

RESSALVA

Atendendo solicitação do(a)
autor(a), o texto completo desta
dissertação será disponibilizado
somente a partir de 4/03/2028

MATHEUS MORCELA DE SOUZA

**Avaliação das propriedades ópticas, superficiais e
mecânicas da coloração extrínseca de cerâmicas
monolíticas submetidas a diferentes temperaturas de
queima: estudo in vitro**

**Araçatuba - SP
2026**

MATHEUS MORCELA DE SOUZA

**Avaliação das propriedades ópticas, superficiais e
mecânicas da coloração extrínseca de cerâmicas
monolíticas submetidas a diferentes temperaturas de
queima: estudo in vitro**

Dissertação apresentada à Universidade
Estadual Paulista (UNESP), Faculdade de
Odontologia de Araçatuba, para obtenção
do título de Mestre.

Área de Concentração: Prótese Dentária

Orientadora: Profa. Dra. Daniela Micheline
dos Santos

Coorientador: Prof. Dr. José Vitor Quinelli
Mazaro

**Araçatuba - SP
2026**

Catálogo na Publicação (CIP)

Diretoria Técnica de Biblioteca e Documentação – FOA / UNESP

S729e Souza, Matheus Morcela de.
Avaliação das propriedades ópticas, superficiais e mecânicas da coloração extrínseca de cerâmicas monolíticas submetidas a diferentes temperaturas de queima: estudo in vitro / Matheus Morcela de Souza. - Araçatuba, 2026
32 f. : il. ; tab.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual Paulista (UNESP), Faculdade de Odontologia, Araçatuba
Orientadora: Profa. Daniela Micheline dos Santos
Coorientador: Prof. José Vitor Quinelli Mazaro

1. Surface properties I. T.

Black D3
CDD 617.6

AGRADECIMENTOS

Agradeço, primeiramente, a Faculdade de Odontologia de Araçatuba – UNESP, por ter sido palco de todo meu desenvolvimento profissional e formação, lugar onde meus sonhos se materializaram e hoje posso contemplá-los com imensa gratidão. À Deus por me guiar e sustentar em todos os instantes. Agradeço a minha orientadora Professora Daniela Micheline dos Santos pela orientação cuidadosa, pela disponibilidade constante e pelas valiosas contribuições ao longo de todas as etapas deste trabalho. Sua dedicação, conhecimento e postura foram fundamentais não apenas para o desenvolvimento deste trabalho, mas também para meu crescimento pessoal. Sou profundamente grato pelo incentivo, pela confiança e pelos ensinamentos compartilhados.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

À minha família, em especial minha mãe Adriana, minhas avós Aparecida e Maria, minha irmã Anna Luiza e ao meu avó Aparecido que não se encontra mais nesse plano, mas creio que de onde estiver abençoa as minhas conquistas. Vocês são meus pilares, a base que fez chegar até aqui.

Aos meus amigos, agradeço pela amizade, pelo companheirismo e pelas palavras de apoio nos momentos mais desafiadores. A presença de vocês, seja por meio de conversas, incentivos ou simples gestos de carinho, tornou essa caminhada mais leve e significativa.

Ao meu coorientador José Vitor Quinelli Mazaro pelo brilhantismo e total apoio no desenvolver deste projeto.

Gostaria de agradecer, de forma especial, às alunas de iniciação científica que colaboraram de maneira tão dedicada e responsável para a realização deste trabalho. O empenho, a dedicação e o comprometimento demonstrados ao longo do desenvolvimento das atividades foram fundamentais para os resultados alcançados.

Agradeço também a todos os professores, colegas e colaboradores que, direta ou indiretamente, contribuíram para minha formação acadêmica e para a realização deste trabalho. As discussões, sugestões e experiências compartilhadas ao longo do mestrado foram essenciais para meu amadurecimento intelectual.

“Adapte-se à vida que lhe foi dada; e
ame verdadeiramente as pessoas
com quem o destino o cercou”

Marco Aurélio, 180 d.C.

RESUMO

SOUZA, M. M. **Avaliação das propriedades ópticas, superficiais e mecânicas da coloração extrínseca de cerâmicas monolíticas submetidas a diferentes temperaturas de queima: estudo in vitro.** 2026. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista (UNESP), Araçatuba, 2026.

As cerâmicas odontológicas surgem como um meio de solução, a fim minimizar os problemas estéticos, uma vez que possuem propriedades ópticas excelentes dependendo de sua composição e formas de confecção. Independente das propriedades estéticas dos materiais, existem restaurações que carecem de uma caracterização adicional como no caso de cerâmicas monolíticas. A pigmentação externa é usada com maior frequência, depois dos procedimentos de cristalização ou sinterização do material cerâmica e envolve a aplicação de materiais vítreos de baixa fusão para melhorar seu aspecto óptico. O objetivo deste trabalho foi avaliar o efeito de diferentes temperaturas de queima da caracterização extrínseca, incluindo temperaturas superiores às recomendadas pelo fabricante, sobre a rugosidade superficial e as propriedades ópticas das cerâmicas de dissilicato de lítio. Para isso, blocos de IPS e.max CAD (Ivoclar) foram seccionados e distribuídos em seis grupos ($n = 10$), de acordo com o tratamento de superfície: apenas glaze ou glaze associado à caracterização extrínseca, submetidos à queima a 710 °C, 770 °C ou 820 °C. Uma pasta pigmentada na cor A2 (Ivoclar) foi aplicada e queimada conforme as recomendações do fabricante, seguida da aplicação do glaze na mesma temperatura. A rugosidade superficial (R_a) foi mensurada por meio de perfilometria de contato (Mitutoyo). A estabilidade de cor (ΔE_{00}), o parâmetro de translucidez (TP) e a razão de contraste (CR) foram avaliados por meio de um espectrofotômetro de reflexão UV–visível (Shimadzu), e a microdureza Vickers (MH) foi determinada com um microdurômetro (Shimadzu). Os dados foram analisados utilizando os testes de Shapiro–Wilk, Friedman ou ANOVA, e Wilcoxon, adotando-se nível de significância de $\alpha = 0,05$ e testes pós-hoc apropriados. O glaze reduziu significativamente a rugosidade superficial em todos os grupos ($p < 0,001$), com menores valores de R_a observados nas temperaturas de 770 °C e 820 °C, independentemente da caracterização extrínseca. Em relação às propriedades ópticas, a queima a 770 °C resultou nos menores valores de ΔE_{00} , enquanto a 820 °C apresentou os maiores

valores do TP. Diferenças significativas na CR antes e após a cristalização foram observadas em todos os grupos, exceto naqueles tratados a 820 °C. Observou-se aumento da microdureza após a aplicação de caracterização extrínseca associada ao glaze na temperatura de 770 °C. A temperatura de queima influenciou o comportamento superficial e óptico das cerâmicas de dissilicato de lítio com caracterização extrínseca. A queima a 770 °C otimizou a lisura superficial, a estabilidade de cor e a microdureza, enquanto a temperatura de 820 °C promoveu maior translucidez, sustentando o uso clínico desse protocolo para a obtenção de melhores resultados estéticos e mecânicos.

Palavras-chave: dissilicato de lítio; caracterização extrínseca; temperatura de queima; propriedades ópticas; rugosidade superficial.

ABSTRACT

SOUZA, M. M. **Evaluation of the optical, surface, and mechanical properties of the extrinsic coloration of monolithic ceramics subjected to different firing temperatures: an in vitro study.** 2026. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista (UNESP), Araçatuba, 2026.

Dental ceramics have emerged as a viable solution to minimize esthetic concerns, as they exhibit excellent optical properties depending on their composition and fabrication method. Regardless of the intrinsic esthetic properties of these materials, certain restorations require additional characterization, as in the case of monolithic ceramics. External staining is frequently performed after crystallization or sintering procedures and involves the application of low fusing glass based materials to enhance the optical appearance. The aim of this study was to evaluate the effect of different firing temperatures used for extrinsic characterization, including temperatures above those recommended by the manufacturer, on the surface roughness and optical properties of lithium disilicate ceramics. IPS e.max CAD Ivoclar blocks were sectioned and randomly distributed into six groups $n = 10$ according to surface treatment: glaze only or glaze associated with extrinsic characterization, subjected to firing at 710 °C, 770 °C, or 820 °C. An A2 shade staining paste Ivoclar was applied and fired according to the manufacturer recommendations, followed by glaze application at the same temperature. Surface roughness parameters (R_a) were measured using contact profilometry Mitutoyo. Color stability ΔE_{00} , translucency parameter TP, and contrast ratio CR were evaluated using a ultraviolet visible reflection spectrophotometer Shimadzu, and Vickers microhardness MH was determined using a microhardness tester Shimadzu. Data were analyzed using Shapiro Wilk, Friedman or ANOVA tests, followed by Wilcoxon and appropriate post hoc tests, adopting a significance level of $\alpha = 0.05$. Glaze application significantly reduced surface roughness in all groups $p < 0.001$, with lower R_a values observed at 770 °C and 820 °C, regardless of extrinsic characterization. Regarding optical properties, firing at 770 °C resulted in the lowest ΔE_{00} values, whereas firing at 820 °C yielded the highest TP values. Significant differences in CR before and after crystallization were observed in all groups except those treated at 820 °C. An increase in microhardness was observed after the application of extrinsic characterization associated with glaze at 770 °C. Firing temperature influenced the surface and optical behavior of lithium disilicate ceramics

subjected to extrinsic characterization. Firing at 770 °C optimized surface smoothness, color stability, and microhardness, whereas firing at 820 °C promoted greater translucency, supporting the clinical use of this protocol to achieve improved esthetic and mechanical outcomes.

Keywords: lithium disilicate; extrinsic characterization; firing temperature; optical properties; surface roughness.

LISTA DE FIGURAS

Figure 1 - Experimental Design	16
Figure 2 - Color difference (ΔE_{00}), translucency parameter (TP), and contrast ratio (CR)	21
Figure 3 - Box plot of surface roughness (R_a , μm) before (T_0) and after (T_1) glazing for each glaze/pigment firing temperature within the G and PG groups	23
Figure 4 - Box plot of microhardness (Vickers) (R_a , μm) before (T_0) and after (T_1) glazing for each glaze/pigment firing temperature within the G and PG groups.	24

LISTA DE TABELAS

Table 1 - Optical properties (mean $\pm$ SD) for each firing temperature and timepoint	20
Table 2 - Surface roughness (Ra, μm) for each firing temperature and timepoint (T_0 and T_1)	22
Table 3 - Microhardness (median [Q1–Q3]) for each group at T_0 and T_1	24

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CAD	Desenho Assistido por Computador
CAM	Manufatura Assistida por Computador
CAPES	Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior
CR	Razão de Contraste
DP	Desvio Padrão
IPS	Ivoclar Press System
MH	Microdureza
MIN	Minutos
MM	Milímetros
MM/S	Milímetros por Segundo
N	Newton
Ra	Rugosidade Superficial
TP	Parâmetro de Translucidez
UNESP	Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”
UV	Ultravioleta
ΔE_{00}	Variação de Cor
ΔTP_{00}	Variação de Translucidez

SUMÁRIO

1 INTRODUCTION	12
2 OBJECTIVE	14
3 MATERIALS AND METHODS	15
3.1 Study Design	15
3.2 Sample Preparation	16
3.3 Extrinsic Staining Procedure	17
3.4 Optical Properties Measurement	17
3.5 Surface Roughness and Microhardness Measurement	18
3.6 Statistical Analysis	18
4 RESULTS	19
5 DISCUSSION	25
5.1 Possible Mechanisms	27
5.2 Manufacturer's Recommendation vs. Laboratory Practice	28
5.3 Clinical Implications	28
5.4 Limitations	29
6 CONCLUSION	30
REFERENCES	31

1 INTRODUCTION

The demand for highly esthetic restorations that reproduce natural tooth characteristics-translucency, opacity, and color-has grown substantially. Dental ceramics are central to this goal because their optical, physical, and mechanical behavior depends on composition and processing; in general, a higher glass phase favors esthetics and translucency compared with a higher crystalline content (Abdel Sadek; Zaghloul, 2022; Rizk *et al.*, 2024). In this context, monolithic ceramic restorations have gained widespread acceptance by simplifying clinical and laboratory workflows and reducing veneer-related complications, while maintaining satisfactory wear resistance and long-term durability under simulated clinical conditions (Alnahdi *et al.*, 2025; Rizkallah *et al.*, 2025).

Despite favorable intrinsic optics, many monolithic lithium disilicate restorations still require individualized characterization to achieve lifelike outcomes (Guaita-Sáez *et al.*, 2025). Extrinsic staining, applied after crystallization using low-fusing, glass-based pigments, creates a thin surface layer capable of enhancing optical appearance and improving shade matching. However, the color stability and surface characteristics resulting from this procedure may vary depending on ceramic composition and, critically, on the firing temperature used during pigment and glaze application (Lu *et al.*, 2023). Evidence suggests that repeated firings and firing temperature can influence color and surface topography; nevertheless, available data remain limited and are often technique- or protocol-dependent (Meng *et al.*, 2018).

Surface smoothness of ceramic restorations is clinically relevant, as smoother glazed or polished surfaces tend to accumulate less biofilm, reduce antagonist wear, and exhibit greater resistance to extrinsic staining compared with rougher surfaces. (Abdel Sadek; Zaghloul, 2022; Dal Piva *et al.*, 2024). In parallel, optical parameters - including color difference (ΔE_{00}), translucency parameter (TP), and contrast ratio (CR) are essential for quantifying esthetic performance and determining clinical perceptibility and acceptability. Established thresholds for ΔE_{00} and TP allow laboratory findings to be interpreted within a clinically meaningful framework (Alazemi; Rayyan, 2025; Paravina *et al.*, 2015; Salas *et al.*, 2018; Vichi *et al.*, 2023). Additionally, surface roughness parameters (e.g., Ra) provide standardized descriptors of surface quality, while microhardness serves as an indicator of resistance to deformation and surface

wear, reflecting the mechanical integrity of the superficial ceramic layer (Zaniboni *et al.*, 2022).

Although the manufacturer's protocol for applying extrinsic stain and glaze to lithium disilicate ceramics recommends a firing temperature of 710 °C, it is common practice among dental laboratory technicians to increase this temperature in pursuit of greater surface gloss, translucency, and overall esthetic quality. In this context, higher firing temperatures, including 770 °C and 820 °C, are commonly adopted during extrinsic staining and glaze firing (Abdel Sadek; Zaghloul, 2022; Alnahdi *et al.*, 2025; Alnassar, 2022; Lin *et al.*, 2022; Rizk *et al.*, 2024). This empirical approach, although widespread, lacks systematic scientific validation, raising important questions regarding its actual impact on the optical, surface, and mechanical properties of lithium disilicate ceramics.

Given these considerations, the present in vitro study evaluated the effects of different firing temperatures used for extrinsic staining on the surface roughness, microhardness, and optical properties of lithium disilicate ceramics, aiming to inform firing protocols that balance surface smoothness, color stability, and translucency. Therefore, the null hypothesis tested was that different firing temperatures of extrinsic staining do not significantly affect the surface roughness, microhardness, or optical properties (color stability, translucency, and contrast ratio) of lithium disilicate ceramics.

6 CONCLUSION

Firing temperature directly influenced both the optical performance and surface roughness of lithium disilicate ceramics subjected to extrinsic staining. Firing at 770°C yielded the least color alteration and smoothest surfaces, while firing at 820°C enhanced translucency. Nevertheless, a significant increase in microhardness was observed only when the pigment and glaze were applied in combination. Clinically, these findings suggest that the stain + glaze protocol at optimized firing temperatures may provide an effective approach to achieving a balance between esthetic and mechanical performance in lithium disilicate restorations.

REFERENCES

- Abdel Sadek HM, Zaghloul BM. The effect of multiple firing on the color, translucency, and flexural strength of newly introduced lithium disilicate ceramics. *Egypt Dent J*. 2022;68(3):2519-29. doi: 10.21608/edj.2022.130667.2048.
- Akl MA, Dashti H, Akl J, Zheng F. Effect of crystallization temperature on the flexural strength of lithium disilicate glass ceramics. *J Prosthodont*. 2025;34(5):527-32. doi: 10.1111/jopr.14028.
- Alazemi BM, Rayyan MR. Translucency and color stability of advanced lithium disilicate ceramic material: an in vitro study. *J Conserv Dent Endod*. 2025;28(1):33-8. doi: 10.4103/JCDE.JCDE_719_24.
- Alnahdi A, Fan Y, Michalakakis K, Giordano R. Color stability of pressed lithium-disilicate ceramics under repeated firings evaluated by different methods. *Int J Prosthodont*. 2025;25(2):214-23. doi: 10.11607/ijp.8953.
- Alnassar TM. Influence of multiple firings on the color stability and surface roughness of gingival pink feldspathic ceramic. *Coatings*. 2022;12(12):1870. doi: 10.3390/coatings12121870.
- Brito MG, Amaral FL, Turssi CP, Hofling RT, França FM. Effect of chemical or mechanical finishing/polishing and immersion in staining solutions on the roughness, microhardness, and color stability of CAD-CAM monolithic ceramics. *Acta Odontol Latinoam*. 2023;36(2):86-95. doi: 10.54589/aol.36/2/86.
- Dal Piva AMO, van Leeuwen NS, Rosa LS, Kleverlaan CJ, Tribst JPM. Effect of glazing protocol on the surface roughness and optical properties of lithia-based glass-ceramics. *Coatings*. 2024;14(6):668. doi: 10.3390/coatings14060668.
- Ezzat ME, Mohsen CA, Asaad RS. Effect of different glazing methods on the surface roughness and hardness of zirconia ceramics: an in vitro study. *BMC Oral Health*. 2025;25(1):1508. doi: 10.1186/s12903-025-06811-8.
- Guaita-Sáez R, Montiel-Company JM, Agustín-Panadero R, Fons-Badal C, Serra-Pastor B, Solá-Ruiz MF. Analysis of different lithium disilicate ceramics according to their composition and processing technique-a systematic review and meta-analysis. *Materials*. 2025;18(12):2709. doi: 10.3390/ma18122709.

Lin F, Wang B, Zhang Y, Li S, Zhang Q, Xiao Y, Zuo Q. The effect of prolonged holding time on the mechanical property and microstructural property of lithium disilicate glass-ceramic. *J Mater Sci Mater Med*. 2022;33(1):69. doi: 10.1007/s10856-022-06693-0.

Lu Y, Dal Piva AMO, Nedeljkovic I, Tribst JPM, Feilzer AJ, Kleverlaan CJ. Effect of glazing technique and firing on surface roughness and flexural strength of an advanced lithium disilicate. *Clin Oral Investig*. 2023;27(7):3917-26. doi: 10.1007/s00784-023-05014-1.

Magalhães AKPG, Moreira GB, Souza MLS, Leitão AWA, Peixoto RF, Pontes C, Pontes KMF. Evaluation of one versus two glaze firings on the color stability and mechanical properties of an extrinsically characterized monolithic CAD-CAM lithium disilicate glass ceramic. *J Prosthodont*. 2025;34(1):33-41. doi: 10.1111/jopr.13792.

Meng H, Xie H, Yang L, Chen B, Chen Y, Zhang H, Chen C. Effects of multiple firings on mechanical properties and resin bonding of lithium disilicate glass-ceramic. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2018;88:362-9. doi: 10.1016/j.jmbbm.2018.08.015.

Munoz A, Louca C, Vichi A. Characterization of a lithium disilicate CAD/CAM material with firing temperature-controlled translucency. *Materials*. 2025;18(7):1591. doi: 10.3390/ma18071591.

Paravina RD, Ghinea R, Herrera LJ, Bona AD, Igiel C, Linninger M, Sakai M, Takahashi H, Tashkandi E, Perez Mdel M. Color difference thresholds in dentistry. *J Esthet Restor Dent*. 2015;27 Suppl 1:S1-9. doi: 10.1111/jerd.12149.

Rizk A, Abdou A, Ashraf R, Omar S. Effect of multiple firings on optical and mechanical properties of Virgilite-containing lithium disilicate glass-ceramic of varying thickness. *Clin Oral Investig*. 2024;28(7):370. doi: 10.1007/s00784-024-05746-8.

Rizkallah NI, Abdelfatah G, Wahsh MM, Abdel Sadek HM. Effect of staining techniques and repeated firing cycles on translucency, color and biaxial flexural strength of advanced lithium disilicate containing Virgilite crystals. *BMC Oral Health*. 2025;25(1):685. doi: 10.1186/s12903-025-06011-4.

Salas M, Lucena C, Herrera LJ, Yebra A, Della Bona A, Pérez MM. Translucency thresholds for dental materials. *Dent Mater*. 2018;34(8):1168-74. doi: 10.1016/j.dental.2018.05.001.

Vechiato-Filho AJ, Santos DM, Goiato MC, Moreno A, Medeiros RA, Kina S, Rangel EC, Cruz NC. Surface degradation of lithium disilicate ceramic after immersion in acid and fluoride solutions. *Am J Dent*. 2015;28(3):174-80.

Vichi A, Zhao Z, Mutahar M, Paolone G, Louca C. Translucency of lithium-based silicate glass-ceramics blocks for CAD/CAM procedures: a narrative review. *Materials*. 2023;16(19):6441. doi: 10.3390/ma16196441.

Zaniboni JF, Silva AM, Alencar CM, Porto TS, Jasinevicius RG, Fortulan CA, Campos EA. Influence of different glaze firing protocols on the mechanical properties of CAD-CAM ceramic materials. *J Prosthet Dent*. 2022;127(6):925.e1-8. doi: 10.1016/j.prosdent.2022.03.009.