

RESSALVA

Atendendo solicitação da
autora, o texto completo desta tese
será disponibilizado somente a partir
de 28/02/2025.



UNESP - Universidade Estadual Paulista
“Júlio de Mesquita Filho”
Faculdade de Odontologia de Araraquara



Bruna de Freitas Vallerini

Caracterização físico-química da superfície de vitrocerâmicas à base de metassilicato de lítio e dissilicato de lítio submetidas ao protocolo de solubilidade química

Araraquara

2023



UNESP - Universidade Estadual Paulista
“Júlio de Mesquita Filho”
Faculdade de Odontologia de Araraquara



Bruna de Freitas Vallerini

Caracterização físico-química da superfície de vitrocerâmicas à base de metassilicato de lítio e dissilicato de lítio submetidas ao protocolo de solubilidade química

Tese apresentada à Universidade Estadual Paulista (Unesp), Faculdade de Odontologia, Araraquara para obtenção do título de Doutor em Reabilitação Oral, na Área de Prótese.

Orientadora: Prof^a Dr^a Lígia Antunes Pereira Pinelli (FOAr/UNESP)

Coorientador: Prof. Dr. Edgar Dutra Zanotto (LaMaV/UFSCar)

Araraquara

2023

V184c

Vallerini, Bruna de Freitas

Caracterização físico-química da superfície de vitrocerâmicas à base de metassilicato de lítio e dissilicato de lítio submetidas ao protocolo de solubilidade química / Bruna de Freitas Vallerini. -- Araraquara, 2023

73 p. : tabs., fotos

Tese (doutorado) - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Faculdade de Odontologia, Araraquara

Orientadora: Lígia Antunes Pereira Pinelli

Coorientador: Edgar Dutra Zanotto

1. Cerâmicas. 2. Solubilidade. 3. Microscopia de Força Atômica. 4. Espectroscopia Fotoeletrônica. 5. Espectrometria de Massas. I. Título.

Sistema de geração automática de fichas catalográficas da Unesp. Biblioteca da Faculdade de Odontologia, Araraquara. Dados fornecidos pelo autor(a).

Essa ficha não pode ser modificada.

Bruna de Freitas Vallerini

Caracterização físico-química da superfície de vitrocerâmicas à base de metassilicato de lítio e dissilicato de lítio submetidas ao protocolo de solubilidade química

Comissão julgadora

**Tese para obtenção do grau de Doutor
em Reabilitação Oral**

Prof^a Dr^a Lígia Antunes Pereira Pinelli

Prof^a Dr^a Renata Garcia Fonseca

Prof^a Dr^a Andréa Cândido dos Reis

Prof. Dr. Rodrigo França

Araraquara, 28 de fevereiro de 2023.

Bruna de Freitas Vallerini

NASCIMENTO: 27/12/1991 – Araraquara – SP

FILIAÇÃO: Silvio Tadeu Vallerini

Claudia de Freitas Vallerini

2012 - 2016: Curso de Graduação na Faculdade de Odontologia de Araraquara -
FOAr/UNESP

2017 - 2019: Curso de Pós-Graduação em Reabilitação Oral, área de Prótese -
nível de Mestrado, Faculdade de Odontologia de Araraquara -
FOAr/UNESP

2019 - 2023: Curso de Pós-Graduação em Reabilitação Oral, área de Prótese -
nível de Doutorado, Faculdade de Odontologia de Araraquara -
FOAr/UNESP

“We must believe that we are gifted for something, and that this thing must be attained.”

*— Marie Curie**

* Curie M the scientist. Disponível em <https://www.mariecurie.org.uk/who/our-history/marie-curie-the-scientist>

É com imensa gratidão e amor que eu dedico este trabalho às pessoas que acreditaram nos meus sonhos e caminharam junto a mim para que isso fosse possível...

Aos meus pais, **Silvio** e **Claudia**, que nunca deixaram de fazer dos meus sonhos, seus sonhos;

por mais difícil e doloroso que fosse o caminho vocês estiveram comigo, sempre acreditando que eu poderia ser muito mais do que eu jamais imaginava. Obrigada por nunca soltarem a minha mão, e por serem o meu ponto de luz diante das escolhas mais difíceis da minha vida.

Se hoje fui capaz de chegar até aqui, foi porque vocês fizeram mais do que podiam para tornar isso real. Não há palavras que consigam expressar a gratidão que eu tenho em meu coração por ter vocês em minha vida. Obrigada por cada momento e cada etapa que vencemos juntos.

Vocês sempre serão a minha essência e o meu espelho.

Amo muito vocês.

À minha orientadora **Prof^a. Dr^a. Lígia Antunes Pereira Pinelli**,
que durante estes 6 anos em que eu tive a honra de
estarmos juntas, se tornou muito mais que do que
apenas minha orientadora.

Você se tornou uma mãe, que me cuidou e guiou em cada
umas das etapas da minha formação acadêmica, e
ainda mais importante na minha formação como
pessoa. Você sem dúvidas foi uma parte essencial
para eu me tornar a pessoa que me tornei hoje.

Agradeço a Deus pelo privilégio de ser sua orientada, sou
extremamente grata por isso. Obrigada por todo
carinho, paciência, dedicação e por sempre querer
o meu melhor.

Agradeço Especialmente...

A **Deus**, pelas inúmeras portas que abriu para mim, hoje sou capaz de ver com clareza que cada caminho que o Senhor me guiou foi para que eu fosse capaz de chegar em algo muito maior do que eu jamais poderia imaginar. Obrigada por cada ensinamento que me foi dado durante todos estes anos e por sempre me acolher em teus braços nos momentos de dificuldade, em que acreditei que poderia fraquejar e não seria capaz de continuar dando-me forças para nunca desistir.

Aos meus pais, **Silvio** e **Claudia**, vocês sempre serão os maiores exemplos da minha vida e parte essencial para cada uma das minhas conquistas. Eu tenho tanto orgulho em olhar para trás e saber que se eu cheguei até aqui foi porque eu tive o apoio das duas pessoas que eu mais admiro em todo o mundo. Vocês são o meu ponto luz, a minha paz e o meu porto seguro, saibam que não importa o quão distante estejamos é de vocês de quem eu quero estar junto. Obrigada por me acolherem em seus braços nos momentos de desespero, nas madrugadas mal dormidas, nas minhas instabilidades emocionais, tornando cada um destes momentos mais leve. É uma honra ser filha de vocês e não há palavras que expressem a gratidão que sinto por tudo que fizeram e ainda fazem por mim. Amo muito vocês.

Ao meu namorado **Gunnar Wenzel** e a nossa filha de quatro patas **Melissa**, que, dentre tantos acontecimentos inesperados em que a vida nos coloca me trouxe vocês. Obrigada por cuidarem de mim, por serem o meu porto seguro e sempre fazerem de tudo para que cada dia seja melhor em nossas vidas. Sou grata a Deus por cruzar nossos caminhos. Amo vocês.

Ao meu irmão **Felipe**, que, apesar de todas as nossas diferenças, é o meu maior companheiro e colega de profissão. Estando sempre presente em minha vida, fosse nos momentos de maior alegria como nos de maior dificuldade. Obrigada por estar ao meu lado em mais uma conquista. Amo você.

Ao meu Avô, **Manoel**, que sempre será meu bem mais precioso; saiba que a vida me deu um pai ao colocar você comigo. Obrigada por sempre ser presente, me acolher e me cuidar. Você é meu exemplo de dedicação, paciência e esforço. Amo você.

À minha orientadora, **Profª. Drª. Lígia Antunes Pereira Pinelli**, por ter me aceitado e acolhido em seus braços em um momento decisivo da minha vida. Por compartilhar comigo seu conhecimento e experiência, por suas palavras de sinceridade, por sempre estar presente nos momentos de euforia me acalmando, por todos os conselhos não só em relação a minha formação acadêmica, mas na minha vida pessoal. Você me ensinou a ser uma pessoa mais leve, me mostrando que na vida sempre haverá obstáculos e que, para lidar com eles, é preciso

ter equilíbrio e paciência, pois, ao final de cada jornada, sempre alcançaremos nossos sonhos.

Ao meu coorientador, **Prof. Dr. Edgar Dutra Zanotto**, por me aceitar e me receber de braços abertos me dando todo apoio necessário e mostrando que juntos podemos criar algo maior; você é minha inspiração quando se trata de determinação, sabedoria e sucesso. Obrigada por toda dedicação e por compartilhar comigo seus conhecimentos, sem eles eu jamais conseguiria chegar até aqui.

Ao meu orientador da Universidade de Manitoba, no Canadá, **Prof. Dr. Rodrigo França**, a sua esposa **Rachel** e sua filha **Olivia**, o meu agradecimento especial pelo carinho e acolhimento em todos os momentos, por serem parte da família que este país me deu, me aconselhando nos momentos de dificuldade e compartilhando seus conhecimentos, tanto profissional como pessoal. Vocês sempre serão, um exemplo para mim e tenho um carinho excepcional por vocês. Muito obrigada por tudo.

À minha banca de defesa de mestrado, **Prof^a. Dr^a. Renata Garcia Fonseca**, **Prof^a. Dr^a. Andréa Cândido dos Reis** e **Prof. Dr. Rodrigo França** por disponibilizarem seu tempo para compartilhar um dos momentos mais importantes de minha vida. Obrigada por dividirem seus conhecimentos e agregarem à cada página do meu trabalho um pouco de si. Vocês são parte essencial para que isso se concretize.

Ao meu mentor e mentoras do Laboratório de Materiais Vítreos **Prof. Dr. Oscar Peitl Filho, Dr^a. Laís Dantas Silva e Dr^a. Viviane Oliveira Soares**. Não sei o que seria de mim sem todo o suporte que vocês me deram para que eu fosse capaz de concretizar esta etapa de minha vida. Obrigada por sempre me receberem de braços abertos. Tenho um carinho enorme por todos vocês.

Aos meus amigos, **Amanda Lima, Ana Clara B. Saggioro, Debora Miyazaki, Lais Ferreira, Fernanda Alves e Lucas Campos**. Muito obrigada pelos momentos que compartilhamos e por todo apoio durante estes anos.

To my friends, **Sixuan Zhao, Ana Cecilia Schettini, Anastasia Cholakis, Cristina Fiuza, Kamaldeep Kaur, Olukayode Omomo, Mirella Fernandes, and Yiqi Xu**. Thank you for all the moments we have shared together. You guys made this year even better.

To **Natalie Klenke**, who was one of my first friends when I got here and has become a very special person to me. Thank you for providing me with amazing moments and for always being there.

To **Jayemhyr Lorenz Gomez**, for being so much more than a friend. Thank you for every laughter we shared together. You have become very special in my life, and I am grateful that we share so many moments together.

Às minhas "irmãs" **Camila Luiz Jabr**, **Carla Maria Improta Dias** e **Gláucia Coletto Nunes** que, não importa o quão distante estejamos vocês sempre serão o meu ponto de luz. Obrigada por sempre se fazerem presentes em todas as etapas da minha vida. Vocês foram um dos maiores presentes que esta faculdade pôde me dar e guardo todas vocês com muito amor e carinho, sou extremamente grata por cada gesto e cada momento que passamos junta.

Obrigada a todos, amo vocês.

Agradecimentos...

À Faculdade de Odontologia de Araraquara (FOAr/UNESP), na pessoa de seu Diretor, **Prof. Dr. Edson Alves de Campos**, e da Vice-Diretora, **Profª. Drª. Patrícia P. N. Sasso Garcia**, por disponibilizar todos os recursos necessários para a realização desta pesquisa.

Ao Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos (DEMA/UFSCar), em especial o Laboratório de Materiais Vítreos (LaMaV), nas figuras do **Prof. Dr. Edgar Dutra Zanotto** e **Prof. Dr. Oscar Peitl Filho**, às doutoras **Laís Dantas Silva** e **Viviane Oliveira Soares**, e ao funcionário **José Rodrigues da Silva**. Muito obrigada por me acolherem em sua instituição estando sempre à disposição para me auxiliarem e compartilharem seus conhecimentos.

To the **University of Manitoba (Winnipeg, Canada)** and the **Emerging Leaders in the Americas Program (ELAP)**, who provided a unique experience for my academic and personal growth. Thank you to all professors and staff.

To the **Manitoba Institute for Materials (MIM)** – Department of Chemistry – University of Manitoba, especially **Ravinder Sidhu**. Thank you for all your patience and attention.

To the **NanoSystems Fabrication Lab (NSF)** – Department of Electrical and Computer Engineering – University of Manitoba, especially **Dwayne Chrusch**. Thank you for all your patience and attention.

To the **Centre for Earth Observation Science, Ultra Clean Trace Element Laboratory (UCTEL)** – Department of Environment and Geography – University of Manitoba, especially **Debbie Armstrong**. Thank you for all your attention.

À ex-coordenadora do Curso de Pós-Graduação em Reabilitação Oral, **Prof^a. Dr^a. Ana Cláudia Pavarina**, e a todos os docentes do Curso de Pós-Graduação do Programa, por todo conhecimento compartilhado, dedicação e empenho em nossa formação como doutorandos.

Ao Coordenador do Curso de Pós-Graduação em Odontologia, **Prof. Dr. Paulo Sérgio Cerri**, e a todos os docentes do Curso de Pós-Graduação em Odontologia, pela condução do nosso curso com extrema dedicação e competência tornando-o referência em nossa área.

À CAPES:

O presente trabalho foi realizado com o apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de financiamento 001.

Ao CNPQ:

CNPQ – Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (Processo nº 141339/2020-9) pelo apoio financeiro essencial para realização dessa pesquisa.

Aos docentes da disciplina de Prótese Parcial Fixa Convencional e sobre Implantes, **Prof. Dr. José Maurício dos Santos Nunes Reis** e **Profª. Drª. Lígia Antunes Pereira Pinelli**, por todos os conhecimentos compartilhados, que foram parte essencial para meu crescimento profissional.

A todos os funcionários do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese, em especial, **Miriam Perpétua Comar Freza**, **Tania Aparecida Moreira dos Santos**, **Marta Almeida de Ponte**, **Fernando Rogério Moura Leite**, **João Monti Júnior**. Obrigada por sempre estarem a disposição para nos ajudar.

Aos funcionários da Seção de Pós-Graduação, **José Alexandre Garcia**, **Cristiano Afonso Lamounier** e **Alessandra C. F. de Carvalho**, por toda atenção, gentileza com que sempre me receberam, pela enorme paciência e competência e por resolverem tantas dúvidas.

Às funcionárias da Biblioteca, **Ana Cristina Jorge** e **Denise Floriano da Silva**, por toda disposição e atenção.

Vallerini BF. Caracterização físico-química da superfície de vitrocerâmicas à base de metassilicato de lítio e dissilicato de lítio submetidas ao protocolo de solubilidade química [tese de doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2023.

RESUMO

Ao longo dos anos o avanço tecnológico dos materiais vitrocerâmicos (VCs) tem desafiado os fabricantes a aprimorar as propriedades mecânicas e químicas destes materiais, além da tentativa de reduzir o tempo clínico necessário para a produção de próteses dentárias. O objetivo deste estudo foi realizar uma caracterização físico-química da superfície de VCs a base de metassilicato de lítio (ML) e dissilicato de lítio (DL) submetidas ao protocolo de solubilidade química (SQ) com o intuito de avaliar se os materiais seguem os limites estipulados pela norma ISO 6872 e como este protocolo pode afetar a superfícies destas VCs. As VCs foram divididas em sete grupos, sendo dois compostos por materiais experimentais desenvolvidos pelo Laboratório de Materiais Vítreos, que tiveram como fase majoritária o ML: ML experimental 1 (VCE1) e ML experimental 2 (VCE2); e cinco compostos por marcas comerciais à base de DL: Celtra® Duo (CD), IPS e.max® CAD (IEC), Straumann® n!ce® (SN), CEREC Tessera™ (TS) e VITA Suprinity®(VS). Oito espécimes (14 mm x 14 mm x 1,5 mm) foram feitos para cada grupo. Para análise de SQ, os espécimes foram imersos em solução de ácido acético a 4% (16h, 80 ± 3°C, ISO 6872) e os valores obtidos foram determinados pela diferença de massa antes e após imersão na solução dividida pela área total. A rugosidade superficial foi realizada por análise de Microscopia de Força Atômica, e a caracterização química por Espectroscopia de Fotoelétrons de Raios-X, ambas as análises foram realizadas antes e após a SQ. Uma análise de lixiviação iônica da solução remanescente após SQ foi realizada por Espectrometria de Massa de Plasma Acoplado Indutivamente de Alta Resolução. As análises estatísticas foram realizadas pelo teste de Kruskal-Wallis com pós-teste de Dunn para SQ, ANOVA a dois fatores com pós-teste de Tukey para rugosidade da superfície, ANOVA a três fatores com pós-teste de Tukey para análise química, adotando-se $\alpha = 0,05$, e estatística descritiva para os resultados das soluções lixiviadas. Os resultados da SQ mostraram que todos os grupos apresentaram valores dentro do estipulado pela norma ($\leq 100 \mu\text{g}/\text{cm}^2$). Não houve diferença estatisticamente significativa em relação aos valores de rugosidade para as VCs antes e após imersão em ácido acético a 4%, exceto para o grupo IEC que apresentou rugosidade aumentada ($p < 0,001$). Após o protocolo de SQ houve mudança nas porcentagens atômicas dos principais elementos constituintes das VCs (Si e Li) para todos os grupos, com uma maior lixiviação do elemento Li que para o elemento Si. Conclui-se que todos os grupos avaliados apresentam valores de SQ dentro dos limites estipulados pela Norma ISO 6872.

Palavras-chave: Cerâmicas. Solubilidade. Microscopia de Força Atômica. Espectroscopia Fotoeletrônica. Espectrometria de Massas.

Vallerini BF. Physicochemical characterization of the surface of glass-ceramics based on lithium metasilicate and lithium disilicate submitted to the chemical solubility protocol [tese de doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2023.

ABSTRACT

Over the years, the technological advancement of glass-ceramic materials (GCs) has challenged manufacturers to improve the mechanical and chemical properties of these materials, in addition to the attempt to reduce the clinical time required to produce dental prosthesis. The aim of this study was to perform a physicochemical characterization of the surface of GCs based on lithium metasilicate (LS) and lithium disilicate (LS₂) subjected to chemical solubility (CS) protocol to evaluate whether the materials follow the limits stipulated by the ISO 6872 standard and how this protocol can affect the surfaces of these GCs. The GCs were divided into seven groups, two composed of experimental materials developed by the Laboratory of Vitreous Materials which had as major phase LS: LS experimental 1 (GCE1), and LS experimental 2 (GCE2); and five composed by commercial brands based on LS₂: Celtra® Duo (CD), IPS e.max® CAD (IEC), Straumann® n!ce® (NS), CEREC Tessera™ (TS), and VITA Suprinity® (VS). Eight samples were made from each group (14 mm x 14 mm x 1.5 mm). For CS analysis, samples were immersed in 4% acetic acid solution for 16h at 80 ± 3°C (ISO 6872) and CS values were obtained by calculating the difference in mass before and after immersion in the solution divided by the total area. Surface roughness characterization was performed by Atomic Force Microscopy (AFM) analysis, and chemical characterization by X-Ray Photoelectron Spectroscopy (XPS), both analyzes were performed before and after CS. An analysis of ionic leaching in the remaining solution after CS was performed by High-Resolution Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (HR-ICP-MS). Statistical analyzes were Kruskal-Wallis test with Dunn post-hoc test for CS, Two-Way ANOVA with Tukey post hoc test for surface roughness, Three-Way ANOVA with Tukey post hoc test for XPS, all analyses with $\alpha = 0.05$, and descriptive statistics for the values obtained by the HR-ICP-MS. Results of CS showed all groups presented values within than stipulated by the standard ($\leq 100 \mu\text{g}/\text{cm}^2$). AFM showed no statistically significant difference in relation to roughness values for GCs before and after immersion in 4% acetic acid, except for the IEC group which showed increased roughness ($p < 0.001$). XPS showed that there was a change in the atomic percentages of the main constituent elements of glass-ceramics (Si, and Li), for all groups, after the CS protocol. The HR-ICP-MS showed the highest leaching for the Li element than for Si element for all groups. It was concluded that all the groups that were evaluated presented CS values within the limits stipulated by the ISO 6872 Standard.

Keywords: Ceramics. Solubility. Microscopy, Atomic Force. Photoelectron Spectroscopy. Mass Spectrometry.

ABREVIACES

AFM, sigla em ingls para Atomic Force Microscopy – Microscopia de fora atmica

CAD/CAM, sigla em ingls para Computer-aided Design Technologies and Computer-aided Fabrication Technology – Tecnologias de desenho assistido por computador e da tecnologia de fabricao assistida por computador

CD – Celtra® Duo

DL – Dissilicato de Ltio

HR-ICP-MS, sigla em ingls para High-Resolution Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry – Espectrometria de Massa de Plasma Acoplado Indutivamente de Alta Resoluo

IEC – IPS e.max® CAD

ISO, sigla em ingls para International Standards Organization – Organizao Internacional de Padronizao de Normas

LaMaV – Laboratrio de Materiais Vtreos

ML – Metassilicato de Ltio

ppm – Partes por milho

Ra – Rugosidade superficial

SN – Straumann® n!ce®

SQ – Solubilidade qumica

TS – CEREC Tessera™

VC – Vitrocermicas

VCE1 – Composio experimental 1

VCE2 – Composio experimental 2

VCDL– Vitrocermicas  base de dissilicato de ltio

VCML – Vitrocermicas  base de metassilicato de ltio

VS – Vita Suprinity®

XPS, sigla em ingls para X-Ray Photoelectron Spectroscopy – Espectroscopia de Fotoeltrons de Raios-X

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	16
2 PROPOSIÇÃO	19
3 REVISÃO DE LITERATURA	20
3.1 Vitrocerâmicas à Base de Dissilicato de Lítio	20
3.2 Vitrocerâmicas à Base de Metassilicato de Lítio	23
3.2 Solubilidade Química	27
4 MATERIAL E MÉTODOS	33
4.1 Confeção dos Espécimes	35
4.1.1 Processo de obtenção das vitrocerâmicas à base de metassilicato de lítio: VCE1 e VCE2	35
4.1.2 Corte, cristalização, acabamento e polimento dos espécimes	37
4.2 Solubilidade Química	41
4.3 Microscopia de Força Atômica (AFM)	44
4.4 Composição Química de Superfície por Espectroscopia de Fotoelétrons de Raios-X (XPS)	45
4.5 Espectrometria de Massa de Plasma Acoplado Indutivamente de Alta Resolução (HR-ICP-MS)	47
4.6 Análise Estatística	48
5 RESULTADOS	49
5.1 Solubilidade Química	49
5.2 Rugosidade da Superfície por Análise de AFM	50
5.3 Porcentagem Atômica da Superfície por Análise de XPS	53
5.4 Análises de Elementos Lixiviáveis por HR-ICP-MS	56
6 DISCUSSÃO	58
7 CONCLUSÃO	66
REFERÊNCIAS	67

1 INTRODUÇÃO

O avanço tecnológico dos materiais vitrocerâmicos (VCs) ao longo dos anos proporcionou o desenvolvimento de cerâmicas vítreas monolíticas à base de dissilicato de lítio (VCDLs) que possuem como principais características adequada resistência à fratura e tenacidade, biocompatibilidade, inércia química, alto padrão estético, estabilidade de cor, translucidez e usinabilidade¹⁻³. Isto ocorreu simultaneamente com o avanço das tecnologias para desenho assistido por computador e da tecnologia de fabricação assistida por computador (CAD/CAM), o que impulsionou ainda mais o uso de VCDLs, tornando-as os principais materiais de escolha para confecção de restaurações indiretas na prática odontológica².

A primeira VCDL usinada por tecnologia CAD/CAM foi lançada no mercado em meados de 2006, conhecida como IPS e.max® CAD (Ivoclar Vivadent)^{2,4}. Disponível em um bloco composto inicialmente por cristais de metassilicato de lítio (ML) em formato de plaqueta com dimensões variando entre 0,2 – 1,0 µm. Estes cristais compõem aproximadamente 40% da matriz cristalizada que se encontra dispersa na matriz vítrea. Esta fase do material apresenta um valor de resistência a flexão de aproximadamente 130 ± 30 MPa^{2,4-7} e é responsável por proporcionar um fresamento mais suave, facilitando assim a usinagem e reduzindo o desgaste das ferramentas utilizadas no processo^{1,2,8}. Após a etapa de fresagem o material é submetido à um tratamento térmico de cristalização adicional, formando cristais de dissilicato de lítio (DL) ($\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$) que apresentam formato acicular com comprimento de aproximadamente 5,0 µm e diâmetro de 0,8 µm, dispostos na matriz vítrea formando uma microestrutura intertravada. A matriz cristalizada constitui cerca de 70% de DL e esta associada ao valor de resistência a flexão de aproximadamente 360 ± 60 MPa^{2,4,6,7}.

Há ainda cerâmicas com diferentes composições como por exemplo, à base de silicato de lítio reforçadas com zircônia (Celtra® Duo, Dentsply Sirona e VITA Suprinity®, Vita-Zahnfabrik), cerâmicas de alumino silicato reforçada com DL (Straumann® n!ce®) e DL avançados com virgilita (CEREC Tessera™, Dentsply), que são novas geração de materiais com indicações para próteses dentárias^{5,9,10}.

Estes materiais buscam combinar as propriedades ópticas e mecânicas das cerâmicas odontológicas, oferecendo assim uma material com alta capacidade estética associado à uma adequada resistência à flexão e tenacidade à fratura^{5,9,10}.

O desenvolvimento de uma nova composição de VC à base de silicato de lítio, baseado no sistema $\text{Li}_2\text{O-SiO}_2$, produzido por Soares et al.¹¹ (2021), no Laboratório de Materiais Vítreos - Universidade Federal de São Carlos (LaMaV/UFSCar), resultou na criação de uma vitrocerâmica com aproximadamente 50% de cristais de ML como fase final, que pode ser utilizado na confecção de restaurações indiretas, sem que seja necessário a realização de um tratamento térmico de cristalização adicional para o crescimento dos cristais de DL¹¹. Esta VC apresentou resultados promissores, como alta resistência (450 MPa) e tenacidade ($3,5 \text{ MPa.m}^{1/2}$), adequada translucidez, menor desgaste das ferramentas de fresamento e menor tempo de fresagem, reduzindo o tempo necessário para a produção dos elementos protéticos dentários¹¹.

É conhecido que as VCs são materiais susceptíveis à corrosão, sendo a durabilidade química um aspecto importante a ser avaliado¹²⁻¹⁴. Levando-se em consideração que o ambiente intraoral é frequentemente exposto a diferentes temperaturas e variações de pH, isto pode causar um efeito secundário sobre a durabilidade química das VCs, promovendo alterações na superfície destes materiais e podendo reduzir a resistência dos mesmos^{12,13,15}.

A norma 6872 da International Standards Organization (ISO) propôs um teste para reproduzir a condição intraoral ao longo dos anos, analisando a durabilidade química de cerâmicas odontológicas, no qual o processo de solubilidade é acelerado na cerâmica por meio de imersão constante em ácido acético 4% aquecido a 80°C por um período de 16 horas¹⁶. A norma ISO 6872 estabelece que para as cerâmicas que serão utilizadas para substituir o esmalte dentário, como as VCDLs, a perda de massa deve ser inferior a $100 \mu\text{g/cm}^2$, enquanto que para uso como infraestruturas devem ter perda de massa inferior a $2.000 \mu\text{g/cm}^2$ ¹⁶. Considerando as constantes mudanças que as superfícies das VCs sofrem no ambiente intraoral, é importante analisar a durabilidade química e os possíveis efeitos sobre a superfície de novos materiais, em especial das recentes

VCMLs comparando-as com as diferentes classificações de VCs já disponíveis no mercado odontológico^{12,13,15}, visto que o presente material experimental é considerado uma inovação tecnológica visando a redução do tempo de processamento e maior conservação das ferramentas de fresagem.

7 CONCLUSÃO

A partir da investigação realizada pelo presente estudo, concluímos que:

- Todos os materiais testados apresentaram valores de solubilidade química dentro da norma ISO 6872:2008.
- O grupo IEC foi o único material que apresentou um aumento significativo da rugosidade superficial após protocolo de solubilidade química.
- Com relação à caracterização química dos materiais observou-se que após o protocolo de solubilidade, os materiais VCE1, CD, TS e VS apresentaram uma diminuição do elemento Li, já nos grupos IEC e SN ocorreu uma diminuição do elemento Si. O grupo VCE2 mostrou aumento tanto da Li quanto da Si.
- A lixiviação dos elementos constituintes dos materiais, para todos os grupos, não mostrou ser um fator de risco, sendo os volumes dos elementos lixiviáveis abaixo dos níveis mínimos de toxicidade. O elemento Li foi o mais comumente lixiviado, com exceção do grupo IEC.
- Os grupos experimentais à base de metassilicato de lítio apresentam resultados satisfatórios para solubilidade química e rugosidade superficial, sem alterações significativas na superfície após o protocolo adotado, e foram semelhantes aos grupos comerciais CD e TS. O grupo VCE2 foi o que mais se assemelhou aos grupos comerciais supracitados sugerindo ser o mais promissor dentre os experimentais.

REFERÊNCIAS*

1. Fu L, Engqvist H, Xia W. Glass-ceramics in dentistry: a review. *Materials (Basel)*. 2020; 13(5): 1049.
2. Li RW, Chow TW, Matinlinna JP. Ceramic dental biomaterials and CAD/CAM technology: state of the art. *J Prosthodont Res*. 2014; 58(4): 208-16.
3. Montazerian M, Zanotto ED. Bioactive and inert dental glass-ceramics. *J Biomed Mater Res A*. 2017; 105(2): 619-39.
4. Ivoclar Vivadent. Scientific documentation IPS e.max® CAD. 2011; 4.
5. Lubauer J, Belli R, Peterlik H, Hurle K, Lohbauer U. Grasping the lithium hype: insights into modern dental lithium silicate glass-ceramics. *Dent Mater*. 2022; 38(2): 318-32.
6. Denry I, Holloway J. Ceramics for dental applications: a review. *Materials* 2010; 3(1): 351–68.
7. Fasbinder DJ, Dennison JB, Heys D, Neiva GA. A clinical evaluation of chairside lithium disilicate CAD/CAM Crowns. *J Am Dent Assoc*. 2010; 141: 10S-14S.
8. Willard A, Gabriel Chu TM. The science and application of IPS e.max dental ceramic. *Kaohsiung J Med Sci*. 2018; 34(4): 238-42.
9. Rodríguez-Rojas F, Borrero-López Ó, Sánchez-González E, Hoffman M, Guiberteau F. On the durability of zirconia-reinforced lithium silicate and lithium disilicate dental ceramics under severe contact. *Wear*. 2022; 508-509: 204460.
10. Hölken F, Dietrich H. Restoring teeth with an advanced lithium disilicate ceramic: A Case Report and 1-Year Follow-Up. *Case Rep Dent*. 2022; 2022: 6872542.
11. Soares VO, Serbena FC, Mathias I, Crovace MC, Zanotto ED. New, tough and strong lithium metasilicate dental glass-ceramic. *Ceram Int*. 2021; 47(2): 2793-801.
12. Kukiattrakoon B, Hengtrakool C, Kedjarune-Leggat U. The effect of acidic agents on surface ion leaching and surface characteristics of dental porcelains. *J Prosthet Dent*. 2010; 103(3): 148-62.
13. Hsu S-M, Ren F, Batich CD, Clark AE, Neal D, Esquivel-Upshaw JF. Effect of pH cycling frequency on glass–ceramic corrosion. *Materials*. 2020; 13(16): 3655.
14. Esquivel-Upshaw JF, Dieng FY, Clark AE, Neal D, Anusavice KJ. Surface Degradation of Dental Ceramics as a Function of Environmental pH. *J Dent Res*. 2013; 92(5): 467-71.

*De acordo com o Guia de Trabalhos Acadêmicos da FOAr, adaptado das Normas Vancouver. Disponível no site da Biblioteca: <https://www.foar.unesp.br/Home/Biblioteca/guia-de-normalizacao-atualizado.pdf>

15. Hawsawi RA, Miller CA, Moorehead RD, Stokes CW. Evaluation of reproducibility of the chemical solubility of dental ceramics using ISO 6872:2015. *J Prosthet Dent.* 2020; 124(2): 230-6.
16. British Standards Institution. BS ISO 6872: dentistry e ceramic materials. London: BSI; 2008.
17. Deubener J, Allix M, Davis MJ, Duran A, Höche T, Homma T, et al. Updated definition of glass-ceramics. *J Non-Cryst Solids.* 2018; 501: 3-10.
18. Davis MJ, Zanotto ED. Glass-ceramics, and realization of the unobtainable: property combinations that push the envelope. *MRS Bull.* 2017; 42: 195-9.
19. ADA Council on Scientific Affairs. Direct and indirect restorative materials. *J Am Dent Assoc.* 2003; 134(4): 463-72.
20. Schulein TM. Significant events in the history of operative dentistry. *J Hist Dent.* 2005; 53(2): 63-72.
21. Zhang Y, Lawn BR. Novel zirconia materials in dentistry. *J Dent Res.* 2018; 97(2): 140-7.
22. Zhang Y, Vardhaman S, Rodrigues CS, Lawn BR. A critical review of dental lithia-based glass-ceramics. *J Dent Res.* 2023; 102(3): 245-53.
23. Gehrt M, Wolfart S, Rafai N, Reich S, Edelhoff. Clinical results of lithium-disilicate crowns after up to 9 years of service. *Clin Oral Investig.* 2013; 17(1): 275-84.
24. Ritzberger C, Apel E, Höland W, Peschke A, Rheinberger VM. Properties and clinical application of three types of dental glass-ceramics and ceramics for CAD-CAM technologies. *Materials.* 2010; 3(6): 3700-13.
25. Höland W, Rheinberger V, Apel E, van 't Hoen C, Höland M, Dommann A, et al. Clinical applications of glass-ceramics in dentistry. *J Mater Sci Mater Med.* 2006; 17(11): 1037-42.
26. Chavali R, Nejat AH, Lawson NC. Machinability of CAD-CAM materials. *J Prosthet Dent.* 2017; 118(2): 194-9.
27. Švančárková A, Galusková D, Nowicka AE, Pálková H, Galusk D. Effect of corrosive media on the chemical and mechanical resistance of IPS e.max® CAD based Li₂Si₂O₅ glass-ceramics. *Materials.* 2022; 15(1): 365.
28. Kamnøy M, Pengpat K, Intatha U, Eitssayeam S. Effects of heat treatment temperature on microstructure and mechanical properties of lithium disilicate-based glass-ceramics. *Ceram Int.* 2018; 44(1): S121-4.
29. Hallmann L, Ulmer P, Kern M. Effect of microstructure on the mechanical properties of lithium disilicate glass-ceramics. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2018; 82: 355-70.

30. Guess PC, Kuliš A, Witkowski S, Wolkewitz M, Zhang Y, Strub JR. Shear bond strengths between different zirconia cores and veneering ceramics and their susceptibility to thermocycling. *Dent Mater.* 2008; 24(11): 1556-67.
31. Höland W, Rheinberger V, Schweiger M. Control of nucleation in glass ceramics. *Philos Trans R Soc Lond Ser Math Phys Eng Sci.* 2003; 361(1804): 575-89.
32. Peitl O, Zanotto ED, Serbena FC, Hench LL. Compositional and microstructural design of highly bioactive P2O5–Na2O–CaO–SiO2 glass-ceramics. 2012; 8(1): 321-32.
33. Monmaturapoj N, Lawita P, Thepsuwan W. Characterisation and properties of lithium disilicate glass ceramics in the SiO₂–Li₂O–K₂O–Al₂O₃ system for dental applications. *Adv Mater Sci Eng.* 2013; 2013: 1-11.
34. Albakry M, Guazzato M, Swain MV. Biaxial flexural strength, elastic moduli, and x-ray diffraction characterization of three pressable all-ceramic materials. *J Prosthet Dent.* 2003; 89(4): 374-80.
35. Alkadi L, Ruse ND. Fracture toughness of two lithium disilicate dental glass ceramics. *J Prosthet Dent.* 2016; 116(4): 591-6.
36. Ramos GF, Pereira GKR, Amaral M, Valandro LF, Bottino MA. Effect of grinding and heat treatment on the mechanical behavior of zirconia ceramic. *Braz Oral Res.* 2016; 30: S1806.
37. Cesar PF, Yoshimura HN, Miranda WG Jr, Miyazaki CL, Muta LM, Rodrigues Filho LE. Relationship between fracture toughness and flexural strength in dental porcelains. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2006; 78(2): 265-73.
38. Heffernan MJ, Aquilino SA, Diaz-Arnold AM, Haselton DR, Stanford CM, Vargas MA. Relative translucency of six all-ceramic systems. Part II: Core and veneer materials. *J Prosthet Dent.* 2002; 88(1): 10-15.
39. Kassardjian V, Varma S, Andiappan M, Creugers NH, Barillet D. A systematic review and meta analysis of the longevity of anterior and posterior all-ceramic crowns. *J Dent.* 2016; 55: 1-6.
40. Thieme K, Rüssel C. The effect of dopants on crystal growth kinetics of lithium disilicate: surface versus bulk crystallization. *J Mater Sci.* 2019; 54: 1099-111.
41. Serbena FC, Mathias I, Foerster CE, Zanotto ED. Crystallization toughening of a model glass-ceramic. *Acta Mater.* 2015; 86: 216-28.
42. Stookey SD. Catalyzed Crystallization of glass in theory and practice. *Ind Eng Chem.* 1959; 51(7): 805-8.
43. Deubener J, Höland M, Höland W, Janairaman N, Rheinberger VM. Crack tip fracture toughness of base glasses for dental restoration glass-ceramics using crack opening displacements. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2011; 4(7): 1291-8.

44. Apel E, Deubener J, Bernard A, Höland M, Müller R, Happert H, et al. Phenomena and mechanisms of crack propagation in glass-ceramics. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2008; 1(4): 313-25.
45. Huang S, Zhang B, Huang Z, Gao W, Cao P. Crystalline phase formation, microstructure and mechanical properties of a lithium disilicate glass–ceramic. *J Mater Sci*. 2013; 48(1): 251-7.
46. Huang S, Cao P, Wang C, Huang Z, Gao W. Fabrication of a high-strength lithium disilicate glass-ceramic in a complex glass system. *J Asian Ceram Soc*. 2013; 1(1): 46-52.
47. Lien W, Roberts HW, Platt JA, Vandewalle KS, Hill TJ, Chu TM. Microstructural evolution and physical behavior of a lithium disilicate glass–ceramic. *Dent Mater*. 2015; 31(8): 928-40.
48. Soares PC, Lepienski CM. Residual stress determination on lithium disilicate glass-ceramic by nanoindentation. *J Non-Cryst Solids*. 2004; 348: 39-143.
49. Zheng X, Wen G, Song L, Huang XX. Effects of P2O5 and heat treatment on crystallization and microstructure in lithium disilicate glass ceramics. *Acta Mater*. 2008; 56(3): 549-58.
50. Wen G, Zheng X, Song L. Effects of P2O5 and sintering temperature on microstructure and mechanical properties of lithium disilicate glass-ceramics. *Acta Mater*. 2007; 55(10): 3583-91.
51. Krüger S, Deubener J, Ritzberger C, Höland W. Nucleation kinetics of lithium metasilicate in ZrO₂ -bearing lithium disilicate glasses for dental application. *Int J Appl Glass Sci*. 2013; 4(1): 9-19.
52. Quinn JB, Sundar V, Lloyd IK. Influence of microstructure and chemistry on the fracture toughness of dental ceramics. *Dent Mater*. 2003; 19(7): 603-11.
53. Sakaguchi RL, Powers JM, Elsevier Mosby. *Craigs restorative dental materials*. Philadelphia: Elsevier Mosby; 2012.
54. Höland W, Rheinberger V, Apel E, Ritzberger C. Principles and phenomena of bioengineering with glass-ceramics for dental restoration. *J Eur Ceram Soc*. 2007; 27(2): 1521-6.
55. Huang S, Cao P, Li Y, Huang ZH, Gao W. Nucleation and Crystallization Kinetics of a Multicomponent Lithium Disilicate Glass by in Situ and Real-Time Synchrotron X-ray Diffraction. *Cryst Growth Des*. 2013; 13(9): 4031-8.
56. Zhang Z, Guo J, Sun Y, Tian B, Zheng X, Zhou M, et al. Effects of crystal refining on wear behaviors and mechanical properties of lithium disilicate glass-ceramics. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2018; 81: 52-60.
57. Daguanio JKMB, Milesi MTB, Rodas ACD, Weber AF, Sarkis JES, Hortellani MA, et al. In vitro biocompatibility of new bioactive lithia-silica glass-ceramics. *Mater Sci Eng C*. 2019; 94: 117–25.

58. Höland W, Beall GH. Glass ceramic technology. New Jersey: Wiley; 2002.
59. Soares PC, Zanotto ED, Fokin VM, Jain H. TEM and XRD study of early crystallization of lithium disilicate glasses. *J Non-Cryst Solids*. 2003; 33: 217-27.
60. Kang S-H, Chang J, Son H-H. Flexural strength and microstructure of two lithium disilicate glass ceramics for CAD/CAM restoration in the dental clinic. *Restor Dent Endod*. 2013; 38(3): 134.
61. Mameli V, Musinu A, Niiðansky D, Peddis D, Ennas G, Ardu A, et al. Much more than a glass: the complex magnetic and microstructural properties of obsidian. *J Phys Chem C*. 2016; 120 (48): 27635-45.
62. Hofmeister AM. Heat transport properties of cristobalite and discussion of “snowflake” formation. *Can Mineral*. 2013; 51: 705-14.
63. Lubauer J, Hurle K, Cicconi MR, Petschelt A, Peterlink H, Lohbauer U, et al. Toughening by revitrification of Li₂SiO₃ crystals in Obsidian® dental glass-ceramic. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2021; 124: 104739.
64. Ivoclar Vivadent. Scientific Documentation IPS e.max® PRESS. 2009; 64.
65. GC Corp. Scientific Documentation Initial LiSi Press. 2018; 24.
66. GC Corp. Scientific Documentation Initial LiSi Block. 2021; 28.
67. VITA Zahnfabrik. Scientific Documentation Ambria Press. 2020; 7.
68. VITA Zahnfabrik. Scientific Documentation Vita Suprinity PC. 2019; 4.
69. Straumann. Scientific Documentation Straumann® N!CE®. 2018; 8.
70. Anusavice KJ. Degradability of dental ceramics. *Adv Dent Res*. 1992; 6: 82-9.
71. Wiskott HW, Nicholls JI, Belser UC. Stress fatigue: basic principles and prosthodontic implications. *Int J Prosthodont*. 1995; 8(2): 105-16.
72. Al-Shammery HAO, Bubb NL, Youngson CC, Wood DJ. The use of confocal microscopy to assess surface roughness of two milled CAD–CAM ceramics following two polishing techniques. *Dent Mater*. 2007; 23(6): 736-41.
73. Anusavice KJ, Zhang N-Z. Chemical durability of Dicor and lithia-based glass-ceramics. *Dent Mater*. 1997; 13(1): 13-9.
74. Fathi H, Johnson A, Vannoort R, Ward JM, Brook IM. The effect of calcium fluoride (CaF) on the chemical solubility of an apatite–mullite glass–ceramic material. *Dent Mater*. 2005; 21(6): 551-6.

75. Fathi HM, Johnson A. The effect of TiO₂ concentration on properties of apatite-mullite glass-ceramics for dental use. *Dent Mater*. 2016; 32(2): 311-22.
76. dos Santos DM, da Silva EVF, Watanabe D, Bitencourt SB, Guiotti AM, Goiato MC. Effect of different acidic solutions on the optical behavior of lithium disilicate ceramics. *J Prosthet Dent*. 2017; 118(3): 430-6.
77. Swain MV. Impact of oral fluids on dental ceramics: what is the clinical relevance? *Dent Mater*. 2014; 30(1): 330-42.
78. Clark DE, Zito BK. Corrosion of glass, ceramics and ceramic superconductors: principles, testing, characterization and applications. United States. 1992.
79. Milleding P, Haraldsson C, Karlsson S. Ion leaching from dental ceramics during static in vitro corrosion testing. *J Biomed Mater Res*. 2002; 61(4): 541-50.
80. Deck JC. Strong and weak acids and bases. *J Chem Educ*. 1979; 56: 814.
81. Campos SD, Espíndola C, Silveira CB. Chemical durability of the Li₂O-ZrO₂-BaO-SiO₂ glass-ceramic treated with acidic and basic solution. *Quim Nova*. 2002; 25(2): 186-90.
82. Hsu J-Y, Speyer RF. Influences of Zirconia and Silicon Nucleating Agents on the Devitrification of Li₂O . Al₂O₃ . 6SiO₂ Glasses. *J Am Ceram Soc*. 1990; 73(12): 3585-93.
83. Fathi HM, Miller C, Stokes C, Johnson A. The effect of ZrO₂ and TiO₂ on solubility and strength of apatite–mullite glass–ceramics for dental applications. *J Mater Sci Mater Med*. 2014; 25(3): 583-94.
84. Maurer RD. Crystal Nucleation in a Glass Containing Titania. *J Appl Phys*. 1962; 33(6): 2132-9.
85. I British Standards Institution. BS ISO 6872: dentistry e ceramic materials. London: BSI; 2015.
86. International Standardization Organization. ISO 10993-1:2018 Biological evaluation of medical devices — Part 1: Evaluation and testing within a risk management process. 2018.
87. I British Standards Institution. BS ISO 6872: dentistry e ceramic materials. London: BSI; 1995.
88. Bebs M, Haimeur A, França R. The Effect of Different Surface Treatments on the Micromorphology and the Roughness of Four Dental CAD/CAM lithium silicate-based glass-Ceramics. *Ceramics* 2021; 4(3): 467-75.
89. Alhomud M, Phark J, Duarte S. Bond strength to different CAD/CAM lithium disilicate reinforced ceramics. *J Esthet Restor Dent* 2023; 35(1): 129-37.
90. Pollington S, van Noort R. Manufacture, characterisation and properties of novel fluorcanasite glass–ceramics. *J Dent*. 2012; 40(11): 1006-17.

91. Khalkhali Z, Eftekhari yekta B, Marghussian VK. Mechanical and chemical properties of Zr and p-doped lithium disilicate glass ceramics in dental restorations: Mechanical and Chemical Properties of Lithium Disilicate Glass Ceramics. *Int J Appl Ceram Technol*. 2012; 9(3): 497-506.
92. ElBatal FH, Azooz MA, Hamdy YM. Preparation and characterization of some multicomponent silicate glasses and their glass–ceramics derivatives for dental applications. *Ceram Int*. 2009; 35(3): 1211-18.
93. Ahmed AA, El-Batal HA, Ghoneim NA, Khalifa FA. Leaching of some lithium silicate glasses and glass-ceramics by HCl. *J Non-Cryst Solids*. 1980; 41(1): 57-70.
94. Garai M, Karmakar B. Zr⁴⁺-controlled nucleation and microstructure in Si-Mg-Al-K-B-F glass-ceramic sealant (solid oxide fuel cell). *Mater Today Energy*. 2020; 18: 100535.
95. Garai M, Reka AA, Karmakar B, Molla AR. Microstructure–mechanical properties of Ag⁰ / Au⁰ doped K–Mg–Al–Si–O–F glass-ceramics. *RSC Adv*. 2021; 11: 11415-24.
96. Maçon ALB, Jacquemin M, Page SJ, Li S, Bertazzo S, Stevens MM, et al. Lithium-silicate sol–gel bioactive glass and the effect of lithium precursor on structure–property relationships. *J Sol-Gel Sci Technol*. 2017; 81(1): 84-94.
97. Tokar EJ, Boyd WA, Freedman JH, Waalkes MP. Toxic Effects of Metals. In: Klaassen CD. eds. *Casarett and Doull's Toxicology: The Basic Science of Poisons*, 8e. McGraw Hill; 2013.
98. Anusavice KJ, Zhang N-Z. Chemical Durability of Dicor and Fluorocanasite-based Glass-ceramics. *J Dent Res*. 1998; 77(7): 1553-9.