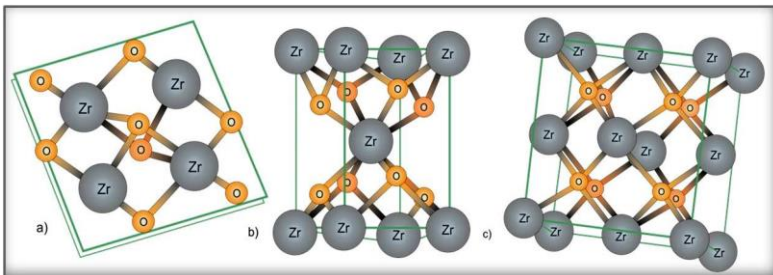


Figura 1. Estrutura cristalina da zircônia monoclinica (a), tetragonal (b) e cúbica (c). Adaptado de HANNINK et al., 2000.

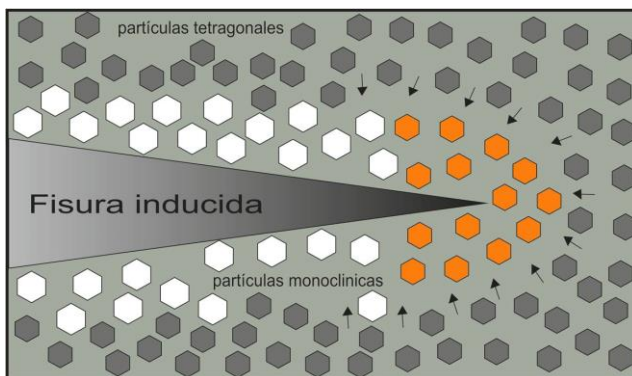


Figura 2. Desenho esquemático da transformação de fase da zircônia ocorrendo na ponta da trinca. Adaptado de VAGKOPOULOU et al., 2009.

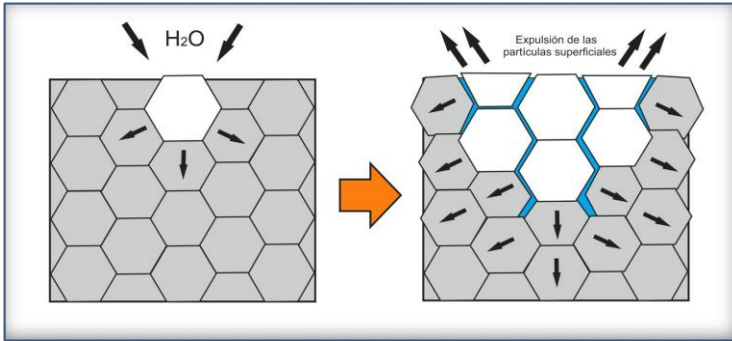


Figura 3- Esquema do processo de envelhecimento, secção transversal.
Adaptado de CHEVALIER, 2006.

APÊNDICE D. QUADROS DOS MATERIAIS E MÉTODOS EMPREGADOS

Grupo	Tipo	Cimentação	Envelhecimento artificial	n
G1	Coroa bilaminar	Sem	T1- sem envelhecimento	12
			T2 – Envelhecimento por 5h	
G2	Coroa bilaminar	Com	T1- sem envelhecimento	12
			T2 – Envelhecimento por 5h	
G3	Coroa monolítica	Sem	T1- sem envelhecimento	12
			T2 – Envelhecimento por 5h	
G4	Coroa monolítica	Com	T1- sem envelhecimento	12
			T2 – Envelhecimento por 5h	

Quadro 1. Distribuição dos grupos.

	Unidades	Z-CAD® HD (Bilaminar)	Z-CAD® HTL (Monolitica)
Composição química			
ZrO ₂ +HfO ₂ + Y ₂ O ₃	wt%	> 99.5	> 99.5
Y ₂ O ₃	wt%	5.2	5.2
Al ₂ O ₃	wt%	0.25	0.05
SiO ₂	wt%	</= 0.02	</= 0.02
Densidade	g/cm ³	6.08	6.08
Tamanho do grão	µm	<0.4	<0.4

Quadro 2. Composição química e microestrutura das zircônias utilizadas de acordo com o fabricante.

	Taxa de aquecimento °C/h	Temperatura max °C	Tempo/h	Resfriamento
Z-CAD® HD (Bilaminar)	600	1500	1	Resfriamento natural do forno
Z-CAD® HTL (Monolitica)	600	1450	2	Resfriamento natural do forno

Quadro 3. Programa utilizado Sinterização de cada zircônia

	Glaseado ZrO ₂ /Y ₂ O ₃ monolítica	Primeira e segunda queima da cobertura	Glaseado ZrO ₂ /Y ₂ O ₃ recobrimento
Tempo inicial do aumento da temperatura	6 minutos	8 minutos	3 minutos
Temperatura na que começa o programa	450°C	450°C	450°C
Graus que aumenta por minuto	60°C	40°C	60°C
Temperatura até que está fazendo o vácuo	769 °C	749 °C	724 °C
Temperatura máxima	770 °C	750 °C	725 °C
Tempo de temperatura máxima com vácuo	1:30 minutos	40 segundos	1 minuto
Resfriamento	rápido	rápido	Lento

Quadro 4- Programas de queima utilizados para a cerâmica de cobertura e o glazeamento.

APÊNDICE E. GRÁFICOS

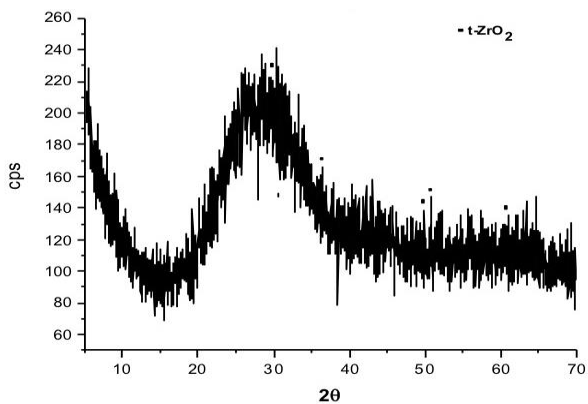


Gráfico 1. Gráfico representado a DRX de uma coroa bilaminar sem polimento prévio.

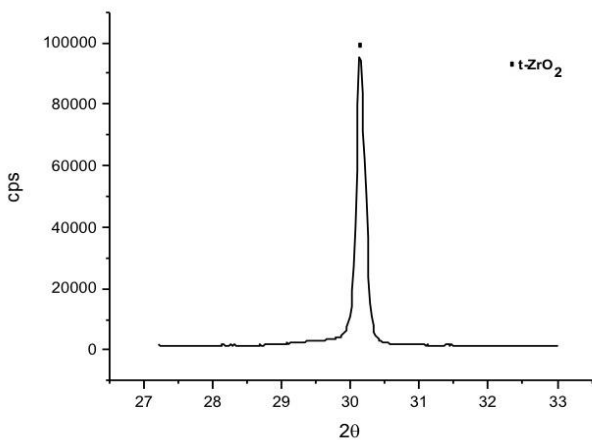


Gráfico 2. Gráfico representado a DRX de uma coroa bilaminar com polimento prévio evidenciando a necessidade de realizar este tratamento para obter uma superfície plana.

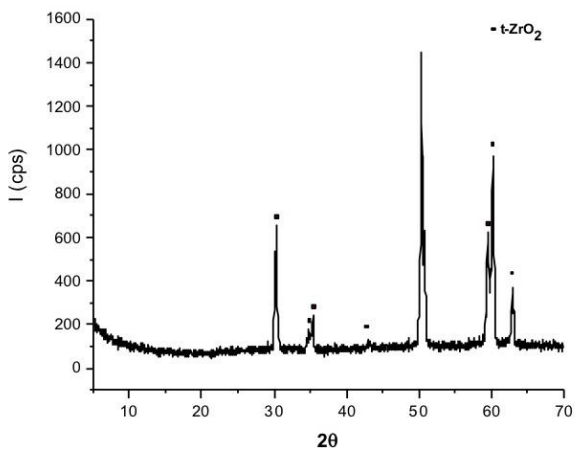


Gráfico 3. Gráfico representado a DRX de uma coroa monolítica sem polimento prévio.

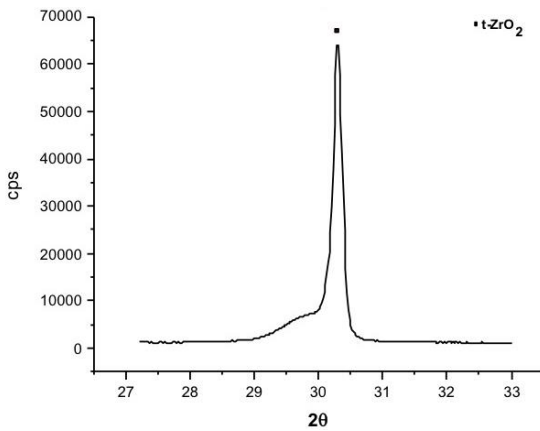


Gráfico 4. Gráfico representado a DRX de uma coroa monolítica com polimento prévio evidenciando a necessidade de realizar este tratamento para obter uma superfície plana.

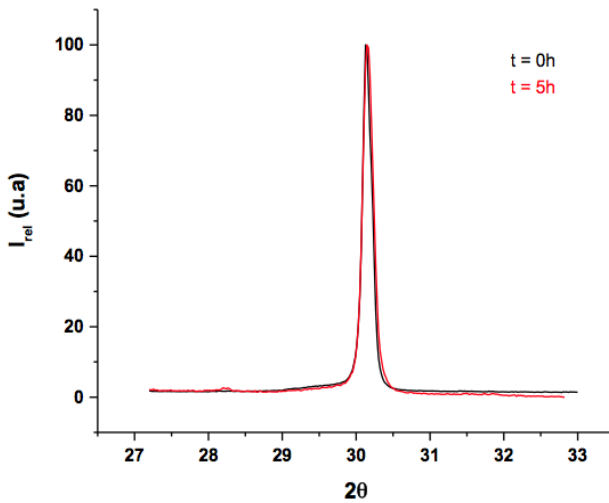


Gráfico 5. Gráfico representado a DRX de uma coroa bilaminar antes e após envelhecimento.

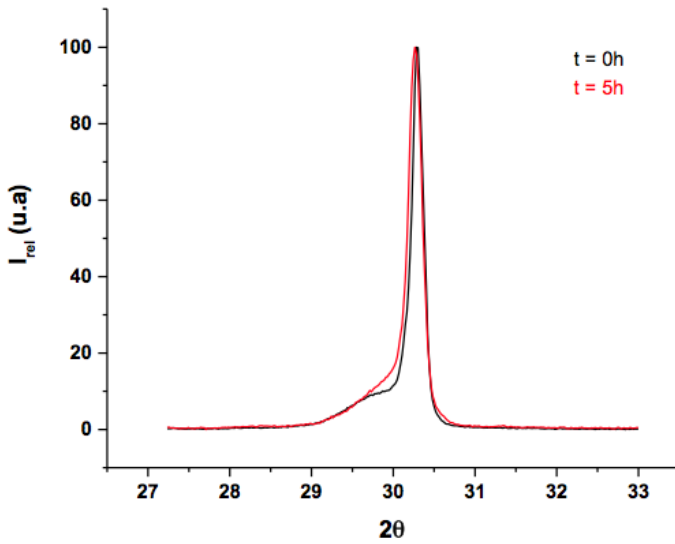


Gráfico 6. Gráfico representado a DRX de uma coroa monolítica antes e após envelhecimento.