



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
Campus de São José dos Campos
Instituto de Ciência e Tecnologia

JEAN SOARES MIRANDA

**EFEITO DA QUANTIDADE DE QUEIMAS E CARACTERIZAÇÃO
EXTRÍNSECA NO COMPORTAMENTO MECÂNICO E FÍSICO
DO DISSILICATO DE LÍTIO**

2018

JEAN SOARES MIRANDA

**EFEITO DA QUANTIDADE DE QUEIMAS E CARACTERIZAÇÃO EXTRÍNSECA
NO COMPORTAMENTO MECÂNICO E FÍSICO DO DISSILICATO DE LÍTIO**

Tese apresentada ao Instituto de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual Paulista (Unesp), Campus de São José dos Campos, como parte dos requisitos para obtenção do título de DOUTOR, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA.

Área: Prótese Dentária. Linha de pesquisa: Desempenho de Materiais Reabilitadores Protéticos.

Orientador: Prof. Dr. Estevão Tomomitsu Kimpara

Coorientador: Profa. Dra. Marina Amaral

São José dos Campos

2018

Instituto de Ciência e Tecnologia [internet]. Normalização de tese e dissertação [acesso em 2019]. Disponível em <http://www.ict.unesp.br/biblioteca/normalizacao>

Apresentação gráfica e normalização de acordo com as normas estabelecidas pelo Serviço de Normalização de Documentos da Seção Técnica de Referência e Atendimento ao Usuário e Documentação (STRAUD).

Miranda, Jean Soares

Efeito da quantidade de queimas e caracterização extrínseca no comportamento mecânico e físico do dissilicato de lítio / Jean Soares Miranda. - São José dos Campos : [s.n.], 2018.
73 f. : il.

Tese (Doutorado em Odontologia Restauradora) - Pós-Graduação em Odontologia Restauradora - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos, 2018.

Orientador: Estevão Tomomitsu Kimpara
Coorientador: Marina Amaral

1. Cerâmica. 2. Dissilicato de lítio. 3. Fadiga. 4. Cor. I. Kimpara, Estevão Tomomitsu, orient. II. Amaral, Marina, coorient. III. Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos. IV. Universidade Estadual Paulista 'Júlio de Mesquita Filho' - Unesp. V. Universidade Estadual Paulista (Unesp). VI. Título.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Tit. Estevão Tomomitsu Kimpura (Orientador)

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Prof. Tit. Lourenço Correr Sobrinho

Universidade Estadual de Campinas (Unicamp)

Faculdade de Odontologia de Piracicaba (FOP)

Campus de Piracicaba

Professora Assoc. Fabiola Pessôa Pereira Leite

Universidade Federal de Juiz de Fora (UFJF)

Faculdade de Odontologia

Campus de Juiz de Fora

Prof. Dr. Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Prof. Dra. Carolina Machado Martinelli Lobo

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

São José dos Campos, 06 de dezembro de 2018.

DEDICATÓRIA

Dedico todo esse trabalho a **Deus**, que dá força e conforto para que possa seguir conquistando meus objetivos e sonhos.

Dedico também a meus pais, **Gisele Martins Soares Miranda** e **Marco Aurélio Martins de Miranda**, que sempre entendem e me apoiam.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao meu orientador Estevão Tomomitsu Kimpara, pelo respeito e amizade que construímos nesses três anos. O senhor confiou em mim desde o princípio e me garantiu uma liberdade. Obrigado pelos conselhos e conversas, que me nortearam a tomar decisões na minha vida profissional e pessoal. Tenho certeza que essa parceria irá perdurar. Agradeço por ser um homem e um orientador tão generoso.

A minha co-orientadora Marina Amaral, que tenho como referência desde o mestrado e agora também posso chamar de amiga. Obrigado por aceitar esse convite e fazer parte dessa jornada. Agradeço também por confiar em mim para te substituir no seu período de licença a maternidade na Universidade de Taubaté. Você e sua família são especiais!

A Eliane Wenzel (Eli), a nossa querida “mãe” na UNESP. Obrigado por sempre me receber com um sorriso no rosto, um abraço, estar sempre disposta a conversar e ajudar. Sem você esse período teria sido bem mais difícil. Agradeço a sua simplicidade e carinho.

A Aline Barcellos, minha dupla! Obrigado por estar presente em todos os momentos dessa caminhada. Com certeza esse tempo não seria nem um pouco divertido sem você. Obrigado pelo imenso carinho, confiança e amizade. Te admiro e quero sempre ter você como amiga. Nossas conversas e desabafos, sempre acompanhados de uma boa comida, fazem tão bem e precisam ser frequentes!

Ao Ronaldo Carvalho, meu grande amigo. Sem você nada disso teria acontecido. Você me trouxe para a UNESP e me levou para BrazCubas, me ensinou e me ensina bastante sobre a vida acadêmica. Desde minha chegada já dividimos apartamento e hoje disciplinas. Obrigado pela confiança e carinho. Saiba que pode sempre contar comigo.

AGRADECIMENTOS

Ao Instituto de Ciência e tecnologia da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – UNESP, na pessoa de seu Diretor, Prof. Dr. Estevão Tomomitsu Kimpara.

Ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora, Especialidade Prótese Dentária, coordenado pela Prof.Adj. Alexandre Luiz Souto Borges.

A todos Professores do Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora pela contribuição na minha formação. Obrigado por todos os ensinamentos passados nas Disciplinas. Fiquem certos de que fizeram uma grande diferença na minha caminhada acadêmica.

Aos professores da disciplina de Materiais Dentários, Alexandre Luiz Souto Borges, Paula Carolina Komoride Carvalho, Marina Amaral, Rubens Nisie Tango e Tarcísio José de Arruda Paes Junior pela convivência e ensinamentos cedidos durante o período de estágio docência na disciplina de Materiais Dentários.

Agradeço também aos professores Tarcísio Paes Jr., Wagner de Oliveira e Sigmar de Mello Rode, por terem me aceitado em seus respectivos projetos de extensão e me ensinado tanto sobre próteses totais e desordens temporomandibulares.

Aos secretários da Seção Técnica de Pós-Graduação, Bruno Shiguemitsu Marques Tanaka, Carolina Lourenço Rei e Sandra Mara Cordeiro por exercerem seu trabalho de maneira tão prestativa e eficiente, sempre tirando dúvidas e ajudando a todos os alunos de pós-graduação da instituição.

Aos funcionários do Laboratório de Pesquisa em Materiais Odontológico e Prótese, Marcio Eduardo Marques e Thaís Cachuté Paradella, pelos inúmeros

suportes e ajudas, sempre dispostos a trabalhar para que os trabalhos fossem executados da melhor maneira. Bem como ao professor Marco Antônio Bottino por coordenar o laboratório, sempre preocupado com a manutenção para que possamos realizar pesquisas de qualidade e com relevância científica.

Aos funcionários do Laboratório de Prótese Dentária, Fernando Carlos Fontes, Lilian Vilela e Marco Alfredo, pelos conselhos e pelas vezes que me deram suporte nos trabalhos clínicos e laboratoriais realizados nas disciplinas e nos projetos de extensão.

À funcionária do departamento de Materiais Odontológicos e Prótese, Juliane Damasceno por ser tão prestativa e querida.

Aos funcionários da diretoria do ICT-UNESP, Eliane Wenzel, Reginaldo Goulart e Cláudia Aparecida do Carmo, por sempre me receberem tão bem e estarem dispostos a colaborar, tornando o dia a dia na instituição mais leves.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pela Bolsa concedida durante vinte e seis meses.

As demais instituições que de alguma maneira abriram suas portas para que essa pesquisa fosse realizada. A Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo (FOUSP), na pessoa do Prof. Dr. Paulo Francisco Cesar. Ao Instituto Tecnológico da Aeronáutica (ITA), na pessoa do pós-doutorando Tiago Campos. Ao Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), na pessoa do Dr. João Paulo Machado. E ao Instituto de Estudos Avançados (IEAv), na pessoa do Tem Vitor Ribeiro Jardim.

Agradeço também a empresa Ivoclar Vivadent, nas pessoas de Carlos Paes de Oliveira e Camila Madruga, pela secção de alguns materiais da pesquisa ou até mesmo pela facilitação para obtenção desses.

A banca examinadora, por dispensar e dedicar um tempo para contribuir com meu trabalho de tese, meu muito obrigado. Em especial a Prof. Dra. Carolina Martinelli a qual contribuiu na concepção da ideia dessa pesquisa.

Bem como a Prof. Dra Fabíola Leite, minha orientadora de mestrado, por confiar em mim para contribuir nos trabalhos do seus demais orientados e meus colegas, os quais destaco Arthur Simões, Filipe Melo, Monize Antunes, Natália Malta e Rafael Spinelli. Obrigado a você e a eles.

Ao professor Dr. Lourenço Correr Sobrinho, por prontamente aceitar ao nosso convite para compor essa banca.

Ao Prof. Dr. Guilherme Saavedra, pelos conhecimentos compartilhados e pela maneira que sempre me tratou. Obrigado também por aceitar esse convite.

A minha família: pai, mãe, irmã, primos, primas, tias e tios. Obrigado por tornar os dias mais fáceis, sempre me receberem bem e me fazerem sentir confortável. O apoio e compreensão de vocês é essencial.

Aos amigos que fiz durante esse período na pós graduação, Aline Barcellos, Guilherme Andrade, Dayana Campanelli, Aline Lins, Ronaldo Carvalho, Pollyana Nogueira, Leonardo Gomes, Fernanda Abu-izze, Pedro Prado, Jéssica Dias, Gabriela Ramos, Larissa Alves, Marcelo Gallo, Nayara Barchetta, Marcela Moreira, Tabata Sato, Jaiane Monteiro, Amanda Dal-Piva, João Tribst, Gabriela Fernanades, Vandenberg Diniz, Patrícia Contreras, Lígia Yamamoto, Andrea Maselli, Sthefany Brabizan, Ana Flávia, Lorena Bogado e Sheila Mondragon. Vejo aqui que felizmente são muitos. Foi um realmente um prazer passar esse tempo com vocês. Espero que possamos continuar nos cruzando, conversando e nos ajudando ainda muitas vezes durante nossas vidas!

Aos demais colegas, os quais dividiram esse tempo de aprendizado e dedicação a pós-graduação comigo, agradeço o convívio e a paciência.

Aos amigos que me receberam inúmeras vezes em seus apartamentos em São Paulo para que eu pudesse estar na FOUSP executando o teste de fadiga dessa tese meu imenso obrigado. Fellipe Dias, Marcelo Castro e Maisa Soares, mesmo sem ajudarem diretamente na pesquisa, sem vocês a obtenção desses resultados e dessa conquista não seria possível.

Aos amigos que durante esses anos em São José dos Campos dividiram seus lares comigo. Ronaldo Carvalho, Marcos Nascimento, Douglas Santos e Luan Crespo. Obrigado pelas conversas, risadas e convivência. Sempre levarei vocês em minha vida.

Ao querido casal Marina Amaral e Humberto Lago de Castro pelo acolhimento e amizade desde que cheguei. É sempre bom estar com vocês, ainda mais agora com a chegada do Humbertinho, que veio para trazer ainda mais alegrias!

A Carolina Bacci Costa, muito obrigado pelo tempo, risadas, conversas compartilhadas. Me fez sentir mais em casa em sua cidade. Você é realmente uma joseense especial.

Ao amigo Arthur Lamy, que me acompanha desde Minas, obrigado por me receber nessa cidade e estar sempre presente. A Aline Pires pelas visitas que sempre me alegram. Mesmo não estando fisicamente presente sei que está torcendo pela minha felicidade, o que é completamente recíproco.

As amigas que conheci na UFJF, por sempre compartilhar experiências e risadas: Cristina Novaes e Thayane Poubel. Muito obrigado pela amizade!

Ao professor Dr Rodrigo Othávio Assunção, por acreditar em mim e em meus trabalhos. Obrigado por me ajudar sempre que peço e por me ensinar a escrever um pouco melhor. Saiba que faz a diferença.

Aos colegas de trabalho e amigos da BrazCubas, Centro Universitário que me recebeu tão bem. Obrigado pelos momentos compartilhados e experiências

trocadas. Em especial o time da prótese: Carolina Martinelli, Elvira Inostroza, Fernanda Papaiz e Ronaldo Carvalho, por dividir disciplinas e a Odontologia comigo.

Aos colegas de idas e vindas a Mogi das Cruzes para que possamos lecionar. Antônio Migliano, Carolina Martinelli, Christian Castillo, Cristiane Loesch, Daniele Ávila, Graziela Batista, Leonardo Violim, Luís Felipe Carvalho, Monica Alves e Fernanda Papaiz. Obrigado pelas caronas, conversas, dicas, lanches e apoio.

A Universidade de Taubaté (UNITAU), na qual tive a oportunidade trabalhar como professor substituto nesse último ano do doutorado. Agradeço especialmente aos professores de prótese dentária Ana Paula Damasceno, Laís Concílio, Jarbas dos Santos e Marina Amaral, além da auxiliar de laboratório Bernadete Nunes da Silva pela colaboração durante esse período de trabalho.

Aos alunos de iniciação científica que co-orientei Leonardo Lima e Carolina Moraes, pela oportunidade de auxiliá-los. Apesar de, às vezes, parecer exigente, nossa convivência também me ensinou bastante.

MUITO OBRIGADO A TODOS!

" Ando devagar, porque já tive pressa
Levo esse sorriso, porque já chorei demais
Hoje me sinto mais forte, mais feliz, quem sabe?
Só levo a certeza de que muito pouco eu sei,
Ou nada sei.
(...)

É preciso amor pra poder pulsar,
É preciso paz pra poder sorrir,
É preciso a chuva para florir.

Penso que cumprir a vida seja simplesmente
Compreender a marcha e ir tocando em frente,
Como um velho boiadeiro levando a boiada
Eu vou tocando os dias pela longa estrada eu vou,
Estrada eu sou.
(...)

Todo mundo ama um dia, todo mundo chora,
Um dia a gente chega, no outro vai embora
Cada um de nós compõe a sua história,
Cada ser em si carrega o dom de ser capaz,
De ser feliz!".

Almir Sater e Renato Teixeira

SUMÁRIO

RESUMO.....	13
ABSTRACT.....	14
1 INTRODUÇÃO	15
2 REVISÃO DE LITERATURA.....	18
2.1 Cerâmicas Odontológicas	18
2.1.1 Cerâmicas a base de dissilicato de lítio	19
2.1.1.1 Caracterização estética da superfície externa da cerâmica de dissilicato de lítio.....	21
2.2 Teste das propriedades físicas: cor e translucidez	22
2.3 Testes das propriedades mecânicas: resistência a cargas monotônicas e de fadiga	23
2.4 Testes para obtenção da composição química	25
2.5 Testes das propriedades superficiais: rugosidade e dureza	26
3 PROPOSIÇÃO	28
4 MATERIAL E MÉTODOS	29
4.1 Materiais utilizados	29
4.2 Secção das amostras	30
4.3 Distribuição dos discos e técnicas de caracterização	31
4.4 Análise de cor e translucidez	35
4.5 Rugosidade	38
4.6 Espectrometria dispersiva de energia (EDS)	39
4.7 Difração de raios-X (DRX)	39
4.8 Teste de flexão biaxial	40
4.9 Teste de fadiga (staircase)	42
4.10 Espectroscopia Raman	44
4.11 Análise microscópicas	44
4.12 Nanodureza	45
5 RESULTADO	47
5.1 Análise de cor	47
5.2 Análise da Translucidez.....	48
5.3 Rugosidade.....	49

5.4 EDS	50
5.5 DRX	52
5.6 Resistência a flexão biaxial	53
5.7 Limite de fadiga (staircase)	54
5.8 Análises microscópicas	56
5.9 Nanodureza	60
6 DISCUSSÃO	62
6.1 Propriedades físicas	62
6.2 Propriedades mecânicas	64
6.3 Características superficiais	66
7 CONCLUSÃO	69
REFERÊNCIAS.....	70

Miranda JS. Efeito da quantidade de queimas e caracterização extrínseca no comportamento mecânico e físico do dissilicato de lítio [tese]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2018.

RESUMO

Essa pesquisa avaliou o comportamento mecânico e físico das repetidas queimas provenientes das técnicas de caracterização extrínseca do dissilicato de lítio (DL). Duzentos e setenta discos de DL foram fabricados de acordo com a ISO 6872/2008 e distribuídos nos diferentes grupos (n=30). Controles (CO), nos quais não foram realizadas caracterização extrínseca. Caracterizados nos quais as queimas de cristalização e do glaze foram realizadas em passo único com IPS e.max CAD Crystall e Glaze Paste (Ivoclar Vivadent) (CR). E caracterizados nos quais as cerâmicas foram primeiramente cristalizadas, seguido da aplicação do IPS e.max Ceram Shades e do Glaze Paste (Ivoclar Vivadent) (CE). Cada tipo de caracterização teve suas amostras submetidas a duas, quatro ou seis queimas: COII, COIV, COVI, CRII, CRIV, CRVI, CEII, CEIV e CEVI. Análises de cor e translucidez foram realizadas com espectrofotômetro colorimétrico após as diversas queimas (n=20). Espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDS), difração de raios-X (DRX) e Raman foram utilizadas para análise de elementos químicos. A rugosidade Ra e a nanodureza Vickers também foram aferidas. Testes de flexão biaxial (n = 10, 1000 kgf, 1 mm/min) e de fadiga – *staircase* (n = 20, 5x10⁴ ciclos, 5Hz, tensão inicial – 50% e incremento 5% da carga inicial de fadiga) foram realizados. Análises microscópicas da superfície das amostras (estereomicroscopia, mapping e MEV) também foram feitas. ANOVA um fator e Tukey foram os testes estatísticos utilizados ($\alpha=0,05$). Para o CE e CO_{6X-2X}, os valores de ΔE_{00} foram demonstrativos de alterações inaceitáveis de cor ($\Delta E_{00} > 1,8$). Grupo CO demonstrou alterações significativas de translucidez (p = 0,02), já para CE (p = 0,09) e CR (p = 0,26) os valores aumentaram significativamente. Os valores Ra indicaram diferenças significativas devido ao tipo de caracterização (p < 0,000) e número de queimas, porém desse último fator somente para os grupos CO (p = 0,001) e CE (p = 0,008). O EDS e o DRX revelaram uma maior quantidade de conteúdo amorfo para CE e CR. Os valores de nanodureza dentre os grupos testados foram estatisticamente similares. O fator quantidade de queimas não foi capaz de influenciar a resistência máxima das cerâmicas, no entanto, o tipo de caracterização reduziu significativamente essa propriedade mecânica (p = 0,001). A fadiga reduziu a resistência do DL em todos os grupos, mas os grupos CR mantiveram resistência semelhantes (CRII e CRIV) ou até superiores (CRVI) aos grupos controles. As interfaces entre material utilizado para caracterização e o DL mostraram apenas sobreposição de materiais para os grupos CE, já para os CR sugere-se que a maquiagem consegue se inter-relacionar com a cerâmica.

Palavras-chave: Cerâmica. Dissilicato de lítio. Fadiga. Cor.

Miranda JS. *Effect of the number of firings and extrinsic characterization on the mechanical and physical behavior of lithium disilicate [doctorate thesis]. São José dos Campos (SP): São Paulo State University (Unesp), Institute of Science and Technology; 2018.*

ABSTRACT

The objective of this research was to evaluate the mechanical and physical behavior of repeated firings from the aesthetic characterization of lithium disilicate (LD). Two hundred and seventy LD discs were manufactured according to ISO 6872/2008 and distributed in different groups ($n = 30$): controls (CO), in which no aesthetic characterization was made; characterized in which the crystallization and glaze firings were performed in a single step with IPS e.max CAD Crystall and Glaze Paste (Ivoclar Vivadent) (CR); and characterized in which the ceramics were first crystallized, followed by the IPS e.max Ceram Shade and Glaze Paste (Ivoclar Vivadent) application (CE). Each type of characterization had samples submitted to two, four or six firings: COII, COIV, COVI, CRII, CRIV, CRVI, CEII, CEIV and CEVI. Color and translucency analyzes were performed with a colorimetric spectrophotometer after the burnings ($n = 20$). X-ray dispersive energy spectroscopy (EDS), X-ray diffraction (XRD) and Raman spectroscopy were used to analyze chemical elements. Roughness (Ra) and Vickers nano-hardness were also measured. Biaxial flexion tests ($n = 10$, 1000 kgf, 1 mm/min) and fatigue - staircase ($n = 20$, 5×10^4 cycles, 5 Hz, initial tension - 50% and 5% increment of initial fatigue load) . Microscopic analysis of sample surfaces (stereomicroscopy, mapping and scanning electron microscope - SEM) were also performed. One-way ANOVA and Tukey were the statistical tests used ($\alpha = 0.05$). For CE and CO6X-2X, values of ΔE_{00} were demonstrative of unacceptable color changes ($\Delta E_{00} > 1.8$). Group CO showed significant changes of translucency ($p = 0.02$); for CE ($p = 0.09$) and CR ($p = 0.26$) the values increased significantly. The values of nano-hardness among the nine groups were statistically similar ($p > 0.05$). However, Ra values indicated significant differences due to the type of characterization ($p < 0.01$) and number of firings, but this last factor affected only the CO and CE ($p < 0.01$) groups. EDS and DRX revealed a greater amount of amorphous content for EC and CR. The number of firings was not able to influence the maximum strength of the ceramics, however, the characterization type significantly reduced this mechanical property ($p = 0.001$). Fatigue reduced LD strength in all groups, but CR groups maintained similar values (CRII and CRIV) or even higher (CRVI) that the control groups. The interfaces between the material used for characterization and the DL showed only an overlap of materials for the CE groups, whereas for the CR it is suggested that this aesthetic characterization can interrelate with the LD ceramics.

Keywords: Ceramics. Lithium disilicate. Fatigue. Color.

1 INTRODUÇÃO

Vários materiais cerâmicos têm sido desenvolvidos numa tentativa de aumentar a resistência a fratura, a tenacidade, a resistência ao desgaste e, simultaneamente, garantir uma estética adequada para restaurações anteriores e posteriores (Della Bona, Anusavice, 2002; Figueiredo-pina et al., 2016; Lin et al., 2012; Kursoglu et al., 2015; Vidotti et al., 2013; Zhang et al., 2016). Atualmente, uma das vitrocerâmicas mais utilizadas e que possuem essas características são as cerâmicas a base de dissilicato de lítio. Alguns sistemas comerciais desses multicomponentes à base de $\text{SiO}_2\text{-Li}_2\text{O}$ estão disponíveis, dentre eles: $\text{SiO}_2\text{-Li}_2\text{O-P}_2\text{O}_5\text{-ZnO-Al}_2\text{O}_3\text{-K}_2\text{O}$ e $\text{SiO}_2\text{-Li}_2\text{O-P}_2\text{O}_5\text{-ZrO}_2\text{-K}_2\text{O}$ (e.max[®] IPS, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein); $\text{SiO}_2\text{-Li}_2\text{O-BaO-CaO}$ (3G OPC[®], Pentron Cerâmica, Orange, CA, USA); e $\text{SiO}_2\text{-Li}_2\text{O-Al}_2\text{O}_3\text{-K}_2\text{O}$ (Rosetta, Hass Corporation, Gangwon-do, Korea) (Figueiredo-Pina et al., 2016).

A fase cristalina desse material, composta principalmente por $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$, aumenta sua resistência em comparação com outras cerâmicas vítreas (Denry, 2013, Gracis et al., 2015). Sua resistência à flexão é considerada alta, seu coeficiente de expansão térmico é de $10.5^{10^{-6}}/\text{K}$; o módulo de elasticidade chega a 95 GPa e possui adequada dureza em comparação a cerâmicas feldspáticas (Figueiredo-Pina et al., 2016; Serbena, Zanotto, 2012; Vidotti et al., 2013).

Atualmente existem dois sistemas para realizações de restaurações de dissilicato de lítio, são eles: prensagem e fresagem. O primeiro é um sistema laboratorial de prensagem por calor e o segundo um sistemas que utiliza técnicas de CAD/CAM (“*computer-aided design/computer-aided manufacturing*”) (Lin et al., 2012; Figueiredo-Pina et al., 2016).

Na confecção de uma restauração prensada o material é injetado num molde de revestimento obtido pela técnica da cera perdida sob alta temperatura e pressão (Cardelli et al., 2016; Ritter, 2010). Este sistema permite reduzir o problema da contração durante a queima da cerâmica, pois a variação dimensional só ocorre durante o esfriamento, e pode ser controlada por expansão adequada do material de revestimento (Vidotti et al., 2013). Porém, Aurélio et al. (2015) afirmam que propriedades mecânicas das restaurações de dissilicato de lítio são ainda melhores

quando essas são fresadas a partir de blocos cerâmicos pré-fabricados para os sistemas CAD-CAM, pois a produção desses blocos ocorre por um processo padronizado que resulta em um material mais homogêneo.

As restaurações realizadas com esses materiais podem ser estratificadas, nas quais a interface entre o material de cobertura e a infra-estrutura (coping) tem um papel importante no comportamento mecânico (Vidotti et al., 2013), ou monolíticas (Kang et al., 2013; Lin et al., 2012; Zhang et al., 2016). De acordo com Zhang et al. (2016) essas últimas são cada vez mais utilizadas em detrimento das peças estratificadas, minimizando os problemas associados com a fabricação complexa, presença de tensões residuais e delaminação da cerâmica de cobertura sobre a infra-estrutura.

Para melhorar as propriedades estéticas e conseguir uma aparência natural, colorações de superfície são aplicadas sobre restaurações monolíticas de dissilicato de lítio (Lin et al., 2012; Subaşı et al., 2014), para isso são utilizados pigmentos (caracterização extrínseca). Essa técnica consiste em aplicação de pastas pigmentadas que podem ser queimadas juntamente com a cristalização da cerâmica ou posteriormente a essa etapa.

Segundo Cho et al. (2012), várias queimas subsequentes são geralmente necessárias para atingir uma estética natural para restauração final. Todos estes processos podem promover a concentração de tensões na superfície da cerâmica (Subaşı et al., 2014). Portanto, existe uma real preocupação relativa aos procedimentos de caracterização e de uma possível modificação do conteúdo cristalino da cerâmica, que conseqüentemente poderia alterar suas propriedades mecânicas (Cho et al., 2012).

A resistência monotônica a fratura é um parâmetro importante para determinar o sucesso clínico das restaurações. Esse é afetado pelo tamanho de falhas e defeitos na superfície do material e pode ser descrito como a tensão máxima que é essencial para causar a fratura de um material (Subaşı et al., 2014), mas são particularmente relevantes apenas durante os eventos de sobrecarga que levam à fratura rápida (Belli et al., 2014). Contudo, este cenário não é representativo de falhas clínicas (Belli et al., 2014). Já estudos que caracterizam o comportamento da fadiga e a degradação da resistência dos materiais restauradores oferecem uma melhor previsibilidade, pois simula melhor o comportamento de uma restauração em

boca e podem ser bons preditores de sua sobrevivência *in vivo* (Belli et al., 2014; Collins, 1993; Nawafleh et al., 2016), exemplos de testes da fadiga são *step-stress* e *staircase*.

Existem estudos que concentraram-se na desadaptação marginal (Cho et al., 2012), alteração de cor após várias queimas (Gonuldas et al., 2014; Ozturk et al., 2008) e até na espessura do material de recobrimento (Gonuldas et al., 2014). Aurélio et al. (2015) mostraram que os ciclos térmicos laboratoriais de rotina podem ser associados com as alterações estruturais e mecânicas, o que pode reduzir a resistência à fratura de alguns materiais cerâmicos. No entanto, há inconsistências na literatura em relação a diferentes protocolos térmico aplicados a esses materiais cerâmicos e se faz necessário investigar os possíveis efeitos desses processos sobre a resistência mecânica dos materiais cerâmicos (Aurélio et al., 2015; Lien et al., 2015).

Embora o fabricante do dissilicato de lítio afirme que esse material é capaz de obter boas propriedades ópticas e estruturais com apenas uma queima em forno específico, sabe-se que na prática diária podem ser necessárias correções de forma, contorno ou cor antes da cimentação final da restauração em boca, o que torna necessário a realização de queimas adicionais para que sejam realizadas essas alterações. Assim, estes regimes de tratamento devem ser levados em consideração quando se tenta prever com precisão o desempenho a longo prazo das restaurações (Aurélio et al., 2015). Portanto, este estudo visa explorar os efeitos das repetidas queimas provenientes das diferentes técnicas de caracterização sobre a cerâmica de dissilicato de lítio e verificar o seu comportamento mecânico e físico após esses tratamentos.

2 REVISÃO DE LITERATURA

Nesta revisão de literatura foram abordados os temas: cerâmicas odontológicas; cerâmica de dissilicato de lítio; caracterização estética da superfície da cerâmica; testes de fadiga, cor e translucidez.

2.1 Cerâmicas odontológicas

Por definição, cerâmicas são compostos inorgânicos com propriedades não-metálicas especificamente formuladas para diversas finalidades (Della Bona, Anusavice, 2002). As cerâmicas odontológicas, na maioria dos casos, são os materiais de eleição para trabalhos restauradores estéticos, pois apresentam alta resistência à compressão e abrasão, estabilidade química, biocompatibilidade, propriedades estéticas favoráveis, além de translucidez, fluorescência e coeficiente de expansão térmica próximo ao do dente (Della Bona, Anusavice, 2002).

A porcelana odontológica convencional é uma cerâmica vítrea baseada em uma rede de sílica (SiO_2) e óxido de potássio feldspato ($\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$), soda-feldspato ($\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$), ou ambos. Pigmentos, opacificadores e vidros também são adicionados a composição para controlar a temperatura de fusão, temperatura de sinterização, coeficiente de contração térmica e solubilidade (Della Bona, Anusavice, 2002). Além dessa cerâmica feldspática, a leucita estava entre os primeiros sistemas de vitrocerâmica introduzidos na Odontologia Restauradora, principalmente na fabricação de inlays, facetas e coroas dentárias individuais. No entanto, para confecção de próteses parciais fixas e coroas unitárias na região posterior é necessário um material com maior resistência a tração, melhor tenacidade e menor desgaste, o que levou ao desenvolvimento das vitrocerâmicas a base de de dissilicato de lítio (Figueredo-Pina et al., 2016).

O mais recente sistema de classificação dos materiais cerâmicos utilizados na Odontologia foi proposto por Gracis et al. (2015). O critério foi baseado na composição química da fase ou fases presentes nos materiais, classificando-os em

três famílias, de acordo com a presença ou ausência da fase vítrea, e ainda pela existência de uma matriz orgânica. Os autores consideraram cerâmicas vítreas os materiais cerâmicos, inorgânicos e não metálicos, que contém uma fase vítrea. A família das cerâmicas policristalinas, também é composta por materiais não metálicos e inorgânicos, porém, não apresentam nenhuma fase vítrea. Os materiais de matriz polimérica, contendo predominantemente compostos inorgânicos refratários, foram alocados na família das cerâmicas de matriz resinosa.

A grande parte dos sistemas cerâmicos tiveram suas propriedades mecânicas e estéticas recentemente aprimoradas pelos sistemas CAD/CAM. As cerâmicas desses sistemas apresentam uma estética natural, são biocompatíveis, duráveis e relativamente resistentes a fratura. Essas características ocorrem devido ao fato desses blocos cerâmicos pré-fabricados serem homogêneos e compactos (Aurélio et al., 2015; Della Bona, Anusavice, 2002).

2.1.1 Cerâmicas a base de dissilicato de lítio

As cerâmicas de dissilicato de lítio ($\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$) foram introduzidas na comunidade odontológica pela Ivoclar Vivadent em 1998. Essa cerâmica com componentes cristalinos e matriz vítrea que confere uma maior resistência comparada a cerâmicas feldspáticas. Sua estética também é melhor que as cerâmicas eminentemente cristalinas. Sendo composta basicamente por quartzo, dióxido de lítio, óxidos de fósforo, de potássio e alumina (Lien et al., 2015; Ritter, 2010).

O fabricante indica esse material para confecção de facetas, inlays, onlays, coroas parciais, coroas totais anteriores e posteriores, estruturas de implantes para restaurações unitárias (regiões anterior e posterior), e infraestruturas de próteses fixas (PPFs) de três elementos (1º pré-molar a 1º molar).

As cerâmicas de dissilicato de lítio podem ser encontradas na forma de blocos pré cristalizados usináveis ou pastilhas injetáveis (Ritter, 2010).

O CAD/CAM baseia-se na fresagem dos blocos em fase parcialmente cristalizada que necessita de um tratamento térmico posterior para atingir suas

propriedades mecânicas e físicas finais. Esses blocos usináveis pré-cristalizadas são compostos de metassilicato de lítio, responsáveis pelas boas propriedades mecânicas e estabilidade do material, mesmo antes da cristalização final (Kang et al., 2013; Ritter, 2010). Eles estão disponíveis em uma variedade de tons, com diferentes níveis de translucidez, permitindo a obtenção de ótimas propriedades ópticas (Yuan et al., 2018). Microestruturalmente, os blocos pré-sinterizados apresentam 40% de cristais de metassilicato de lítio em forma de placas, embebidas em uma matriz vítrea (Kang et al., 2013). O tamanho destes cristais varia de 1,0 a 6,0 μ m (Gorman et al., 2014). Após a cristalização, a microestrutura muda para 70% cristais finos de dissilicato de lítio embebidos em uma matriz vítrea (Homaei et al., 2016; Lien et al., 2015; Ritter, 2010). Devido a essa mudança de fase e obtenção de cristais de dissilicato de lítio em forma de agulha, esse material adquire uma alta resistência e dureza (Denry, 2013). Esses cristais possuem coeficientes térmicos e módulos elásticos diferentes da sua matriz vítrea, o que resulta no estresses compressivo do DL, evitando a propagação de trincas (Denry, 2013; Serbena, Zanotto, 2012).

Já as restaurações de dissilicato de lítio prensadas são obtidas utilizando a técnica da cera perdida, e injeção das pastilhas/prensagem da cerâmica (Cardelli et al., 2016; Ritter, 2010). A IPS e.max Press (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) está disponível em quatro diferentes níveis de opacidade e translucidez que são fornecidos em ingots de dois tamanhos, um pequeno de 3,2 g e um maior que pesa 6,1 g, os quais, segundo o estudo de Gorman et al. (2014) podem ser reutilizados sem haver prejuízo significativo das propriedades químicas e microestruturais.

Tanto a fresagem quanto a prensagem podem ser utilizadas pra confecção de uma coroa total monolítica ou uma infraestrutura que pode ser estratificada com uma cerâmica correspondente (Cardelli et al., 2016). As coroas de cerâmicas estratificadas são restaurações nas quais a interface entre material de cobertura e o coping tem um papel importante no comportamento mecânico das restaurações (Cho et al., 2012; Vidotti et al., 2013). No entanto, atualmente, nota-se uma preferência pelas restaurações monolíticas, visto que além de ser uma solução para os problemas de delaminação da cerâmica de cobertura, possuem uma maior confiabilidade (maior módulo de Weibull) (Cardelli et al., 2016; Lin et al., 2012).

2.1.1.1 Caracterização estética da superfície externa da cerâmica de dissilicato de lítio

A utilização cada vez maior do sistema CAD/CAM e da confecção das coroas monolíticas em detrimento de próteses estratificadas, consegue-se minimizar os problemas associados com a fabricação complexa da coroa, presença de tensões residuais e a delaminação do coping (Zang et al., 2016).

Contudo, a cor pré-definida do bloco pode dificultar a obtenção de uma biomimética adequada para a restauração (Yuan et al., 2018). Para melhorar as suas propriedades estéticas e conseguir uma aparência natural, são executadas sobre restaurações monolíticas de dissilicato de lítio técnicas de caracterização e coloração de superfície (“maquiagem”) (Lin et al., 2012; Subaşı et al., 2014).

Um tipo de material utilizado para realizar essa caracterização é uma fluorapatita específica (e-Max Ceram, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) composta por SiO_2 , Al_2O_3 , Na_2O , K_2O , ZnO , CaO , P_2O_5 , F e óxidos de coloração, dentre outros (Figueiredo-Pina et al., 2016). Outra maquiagem utilizada para o dissilicato de lítio já possui um conteúdo mais cristalino (IPS e.max CAD Crystall/Glaze Paste (Yuan et al., 2018).

Há relatos de que esse tipo de caracterização externa da cerâmica permanece até 11,4 anos, mas com o tempo, a rugosidade da superfície também aumenta (Batalva et al., 1987). O que se torna um fator que deve ser analisado com atenção, pois cerâmicas de superfície áspera já se mostraram mais suscetíveis à coloração de fontes externas (Acar et al., 2016). Essa textura da superfície pode afetar a percepção da cor, com menor reflexão da luz (Yuan et al., 2018). Além disso o aumento da rugosidade pode ser associado com o aumento do acúmulo de placa, levando a um aumento no risco de cárie e inflamação periodontal (Yuan et al., 2018). Por fim, a rugosidade aumentada pelo material de maquiagem está relacionada ao desgaste do antagonista (Figueiredo-Pina et al., 2016).

Atualmente, não há um processo ou uma seqüência protocolada para garantir a confiabilidade das restaurações de dissilicato de lítio (Alao et al., 2017). Em muitos laboratórios dentários ou clínicas, cristalização, polimento e glaze são procedimentos arbitrários (Lin et al., 2012), o que pode resultar em uma qualidade

de superfície variável, já que alguns resultados sugerem um possível efeito deletério da queima do glaze em materiais cerâmicos vítreos fresados (Aurélio et al., 2015).

2.2 Testes das propriedades físicas: cor e translucidez

O conhecimento das propriedades ópticas dos materiais restauradores dentários é importante para conseguir restaurações estéticas. A longevidade e a aparência estética dessas restaurações dentárias depende da cor do material (Acar et al., 2016). Portanto, a incompatibilidade de cores de uma restauração de cerâmica é uma preocupação (Yuan et al., 2018).

A translucidez da cerâmica também tem sido identificada como um fator importante para a obtenção de uma boa estética e é significativamente influenciada pela técnica de fabricação, iluminantes, espessura e composição do material (Kursoglu et al., 2015). E devido a estética e as propriedades ópticas estarem cada vez mais em voga, essas propriedades têm sido o foco de muitos estudos (Acar et al., 2016; Aurélio et al., 2017; Dong-dong et al., 2015; Gozneli et al., 2013; Yuan et al., 2018).

A avaliação de cores, porém, é um processo psicológico e fisiológico complexo sujeito a variáveis. Variações na percepção das mudanças de cor são possíveis a partir de inúmeros fatores não controlados (Gozneli et al., 2013).

De acordo com a Comissão Internacional de Iluminação (CIE), os parâmetros de cor (L^* , a^* , b^*) dos materiais podem ser calculados a partir de um espectrofotometro de reflectância ou transmitância usando um iluminante padrão, observador e geometria recomendada. Esse sistema foi desenvolvido em 1978 pela *Commission Internationale de l'Eclairage* (Comissão Internacional de Iluminação). CIE L^* a^* b^* define a cor em 3 dimensões: L^* representa claro-escuro, a^* representa vermelhidão-verde, b^* representa amarelo-azulado do objeto. Sendo esses parâmetros bastante utilizados para análises de cor e translucidez atualmente em pesquisa (Gozneli et al., 2013; Caneppele et al., 2013).

Vários limiares de perceptibilidade e aceitabilidade de cores têm sido relatados, com limiares perceptíveis de diferenças de cores (ΔE_{ab}) variando de 1,0 a

3,7 e limiares de ΔE_{ab} aceitáveis variando de 1,7 a 6,8 (Gonnelli et al., 2013; Paravina et al., 2015). A tolerância de perceptibilidade ΔE_{ab} 2,7 de um estudo *in vivo* tem sido uma referência amplamente aceita (Paravina et al., 2015). Já o ΔE_{00} , considerado uma evolução do ΔE_{ab} , tem como limite de aceitabilidade o valor de 1,7 (Paravina et al., 2015).

Visto que uma restauração de cerâmica pura pode ser queimada várias vezes para produzir uma aparência natural, corrigindo sua forma e cor, os efeitos dessas repetidas queimas na cor de um material cerâmico são de grande interesse científico (Cho et al., 2012; Gozneli et al., 2013; Gonuldas et al., 2014; Ozturk et al., 2008).

De acordo com Dong-Dong et al. (2015) cristalizações repetidas podem afetar a cor e a translucidez de uma cerâmica prensada a base de dissilicato de lítio. Após essas várias queimas, o valor L^* diminuiu significativamente e os valores a^* , b^* e C^*_{ab} também, mas a diferença de cor observada por eles foi considerada clinicamente aceitável (Dong-Dong et al., 2015). Já os valores translucidez inicialmente aumentaram e depois diminuíram (Dong-Dong et al., 2015).

Aurélio et al. (2017), avaliam a influência de uma queima prolongada, na qual adicionaram mais treze minutos e meio sob o protocolo de queimas do glaze em uma cerâmica de dissilicato de lítio e observaram que essa foi responsável por reduzir minimamente o valor da translucidez das amostras.

2.3 Testes das propriedades mecânicas: resistência a cargas monotônicas e de fadiga

O entendimento das propriedades mecânicas é o primeiro passo para estimar o desempenho clínico dos biomateriais (Homai et al., 2016). Os testes *in vitro* são cruciais para comprovar a capacidade mecânica dos materiais dentários. Contudo, os testes laboratoriais tradicionais envolvem o carregamento estático de amostras até a falha. Embora esses testes monotônicos possam fornecer informações sobre a resistência máxima do material, estimar o risco de falha ou

comparar materiais, eles ainda são inadequados para prever o desempenho a longo prazo das cerâmicas dentárias (Belli et al., 2014; Nawafleh et al., 2016).

Esse cenário monotônico não proporciona falhas similares as que acontecem clinicamente, pois em boca as aplicações de carga são repetitivas e subcríticas. Dessa maneira, estudos que caracterizam um comportamento de fadiga de materiais restauradores oferecem um maior potencial preditivo (Belli et al., 2014; Nawafleh et al., 2016). Belli et al. (2014) conseguiram mostrar uma queda significativa na resistência de cerâmicas de dissilicato de lítio prensadas e fresadas testadas após 10^4 ciclos de fadiga, quando comparadas com seus respectivos grupos testados por flexão monotônica.

A fadiga mecânica, gerada principalmente durante a mastigação, induzirá falhas microscópicas, que crescem ao longo de ciclos de estresse nos materiais (Ankyu et al., 2016). Nessa fadiga cíclica, o atrito das superfícies consiste em um mecanismo de degradação adicional que leva a maior susceptibilidade ao crescimento da trinca do que em condições de carga estática (Belli et al., 2014).

A falha por fadiga geralmente ocorre em três estágios: nucleação de trincas, propagação de trincas e fratura final. A fratura em ciclos muito duradouros ocorre quando a resistência do material se torna fraca o suficiente devido à propagação das trincas que não pode sofrer mais tensões de tração e então culminam em uma falha. Portanto, é evidente que as superfícies de fratura devido à fadiga são normalmente muito mais suaves do que sob carga monotônica (Homai et al., 2016).

Uma técnica de carregamento constante, mas com incrementos para obtenção de dados de fadiga foi desenvolvida por volta de 1943 e usada em pesquisa de explosivos, em Bruceton, na Pensilvânia. Desde então é chamado de método "*up-and-down*", também conhecido como método da escada (*staircase*) (Dixon, Mood, 1948). Atualmente ele vem sendo utilizado para avaliação de cerâmicas dentais, incluindo cerâmicas similares a deste estudo, como o silicatos de lítio reforçados com zircônia (Monteiro et al., 2017; Monteiro et al. 2018)

Esse método é utilizado para determinar as propriedades estatísticas de um limite de fadiga. Primeiro, deve-se estimar o limite de fadiga e então um teste de uma vida em fadiga é conduzido com esse nível de tensão. Se a amostra falhar antes da vida infinita (quantidade de ciclos definida pelo pesquisador), a próxima amostra deverá ser testada com um nível de tensão mais baixo. Se a amostra não

falhar dentro do limite desses ciclos, um novo teste é executado com uma tensão mais elevada. Portanto, cada ensaio é dependente dos resultados dos ensaios anteriores, e os testes devem continuar deste modo, em sequência, como nível de tensão sendo aumentado ou diminuído pelo incremento selecionado.

Normalmente o método de redução dos dados utilizado para o *staircase* é o método de Dixon e Mood (1948). Esse está baseado na estimativa da probabilidade máxima (*maximum likelihood estimation - MLE*) e fornece fórmulas para calcular a média e o desvio padrão do limite de fadiga. O método assume que o limite de fadiga segue a distribuição normal e que os incrementos fixos devem variar entre metade a duas vezes o desvio padrão.

O método empregado para o desenho do teste de fadiga e tratamento estatístico dos dados do presente estudo foi o proposto por Collins (1993). O autor salienta que a carga inicial é arbitrária e não influencia o resultado. Porém se a carga inicial for muito baixa, o teste vai demandar mais tempo. A média estimada de resistência e desvio padrão são empregados para calcular o valor do incremento a ser somado ou diminuído conforme as amostras forem falhando ou sobrevivendo à carga aplicada. É recomendável executar o teste com 15 a 30 amostras. O registro de falha e sobrevivência das amostras gera o padrão de escada característico, que dá nome ao teste.

A principal vantagem deste método é que ele concentra automaticamente os testes perto da média. Isso aumenta a precisão com que a média pode ser estimada (Dixon, Mood, 1948). Outra vantagem é que a análise estatística é bastante simples. Contudo possui a desvantagem de cada espécime ser testado separadamente (Dixon, Mood, 1948).

2.4 Testes para obtenção da composição química

Idealmente, os ciclos térmicos devem atender aos requisitos para um equilíbrio estrutural das fases vítras e cristalinas, uma vez que pequenas variações na microestrutura resultantes da queima podem produzir novas propriedades

químicas para um material específico. Dependendo do regime da queima adotada, pode-se levar a alterações nas fases constituintes do material (Aurélio et al., 2018).

Para analisar essas propriedades técnicas microscópicas e espectroscópicas são amplamente utilizadas na caracterização dos diversos materiais, disponibilizando informações complementares, importantes para comprovação dos resultados obtidos em ensaios laboratoriais (Queiroz et al., 2012).

A microscopia de energia dispersiva (DRX) detecta e processa raios X, convertendo-os em dados expressos em um histograma. Este espectro (gráfico de raios X) consiste numa série de picos que representam o tipo e a quantidade de cada elemento presente na amostra (Queiroz et al., 2012). Estudos prévios em dissilicato de lítio mostram que independente do tratamento térmico, pelas análises de DRX, não foram observadas mudanças nos picos e, portanto, não houve algum tipo de modificação química significativa (Alão et al., 2017; Aurélio et al. 2018, Zhang et al., 2017).

Já a espectroscopia Raman não é tão utilizada, como outras análises como microscopia eletrônica de varredura (MEV) e DRX, mas fornece bons dados baseados na frequência vibracional de ligações e composições químicas. A interação da capacidade de polarização com a radiação penetrante induz um momento dipolo na molécula e a radiação emitida por esta indução é observada pelo espectroscópio ou microespectroscópio Raman (Queiroz et al., 2012).

2.5 Testes das propriedades superficiais: rugosidade e dureza

A rugosidade pode ser descrita por vários parâmetros lineares (Ra, Rq, Rz) ou tridimensionais (Sa, Sq, Sz). O mais comumente utilizado para avaliação de cerâmicas odontológicas é o Ra, definido como o valor aritmético médio de todas as distâncias absolutas dentro do comprimento aferido (Vichi et al., 2018).

Segundo Alão et al. (2017) e Yuan et al. (2018) a rugosidade superficial desempenha um papel crítico na determinação do comportamento de desgaste do antagonista, bem como na fadiga das restaurações dentárias (Alao et al., 2017). Sabe-se também que a pode afetar criticamente a adesão bacteriana (Alão et al.,

2017), caso haja uma alta rugosidade este mecanismo pode levar ao desenvolvimento de inflamação periodontal e cárie dentária (Yuan et al., 2018).

Até mesmo a percepção de cor da cerâmica pode ser alterada devido a essa propriedade, pois a textura da superfície pode afetar a percepção da cor, tendo uma menor reflexão de luz em superfícies mais ásperas (Yuan et al., 2018).

Já a dureza, mesmo sendo entendida como uma propriedade mecânica (Ozdogan e Duymus, 2018), está alocada nesse tópico de propriedades superficiais por também poderem influenciar no desgaste dos dentes antagonistas (Homai et al., 2016). O valor típico de dureza do esmalte está na faixa de 300 a 600 Hv. As cerâmicas vítreas, como as a base de dissilicato de lítio, previnem o desgaste excessivo dos antagonistas, uma vez que possuem quase a mesma dureza desse tecido dentário (Homai et al., 2016).

Materiais com dureza superficial menor podem deteriorar-se facilmente a fadiga, o que diminui sua taxa de sobrevivência (Ozdogan, Duymus, 2018). Contudo, Aurélio et al. (2017) observou que um maior tempo para a queima do glaze em cerâmicas vítreas foi capaz de aumentar a dureza dos materiais e diminuir a propagação de trincas provocadas por esse teste.

3 PROPOSIÇÃO

3.1. Objetivo geral

Avaliar o comportamento mecânico e físico do dissilicato de lítio após diferentes protocolos de caracterização extrínseca e variados números de queimas.

3.2. Objetivos específicos

Após diferentes quantidades de queima da cerâmica de dissilicato de lítio CAD/CAM sem caracterização extrínseca e com a aplicação de dois tipos de pigmentação/caracterização diferentes verificar:

- a) Alteração de cor e translucidez;
- b) A rugosidade característica da superfície das amostras;
- c) Composição química e estrutural da cerâmica de dissilicato de lítio CAD/CAM;
- d) A resistência monotônica inicial;
- e) O limite de fadiga dessa cerâmica;
- f) A propagação das trincas na cerâmica e se houve alguma interação/penetração dessa camada com a cerâmica de dissilicato de lítio estudada;
- g) A nanodureza das amostras.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Materiais utilizados

Os materiais utilizados nessa pesquisa, bem como suas respectivas marcas comerciais e fabricantes estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 - Nomes comerciais, tipos de material, fabricantes e composições dos produtos utilizados nos experimentos

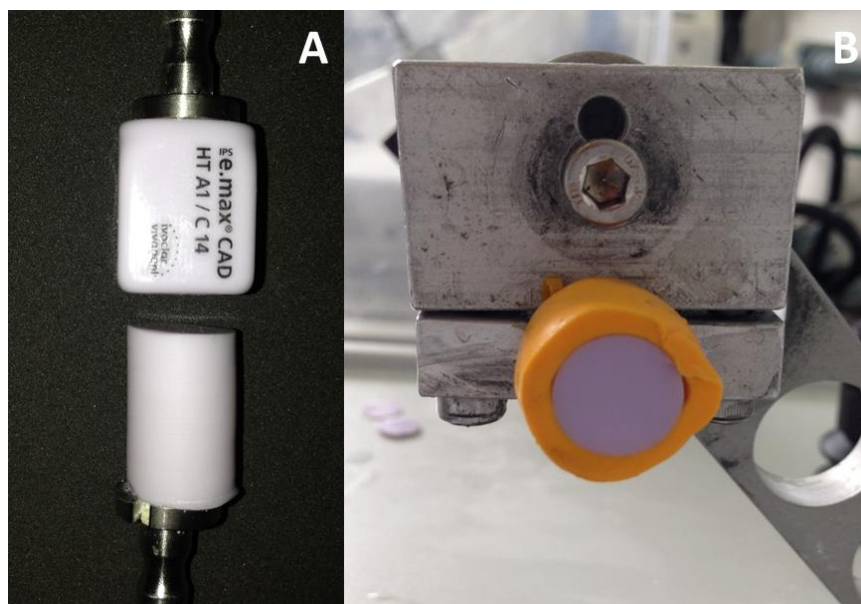
Nome Comercial	Tipo de Material	Fabricante	Composição
IPS e.max CAD	Cerâmica de dissilicato de lítio	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	SiO ₂ , Li ₂ O, K ₂ O, P ₂ O ₅ , ZrO ₂ , ZnO, Al ₂ O ₃ , MgO (FIGUEIREDO-PINA et al. 2016)
IPS e.max CAD Crystall Shades	Pasta de pigmentos de dentina e incisal	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	Óxidos e glicóis (Informado pelo fabricante)
IPS e.max CAD Crystall Glaze	Líquido de glaze	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	Óxidos e glicóis (Informado pelo fabricante)
IPS e.max Ceram Shades	Pasta de cerâmica de nanofluorapatita para recobrimento	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	SiO ₂ ; Al ₂ O ₃ , Na ₂ O, K ₂ O, ZnO, CaO, P ₂ O ₅ , F e óxidos corantes (FIGUEIREDO-PINA et al. 2016)
IPS e.max Ceram Glaze Liquid	Líquido de glaze	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	Óxidos, glicerina, butanodiol e polivinil pirrolidina (FIGUEIREDO-PINA et al. 2016)

Fonte: Elaborada pelo autor.

4.2 Secção das amostras

Blocos de cerâmicas (IPS e.max CAD, LTA3/C14, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), em sua forma de metassilicato de lítio, foram utilizados para obtenção de cilindros de 12 mm de diâmetro em cortadeira circular com auxílio de uma broca trefina diamantada (Figura 1A). Após este processo, os cilindros foram levados a máquina de corte Isomet 1000 (Buehler, Plymouth, Minnessota, EUA) e cortados com um disco diamantado (Extec High Concentration, Extec, Enfield, CT, EUA) de forma a obter discos com espessura de $1,2 \pm 0,2$ mm, segundo recomendações da norma ISO 6872/2008 (Figura 1B). Dessa maneira, 270 discos cerâmicos foram fabricados. Em seguida, todos os discos foram acabados e polidos em Politriz (Buehler, Plymouth, Minnessota, EUA) sequencialmente em lixas de carbeto de silício de granulação 400, 800 e 1200 (Norton, Guarulhos, SP, Brasil).

Figura 1 – Confeção dos discos cerâmicos



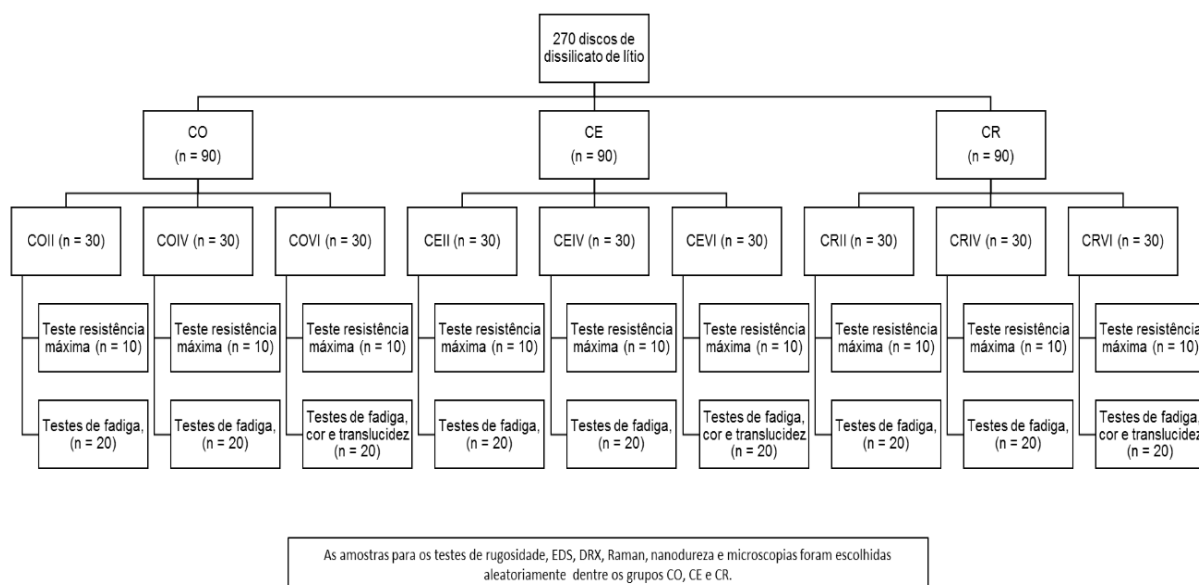
Legenda: A) bloco de cerâmica antes (superior) e após o arredondamento de na cortadeira circular (inferior); B) cilindro da cerâmica incluído em silicone de adição denso (Elite, Zhermack SpA, Badia Polesine, Itália) para evitar lascamentos durante o corte dos discos de metassilicato de lítio.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Após o processo de polimento, a integridade dos discos foram avaliada por microscópio óptico (Mitutoyo MF, Mitutoyo Ltda, Tokyo, Japan) com um aumento de 5X. Caso apresentassem trincas ao longo de sua extensão, bem como lascas, eram descartados. Previamente à sinterização, as amostras foram lavadas em banho ultrassônico (Lavadora Ultrassônica Cristófoli, Campo Mourão, Paraná, Brasil) durante oito minutos em álcool isopropílico manipulado.

4.3 Distribuição dos discos e técnicas de caracterização

Figura 2 – Fluxograma dos grupos da pesquisa



Fonte: Elaborada pelo autor.

Os discos cerâmicos foram distribuídos aleatoriamente para diferentes grupos (n=30) (Figura 2). Os controles (CO), nos quais não foram realizados nenhum tipo de caracterização extrínseca. Grupos caracterizados nos quais as queimas de cristalização e do glaze foram realizadas em passo único com IPS e.max CAD Crystall (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) e Glaze Liquid (CR). E grupos caracterizados nos quais as cerâmicas IPS e.max CAD foram cristalizadas

em um primeiro passo (Figura 2), sem a aplicação de quaisquer materiais, seguidas de aplicação da pigmentação IPS e.max Ceram Shades (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) e do glaze IPS e.max Ceram Glaze Liquid (CE) (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) em passo único e consequente queima.

Cada tipo de caracterização teve suas amostras submetidas a duas, quatro ou seis queimas, o que gerou os nove grupos da pesquisa: COII, COIV, COVI, CRII, CRIV, CRVI, CEII, CEIV e CEVI. A menor quantidade de queimas avaliada foram duas, pois é o mínimo exigido para caracterização do grupo CE, o qual necessita de uma queima de cristalização da cerâmica antes da caracterização. As demais quantidades de queima (quatro e seis) têm a intenção de simular queimas subsequentes para correções de caracterização.

Nos grupos CO, as amostras não foram caracterizadas extrinsecamente, somente cristalizadas no interior de fornos cerâmicos (EP5000, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) a temperatura máxima de 850°C (Tabela 2). Após o resfriamento das amostras até temperatura ambiente, as queimas subsequentes foram realizadas a temperatura máxima de 770°C, ciclo o qual é indicado pelo fabricante para queima da caracterização extrínseca da cerâmica de dissilicato de lítio (Figura 3).

Tabela 2 - Descrição dos tratamentos térmicos aplicados aos materiais cerâmicos

	Temperatura inicial (C°)	Taxa de aumento de temperatura (C°/min)	Temperatura final (C°)	Tempo de espera na temperatura final (min: seg.)
Queima de cristalização do DL	550	60	850	10:00
Queimas de caracterização	403	60	770	1:30

Fonte: Elaborada pelo autor.

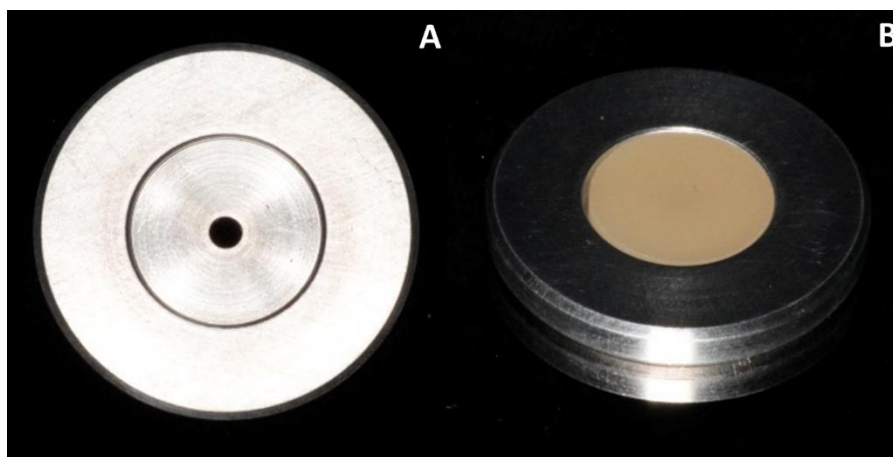
Figura 3 - Amostras cristalizadas em formato de disco padronizados



Fonte: Elaborada pelo autor.

Para os grupos CE, as cerâmicas foram cristalizadas em um primeiro passo, sem a aplicação de quaisquer materiais Stains e/ou Glaze. A seguir, foi conduzida a queima de Pigmentação/Glazeamento da restauração. Portanto, inicialmente os discos foram levados ao interior de fornos cerâmicos para o processo de cristalização da cerâmica a 850°C. Uma vez que a cerâmica tenha esfriado até a temperatura ambiente, o processo prosseguiu da seguinte maneira: foi realizado banho ultrassônico em álcool isopropílico por 5 min; após a secagem em temperatura ambiente, as amostras foram posicionadas em dispositivo confeccionado para aplicação da caracterização extrínseca (Figura 4). O IPS e.max Ceram Shades e o IPS e.max Ceram Glaze Liquid foram aplicados com o auxílio de um pincel fino (Pincel Pelo Marta, Tigre, Joinville, SC, Brasil), de modo uniforme, em toda a superfície externa do disco cerâmico (Figura 5). A queima dessa nova camada foi conduzida a uma temperatura máxima de 770°C. Nos grupos submetidos a uma maior quantidade ciclos de queimas de caracterização, como nos casos dos grupos CEIV e CEVI, essas foram realizadas após o resfriamento das amostras até a temperatura ambiente.

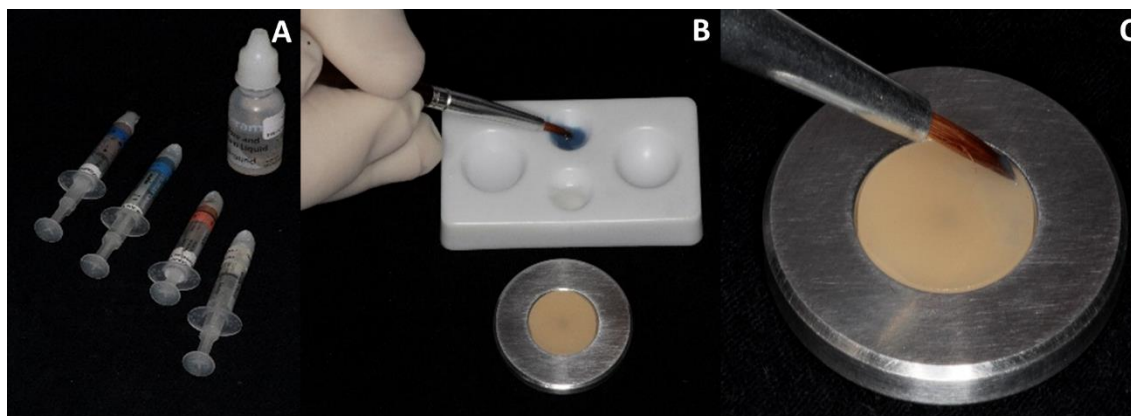
Figura 4 - Dispositivo utilizado para aplicação dos pigmentos e do glaze



Legenda: A) parte central do dispositivo foi utilizada para o posicionamento da amostra e aplicar da caracterização extrínseca; B) amostra posicionada no centro do dispositivo antes da aplicação da caracterização extrínseca.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 5 – Aplicação da caracterização extrínseca nas amostras dos grupos CE



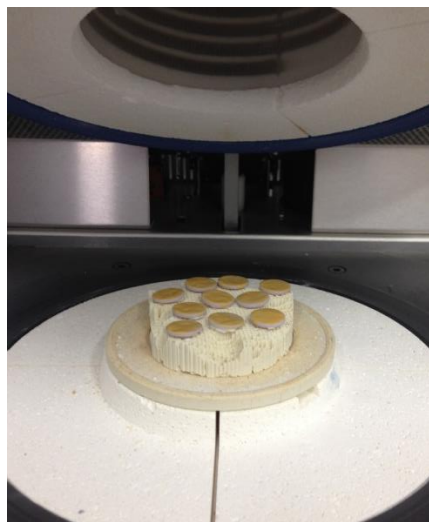
Legenda: A) materiais IPS e.max Ceram Shades (Ivoclar Vivadent) e o IPS e.max Ceram Glaze Paste (Ivoclar Vivadent) utilizados para caracterização extrínseca do dissilicato de lítio (e-max CAD) após a cristalização; B) esses foram colocados em recipientes rasos; C) e com o auxílio de um pincel fino foram aplicados sobre a superfície dos discos cerâmicos posicionados no dispositivo de aplicação.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Já para os grupos CR, a técnica foi modificada. Nesses casos a queima de cristalização e do glaze foram realizadas. O IPS e.max CAD Crystall (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) e o IPS e.max CAD Glaze Paste (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) também foram aplicados com o auxílio de um pincel fino, de

modo uniforme, em toda a cerâmica. A queima combinada (cristalização/glazeamento) foi conduzida em forno cerâmico a temperatura máxima de 850°C (Figura 6). Após o resfriamento das amostras em temperatura ambiente, as demais queimas foram realizadas a temperatura máxima de 770°C.

Figura 6 – Amostras de um grupo CR posicionadas em forno cerâmico para queimas de cristalização/glazeamento

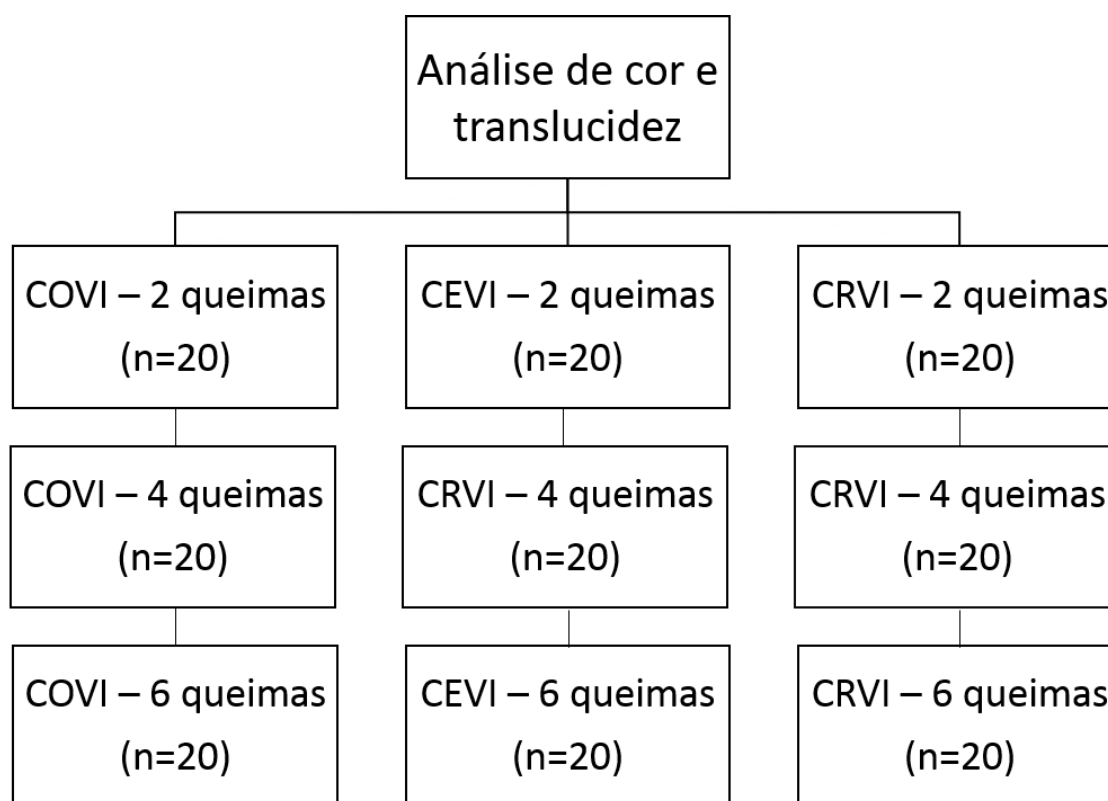


Fonte: Elaborada pelo autor.

4.4 Análise de cor e translucidez

As análises de cor e translucidez foram realizadas apenas nas amostras dos grupos C0VI, CRVI e CEVI (n=20). Todas foram lavadas em banho ultrassônico com álcool isopropílico por 5 min antes de cada aferição. Cada amostra teve sua cor e translucidez verificada após quantidades de queimas diferentes: duas, quatro e seis (Figura 7). Para isso todas foram armazenadas separadamente em recipientes numerados.

Figura 7 - Fluxograma dos grupos para o teste de análise de cor e translucidez



Fonte: Elaborada pelo autor.

A calibração do espectrofotômetro colorimétrico CM 2600D (KONICA MINOLTA, Nova Jersey, EUA) foi checada antes de cada sessão de medições conforme as recomendações do fabricante (Figura 8). As aferições de cor foram realizadas usando um observador de dois graus e iluminante D65.

Figura 8 – Espectrofotômetro colorimétrico utilizado na mensuração da cor e translucidez



Fonte: Imagem disponibilizada pelo fabricante.

Para este trabalho, foi utilizada a área de leitura/iluminação SAV – *Small Area View*, na qual a área de leitura é de 3mm e a iluminação é 6mm.

O software (SpctraMagic, Konica Minolta, New Jersey, USA) também forneceu os valores de Diferenças de Cor (entre a segunda e quarta queima; e entre segunda e sexta queima) ΔE_{00} . Estas diferenças são mostradas pela seguinte fórmula (1):

$$\Delta E_{00} = [(\Delta L/K_L S_L)^2 + (\Delta C'/K_C S_C)^2 + (\Delta H'/K_H S_H)^2 + RT(\Delta C'/K_C S_C)(\Delta H'/K_H S_H)]^{1/2} \quad (1)$$

Onde ΔL , ΔC , ΔH são as diferenças em luminosidade, saturação e matiz, respectivamente; ΔR é um termo de interação entre as diferenças de saturação e matiz (AURÉLIO et al., 2017).

Para realização da análise estatística da cor ANOVA e teste de Tukey foram utilizados empregando um nível de significância estatístico de 5%.

A translucidez foi avaliada de acordo com o parâmetro de translucidez (PT), que é a diferença de cor (ΔE^*ab) entre a leitura sobre o fundo branco e o fundo preto (CANEPPELE et al., 2013). Esta diferença foi calculada pela seguinte fórmula (2):

$$PT = [(Lp^* - Lb^*)^2 + (ap^* - ab^*)^2 + (bp^* - bb^*)^2]^{1/2} \quad (2)$$

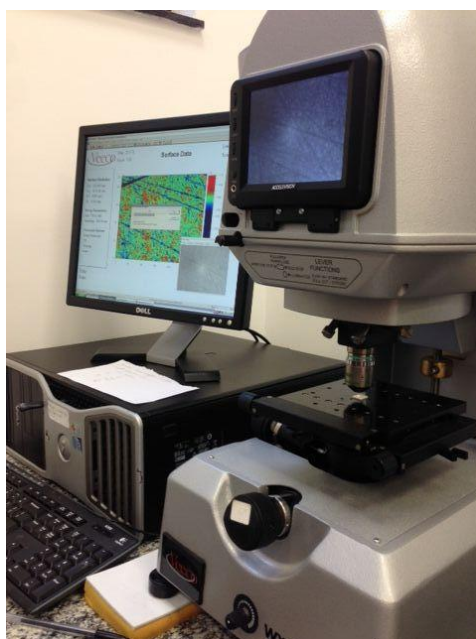
As letras subscritas P referem-se às coordenadas de cor sobre o fundo preto e as letras subscritas b referem-se àquelas sobre o fundo branco. As coordenadas de cor dos fundos foram: branco (L:84.95; a:-0.38; b:2.93) e preto: (L:25.58; a:-0.15; b:-0.24) (Caneppele et al., 2013).

Para realização da análise estatística da translucidez o teste ANOVA de medidas repetidas foi realizado, bem como o teste de Tukey. Todos os testes empregados admitiram como nível de significância estatística de 5%.

4.5 Rugosidade

Três amostras de cada grupo (COII, COIV, COVI, CRII, CRIV, CRVI, CEII, CEIV e CEVI) foram escolhidas aleatoriamente para realização do teste de rugosidade. As aferições das superfícies de cada grupo foram realizadas em um perfilômetro óptico digital (Wyko, Modelo NT 1100, Veeco, Tucson, EUA) conectado a um computador com software de imagem (Vision 32, Veeco, EUA) para realização de micrografia de superfície (análise qualitativa da geometria tridimensional-3D) (Figura 9). A rugosidade Ra foi aferida em quatro regiões distintas de uma mesma amostra a uma distância de 1,6 mm com a velocidade de 0,05 mm/s. Essas medidas foram realizadas a 4 mm do centro das amostras equidistantes nos sentidos, norte, sul, leste e oeste. Dessa maneira, houveram 12 aferições para cada grupo. Os valores obtidos foram submetidos à análise estatística descritiva (média e desvio padrão) e inferencial, mediante o teste paramétrico de análise de variância (ANOVA) e o teste de Tukey ($\alpha=0,05$).

Figura 9 - Perfilômetro Óptico Digital (LAS-INPE)



Fonte: Elaborada pelo autor.

4.6 Espectrometria dispersiva de energia (EDS)

A Espectrometria Dispersiva de Energia foi utilizada para análise de elementos químicos de uma amostra aleatoria dos grupos COIV, CEIV e CRIV. As leituras foram realizadas em um microscópio eletrônico de varredura (Inspect S50, FEI Company, Alemanha) a uma distância de 12 mm e 20kV de tensão de aceleração. Os principais elementos foram analisados em 100s em tempo real para cada área medida (1 mm²). Os elementos descobertos nessa análise orientaram a interpretação dos dados obtidos pelo exame de difração de raios-x (DRX).

4.7 Difração de raios-X (DRX)

Para essa análise por meio de DRX foram utilizadas duas amostras de cada um dos nove grupos. Antes da realização do teste, os discos foram lavados em

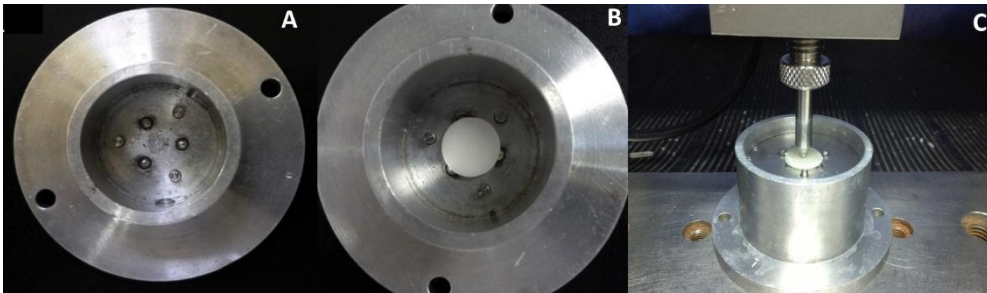
banho ultrassônico com álcool isopropílico por 5 min. Um difratômetro (Philips PW1830/1840) com detectores bidimensionais Vantec-500 (Bruker Instruments, Billerica, MA, EUA) foi utilizado usando de radiação monocromática. Cada amostra foi digitalizado em um ângulo de difração de 10 a 80° a uma velocidade de 5 °/min, 40 kV e 60 mA, com uma resolução angular de 0,005° para a identificação das fases cristalinas e amorfa.

Os dados de referência para a interpretação dos padrões de DRX foram obtidos a partir do EDS realizado previamente e também do índice de arquivo de padrões de DRX, Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS).

4.8 Teste de flexão biaxial

O teste monotônico foi realizado em dez amostras de todos os grupos dessa pesquisa. Para a determinação da resistência à flexão, a amostra foi posicionada em uma base circular metálica com três esferas de 3,2 mm de diâmetro, equidistantes uma das outras, formando um plano (ISO 6872). Uma ponta romba de 1,6 mm de diâmetro foi fixada a uma máquina de ensaio (Emic DL-1000, Emic, São José dos Pinhais, PR, Brasil), e a carga foi aplicada utilizando célula de carga de 1000 kgf e velocidade de 1 mm/min até ocorrer a fratura da amostra (Figura 10). Os valores foram obtidos em Newton (N). Durante o teste de flexão biaxial, a face caracterizada da amostra estava sempre voltada para o lado de tração.

Figura 10 - Ensaio de flexão biaxial



Legenda: A) dispositivo para flexão biaxial; B) com uma amostra em posição; C) sob carga em uma máquina de ensaios universal.

Fonte: Elaborada pelo autor.

As seguintes equações foram utilizadas de acordo com as diretrizes da ISO 6872, para o cálculo da resistência à flexão biaxial das amostras:

$$S = -0,2387 P \left(X - \frac{Y}{d^2} \right) \quad (3)$$

Onde S é a tensão máxima de tração em Pascal, P é a carga total aplicada para se provocar a fratura, em Newton, e d é a espessura da amostra na origem da fratura, em mm. X e Y foram determinados pelas equações

$$X = (1 + \nu) \log \left(\frac{r_2}{r_3} \right)^2 + \left[\frac{1-\nu}{2} \right] \left(\frac{r_2}{r_3} \right)^2 \quad (4)$$

$$Y = (1 + \nu) \left[1 + \ln + \left(\frac{r_2}{r_3} \right)^2 \right] + (1 - \nu) \left(\frac{r_2}{r_3} \right)^2 \quad (5)$$

Onde ν é o coeficiente de Poisson (0,22); r_1 é o raio do suporte circular, em mm, r_2 é o raio da área sob carga em mm; r_3 é o raio da amostra, em mm; d é a espessura da amostra, em mm (Ramos et al., 2016).

Os valores obtidos foram submetidos à análise estatística descritiva (média e desvio padrão) e inferencial, mediante o teste paramétrico de análise de variância (ANOVA) e o teste de Tukey ($\alpha=0,05$).

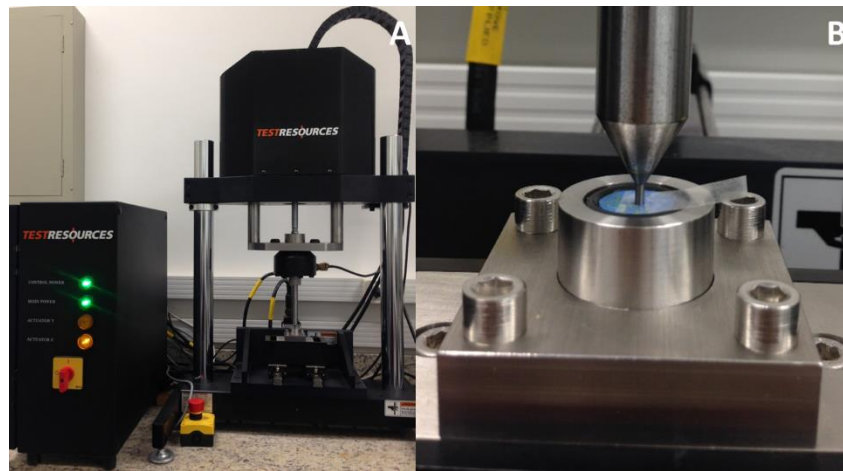
4.9 Teste de fadiga (*staircase*)

Os mesmos nove grupos testados para flexão biaxial tiveram mais 20 amostras submetidas ao teste de fadiga acelerada. Para realização desse teste e obtenção do limite de fadiga do dissilicato de lítio, sem ou com caracterização extrínseca, foi utilizado um dispositivo de flexão biaxial acoplado a uma máquina de ensaio de fadiga (TEST RESOURCES 800LE316, Shakopee, MN, EUA), com uma célula de carga de 5,7 KN, na qual foi limitado 5×10^4 ciclos realizados a frequência de 5 Hz. A ciclagem para cada amostra finalizou quando houve a fratura da mesma ou ao fim dos 5×10^4 ciclos. Antes de todos os testes de fadiga, uma fita adesiva (110 μm) foi fixada na superfície de compressão de cada amostra para melhorar o contato com o pistão, promovendo melhor distribuição de tensão e evitando danos na superfície de contato, o que poderia resultar na propagação de trinca. Uma folha fina adicional de um material não rígido (2,50 μm poliéster) foi colocada entre o pistão e a amostra para aumentar a distribuição de tensão (Monteiro et al., 2017) (Figura 11).

A primeira amostra de cada grupo foi testada com 50% da carga média obtida pelo ensaio monotônico (Belli et al., 2014). Caso o espécime sobrevivesse à 5×10^4 ciclos, um incremento de 5% da carga inicial de fadiga era adicionado e uma nova amostra era ciclada. Já se a amostra fraturasse, esse decréscimo de 5% da carga inicial de fadiga era aplicado à carga da amostra anterior. Esse procedimento foi reproduzido até que se completasse as 20 amostras de cada grupo.

Este desenho experimental leva ao padrão característico de “sobe-desce” de sobrevivência e falha que dá o nome ao experimento (*stair case*). O evento menos frequente (fratura ou sobrevivência) dita os cálculos para obtenção dos limites de fadiga e desvio padrão em cada caso. Uma tabela auxiliar com os dados do experimento foi construída, com base no evento de fratura, contendo as seguintes colunas: (1) os valores de tensão nos quais ocorreu o evento adotado; (2) um índice de ordenação (i) a cada valor de tensão (0,1,2,3,...): $i=0$ corresponde a menor tensão; $i=1$ corresponde à tensão seguinte e assim por diante; (3) o número de amostras utilizados dentro de cada tensão (n_i); (4) os produtos $i \cdot n_i$ e (5) $i^2 \cdot n_i$ (índice de ordenação multiplicado pelo número de espécimes em cada tensão) e as letras N, A e B (a soma de n_i , $i \cdot n_i$ e $i^2 \cdot n_i$, respectivamente).

Figura 11 – Ensaio de fadiga (*staircase*)



Legenda: A) máquina de fadiga utilizada para realização do *staircase* na qual foram utilizados dispositivos para teste de flexão; B) todas as amostras tiveram seu lado de compressão protegidos por uma fita adesiva e uma tira de poliéster para proteger as mesmas do contato com o pistão aplicador de carga.

Fonte: Elaborada pelo autor.

O limite de fadiga (FFL) e desvio padrão (SD) foram calculados a partir das fórmulas (6 e 7) (Lohbauer et al., 2003):

$$\text{FFL} = X_0 + d \left(\frac{\sum in_i}{\sum n_i} \pm 0.5 \right) \quad (6)$$

$$\text{SD} = 1.62d \left(\frac{\sum n_i \sum i^2 n_i - (\sum in_i)^2}{(\sum n_i)^2} + 0.029 \right) \quad (7)$$

Na fórmula utilizada para cálculo de limite máximo de fadiga. “d” corresponde ao incremento fixo crescente ou decrescente da escada; “F_{di}” é o valor da tensão para i = 0.

As semelhanças ou diferenças estatísticas foram obtidas com a interpretação dos intervalos de confiança obtidos.

4.10 Espectroscopia Raman

Um fragmento de cada grupo caracterizado (CEII, CEIV, CEVI, CRII, CRIV e CRVI), gerado pela fratura da amostra durante algum o teste monotônico, tiveram sua face transversal polida em lixas de carvão de silício de granulação #400, #800, #1200 e #2000 para verificação adicional da composição química. Medições de espectroscopia Raman foram realizadas utilizando um modelo do sistema Renishaw 2000 equipado com um laser Ar ion (514,5 nm). Os espectros Raman foram obtidos à temperatura ambiente na gama de 50 a 1700 cm^{-1} para análises do substrato. Três medidas foram realizadas para cada amostras. Essas foram escolhidas pela análise prévia em microscópio, estando uma na região da cerâmica de dissilicato de lítio, a outra na interface com a caracterização e a última na parte caracterizada. Para resultados mais precisos, a linha de base de cada espectro foi subtraída para destacar as áreas e intensidades dos picos.

4.11 Análises microscópicas

Após os testes de flexão biaxial e *staircase* todas as amostras fraturadas foram examinadas sobre microscopia óptica (Discovery V20, Zeiss, Göttingen, Alemanha) com aumento de 100x para análise fractográfica. Amostras representativas de cada grupo foram metalizadas a ouro e avaliadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) (Inspect S50, FEI Company, Brno, Czech Republic) para identificação de origem e propagação da falha.

Além dessa análise fractográfica, outro fragmento de cada grupo caracterizado (CEII, CEIV, CEVI, CRII, CRIV e CRVI) tiveram sua face fraturada polida e lixadas como os espécimes preparados para o teste de microscopia Raman. No entanto, foi executado o condicionamento com ácido fluorídrico (HF) 5% por 60 s, seguido por aplicação de jato de ar e água e banho ultrassônico em álcool isopropílico. Também foi feita a metalização dessas interfaces e a análise em MEV, com uma magnificação de 3000x para verificar se houve apenas uma sobreposição

de uma camada do material sobre a cerâmica ou se havia alguma interação entre essas duas camadas.

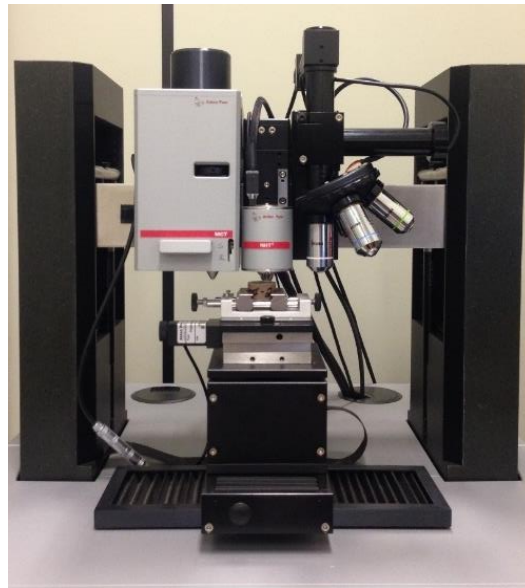
Por fim, mais análises microscópicas foram realizadas, contudo nas superfícies caracterizadas ou, no caso dos grupos CO, na superfície que sofreu tensão de tração. Para essa análise as amostras também tiveram sua superfície condicionadas com HF, foram metalizadas e avaliadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) com ampliação de 3000X. Imagens de disposição/mapeamento (mapping) dos elementos químicos na superfície das amostras também foram realizadas.

4.12 Nanodureza

Para realização do teste de nanodureza, três fragmentos de discos fraturados pelos testes monotônicos foram incluídos em resina acrílica com a face a ser edentada exposta. Todos os grupos (COII, COIV, COVI, CEII, CEIV, CEVI, CRII, CRIV e CRVI) foram polidos em lixas de carbetto de silício #1200, #2000 e #4000. Após esse procedimento foram lavadas em álcool isopropílico em banho ultrassônico por 5 min.

Essa análise foi realizada através da aplicação da técnica de Microindentação padrão Vickers (Figura 12). Para realizar as indentações foi usado um penetrador de diamante Vickers com número de série V-J 09 com geometria piramidal, com a presença de quatro arestas e ângulos de 136° entre faces opostas.

Figura 12 – Nanodurômetro utilizado para aferição da dureza Vickers



Fonte: Elaborada pelo autor.

Em cada fragmento foram realizadas três endentações separadas entre uma distância de 100 μm . Durante o ciclo de indentação foi utilizado o tempo de 20 s para o carregamento, 20 s para o descarregamento, sendo que, entre o ciclo de carregamento e de descarregamento, a carga de 25,00 mN foi mantida constante por um período de 10 s. Portanto, nove endentações por grupo foram realizadas, a fim de se obter valor de dureza Vickers.

Os valores obtidos foram submetidos à análise estatística descritiva (média e desvio padrão) e inferencial, mediante o teste paramétrico de análise de variância (ANOVA) e o teste de Tukey ($\alpha=0,05$)

5 RESULTADO

5.1 Análise de cor

Os dados obtidos com leitura das amostras após a segunda queima foram considerados os valores de comparação (*target*). As aferições realizadas após a quarta e sexta queimas foram utilizadas para obtenção do ΔE_{00} . Esses valores estão expostos na Tabela 3.

Segundo a literatura atual (Paravina et al., 2015), valores de ΔE_{00} menores que de 0,8 demonstram alteração de cor imperceptível, já valores entre 0,8 e 1,8 demonstram alterações aceitáveis, entretanto acima desse valor se tornam inaceitáveis. Dessa maneira, exceto o valor dos grupos CR e CO ΔE_{00} 2x-4x que se apresenta na faixa das alterações de cor aceitáveis, todos os valores de ΔE_{00} encontrado para os diferentes grupos e diferentes quantidades de queima são superiores a 1,8. Dessa maneira, pode-se perceber que ocorreu uma alteração de cor considerável da cerâmica devido ao aumento na quantidade de queimas. Os ΔE_{00} 2x- 6x, para os grupos CO e CE, foram significativamente superiores do que os ΔE_{00} 2x-4x. Entretanto o mesmo não foi observado no grupo CR.

Fonte: Elaborada pelo autor

Tabela 3 – Valores de ΔE_{00} após a quarta (ΔE_{00} 2x-4x) e sexta queimas (ΔE_{00} 2x-6x) para cada grupo (CO, CE e CR) analisados por ANOVA de medidas repetidas dois fatores e Tukey, com nível de significância estatística de 5%

	CO	CE	CR	p-valor
ΔE_{00} 2x-4x	1,32 Aa	4,38 Ab	1,42 Aa	<0,01
ΔE_{00} 2x-6x	2,44 Ba	5,92 Bb	1,55 Ac	<0,01
p-valor	<0,01	<0,01	0,53	

Legenda: Letras diferentes na colunas indicam diferença significativa devido ao fator quantidade de queimas, já nas linhas se referem ao tipo de caracterização.

Fonte: Elaborada pelo autor.

5.2 Análise da Translucidez

Com a análise estatística notou-se que os grupos CR e CE apresentaram estabilidade dessa propriedade, não apresentando diferenças estatísticas após as diversas queimas das amostras. Já o mesmo não foi observado para o grupo CO, no qual uma maior quantidade de queimas foi responsável por pelo aumento significativo de translucidez nas amostras analisadas. Translucidez significativamente maior foi obtida quando as amostras foram queimadas seis vezes. (Tabela 4).

Outro fato observado é que os valores de translucidez dos grupos controle foram significativamente superiores aos dos demais grupos. Já os demais grupos caracterizados possuem valores de translucidez similares.

Tabela 4 - Média e desvio padrão do valor de translucidez dos grupos dessa pesquisa analisados por ANOVA de medidas repetidas e Tukey, com nível de significância estatística de 5%

	CO	CE	CR	<i>p-valor</i>
2x	19,09 ± 2,47 Aa	7,34 ± 2,29 Ab	5,84 ± 2,41 Ab	<0,01
4x	20,32 ± 2,96 ABa	6,16 ± 3,58 Ab	4,69 ± 2,44 Ab	<0,01
6x	22,08 ± 2,46 Ba	5,46 ± 1,96 Ab	4,64 ± 2,87 Ab	<0,01
<i>p-valor</i>	0,02	0,09	0,26	

Legenda: Letras maiúsculas nas colunas e as minúsculas nas linhas indicam a diferença estatística.
Fonte: Elaborada pelo autor.

5.3 Rugosidade

A média de Ra e os valores de desvio padrão estão apresentados na Tabela 5. Foram encontradas diferenças significativas nos valores médios de Ra devido ao número de queimas para os grupos CO e CE, entretanto essa diferença se deu apenas pra COII ($p = 0,001$) e CEII ($p = 0,008$), em comparação com seus respectivos grupos IV e VI. Diferentemente do que ocorreu nos grupos CR ($p = 0,543$), nos quais os valores de rugosidade foram similares em todos os subgrupos.

Observou-se também nos grupos caracterizados com IPS e.max CAD Crystall Shades (CRII, CRIV e CRVI) valores de rugosidade significativamente superiores aos dos grupos controle (COII, COIV e COVI) e dos caracterizados com IPS e.max Ceram Shades (CEII, CEIV e CEVI) independentemente da quantidade de queimas (Figura 13).

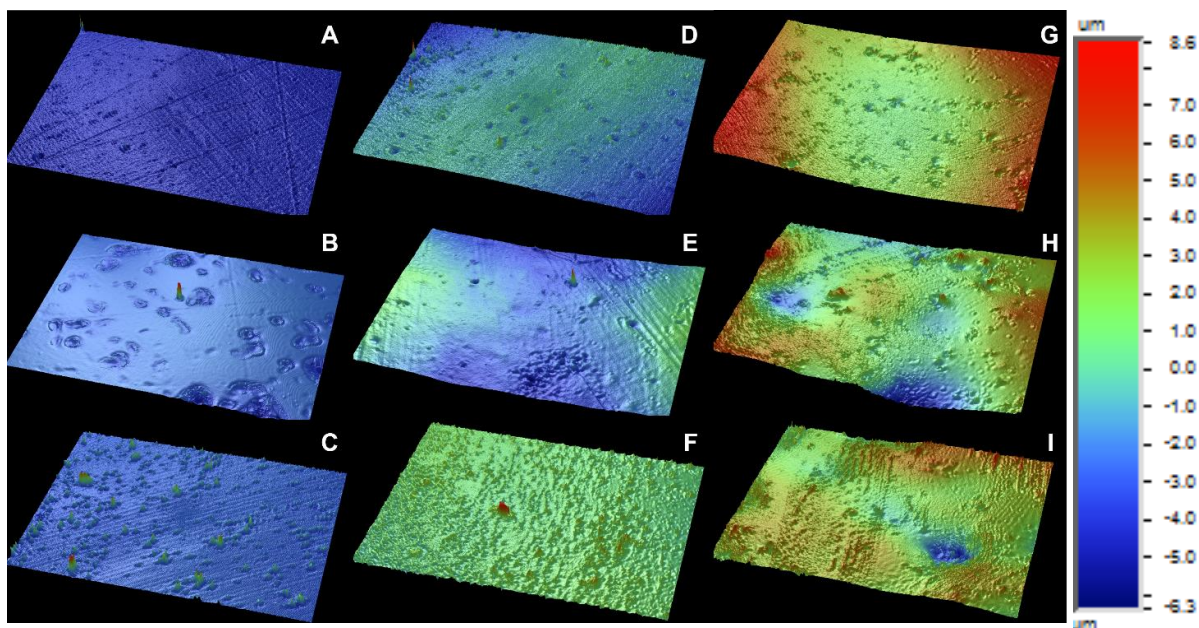
Tabela 5 - Resultado da estatística realizada com os valores de rugosidade Ra. As medias e desvios padrão estão representadas em μm

	CO	CE	CR	p-valor
II	0,52 \pm 0,03 Aa	1,07 \pm 0,35 Aa	4,25 \pm 1,14 Ab	0,001
IV	1,05 \pm 0,40 Ba	1,51 \pm 0,38 Ba	4,39 \pm 1,23 Ab	0,001
VI	0,99 \pm 0,33 Ba	1,50 \pm 0,31 Ba	4,75 \pm 0,74 Ab	0,001
p-valor	0,001	0,008	0,543	

Legenda: As letras indicam as semelhanças ou diferenças estatísticas entre os grupos dadas pelo teste de Tukey. As letras maiúsculas nas colunas se referem ao fator quantidade de queimas e as minúsculas nas linhas ao tipo de superfície analisada.

Fonte: Elaborada pelo autor

Figura 13 - Imagens 3D da rugosidade da superfície obtidas pela perfilometria



Legenda: A) COII; B) COIV; C) COVI; D) CEII; E) CEIV; F) CEVI; G) CRII; H) CRIV; I) CRVI.
 Fonte: Elaborada pelo autor.

5.4 EDS

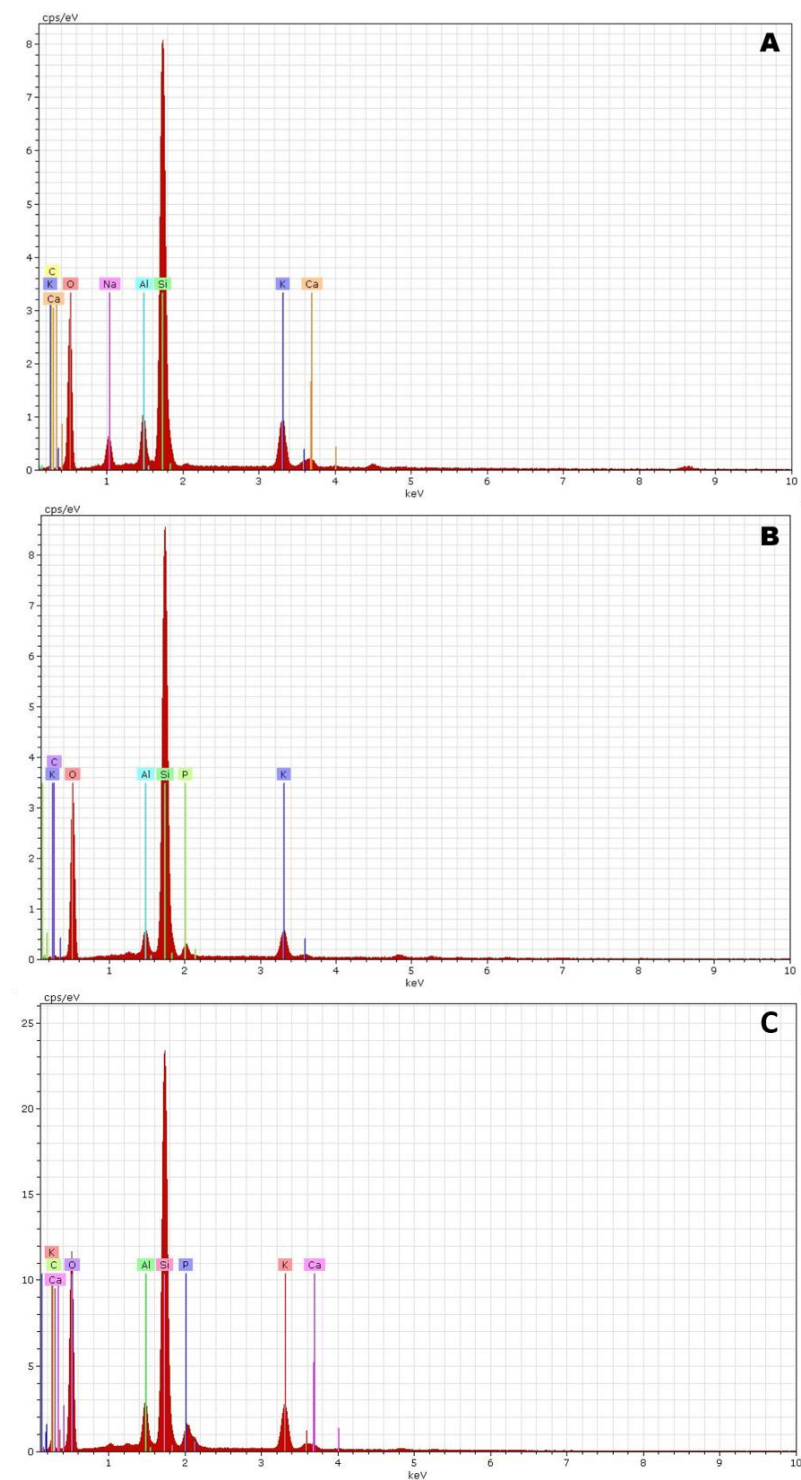
Os resultados do EDS encontram-se na Tabela 6. Através dessa análise não foi observada grandes diferenças na composição química das superfícies analisadas. Entretanto, percebeu-se nas amostras caracterizadas (CE e CR) uma maior quantidade de conteúdo amorfo, como Na e Ca (Figura 14).

Tabela 6 - Composição química em porcentagem da superfície das amostras sem (Co) e com caracterização extrínseca (Ce) revelada pelo EDS

	O	Si	C	K	Al	P	Na	Ca
CO	51,88%	35,74%	2,81%	5,38%	2,23%	1,96%	0%	0%
CE	47,06%	33,52%	1,23%	7,92%	2,89%	0%	2,73%	1,18%
CR	46,45%	31,01%	1,82%	1,41%	5,56%	3,08%	0%	0,82%

Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 14 - Gráficos representativos do conteúdo químico da superfície das amostras dos grupos COII, CEII e CRII gerado pelo EDS

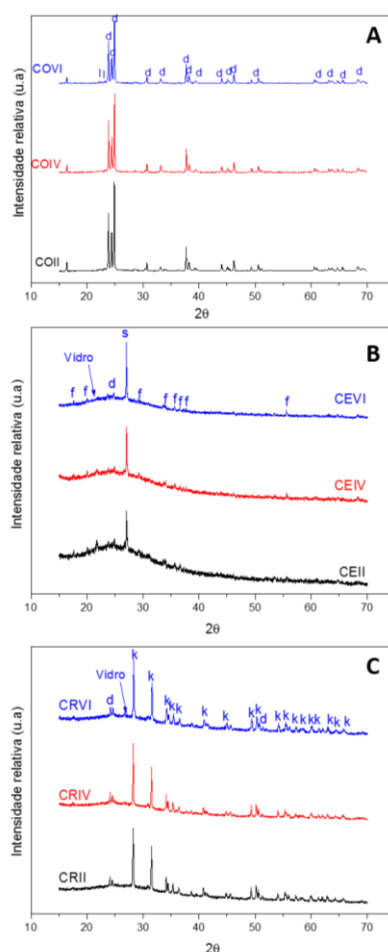


Legenda: A) COII; B) CEII; C) CRII.
Fonte: Elaborada pelo autor.

5.5 DRX

Os gráficos obtidos pelo DRX estão expostos na Figura 15. Nessa é possível encontrar os picos característicos dos cristais de dissilicato de lítio em todas as amostras. Entretanto, nos grupos caracterizados (CE e CR) há também uma grande quantidade de conteúdo amorfo na superfície das amostras.

Figura 15 – Gráficos obtidos pelo DRX para cada grupo da pesquisa



Legenda: A) grupos CO; B) grupos CE; C) grupos CR. (d) dissilicato de lítio; (s) quartzo; (f) nanofluorapatita; (k) potássio alumínio silicato.

Fonte: Elaborada pelo autor.

5.6 Resistência a flexão biaxial

Os resultados do teste de flexão biaxial estão descritos na Tabela 7. O fator quantidade de queimas não foi capaz de influenciar a resistência máxima das cerâmicas. Entretanto, tipo de caracterização da superfície foi capaz de modificar significativamente essa propriedade mecânica. Os grupos controles (COII, COIV e COVI) apresentaram maiores valores de resistência a flexão biaxial do que todos os outros grupos, exceto por CRII que apresentou valores semelhantes ao de COII. Já os grupos CE, independentemente do número de queimas apresentou valores estatisticamente inferiores a todos os outros. Os grupos CRIV e CRVI apresentaram valores de resistência intermediários, comparados aos grupos CO e CE.

Tabela 7 - Dados de resistência a flexão biaxial: médias e desvio-padrão de cada grupo em MPa

	CO	CE	CR	p-valor
II	208,94 ± 31,05 Aa	122,08 ± 26,81 Ab	175,07 ± 36,09 Aa	0,001
IV	241,58 ± 49,39 Aa	120,95 ± 11,59 Ab	178,62 ± 36,84 Ac	0,001
VI	247,24 ± 21,41 Aa	133,31 ± 17,42 Ab	199,54 ± 29,22 Ac	0,001
p-valor	0,067	0,412	0,277	

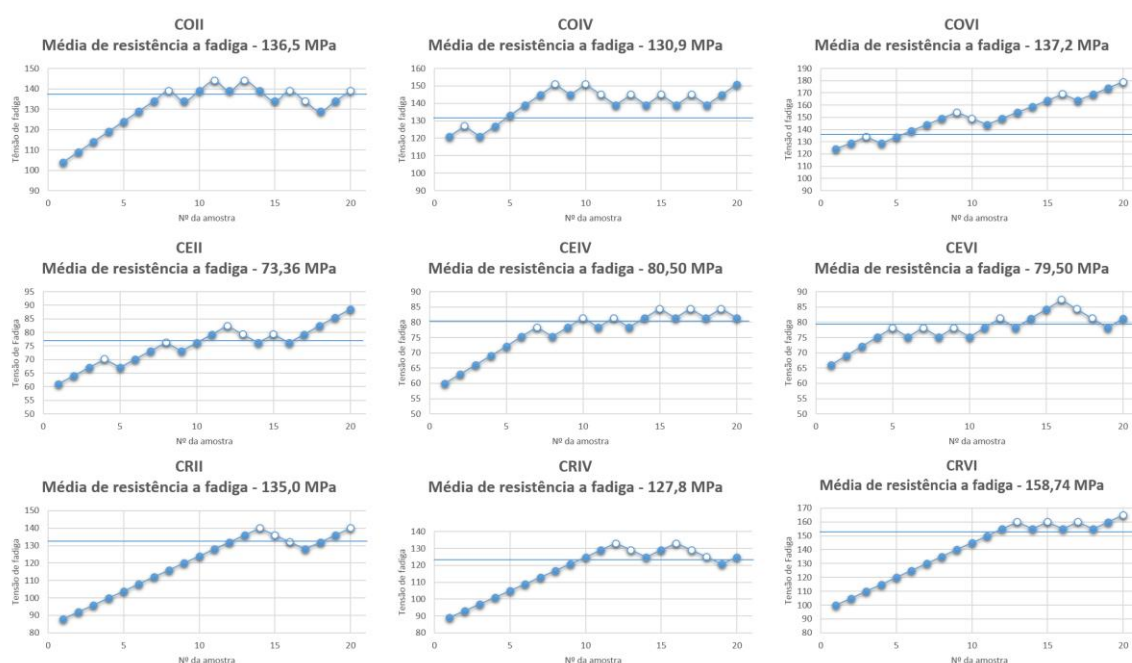
Legenda: As letras indicam as semelhanças ou diferenças estatísticas ($\alpha = 0.05$) entre os grupos dadas pelo teste de Tukey. As letras maiúsculas na vertical indicam semelhança estatística pela quantidade de queimas. As minúsculas na horizontal, se referem aos dados relativos ao tipo de superfície.

Fonte: Elaborada pelo autor.

5.7 Limite de fadiga (staircase)

A Tabela 8 apresenta os valores de resistência a fadiga dos grupos testados. Os gráficos resultados do método de *staircase* (Figura 16), mostram o padrão de sobrevivência e falhas para cada grupo.

Figura 16 - Gráficos resultantes do teste de fadiga, mostrando o padrão de sobrevivência e falhas para cada grupo



Legenda: As linhas horizontais indicam a tensão média de falha por fadiga, os marcadores preenchidos representam as amostras que sobreviveram e os marcadores vazios indicam as que falharam.

Fonte: Elaborada pelo autor

Tabela 8 – Média da carga para falha monotônica, carga inicial para o teste de fadiga (~50% da carga média para falha monotônica), valor do incremento (5% da carga inicial de fadiga). Dados de carga de falha de fadiga: carga de falha de fadiga média (Lf), desvio padrão (SD) e intervalo de confiança de 95% (CI) de acordo com Dixon e Mood (1948)

Grupos	Resistência monotônica máxima (MPa)	Carga inicial (MPa)	Valor do incremento (MPa)	Tensão para falha sob fadiga (MPa)		Porcentagem de queda na resistência (%)
				LF (DV)	CI 95%	
COII	208,9	104	5	136,50 (2,6) BC	133,20 - 139,80	34
COIV	241,6	121	5	130,90 (4,3) C	127,39 - 134,32	46
COVI	247,2	124	6	137,50 (13,5) C	125,57 - 149,43	44
CEII	122,06	61	3	73,36 (6,7) E	66,74 – 81,06	40
CEIV	120,95	60	3	80,50 (2,8) E	77,68 – 83,32	33
CEVI	133,31	66	3	79,50 (5,7) E	74,34 – 84,61	40
CRII	175,1	88	4	135,00 (4,3) C	131,13 - 138,87	23
CRIV	178,6	89	4	127,80 (3,8) CD	124,62 - 130,98	28
CRVI	199,64	100	5	158,74 (1,7) A	156,64– 160,82	20

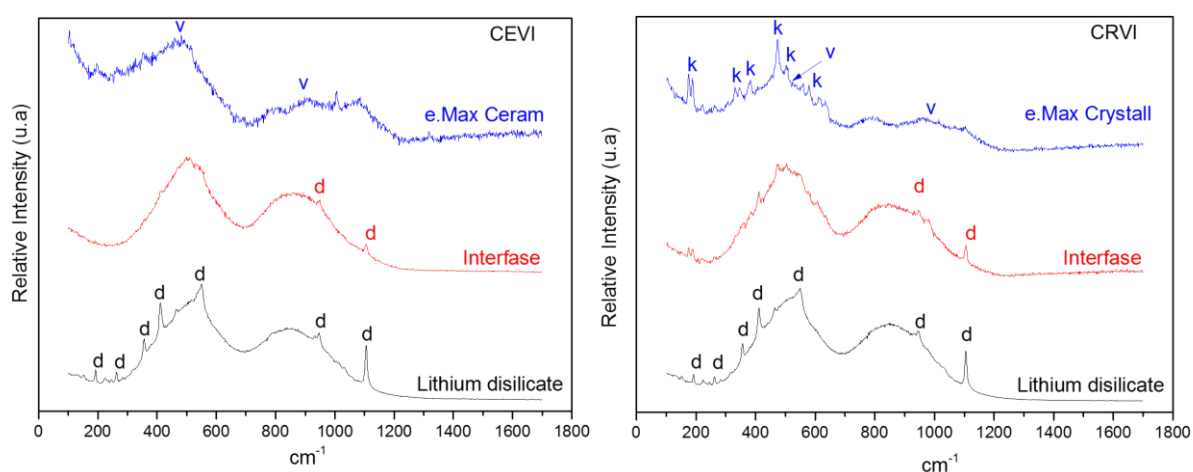
Legenda: Letras maiúsculas diferentes após o valores de limite de fadiga indicam diferença estatísticas.

Fonte: Elaborada pelo autor.

5.8 Análises microscópicas

As análises por microscopia Raman das amostras caracterizadas indicam haver uma interação na interface da camada de caracterização e da cerâmica de dissilicato de lítio. Nessa região há uma composição mista do conteúdo da caracterização com presença de fases de dissilicato de lítio (Figura 17).

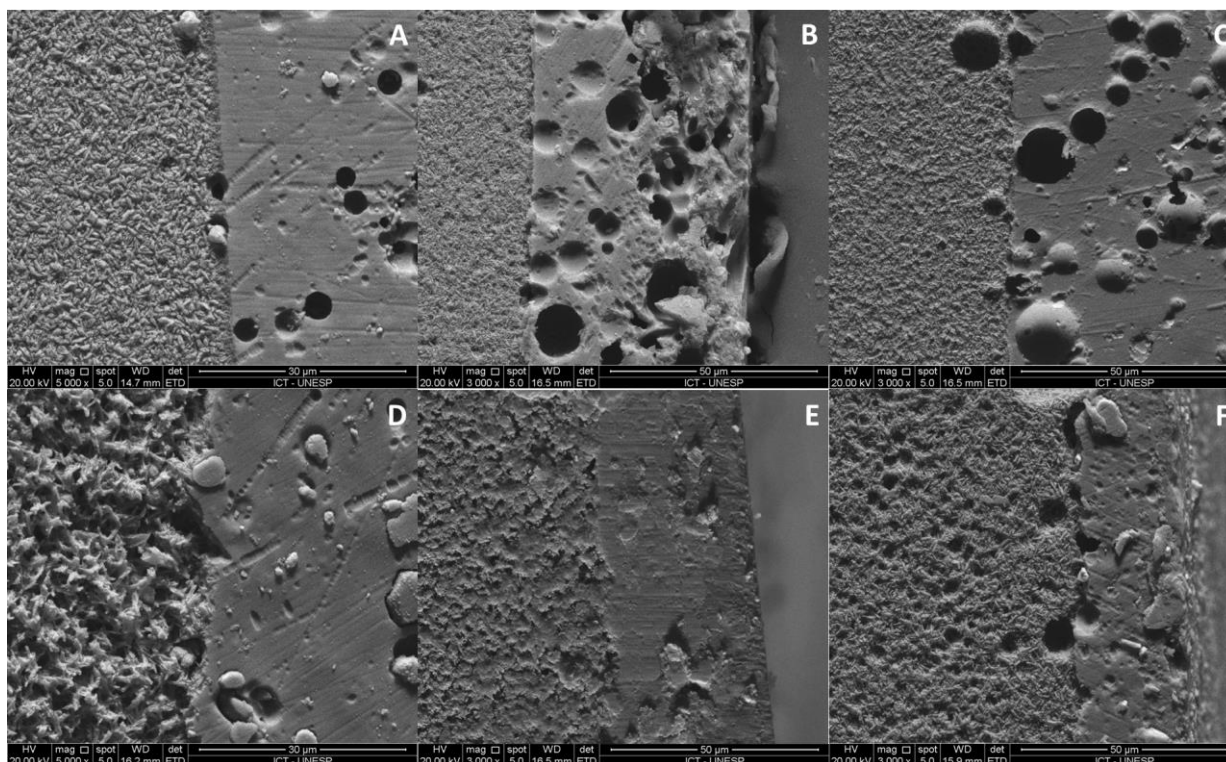
Figura 17- Imagem de microscopia Raman das camadas de cerâmica de dissilicato de lítio, caracterização e da interface entre ambas em uma amostra do grupo CEIV e outra do CRIV



Legenda: d: dissilicato de lítio; v: conteúdo vítro; potássio alumínio silicato.
Fonte: Elaborada pelo autor.

As microscopias eletrônicas de varredura das interfaces entre material utilizado para caracterização e a cerâmica de dissilicato de lítio estão expostas na Figura 18.

Figura 18 – Micrografias (5000x) de secções transversais das amostras que possuem alguma caracterização extrínseca sugerindo haver nos grupos CE apenas uma interposição de camadas, diferentemente dos CR, onde parece haver uma inter-relação da cerâmica de dissilicato de lítio com a maquiagem

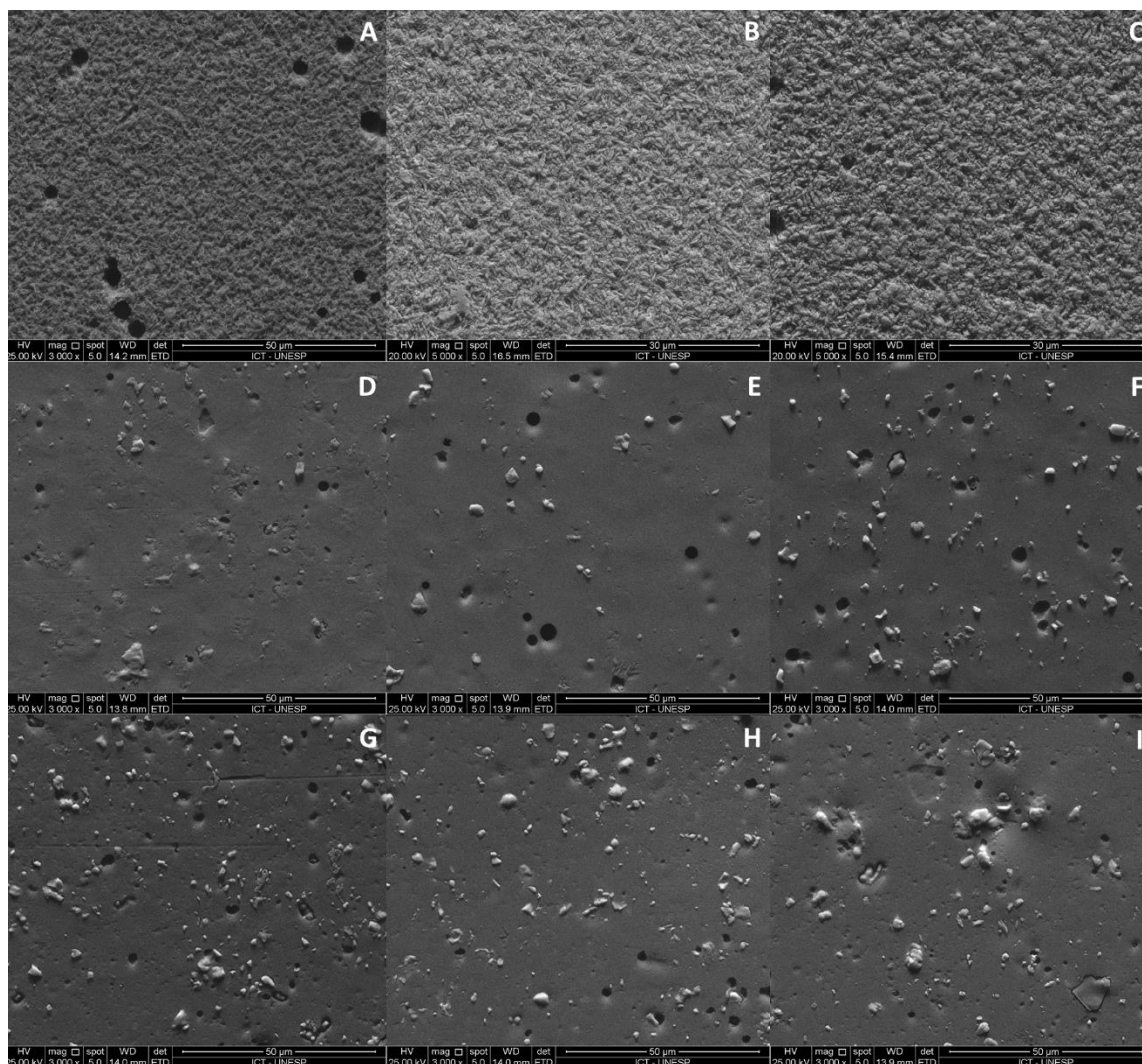


Legenda: A) CEII; B) CEIV; C) CEVI; D) CRII. E) CRIV; F) CRVI.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Quando observadas por microscopias, as superfícies das amostras caracterizadas indicam que essas são em grande parte homogêneas, mas possuem alguns defeitos que surgem durante a aplicação da mesma pela técnica incremental do pincel (Figura 19).

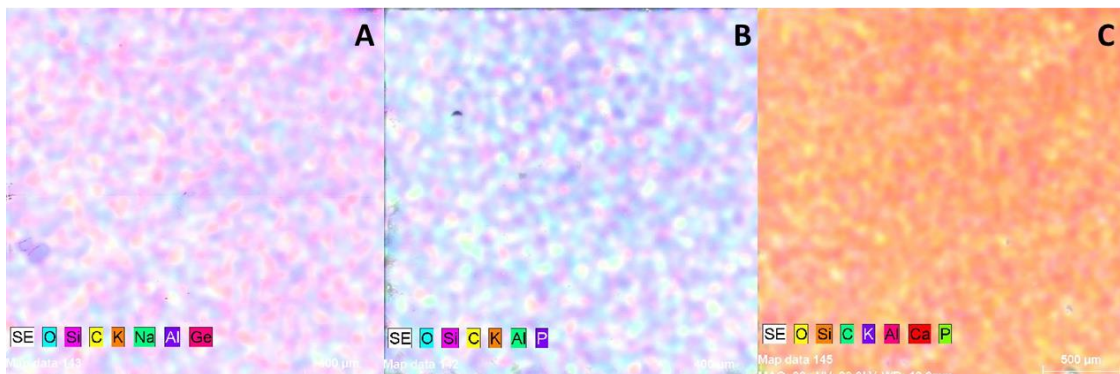
Figura 19 – Micrografias da superfície das amostras de todos os grupos após condicionamento ácido (3000x)



Legenda: A) COII; B) COIV; C) COVI; D) CEII; E) CEIV; F) CEVI; G) CRII; H) CRIV; I) CRVI.
Fonte: Elaborada pelo autor.

As imagens da Figura 20 são os *mappings* realizados nas superfícies de uma amostra de cada tipo de caracterização (CO, CE e CR). Analisando-as é possível observar que a superfícies das amostras, dos diferentes grupos, são um tanto quanto similares.

Figura 20 - Imagens de disposição/mapeamento (*mapping*) dos elementos químicos na superfície dos diferentes grupos

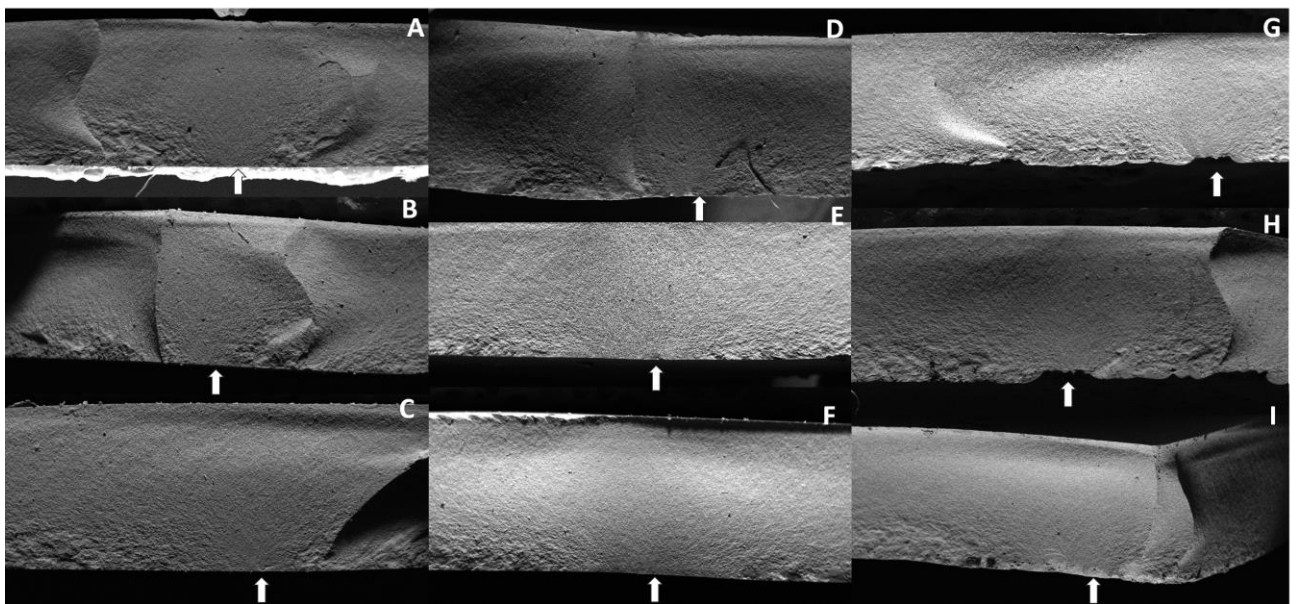


Legenda: a) COIV; b) CEIV; c) CRIV.

Fonte: Elaborada pelo autor

As análises fractográficas em MEV só foram possíveis de serem realizadas para as amostras fraturadas nos testes monotônicos (Figura 21). Nas amostras fadigadas fraturadas o pistão promoveu defeitos na superfície que impediu encontrar a origem das falhas e até mesmo como ela se propagou (Figura 22).

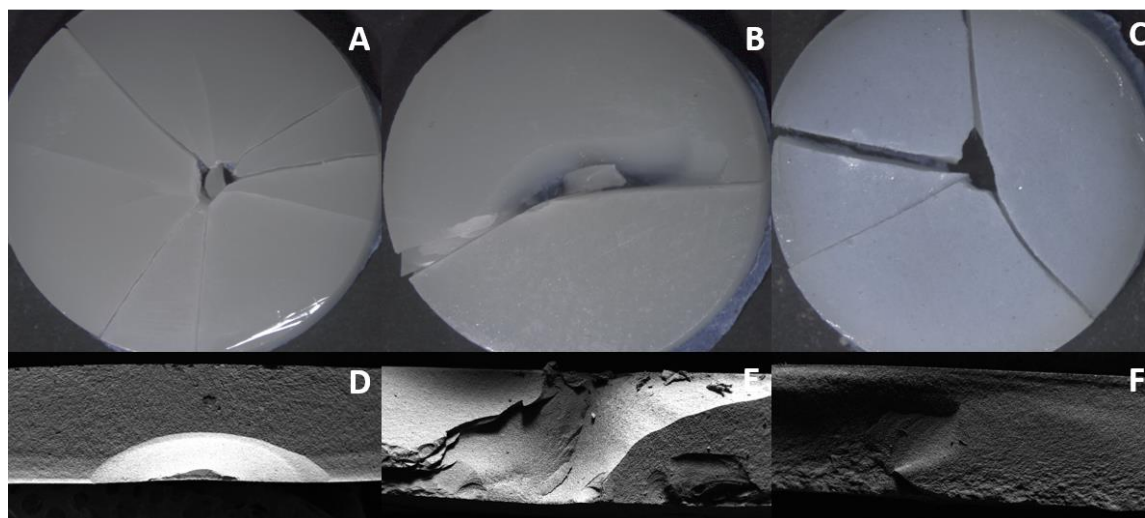
Figura 21 – Imagens representativas das análises fractográficas realizadas nas amostras testadas pela flexão biaxial.



Legenda: Imagens de MEV com 80X de magnificação dos grupos COII (A), COIV (B), COVI (C), CEII (D), CEIV (E), CEVI (F), CRII (G), CRIV (H) e CRVI (I) indicando que a fratura sempre se originou (setas brancas) do lado de tração.

Fonte: Elaborada pelo autor

Figura 22 – Falhas catastróficas das amostras após o teste de fadiga



Legenda: Imagens de estereomicroscopia (5x) (A, B e C) e MEV (80x) (D, E e F) mostrando os defeitos causados pelo pistão na superfície das amostras que falharam pelo teste de fadiga, tornando inviável a identificação dos padrões de fratura.

Fonte: Elaborada pelo autor

5.9 Nanodureza

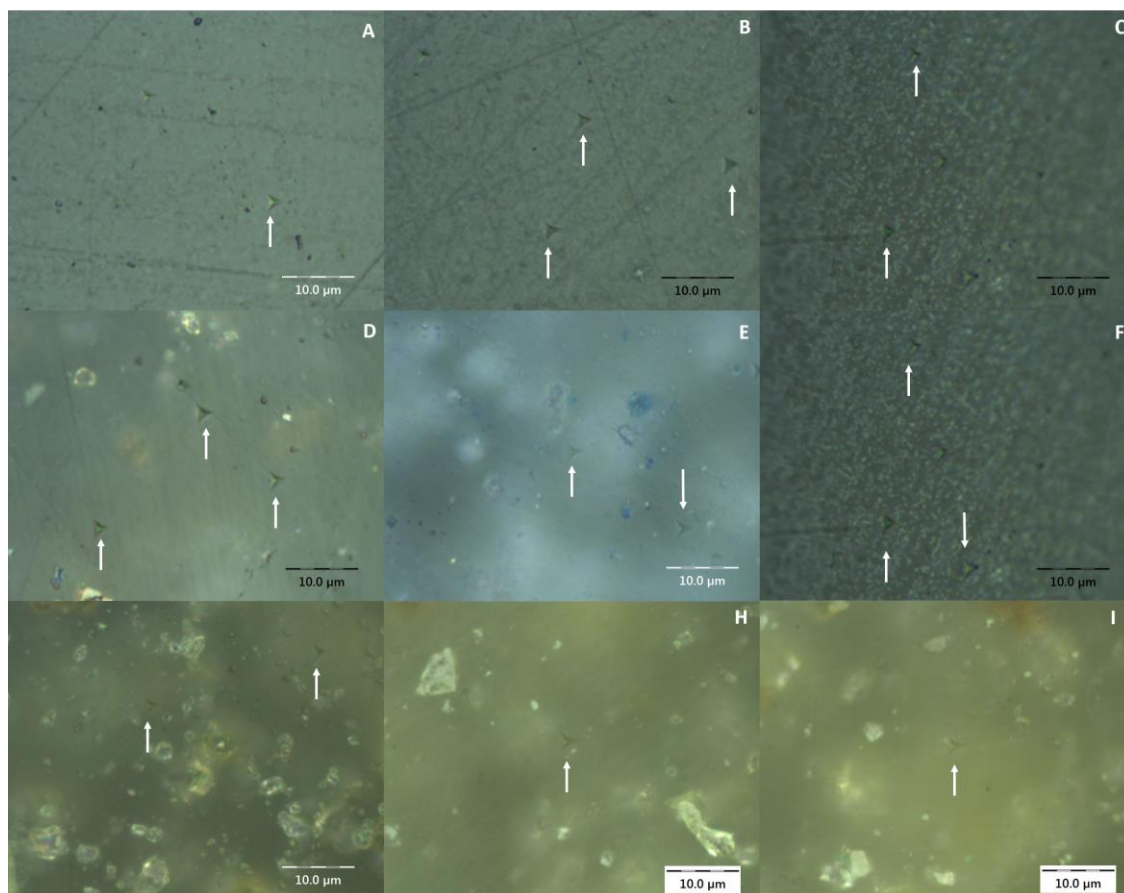
Os valores médios obtidos para nanodureza Vickers (H_v) (Figura 23) estão expostos na Tabela 9. Esses indicam não haver diferença estatística dos dados obtidos nos diferentes grupos.

Tabela 9 – Valores médios e desvio padrão de nanodureza Vickers (H_v). As letras maiúsculas e minúsculas indicam não haver diferenças estatística entre os grupos analisados ($p = 0,04$)

	CO	CE	CR	p-valor
II	785,03 ± 31,41 Aa	743,99 ± 33,23 Aa	794,66 ± 72,53 Aa	0,10
IV	794,54 ± 56,24 Aa	729,36 ± 41,36 Aa	787,22 ± 45,92 Aa	0,65
VI	804,98 ± 82,47 Aa	744,08 ± 38,98 Aa	771,23 ± 90,51 Aa	0,26
p-valor	0,78	0,66	0,47	

Fonte: Elaborada pelo autor

Figura 23 – Imagens microscópicas mostrando as identificações realizadas para aferição da nanodureza Vickers dos diferentes grupos



Legenda: A) COII; B) COIV; C) COVI; D) CRII; E) CRIV; F) CRVI; G) CEII. As setas indicam as identificações utilizadas na mensuração da nanodureza.

Fonte: Elaborada pelo autor.

6 DISCUSSÃO

Essa discussão foi dividida em alguns tópicos para melhor compreensão.

6.1 Propriedades físicas

O conhecimento das propriedades físicas de um material restaurador está intimamente relacionado aos resultados estéticos e a longevidade da mesma (Acar et al., 2016). Acar et al. (2016) afirmaram que mesmo após envelhecimento térmico e testes de machamento, o dissilicato de lítio, apresentou uma estabilidade de cor satisfatória, mas a quantidade de queimas dessa cerâmica não havia sido um fator de estudo desses autores.

Idealmente, as queimas de uma cerâmica não deveriam interferir nas características de uma restauração (Aurélio et al., 2017). Entretanto, percebemos em nossa pesquisa que todos os grupos apresentaram um ΔE indicativos de alteração de cor perceptível ($E_{00} > 0,8$). Contudo, essas alterações de cor só foram clinicamente inaceitáveis ($\Delta E_{00} > 1,8$) (Paravina et al., 2015) após a sexta queima do dissilicato de lítio sem caracterização (CO 2x-6x), bem como após a quarta e sexta queimas das amostras caracterizadas com e-Max Ceram (CE 2x-4x e CE 2x-6x). É provável que essa alteração significativa de cor no grupo CE ocorreu devido essa camada de caracterização extrínseca ser predominantemente amorfa, composta principalmente por fluorapatita e carbonato de cálcio, como observado pelo Raman e o DRX dessa presente pesquisa, bem como por dados do trabalho de Zhang et al. (2017). Aurélio et al. (2017) sugerem que, dependendo do regime da queima adotada, os óxidos metálicos responsáveis pela cor do material podem tornar-se instáveis e alterar as propriedades ópticas do mesmo. Visto isso, não parece aconselhável realizar várias queimas para correção de cerâmicas caracterizadas com e-Max Ceram.

Em trabalho atual, Aurélio et al. (2017) realizaram, após a primeira queima de cristalização do dissilicato de lítio sem nenhum tipo de caracterização, uma queima

adicional de cinco minutos simulando a queima do glaze ou uma queima de glaze estendida de quinze minutos e observaram que esses tratamentos térmicos também não geraram uma alteração de cor maior que o limite de aceitabilidade clínica.

Nessa pesquisa a alteração de cor foi calculada pelo ΔE_{00} , uma atualização do ΔE_{ab} , que é considerado mais adequado pois tem melhor correlação com a percepção do olho humano do que a anterior (Lawson, Burgess, 2015). Porém estudos anteriores, os quais realizaram até cinco queimas de dissilicato de lítio prensado [e-Max Press (Dong-Dong et al., 2015; Ozturk et al., 2008) e Empress 2 (Gozneli et al., 2013)] utilizaram ΔE_{94} e também obtiveram resultados dentro da escala de aceitabilidade ($\Delta E_{94} < 2,7$). Apesar desses resultados não serem diretamente comparáveis com os da nossa pesquisa, também indicam uma estabilidade de cor da cerâmica de dissilicato de lítio quando queimada poucas vezes.

Apesar de não possuir uma adequada estabilidade de cor, o grupo CE apresentou uma boa estabilidade da translucidez, pois a quantidade de queimas não influenciou nessa propriedade. O mesmo aconteceu no grupo CR, o qual demonstrou uma adequada estabilidade das duas propriedades físicas estudadas, podendo, com uma habilidade técnica, ser melhor controlado e utilizado para a confecção de restaurações indiretas. Já para o grupo CO houve aumento significativo na translucidez após a sexta queima, o que, caso não desejado, pode ser uma consequência desfavorável das várias queimas de caracterização/correção de uma restauração cerâmica. Não foram encontrados dados na literatura para confrontar esses resultados, apenas um estudo (Dong-Dong et al., 2015) demonstrou que até a quinta queima de uma cerâmica de dissilicato de lítio prensada, não haver uma alteração significativa em translucidez, mas por serem cerâmicas de fabricação e composição diferentes os resultados não podem ser diretamente confrontados.

Conduto, nota-se que apesar de promover uma melhor estabilidade da translucidez, a aplicação de uma camada de caracterização extrínseca torna a amostra mais opaca, sendo o e-Max Crystall Shade (CR) menos translucido do que o e-Max Ceram (CE), o que provavelmente acontece porque aquela maquiagem possui potássio alumínio silicato, um composto naturalmente opaco. Essa informação foi retirada do DRX, com o auxílio dos compostos obtidos em EDS. Portanto, como dito anteriormente, os resultados do DRX corroboram com a

literatura, nos quais é possível observar uma composição predominantemente amorfa na camada de e-Max Ceram (Zhang et al., 2017) e picos de dissilicato de lítio nas amostras controle, independente do tipo de tratamento térmico realizado (Alão et al, 2017; Aurélio et al., 2017; Gorman et al., 2014; Gozneli et al., 2013; Zhang et al., 2017).

6.2 Propriedades mecânicas

Assim como para as propriedades físicas, é necessário aferir se os diferentes tipos de caracterização e a quantidade de queimas interferem nas propriedades mecânicas do dissilicato de lítio (Aurélio et al. 2017), por isso testes de resistência máxima e fadiga foram realizadas nesse estudo.

Por meio dos resultados do teste de resistência máxima notou-se que a quantidade de queimas não foi um fator capaz de influenciar significativamente na resistência dos grupos testados, contudo foi verificada uma tendência de aumento dessa resistência devido a uma maior quantidade de queimas para o dissilicato de lítio CAD. Mesmo em outras condições, Aurélio et al. (2017) relatou que um tempo de queima estendido promoveu uma propagação reduzida de fissuras em cerâmicas vítreas CAD, o que, segundo os mesmos autores, aumentam a resistência a fratura. Já para o dissilicato de lítio prensado, a literatura mostra que apesar de também não haver diferenças significativas na resistência máxima após diferentes quantidades de queimas/reinjeções, parece haver uma tendência contrária ao observado nessa pesquisa, ou seja, uma queda dessa resistência com devido ao número de prensagens de uma mesma pastilha (Gorman et al., 2014; Gozneli et al. 2013).

Já a aplicação da caracterização extrínseca reduziu significativamente a resistência da cerâmica de dissilicato de lítio CAD, exceto por CR11 que foi similar a CO11. Essa queda na resistência máxima a flexão biaxial já foi relatada anteriormente por Lin et al. (2012), o qual também aplicou e-Max Ceram sobre o e-Max CAD. Esse fato pode ser justificada justamente pelo tipo e composição do material de caracterização extrínseca aplicado sobre a cerâmica, os quais possuem resistência

inferior ao dissilicato de lítio (Belli et al., 2014; Lin et al., 2012; Zhang et al., 2017). Como dito anteriormente o e-Max Ceram é comprovadamente (Zhang et al., 2017) um material mais amorfo quando comparado ao e-Max Crystall Shade e, principalmente, ao e-Max CAD. O que também explica os maiores valores de resistência máxima dos grupos CR quando comparados a CE. Além disso, as microscopias Raman e eletrônica de varredura, nos indicam que a interface entre o dissilicato de lítio CAD e o material de caracterização extrínseca é melhor quando utilizado o e-Max Crystall Shade, pois parece haver realmente uma interação entre as duas camadas, diferentemente do e-Max Ceram que parece apenas se sobrepor ao dissilicato de lítio, sem alguma interligação com a cerâmica.

Mesmo que os resultados da resistência máxima a flexão biaxial seja um bom critério para comparar propriedades mecânicas entre materiais diferentes, sabe-se que clinicamente as restaurações cerâmicas falham sob fadiga, devido a tensões cíclicas repetitivas de intensidades até abaixo da resistência máxima do material (Aurélio et al., 2018; Beli et al., 2014; Nawafleh et al., 2016; de Pinho Barcellos et al., 2018). A diferença dos valores dos testes monotônicos para os de fadiga mostraram degradação significativa da resistência de todos os grupos testados. Segundo Beli et al. (2014) essa queda da resistência é previsível e altamente dependente da composição e microestrutura, o que justifica os valores significativamente menores para os grupos CE comparados aos CR. Após a fadiga, a queda de resistência daqueles grupos os quais possuíam hidroxiapatita na superfície foi percentualmente maior (33 a 40%) do que os que estes que apresentam uma menor quantidade de vidro amorfo dentre todos os grupos (20 a 28%).

Para os grupos controle a queda da resistência gerada pela fadiga foi a maior (34 a 46%), mas, independente do número de queimas, obtiveram valores similares aos grupos CRII e CRIV, sendo apenas inferiores a CRVI. Esses resultados indicam que o e-Max Crystall Shade apresentou-se como a melhor opção de caracterização extrínseca para restaurações monolíticas de dissilicato de lítio, apresentando resistência a fadiga bem próximas e até superiores as amostras não caracterizadas, diferentemente do que aconteceu para o teste monotônico.

O método staircase, utilizado nessa pesquisa para determinação da falha em fadiga, tem sido bastante utilizado para estimar o limite de resistência em fadiga de materiais cerâmicos (Aurélio et al., 2018; Monteiro et al., 2017; Monteiro et al., 2018;

Nishioka et al., 2018), mas não existe apenas um método padronizado para realização desse teste. A quantidade de ciclos, a frequência, a porcentagem da carga inicial e dos incrementos utilizados no teste variaram nos trabalhos prévios. Quanto a frequência, Kelly et al. (2010) sugeriram que essa demonstra uma relativa baixa influência nos resultados, afirmando que os testes podem ser realizados em até 20 Hz. Nessa pesquisa um valor menor que 20 Hz e comparativamente mais próximo a frequência real da mastigação, a qual é próxima a 0,5 Hz (DeLong, Douglas, 1983), foi adotado (5Hz) para otimizar o tempo de aplicação da metodologia. A carga inicial correspondente a 50% da resistência monotônica e um incrementode de 5% também são padrões já descritos na literatura (Aurélio et al., 2018).

As análises fractográficas ajudaram a reconhecer a origem da fratura nas amostras de cada grupo submetidos aos testes monotônicos. Como esperado, as falhas sempre se iniciam próxima a superfície submetida a tensão de tração durante o teste de flexão biaxial monotônico ou de fadiga (Ankyu et al., 2016; Aurélio et al., 2018; Nishioka et al., 2018). O que validam os resultados, pois as as fraturas não ocorreram devido a altas tensões na superfície de contato entre o disco e o pistão. Nas amostras nas quais os valores de resistência foram menores, como as caracterizadas por e-Max Ceram, os sinais de origem e propagação das fraturas foram mais suaves que os demais.

6.3 Características superficiais

Mesmo a dureza sendo uma propriedade mecânica (Ozdogan, Duymus, 2018), ela está nessa discussão colocada no tópico de características superficiais por sua associação com o desgaste do dente antagonista, que por sua vez pode afetar no sucesso de uma reabilitação (Homaei et al., 2016). O valor típico de dureza do esmalte está na faixa de 300 a 600 Hv (Homaei et al., 2016). Portanto, uma cerâmica que possua valor superiores a esse podem ser capazes de desgastar um dente antagonista natural (Homaei et al., 2016).

Os valores encontrados nessa pesquisa mostram não haver diferença de dureza entre os grupos analisados. Mas esses valores apresentaram-se um pouco superiores aos encontrados pela literatura para o e-Max CAD e e-Max Ceram, o que pode ser atribuído ao tipo de teste realizado (Figueiredo-Pina et al., 2016; Homaei et al., 2016; Ozdogan, Duymus, 2018; Zhang et al., 2017). Isso pode ser justificado pois nesse trabalho foram realizadas nanoindentações para aferição dessa propriedade, enquanto a maioria dos trabalhos na literatura fizeram microindentações (Figueiredo-Pina et al., 2016; Homaei et al., 2016; Ozdogan, Duymus, 2018; Zhang et al., 2017). Alguns desses estudos (Figueiredo-Pina et al., 2016; Zhang et al., 2017) relatam um desgaste mais acentuado do dente antagonista quando a aplicada a cerâmica de fluorapatita para pigmentação em comparação com o grupo controle. Visto que os valores de duzera encontrados aqui para todos os grupos foram semelhantes estatisticamente, esse desgaste pode também estar relacionado com a rugosidade das amostras (Bativaia et al., 1987; Denry, 2013).

A escolha do parâmetro de rugosidade superficial média (Ra) nessa pesquisa baseou-se em seu uso freqüente para caracterização da textura da superfície em trabalhos previamente publicados (Alão et al., 2017; Aurélio et al., 2018; Figueiredo-Pina et al., 2016; Vichi et al., 2018; Yuan et al., 2018), permitindo a realização de comparações.

Nossos resultados indicam que apesar de não serem estatisticamente diferentes, os valores de rugosidade de CE são superiores aos de CO, o que ajuda a justificar esse desgaste encontrados pelos trabalhos anteriores (Figueiredo-Pina et al., 2016; Zhang et al., 2018). Podendo também sugerir que os grupos CR não foram satisfatórios no quesito rugosidade, apresetando os maiores valores dentre os grupos. Essa maior rugosidade pode ser provocada pela maior viscosidade desse material em comparação com o e-Max Ceran. Isso foi observado até mesmo durante a aplicação das caracterizações nas amostras e deve ser aperfeiçoado para sua melhor utilização clínica.

Para todos os grupos, pode-se notar um aumento dessa rugosidade após a quarta queima, sendo esses resultados significativos nos grupos CO e CE. Os repetidos processos de queima em alta temperatura podem ter induzido a deformação térmica do material cerâmico, o que pode não ter prejudicado a resistência mecânica, porém, aumentaram ligeiramente a rugosidade, o que pode

inferir num no acúmulo de biofilme bacteriano (Alão et al., 2017) e em uma inflamação periodontal (Yuan et al., 2018). Além disso, superfícies mais ásperas podem aumentar a capacidade de coloração dos materiais restauradores (Yuan et al., 2018).

Mesmo com todos os testes realizados nesse estudo, sugere-se que mais aproximações clínicas sejam realizadas, como biodegradação das amostras para analisar o efeito da caracterização extrínseca na colonização bacteriana. Além disso, testes realizados com amostras anatômicas podem aproximar ainda mais os resultados laboratoriais do que ocorre clinicamente, apresentando-se como limitação dessa pesquisa.

Contudo, apesar das amostras pigmentadas com e-Max Crystall Shade terem apresentado uma rugosidade consideravelmente maior do que os outros grupos, a aplicação dessa caracterização extrínseca demonstrou boa estabilidade de cor, translucidez e adequada resistência a fadiga, tendo menor queda das propriedades mecânicas e obtendo valores próximos e/ou superiores aos dos grupos controle de cerâmica de dissilicato de lítio não caracterizada. Sugerindo, portanto, que sua utilização para pigmentação e caracterização de restaurações monolíticas de dissilicato de lítio apresentam melhor previsibilidade de resultados, apresentando-se como material mais adequado para realização da mquiagem dentre os estudados.

7 CONCLUSÃO

Os testes dessa pesquisa permitiram a obtenção das seguintes conclusões:

- a) As amostras caracterizadas com e-Max Crystall Shade (CR) apresentaram maior estabilidade de translucidez, bem como da cor após a quarta queima, quando comparadas aos grupos CE e CO;
- b) A aplicação de uma camada de e-Max Crystall Shade (CR) foi responsável por aumentar significativamente a rugosidade média (R_a) das amostras, independentemente do número de queimas;
- c) A camada de pigmento quando utilizado o e-Max Ceran (CE) demonstrou possuir fluorapatita, portanto uma maior quantidade de conteúdo amorfo em relação a camada de e-Max Crystall Shade (CR);
- d) A resistência mecânica máxima encontrada nos grupos controle (CO) foi superior aos grupos pigmentados, contudo após o teste de fadiga observou-se queda na resistência percentualmente menor para os grupos CR, tendo a resistência a fadiga similar ou superior aos grupos controle;
- e) A fractografia indicou um padrão de crescimento da trinca no qual estas se originavam na face de tração, se propagando para a face que sofreu tensão de compressão;
- f) As imagens de MEV, bem como o Raman da interface, sugerem interligação entre o e-Max Crystall Shade e o e-Max CAD, diferentemente da superposição observada com a utilização do e-Max Ceran;
- g) O teste de nanodureza demonstrou não haver diferença estatística entre os grupos.

REFERÊNCIAS*

- Acar O, Yilmaz B, Altintas SH, Chandrasekaran I, Johnston WM. Color stainability of CAD/CAM and nanocomposite resin materials. *J Prosthet Dent*. 2016;115(1):71-5.
- Alao AR, Stoll R, Song XF, Abbott JR, Zhang Y, Abduo J, et al. Fracture, roughness and phase transformation in CAD/CAM milling and subsequent surface treatments of lithium metasilicate/disilicate glass-ceramics. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2017;74:251-60.
- Ankyu S, Nakamura K, Harada A, Hong G, Kanno T, Niwano Y, et al. Fatigue analysis of computer-aided design/computer-aided manufacturing resin-based composite vs. lithium disilicate glass-ceramic. *Eur J Oral Sci*. 2016 Aug;124(4):387-95.
- Aurélio IL, Fraga S, Dorneles LS, Bottino MA, May LG. Extended glaze firing improves flexural strength of a glassceramic. *Dent Mater*. 2015;31:316–24.
- Aurélio IL, Dorneles LS, May LG. Extended glaze firing on ceramics for hard machining: Crack healing, residual stresses, optical and microstructural aspects. *Dent Mater*. 2017 Feb;33(2):226-40.
- Aurélio IL, Prochnow C, Guilardi LF, Ramos GF, Bottino MA, May LG. The effect of extended glaze firing on the flexural fatigue strength of hard-machined ceramics. *J Prosthet Dent*. 2018 Jun 28. pii: S0022-3913(18)30105-7.
- Bativala F, Weiner S, Berendsen P, Vincent GR, Ianzano J, Harris WT. The microscopic appearance and effect of toothbrushing on extrinsically stained metal-ceramic restorations. *J Prosthet Dent* 1987;57:47-52.
- Belli R, Geinzer E, Muschweck A, Petschelt A, Lohbauer U. Mechanical fatigue degradation of ceramics versus resin composites for dental restorations. *Dent Mater*. 2014 Apr;30(4):424-32.
- Caneppele, TMF, Borges AB, Torres CRG. Effects of dental bleaching on the color, translucency and fluorescence properties of enamel and dentin. *The European Journal of Esthetic Dentistry*. 2013; 8(2)198-210.
- Cardelli P, Serafini N, Sinjari B, Murmura G, Özcan M. Reliability Analysis of Lithium Disilicate Crowns: Effect of Veneering and Milling Production Workflow. *J Prosthodont*. 2016 Dec;25(8):623-8.
- Cho SH, Nagy WW, Goodman JT, Solomon E, Koike M. The effect of multiple firings on the marginal integrity of pressable ceramic single crowns. *J Prosthet Dent*. 2012 Jan;107(1):17-23.
- Collins JA. *Failure of materials in mechanical design*. 2. ed. Ohio: Wiley Interscience; 1993.

* Baseado em: International Committee of Medical Journal Editors Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical journals: Sample References [Internet]. Bethesda: US NLM; c2003 [atualizado 04 nov 2015; acesso em 25 jun 2017]. U.S. National Library of Medicine; [about 6 p.]. Disponível em: http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.htm

Della Bona A, Anusavice KJ. Microstructure, composition and etching topography of dental ceramics. *Int J Prosthodont*. 2002;15(2): 159-67.

DeLong R, Douglas WH. Development of an artificial oral environment for the testing of dental restoratives: bi-axial force and movement control. *J Dent Res*. 1983 Jan;62(1):32-6.

Denry I. How and when does fabrication damage adversely affect the clinical performance of ceramic restorations? *Dent Mater*. 2013 Jan;29(1):85–96.

Dixon WJ, Mood AM. A Method for Obtaining and Analyzing Sensitivity Data. *Journal of the American Statistical Association*. 1948 Mar;43(241):109-26.

Dong-Dong Q, Lei Z, Xiaoping L, Wenli C. [Effect of repeated sintering on the color and translucency of dental lithium disilicate-based glass ceramic]. *Hua Xi Kou Qiang Yi Xue Za Zhi*. 2015 Feb;33(1):50-3.

Figueiredo-Pina CG, Patas N, Canhoto J, Cláudio R, Olhero SM, Serro AP, et al. Tribological behaviour of unveneered and veneered lithium disilicate dental material. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2016 Jan;53:226-38.

Gonuldas F, Yilmaz K, Ozturk C. The effect of repeated firings on the color change and surface roughness of dental ceramics. *J Adv Prosthodont*. 2014 Aug; 6(4): 309-16.

Gorman CM, Horgan K, Dollard RP, Stanton KT. Effects of repeated processing on the strength and microstructure of a heat-pressed dental ceramic. *J Prosthet Dent*. 2014 Dec;112(6):1370-6.

Gozneli R, Kazazoglu E, Ozkan YK. Effects of Repeated Firings on Colour of Leucite and Lithium Di-Silicate Ceramics. *Balk J Stom*, 2013; 17:122-7.

Gracis S, Thompson VP, Ferencz JL, Silva NR, Bonfante EA. A new classification system for all-ceramic and ceramic-like restorative materials. *Int J Prosthodont*. 2015 May-Jun;28(3):227-35.

Homaei E, Farhangdoost K, Tsoi JKH, Matinlinna JP, Pow EHN. Static and fatigue mechanical behavior of three dental CAD/CAM ceramics. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2016 Jun;59:304-13.

Kang S, Chang J, Son H. Flexural strength and microstructure of two lithium disilicate glass ceramics for CAD/CAM restoration in the dental clinic. *Restor Dent Endod*. 2013 Aug; 38(3): 134–140

Kelly JR, Rungruanganunt P, Hunter B, Vailati F. Development of a clinically validated bulk failure test for ceramic crowns. *J Prosthet Dent*. 2010 Oct;104(4):228-38.

Kursoglu P, Karagoz Motro PF, Kazazoglu E. Translucency of ceramic material in different core-veneer combinations. *J Prosthet Dent.* 2015 Jan;113(1):48-53.

Lawson NC, Burgess JO. Gloss and Stain Resistance of Ceramic-Polymer CAD/CAM Restorative Blocks. *J Esthet Restor Dent.* 2016 Mar;28 Suppl 1:S40-5.

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 Aug;31(8):928-40.

Lin WS, Harris BT, Morton D. Trial insertion procedure for milled lithium disilicate restorations in the precrystallized state. *J. Prosthet. Dent.* 2012 Jan 107(1):59–62.

Lohbauer U, Belli R, Ferracane JL. Factors involved in mechanical fatigue degradation of dental resin composites. *J Dent Res.* 2013 Jul;92(7):584-91.

Monteiro JB, Oliani MG, Guilardi LF, Prochnow C, Rocha Pereira GK, Bottino MA, et al. Fatigue failure load of zirconia-reinforced lithium silicate glass ceramic cemented to a dentin analogue: Effect of etching time and hydrofluoric acid concentration. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2017 Jan;77:375-82.

Monteiro JB, Riquieri H, Prochnow C, Guilardi LF, Pereira GKR, Borges ALS, et al. Fatigue failure load of two resin-bonded zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics: Effect of ceramic thickness. *Dent Mater.* 2018 Mar; 24. pii: S0109-5641(17)31340-4.

Nawafleh N, Hatamleh M, Elshiyab S, Mack F. Lithium Disilicate Restorations Fatigue Testing Parameters: A Systematic Review. *J Prosthodont.* 2016 Feb;25(2):116-26.

Nishioka G, Prochnow C, Fimino A, Amaral M, Bottino MA, Valandro LF, Melo RM. Fatigue strength of several dental ceramics indicated for CAD-CAM monolithic restorations. *Braz Oral Res.* 2018 Jun; 11;32:e53.

Ozdogan A, Yesil Duymus Z. Investigating the Effect of Different Surface Treatments on Vickers Hardness and Flexural Strength of Zirconium and Lithium Disilicate Ceramics. *J Prosthodont.* 2018 Jul 1. doi: 10.1111/jopr.12939. [Epub ahead of print] PubMed PMID: 29961952.

Ozturk O, Uludag B, Usumez A, Sahin V, Celik G. The effect of ceramic thickness and number of firings on the color of two all-ceramic systems. *J Prosthet Dent.* 2008 Aug;100(2):99-106.

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 Mar-Apr;27 Suppl 1:S1-9.

de Pinho Barcellos AS, Marinho CC, Miranda JS, Amaral M, Shiino MY, Kimpara ET. Effect of fatigue protocols on flexural strength of lithium disilicate bars with clamped-ends. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2018 May;81:173-7.

Ramos Nde C, Campos TM, Paz IS, Machado JP, Bottino MA, Cesar PF, Melo RM. Microstructure characterization and SCG of newly engineered dental ceramics. *Dent Mater*. 2016 Jul;32(7):870-8.

Ritter RG. Multifunctional uses of a novel ceramic- lithium disilicate. *J Esthet Restor Dent*. 2010 Oct. 22(5):332-41.

Serbena FC, Zanotto ED. Internal residual stresses in glass-ceramics: a review. *J Non-Cryst. Solids*. 2012; 358:975–84.

Subaşı MG, Demir N, Kara Ö, Ozturk AN, Özel F. Mechanical properties of zirconia after different surface treatments and repeated firings. *J Adv Prosthodont*. 2014 Dec;6(6):462-7.

Vichi A, Fonzar RF, Goracci C, Carrabba M, Ferrari M. Effect of Finishing and Polishing on Roughness and Gloss of Lithium Disilicate and Lithium Silicate Zirconia Reinforced Glass Ceramic for CAD/CAM Systems. *Oper Dent*. 2018;43(1):90-100.

Vidotti HA, Garcia RP, Conti PC, Pereira JR, Valle AL. Influence of low concentration acid treatment on lithium disilicate core/veneer ceramic bond strength. *J Clin Exp Dent*. 2013 Oct 1;5(4):e157-62.

Yuan JC, Barão VAR, Wee A G, Alfaro MF, Afshari FS, Sukotjo C. Effect of brushing and thermocycling on the shade and surface roughness of CAD-CAM ceramic restorations. *J Prosthet Dent*. 2017 Sep 29. pii: S0022-3913(17)30417-1.

Zhang Y, Mai Z, Barani A, Bush M, Lawn B. Fracture-resistant monolithic dental crowns. *Dent Mater*. 2016 Mar;32(3):442-9.

Zhang Z, Yi Y, Wang X, Guo J, Li D, He L, Zhang S. A comparative study of progressive wear of four dental monolithic, veneered glass-ceramics. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2017 Oct;74:111-7.